

**ADSORPSI NITRAT MENGGUNAKAN BUTIRAN KITOSAN YANG
TERIKAT SILANG DENGAN TRIPOLIFOSFAT (TPP) DAN
EPIKLOROHIDRIN (ECH)**

SKRIPSI

Oleh :
RICHANATUZ ZUKHRIYAH
NIM. 15630054



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

**ADSORPSI NITRAT MENGGUNAKAN BUTIRAN KITOSAN TERIKAT
SILANG TRIPOLIFOSFAT (TPP) DAN EPIKLOROHIDRIN (ECH)**

SKRIPSI

**OLEH:
RICHANATUZ ZUKHRIYAH
NIM. 15630054**

**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
2020**

**ADSORPSI NITRAT MENGGUNAKAN BUTIRAN KITOSAN TERIKAT
SILANG TRIPOLIFOSFAT (TPP) DAN EPIKLOROHIDRIN (ECH)**

SKRIPSI

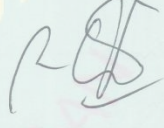
Oleh:
RICHANATUZ ZUKHRIYAH
NIM. 15630054

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 13 Mei 2020

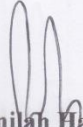
Pembimbing I


Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II


Rifatul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

Mengetahui,
Ketua Jurusan


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

**ADSORPSI NITRAT MENGGUNAKAN BUTIRAN KITOSAN TERIKAT
SILANG TRIPOLIFOSFAT (TPP) DAN EPIKLOROHIDRIN (ECH)**

SKRIPSI

Oleh:
RICHANATUZ ZUKHRIYAH
NIM. 15630054

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 13 Mei 2020

Penguji Utama : Dr. Akyunul Jannah, S.Si., M.P
NIP. 19750410 200501 2 009

(.....)

Ketua penguji : Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

(.....)

Sekretaris Penguji : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19779720 200312 2 001

(.....)

Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Richanatuz Zukhriyah
NIM : 15630054
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul : Adsorpsi Nitrat Menggunakan Butiran Kitosan Terikat Silang
Tripolifosfat (TPP) dan Epiklorohidrin (ECH)

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

Malang, 13 Mei 2020
Yang membuat pernyataan



Richanatuz Zukhriyah
NIM. 15630054

MOTTO

Selalu percaya bahwa **ALLAH** tidak akan membiarkan hambanya
SENDIRIAN.



HALAMAN PERSEMBAHAN

karya tulis yang saya buat ini, saya persembahkan kepada kedua orang tua saya yang tidak pernah mau kelihatan tidak mampu didepan anak-anaknya.

Adik –adikku Ricky dan Nanda, yang asyik abiz tapi nggak banyak membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Diriku sendiri, terimakasih telah menulis karya ini dengan pantang menyerah dan niat yang ikhlas.



KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat serta Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Adsorpsi Nitrat Menggunakan Butiran Kitosan Terikat Silang Tripolifosfat (TPP) dan Epiklorohidrin (ECH)**”. Selanjutnya penulis haturkan ucapan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya, khususnya kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan kekuatan, kesehatan, kesabaran, hidayah, semangat, serta inspirasi kepada penulis sehingga dapat terselesaikan skripsi ini.
2. Kedua orang tua tercinta Bapak Abdul Ghofur dan ibu Arifatul Kholifah yang selalu memberikan do’a, semangat, moral dan motivasi agar terus bisa mengukir prestasi.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Armeida D.R. Madjid, M.Si., Ibu Diana Candra Dewi, M.Si., Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si., M.P, Ibu Rif’atul Mahmudah, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan skripsi ini.
5. Seluruh dosen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan, pengalaman serta wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

6. Kang Aas Rukasa selaku guru besar RTD/CL Malang yang telah memberikan motivasi semangat belajar sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan lancar.
7. Sahabat-sahabat tercinta RTD/CL Nur Imroatus Solihah, Disya Cita, Rizka Birthdayani, Haidar Nazarudin, Burhanudin ronggopuro dan Muhammad Thoif serta sesepuh-sesepuh dan sahabat yang lain yang telah memberikan semangat dan motivasi dalam penulisan skripsi ini.
8. Patner dari awal penelitian sampai terselesaikan skripsi ini Rahayu Dwi Wulansari.
9. Sahabat-sahabat tercinta Syantik Sholihah Nur Imroatus Solihah, Nur Aini Wahdaniyah, Dita Amalia, Miftahul Jannah Fakhruddin, Lailatussajja, Maghfirotus Sholihah, Roisyatul Habibah, Nikmah himmatul serta sahabat kimia 2015 terkhusus kimia B yang selalu menemani serta berbagi ilmu dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini belum sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran akan penulis terima. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca khususnya dan pembaca pada umumnya.

Malang, 14 Februari 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
مستخلص	xvi
 BAB I PENDAHULUAN	
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
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nitrat (NO_3^-)	7
2.2 Kitosan	8
2.3 Modifikasi Kitosan	10
2.4 Adsorpsi	13
2.4.1 Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi	14
2.4.2 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi	16
2.4.3 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Adsorpsi	17
2.5 Spektrofotometer UV-Vis	18
2.6 Spektrofotometer FTIR	22
2.7 Scanning Electron Microscope dan Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)	24
 BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan	26
3.3 Cara Kerja	26

3.3.1 Preparasi Pembuatan Adsorben Kitosan Terikat silang TPP dan ECH	26
3.3.4 Pengukuran absorbansi Nitrat menggunakan Spektrofotometer UV-VIS	27
3.3.4.1 Pembuatan Kurva Standar Nitrat.....	27
3.3.5 Penentuan Kemampuan Adsorpsi Kitosan Terikat Silang TPP dan ECH	27
3.4 Analisis Data	29
3.5 Analisis Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer FTIR	29
3.6 Analisis Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer SEM-EDX.....	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pembuatan Adsorben Butiran Butiran	32
4.2 Analisis Kadar Nitrat dengan Asam Salisilat Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.....	38
4.3 Pengaruh pH Adsorben Nitrat (NO_3^-) Terhadap Kemampuan Adsorpsi Butiran Kitosan.....	42
4.4 Pengaruh Konsentrasi Adsorben Nitrat (NO_3^-) Terhadap Kemampuan Adsorpsi Butiran Kitosan	43
4.5 Pengaruh Waktu Kontak Adsorben (NO_3^-) Terhadap Kemampuan Adsorpsi Butiran Kitosan.....	45
4.6 Karakterisasi Butiran Kitosan Sebelum dan Setelah Adsorpsi dengan Spektrofotometer FTIR.....	47
4.7 Pemanfaatan Butiran Kitosan Dalam Perspektif Islam.....	48
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	52
5.2 Saran	52
DAFTAR PUSTAKA.....	54
LAMPIRAN.....	58

DAFTAR GAMBAR

2.1 Gambar Struktur Nitrat	7
2.2 Gambar Struktur Kitosan	9
2.3 Gambar Struktur Kitosan Terikat Silang Tripolifosfat dan Epiklorohidrin .	13
2.4 Gambar Efek pH pada Adsorpsi Nitrat dengan Butiran Kitosan	15
2.5 Gambar Efek Waktu Kontak pada Nitrat oleh Kitosan Terikat Silang N, N, N Trietil Amonium	16
2.6 Gambar Efek Konsentrasi pada Nitrat oleh Kitosan Terikat Silang N,N,N Trietil Amonium	17
2.7 Gambar reaksi antara nitrat dengan asam salisilat dan NaOH	21
2.8 Gambar spectra IR kitosan, butiran kitosan sebelum dan sesudah adsorpsi.	23
2.9 Gambar SEM butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH	24
4.1 Gambar Proses Protonasi Kitosan.....	30
4.2 Gambar Larutan hasil campuran kitosan dengan asam asetat.....	30
4.3 Gambar reaksi kitosan dengan TPP	31
4.4 Gambar Butiran Kitosan Kering	32
4.5 Gambar Hasil Karakterisasi FTIR kitosan dan butiran kitosan	32
4.6 Gambar Hasil karakterisasi SEM butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH dengan perbesaran 150x, 400x, dan 2000x.....	34
4.7 Gambar mekanisme reaksi asam 5-nitrosalisilat	36
4.8 Gambar Panjang gelombang maksimum asam salisilat dan nitrat.....	37
4.9 Gambar Hasil Kurva Kalibrasi Nitrat	38
4.10 Gambar Kurva Hubungan variasi pH dengan kapasitas adsorpsi	39
4.11 Gambar Kurva variasi konsentrasi nitrat denga kapasitas adsorpsi.....	41
4.12 Gambar Kurva adsorpsi nitrat oleh butiran kitosan dengan variasi waktu kontak	42
4.13 Gambar Hasil karakterisasi FTIR butiran kitosan.....	43
Lampiran 6. Gambar FTIR Butiran Kitosan	71
Lampiran 7. Gambar SEM Butiran Kitosan	72
Lampiran 9. Gambar tingkatan warna dan panjang gelombang spektrofotometer visibel	73

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil Uji EDX Butiran Kitosan 35
Lampran 8. Tabel Hasil EDX Butiran Kitosan 73



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan 52

Lampiran 2. Diagram Alir 53

Lampiran 3. Perhitungan 57

Lampiran 4. Data Hasil Adsorpsi Butiran Kitosan 60

Lampiran 5. Dokumentasi 69

Lampiran 6 Gambar FTIR Butiran Kitosan 71

Lampiran 7 Gambar SEM Butiran Kitosan 72

Lampiran 8 Tabel Hasil EDX Butiran Kitosan 73



ABSTRAK

Zukhriyah, R. 2020. Adsorpsi Nitrat Menggunakan Butiran Kitosan Terikat Silang Tripolifosfat (TPP) dan Epiklorohidrin (ECH). Pembimbing I: Elok Kamilah Hayati, M.Si; Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH, Nitrat, FTIR

Kitosan memiliki gugus amina ($-NH_2$) yang dapat berperan efektif dalam proses adsorpsi nitrat. Kapasitas adsorpsi serta stabilitas kitosan akan meningkat dengan cara memodifikasi kitosan dalam bentuk butiran. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh pH, waktu kontak serta konsentrasi nitrat dengan butiran kitosan termodifikasi dan mempelajari karakteristik dari butiran kitosan termodifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR.

Butiran kitosan termodifikasi dibuat dengan cara melarutkan kitosan dalam asam asetat 5%, kemudian di ikat silangkan dengan tripolifosfat (TPP) serta epiklorohidrin (ECH) yang akan digunakan untuk bahan adsorben pada salah satu kontaminan air yaitu nitrat. Adsorbat nitrat dibuat dengan variasi pH yaitu 3, 4, 5, 6, 7, 8, dan 9, variasi waktu kontak yaitu 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 180 menit, 360 menit, 1440 menit dan 2520 menit, serta variasi konsentrasi yaitu, 300, 500, dan 900 ppm. Nitrat yang telah teradsorpsi menggunakan butiran kitosan termodifikasi, dianalisis menggunakan spektrofotometer UV VIS dengan cara penambahan asam salisilat dan NaOH.

Hasil dari variasi pH maksimum 6 dengan kapasitas adsorpsi sebesar 155.192 mg/g, waktu kontak maksimum terjadi pada waktu 90 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 162,980 mg/g dan pada variasi konsentrasi maksimum terjadi pada konsentrasi 900 ppm dengan kapasitas adsorpsi sebesar 106, 44 mg/g. Serta dilakukan juga pengamatan karakterisasi dari butiran kitosan sesudah proses adsorpsi, menggunakan spektrofotometer FTIR, hasilnya muncul bilangan gelombang 1468,49 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus nitrat (NO_3^-).

ABSTRACT

Zukhriyah, R. 2020. Nitrate Adsorption Using Tripolyphosphate (TPP) and Epichlorohydrin (ECH) Crosslinked Chitosan Granules Advisor I: Elok Kamilah Hayati, M.Si; Advisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Keywords: Chitosan beads croslink TPP and ECH, Nitrate, FTIR

Chitosan has an amine group ($-NH_2$) which can play an effective role in the process of adsorption of nitrates. The adsorption capacity and stability of chitosan will increase by modifying chitosan in the form of beads. The purpose of this research is to study the effect of pH, contact time and nitrate concentration with modified chitosan beads and to study the characteristics of modified chitosan beads using FTIR spectrophotometer.

Modified chitosan beads are made by dissolving chitosan in 5% acetic acid, then crosslinked with tripolyphosphate (TPP) and epichlorohydrin (ECH) which will be used for adsorbent material in one of the water contaminants, nitrate. Nitrate adsorbate is made with a pH variation of 3, 4, 5, 6, 7, 8, and 9, variations in contact time are 0 minutes, 30 minutes, 60 minutes, 90 minutes, 180 minutes, 360 minutes, 1440 minutes and 2520 minutes, as well as variations in concentration of 300, 500 and 900 ppm. Nitrates which have been adsorbed using modified chitosan beads, were analyzed using a UV VIS spectrophotometer by adding salicylic acid and NaOH.

The results of the maximum pH variation of 6 with an adsorption capacity of 155,192 mg / g, the maximum contact time occurred at 90 minutes with an adsorption capacity of 162,980 mg / g and at variations in the maximum concentration occurred at 900 ppm concentration with an adsorption capacity of 106, 44 mg / g. As well as observing the characterization of chitosan beads after the adsorption process, using FTIR spectrophotometer, the results appear wave number 1468.49 cm^{-1} which indicates the presence of nitrate groups (NO_3^-).

المستخلص

زهريه ر. ٢٠٢٠. امتزاز النترات باستخدام حبوب الشيتوزان المتشابكة مع ترايوليفوسفيت (TPP) وما جستير (ECH). تقرير نتائج البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: الوء كميله هيةى،

المجلة الثانية : رفعت المحموده ، المجلة

الكلمات الرئيسية: تعديل الشيتوزان، وما جستير ، النترات ، مقياس الطيف الضوئي

الشيتوزان لديه مجموعة أمين ($-NH_2$) والتي يمكن أن تلعب دوراً فعالاً في عملية امتزاز النترات. ستزيد قدرة الامتصاص واستقرار الشيتوزان عن طريق تعديل الشيتوزان في شكل حبيبات. كان الغرض من هذه الدراسة هو دراسة تأثير الأس الهيدروجيني ووقت الاتصال وتركيزات النترات مع حبيبات الشيتوزان المعدلة ودراسة خصائص حبيبات الشيتوزان المعدلة باستخدام مقاييس الطيف الضوئي FTIR .

تُصنع حبيبات الشيتوزان المعدلة عن طريق إذابة الشيتوزان في ٥ % من حمض الأسيتيك ، ثم يتم تشابكها مع ثلاثي فوسفات الفوسفات (TPP) وإيكلوروهيدرين (ECH) الذي سيتم استخدامه للمواد الممتزة في أحد ملوثات المياه ، النترات. يتكون نترات الامتزازات مع اختلاف الرقم الهيدروجيني ٣ و ٤ و ٥ و ٦ ، ٧ ، ٨ ، ٩ والاختلافات في وقت الاتصال هي ٠ دقيقة و ٣٠ دقيقة و ٦٠ دقيقة و ٩٠ دقيقة و ١٨٠ دقيقة و ٣٦٠ دقيقة و ١٤٤٠ دقيقة و ٢٥٢٠ دقيقة ، فضلاً عن الاختلافات في تركيز ٣٠٠ و ٥٠٠ و ٩٠٠ جزء في المليون. تم تحليل النترات التي تم امتصاصها باستخدام حبيبات الشيتوزان المعدلة باستخدام مقياس طيف الأشعة فوق البنفسجية VIS بإضافة حمض الساليسيليك و NaOH .

نتائج الحد الأقصى لتغير الرقم الهيدروجيني ٦ مع قدرة امتزاز ١٥٥ ، ١٩٢ مجم / جم ، ووقت الاتصال الأقصى حدث في ٩٠ دقيقة بسعة امتزاز ١٦٢ ، ٩٨٠ مجم / جم وفي اختلافات تركيز قصوى حدثت بتركيز ٥٠٠ م مع قدرة امتصاص ٤٢ ، ٧٨٨ مجم / جم. بالإضافة إلى مراقبة توصيف حبيبات الشيتوزان بعد عملية الامتزاز ، باستخدام مقياس الطيف الضوئي FTIR ، تظهر النتائج رقم الموجة ٦٨.٤٩ $1-\text{سم}$ الذي يشير إلى وجود مجموعات نترات (NO_3^-) .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nitrat (NO_3^-) dapat membentuk senyawa yang stabil di alam, dan merupakan unsur yang penting untuk sintesis protein, tumbuh-tumbuhan, dan hewan. Nitrat juga dapat berdampak negatif ketika konsentrasinya tinggi (≥ 10 ppm), dampaknya dapat menstimulasi pertumbuhan ganggang yang tak terbatas, sehingga air kekurangan oksigen terlarut yang akan menyebabkan kematian ikan (Fatimah, 2015). Selain itu, pada masyarakat pedesaan yang menggunakan pupuk kimia secara berlebihan (kandungan nitrat), juga dapat mencemari air di daerah pertanian yang kemudian mengalir ke sungai dan dimanfaatkan untuk kebutuhan sehari-hari (Karden, 2003). Sungai-sungai di wilayah Jakarta, mengalami pencemaran lingkungan yang kompleks dan sulit dikendalikan. Fasilitas pengolahan air limbah domestik yang kurang, mengakibatkan tercemarnya sungai oleh air limbah domestik, bahkan sungai-sungai yang diperuntukkan sebagai bahan baku air minum juga tercemar. Zat hara yang menjadi fokus perhatian pada pencemaran lingkungan ini, salah satunya adalah nitrat. Usaha pengurangan kadar pencemaran nitrat tersebut, dapat dilakukan dengan proses adsorpsi oleh material alami seperti arang aktif (Karnib dkk., 2014), Cangkang telur, kerang (Ahmad dkk., 2011), serta kitosan (Mohammad dkk., 2015).

Kitosan merupakan polimer karbohidrat alami dihasilkan dari proses deasetilasi kitin. Senyawa ini merupakan biopolimer alam yang penting, serta bersifat polikationik, sehingga dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti adsorben, baik seperti logam, penyerap zat warna tekstil, bahan pembuat kosmetik, maupun

agen antibakteri (Bhuvana, 2006). Alam semesta beserta isinya merupakan ciptaan Allah SWT. yang seharusnya dijaga dengan baik, agar terhindar dari kerusakan alam yang dapat merugikan makhluk hidup dan sekitarnya.

Allah SWT berfirman dalam surat Ali-Imran ayat: 191

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا

خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ [191]

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, tidakkah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.” (QS. 3:191).

Ayat diatas memberi hikmah dalam dua dimensi seperti hikmah material, dimana Allah SWT menciptakan bumi dan langit tidak dengan sia-sia, seperti pada cangkang hewan golongan krustase seperti kepiting yang mengandung kitosan. Kitosan merupakan ekstrak kulit binatang berkulit keras yang memiliki banyak manfaat (Sanjaya & Yuanita, 2007). Segala hal yang Allah SWT ciptakan memiliki makna maupun manfaat yang begitu besar dari hal-hal yang terlihat kecil, sekalipun seperti halnya limbah kulit udang yang selama ini dianggap sebagai limbah industri, yang ternyata mengandung kitin yang dapat diubah menjadi kitosan. Hal ini membuktikan bahwa tidak ada yang diciptakan Allah didunia ini dengan sia-sia, jika manusia mau untuk berfikir. Tafsir al Misbah mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berfikir tajam (*ulu al-albab*), yaitu orang yang berakal dan mau menggunakan pikirannya, serta mengambil faedah, hidayat, dan menggambarkan keagungan Allah. Ia yang selalu ingat Allah (berdikir) di setiap waktu dan keadaan, baik waktu ia berdiri, duduk atau berbaring. Jadi dijelaskan

dalam ayat ini bahwa *ulu al-albab* yaitu orang-orang baik laki-laki ataupun perempuan yang terus menerus mengingat Allah dengan ucapan atau hati, dalam situasi dan kondisi apapun (Shihab., 2002).

Kemampuan adsorpsi kitosan akan berkurang dalam suasana asam, karena sifat kitosan yang larut dalam larutan asam. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi dengan cara mengikat silang kitosan untuk meningkatkan ketahanan serta stabilitas kitosan dalam melakukan adsorpsi, sehingga kitosan akan tahan terhadap suasana asam (Masykur dkk., 2009). Modifikasi kitosan terbagi menjadi modifikasi fisik yang digunakan untuk meningkatkan penyerapan kitosan, dan modifikasi kimia yang berfungsi meningkatkan mekanika dan stabilitas kimia kitosan. Shu dan Zhu (2002), telah melaporkan bahwa modifikasi fisik pada kitosan, dengan tripolifosfat (TPP) akan berguna untuk pembentukan fisik kitosan menjadi butiran, karena dengan pembentukan menjadi butiran, kitosan akan memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dan akan mempercepat kinetiknya dibandingkan dengan kitosan berbentuk *flake*. Agen pengikat silang secara kimia, menggunakan Epiklorohidrin yang bermanfaat untuk meningkatkan stabilitas kimia kitosan, sehingga kitosan tidak larut dalam suasana asam (Laus dkk., 2010). Penelitian yang telah dilakukan dengan penambahan epiklorohidrin dapat meningkatkan stabilitas kimia kitosan dalam suasana asam serta membentuk pori kitosan menjadi lebih besar, sehingga daya adsorpsinya menjadi lebih besar juga (Madjid dkk., 2015). Pengujian butiran kitosan dilakukan menggunakan instrumentasi FTIR untuk membuktikan adanya pengikat silang pada kitosan, serta dilakukan analisis SEM-EDX untuk mengetahui morfologi

butiran kitosan dan mengetahui unsur-unsur yang terdapat dalam butiran kitosan.

Adsorpsi merupakan penyerapan suatu zat antara adsorbat (zat yang diserap) oleh adsorben (zat penyerap). Pemilihan metode adsorpsi disebabkan karena keefektifan, operasinya mudah, biaya murah serta regenerasinya mudah (Priadi dkk., 2014). Beberapa faktor yang mempengaruhi adsorpsi antara lain derajat keasaman (pH), dimana semakin tinggi pH maka adsorpsi akan kurang sempurna, begitu juga dengan pH rendah, sehingga adsorpsi harus dilakukan pada pH optimal. Penelitian yang dilakukan oleh Chatterjee (2009), tentang adsorpsi nitrat oleh butiran kitosan, menyatakan bahwa pada pH 3, adsorpsi berjalan secara maksimum. Selain itu, faktor waktu kontak akan menentukan proses adsorpsi. Lamanya waktu kontak, memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul zat terlarut yang teradsorpsi berlangsung lebih baik, sehingga terjadi kesetimbangan. Faktor berikutnya adalah faktor konsentrasi adsorbat yang merupakan pola penyerapan adsorpsi, dapat diketahui dengan pengujian pengaruh konsentrasi awal adsorbat, yang diharapkan semakin tinggi konsentrasinya akan memperoleh kapasitas adsorpsi lebih tinggi. Penelitian yang dilakukan oleh Sowmya (2016), tentang adsorpsi nitrat oleh kitosan terikat silang *N, N, N-Trietyl Ammonium*, diperoleh hasil maksimum adsorpsi pada pH 3, dalam waktu 15 menit serta data kinetika yang dihasilkan, sesuai dengan model kinetika pseudo orde kedua.

Penelitian yang akan dilakukan yaitu adsorpsi nitrat (NO_3^-) oleh butiran kitosan terikat silang tripolifosfat dan epiklorohidrin. Proses adsorpsi yang dilakukan menggunakan variasi pH (3-9), waktu kontak (0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit,

180 menit, 360 menit, 1440 menit, dan 2520 menit) serta pada konsentrasi adsorbat (100, 300, 500, 700, 900 ppm). Sehingga sangat penting untuk dilakukan, karena dapat mengoptimalkan kapasitas adsorpsinya. Metode yang digunakan untuk menganalisis kadar nitrat (NO_3^-) adalah metode UV-VIS untuk melihat waktu kontak, serta konsentrasi optimum serta untuk mengetahui karakterisasi dari butiran kitosan sebelum dan sesudah proses adsorpsi, menggunakan spektrofotometri FTIR.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam skripsi ini adalah,

1. Bagaimana pengaruh dari pH, waktu kontak, serta konsentrasi adsorbat nitrat menggunakan modifikasi kitosan terikat silang TPP dan ECH?
2. Bagaimana karakterisasi adsorben butiran kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH setelah mengadsorpsi nitrat menggunakan spektrofotometer FTIR?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan masalah dalam skripsi ini adalah,

1. Mengetahui pengaruh dari pH, waktu kontak, serta konsentrasi adsorbat nitrat menggunakan modifikasi kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH.
2. Mengetahui karakterisasi adsorben butiran kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH setelah mengadsorpsi nitrat menggunakan spektrofotometer FTIR.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini antara lain :

1. Sampel yang digunakan yaitu sampel buatan nitrat dari garam KNO_3 .

2. Modifikasi kitosan diikat silang dengan TPP dan ECH.
3. Analisis nitrat (NO_3^-) menggunakan metode UV-VIS.
4. Variasi pH nitrat (NO_3^-) yang digunakan adalah 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9.
5. Variasi Waktu Kontak nitrat (NO_3^-) yang digunakan selama 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 180 menit, 360 menit, 1440 menit dan 2520 menit.
6. Variasi Konsentrasi nitrat (NO_3^-) yang digunakan adalah 100, 300, 500, 700 dan 900 ppm.
7. Karakterisasi butiran kitosan terikat silang tripolifosfat dan epiklorohidrin, sebelum dan sesudah proses adsorpsi menggunakan analisis spektrometer FTIR.

1.5 Manfaat Penelitian

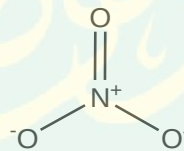
Manfaat Penelitian yang dilakukan yaitu, diharapkan dalam penelitian ini dapat memberikan alternatif modifikasi kitosan menggunakan tripolifosfat dan epiklorohidrin sebagai adsorben salah satu kontaminan air yaitu nitrat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nitrat (NO_3^-)

Nitrat (NO_3^-) merupakan bentuk utama nitrogen dan termasuk unsur hara utama bagi pertumbuhan tanaman dan algae. Nitrat dalam bentuk ion mudah bergerak di dalam tanah, karena sifatnya yang mudah sekali larut dan tidak terserap oleh koloid tanah. Nitrat juga menunjukkan bentuk kimia nitrogen yang paling mudah teroksidasi dalam sistem alam (Mukhlis dkk., 2003). Nitrat memiliki rumus kimia NO_3^- , bermuatan negatif (anion) serta sangat mudah berpasangan dengan ion bermuatan positif (kation). Ion nitrat memiliki struktur segitiga ekuilateral, dengan atom oksigen mengelilingi atom nitrogen. Nitrat tidak berasa, tidak berwarna, dan tidak berbau, sehingga keberadaannya di lingkungan hanya dapat diketahui dengan analisis (NECI, 2005 dalam Trisno N., 2006). Gambar 2.1 menunjukkan struktur nitrat (NO_3^-),



Gambar 2.1 Struktur Nitrat (Chemical and Physic Information).

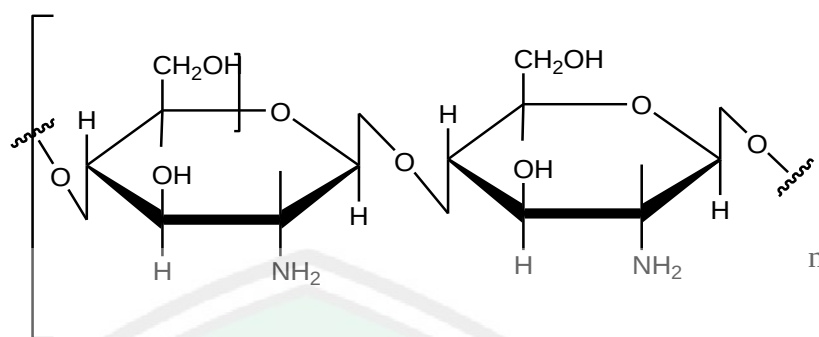
Sumber nitrat biasanya berasal dari penggunaan di industri serta penggunaan pupuk pada lahan pertanian. Ion nitrat yang terakumulasi dalam konsentrasi berlebih pada suatu perairan dapat menyebabkan tanaman air tumbuh serta berkembangbiak secara pesat (eutrofikasi). Eutrofikasi yang terjadi, menyebabkan kondisi perairan kekurangan oksigen sehingga dapat mengganggu habitat dalam perairan. Kandungan nitrat yang tinggi dalam air minum, dapat menyebabkan gangguan sistem peredaran

darah pada bayi atau dapat disebut bayi biru (*blue baby syndrome*) (Trisnawulan, 2007).

Kadar nitrat lebih dari 5 mg/liter akan menggambarkan terjadinya pencemaran antropogenik yang berasal dari aktivitas manusia dan tinja hewan. Kadar nitrat dalam air tanah dapat mencapai 100 mg/liter. Air hujan memiliki kadar nitrat sekitar 0,2 mg/liter. Selain itu, nitrat juga dapat berasal dari air limpasan daerah pertanian sebanyak 100 mg/liter (Effendi, 2003). Batas normal kadar nitrat pada air bersih, menurut Peraturan Menteri Kesehatan No. 416/1990 sebesar 50 mg/L, sedangkan pada air minum sebesar 10 mg/L (Pemkes No. 416/1990).

2.2 Kitosan

Kitosan merupakan biopolimer kedua terbesar yang terdapat di alam setelah selulosa. Kitosan banyak terdapat pada hewan seperti kerang-kerangan, molusca, dan serangga sebagai kontingen penyusun eksoskeleton (Kaban, 2007). Tang (2007), menjelaskan bahwa kitosan merupakan polimer linear yang tersusun oleh 2000-3000 monomer *N*-asetil-*D*-gluosamin dalam ikatan (1,4)-2-Amino-2-Deoksi- β -*D*-Glukosa dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$. Struktur molekulnya menyerupai selulosa (serat pada sayuran dan buah-buahan). Perbedaannya terdapat pada gugus rantai C-2 yang merupakan gugus hidroksil (OH) yang digantikan oleh amina (NH_2). Struktur kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.2, sebagai berikut:



Gambar 2.2 Struktur Kitosan (Sugita, 2009)

Penampilan dan sifat yang dimiliki kitosan, dipengaruhi oleh perbedaan kondisi seperti jenis pelarut, konsentrasi, waktu serta suhu saat proses ekstraksi. Kitosan banyak digunakan sebagai adsorben, dikarenakan biaya produksinya rendah, tidak menghasilkan limbah baru serta efektif pada konsentrasi ionik rendah (Lin et al., 2007). Selain itu, kitosan memiliki gugus amina ($-NH_2$) yang dapat berperan secara efektif dalam penyerapan ion logam transisi dan gugus hidroksil ($-OH$) yang dapat berfungsi sebagai sisi interaksi koordinasi dan elektrostatik (Wu dkk., 2001). Disamping keunggulan yang dimiliki, kitosan juga mempunyai kekurangan, yaitu memiliki sifat mekanik yang lemah (Tran dkk., 2013).

Kebanyakan kitosan dapat larut dalam larutan asam organik, seperti asam asetat, asam piruvat, asam formiat dengan pH sekitar 4, tetapi kitosan tidak larut dalam pelarut air, aseton dan kloroform. Kitosan juga tidak larut dalam H_2SO_4 dengan berbagai konsentrasi serta kelarutannya dipengaruhi oleh bobot molekul, derajat deasetilasi, dan rotasi spesifiknya yang bermacam-macam tergantung pada sumber dan metode isolasi serta transformasinya (Sugita, 2009). Salah satu kegunaan kitosan adalah sebagai adsorben, yang mana kemampuan tersebut tergantung pada derajat

deasetilasinya. Derajat deasetilasi tersebut menunjukkan jumlah gugus amino yang berikatan pada kitosan yang berasal dari proses deasetilasi gugus asetamida (Sukardjo dkk., 2011).

2.3 Modifikasi Kitosan

Modifikasi merupakan solusi terbaik untuk menghasilkan produk dengan sifat yang diinginkan untuk mengatasi kekurangan dari kitosan. Modifikasi kitosan lebih mudah dilakukan, dibandingkan dengan polisakarida lain karena gugus fungsi reaktifnya, termasuk gugus amino dan hidroksil (Rinaudo, 2006). Modifikasi kitosan terbagi menjadi modifikasi secara fisik dan secara kimia. Modifikasi kitosan yang dilakukan secara fisik melalui konversi ke dalam bentuk yang lebih teratur berdasarkan hubungan dan aplikasi yang tepat untuk digunakan dari turunannya. Kitosan termodifikasi dapat digunakan dalam beberapa bentuk, antara lain bubuk, serpihan, dan gel (manik-manik, membran, *film*, dll.) (Miretzky & Cirreli, 2009). Modifikasi secara fisik digunakan untuk memperluas rantai polimer kitosan, sehingga meningkatkan akses penyerapan internal dan juga meningkatkan mekanisme difusi serta mengurangi adanya kristal polimer (Azlan, Wansaime & Lai Ken, 2009).

Salah satu modifikasi fisik yang dilakukan adalah pembentukan ikatan silang, yang menggunakan senyawa Tripolifosfat (TPP). Shu dan Zhu (2002), telah melaporkan bahwa modifikasi fisik pada kitosan, dengan tripolifosfat (TPP) akan berguna untuk pembentukan fisik kitosan menjadi butiran, karena dengan pembentukan menjadi butiran, kitosan akan memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar dan akan mempercepat kinetiknya dibandingkan dengan kitosan berbentuk

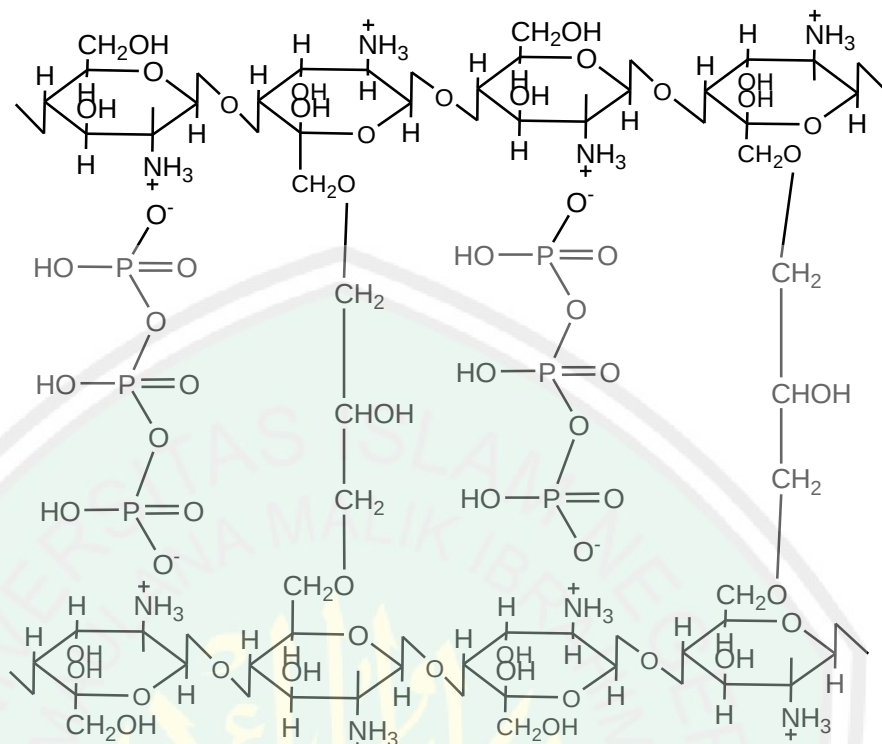
flake. Peran TPP sebagai zat pengikat silang akan memperkuat matriks nanopartikel kitosan (Yongmei & Yumin, 2003). Dengan semakin banyaknya ikatan silang yang terbentuk antara kitosan dan TPP maka kekuatan mekanik matriks kitosan akan meningkat sehingga partikel kitosan menjadi semakin kuat dan keras, serta semakin sulit untuk terpecah menjadi bagian-bagian yang lebih kecil (Wahyono, 2010). Modifikasi kitosan dengan tripolifosfat pernah dilakukan oleh Gierzewska-Druyska dan Ostrowska-Czubenko, (2008) untuk membuat membran selektif pengadsorpsi Cu(II) dan Zn(II). Kapasitas adsorpsinya dengan membran kitosan tripolifosfat lebih besar dibandingkan dengan membran kitosan tanpa modifikasi.

Kitosan juga dapat dimodifikasi secara kimia, yang mana modifikasi tersebut tidak mengubah struktur dasar kitosan, tetapi membawa derivatif baru agar sesuai dengan aplikasi yang akan digunakan (Mourya & Imandar, 2008). Hal ini dimanfaatkan untuk meningkatkan sifat adsorpsi dan kekuatan mekanik serta stabilitas kimia kitosan dalam media asam (Guibal, 2004). Metode *crosslink* (ikat silang), impregnasi dan *grafting* merupakan metode modifikasi kitosan secara kimia. Agen pengikat silang menggunakan molekul dengan minimal dua gugus fungsi reaktif, yang menghubungkan rantai kitosan menggunakan ikatan kovalen (Muhammed & Fahmy, 2012). *Grafting* merupakan suatu metode penyambungan yang di manfaatkan untuk meningkatkan potensi kitosan pada aplikasi yang berbeda seperti adsorpsi, dengan meningkatkan kepadatan kelompok fungsional (Zhou et al., 2010). Baru-baru ini impregnasi diterapkan untuk memodifikasi berbagai adsorben seperti tanah liat (Wang dan wang, 2008), biomassa (Bingol et al., 2004), serta karbon aktif

(Ahn et al, 2009) yang mampu mempengaruhi kemampuannya dalam proses adsorpsi.

Menurut Singh (2005), untuk menghindari terjadinya disolusi atau degradasi, maka digunakan suatu agen pengikat silang (*crosslink*) pada hidrogel atau butiran terhadap kitosan. Beberapa agen pengikat silang yang dapat digunakan, diantaranya adalah formaldehid, asetaldehid, gutaraldehid, epiklorohidrin dan asetat anhidrat. Penelitian yang telah dilakukan dengan penambahan epiklorohidrin (ECH) dapat meningkatkan stabilitas kimia kitosan dalam suasana asam serta membentuk pori kitosan menjadi lebih besar yang menyebabkan daya adsorpsinya lebih besar (Madjid, dkk., 2015). Dibandingkan dengan pengikat silang yang lain, kitosan yang termodifikasi dengan ECH, menunjukkan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi. Hal ini disebabkan karena, pada kelompok ECH banyak berikatan dengan -OH, sehingga proses adsorpsi tidak terganggu (Chiou & Li. 2003).

Kitosan yang terikat dengan epiklorohidrin akan membentuk ikatan kovalen dengan atom karbon dari gugus hidroksil kitosan, yang mengakibatkan pecahnya cincin epoksida dan kehilangan atom klor. Pada kitosan yang berikat silang dengan tripolifosfat, akan dapat membentuk ikatan silang ionik antara gugus amino kitosan yang bermuatan positif dan molekul tripolifosfat yang bermuatan negatif. Gambar 2.3 menggambarkan struktur kitosan termodifikasi tripolifosfat dan epiklorohidrin,



Gambar 2.3 Struktur Kitosan Termodifikasi Tripolifosfat dan Epiklorohidrin (Laus dkk., 2010).

2.4 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan pada lapisan permukaan, dimana molekul dari suatu materi terkumpul pada bagian adsorben. Desorpsi, merupakan pelepasan kembali ion/molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben. Pada adsorpsi terdapat istilah adsorben dan adsorbat. Adsorbat adalah substansi yang akan dipisahkan dari pelarutnya, sedangkan adsorben adalah media penyerapnya (Susanti, 2013).

Metode adsorpsi merupakan salah satu metode pengolahan limbah yang paling sering digunakan karena keefektifan, operasinya mudah, biaya murah serta regenerasinya mudah (Priadi dkk., 2014). Adsorben yang sering digunakan yaitu

arang aktif (Karnib dkk., 2014), Cangkang telur, kerang (Ahmad dkk., 2011), serta kitosan (Mohammad dkk., 2015). Kemampuan adsorpsi dapat ditentukan dengan menghitung kapasitas adsorpsi menggunakan persamaan (Lestari, 2016):

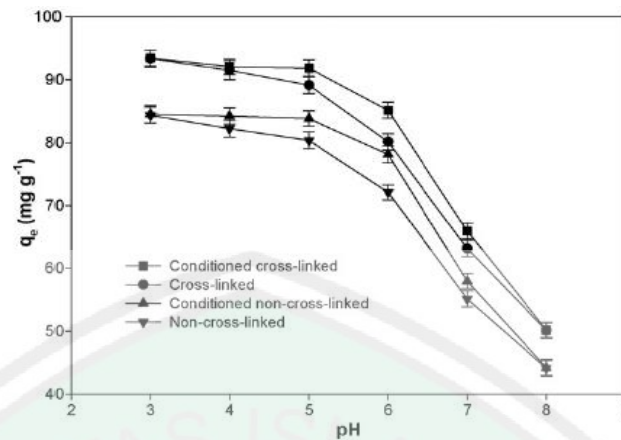
$$Q = \frac{(C_o - C_e) \times v}{m} \quad (2.1)$$

Dimana, Q merupakan kapasitas adsorpsi (mg/g), v adalah volume larutan (mL), C_o adalah konsentrasi awal larutan (mg/L), C_e konsentrasi akhir larutan (mg/L) dan m adalah massa adsorben (g). Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi adalah sebagai berikut :

2.4.1 Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi

Adsorpsi antara fasa padat-cair sangat dipengaruhi oleh pH larutan. Adsorpsi yang dilakukan pada pH tinggi cenderung memberikan hasil yang kurang sempurna, karena pada kondisi basa, terbentuk senyawa oksida dari unsur pengotor yang lebih besar, sehingga akan menutupi permukaan adsorben (Endang, 2005). Hal ini sesuai dengan pernyataan Indri dan Erika (2014), dimana ketika semakin tinggi pH, maka daya adsorpsi terhadap nitrat oleh kitosan akan menurun, sehingga didapatkan pH optimum untuk proses adsorpsinya adalah pH 3-4.

Berikut adalah hasil kurva dari efek pH pada penelitian Sudipta (2009) tentang adsorpsi nitrat :



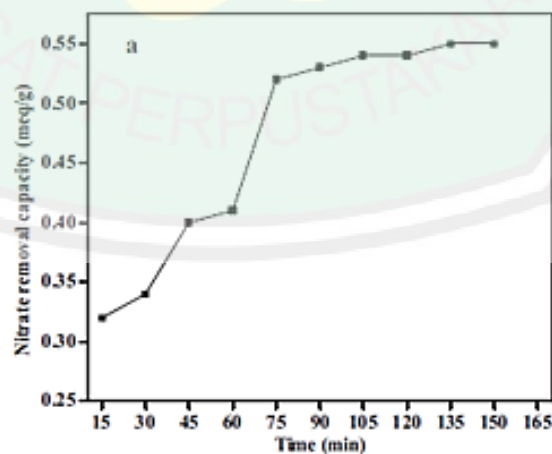
Gambar 2.4 Efek pH pada adsorpsi nitrat dengan butiran kitosan (Chatterjee, 2009).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Chatterjee (2009), tentang adsorpsi nitrat (NO_3^-) dari perairan oleh kitosan ikatan silang, dapat disimpulkan bahwa adsorpsi nitrat sangat tergantung pada pH larutan, yang dapat mempengaruhi muatan permukaan pada butiran kitosan. Pada nilai pH rendah (3-6), lebih banyak proton tersedia untuk memprotonasi gugus amina pada kitosan, tetapi nilai pH di bawah 5, hampir 90% dari gugus amina kitosan terprotonasi. Meningkatnya interaksi elektrostatis antara nitrat bermuatan negatif dan gugus amina positif kitosan, dapat menyebabkan peningkatan adsorpsi nitrat. Oleh karena itu, jumlah maksimum nitrat akan diadsorpsi pada pH 3. Pada pH netral, sekitar 50% dari total gugus amina tetap terprotonasi, serta penurunan interaksi elektrostatis antara nitrat bermuatan negatif dan positif dari kitosan, akan menghasilkan lebih sedikit nitrat yang teradsorpsi. Pada pH tinggi (>6), peningkatan konsentrasi ion hidroksida dalam larutan, menyebabkan deprotonasi gugus amina dari butiran kitosan. Hal ini akan menghasilkan efek

penolakan antara gugus amina terprotonasi, sehingga kapasitas adsorpsinya akan berkurang.

2.4.2 Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi

Waktu kontak merupakan suatu hal yang menentukan dalam proses adsorpsi. Lamanya waktu kontak dapat mempengaruhi banyaknya adsorbat yang teradsorpsi. Gaya adsorpsi molekul dari suatu zat, akan meningkat dengan meningkatnya waktu kontak adsorben dalam menyerap adsorbat yang semakin lama, hingga pada waktu tertentu adsorben berada pada titik keseimbangan dalam menyerap adsorbat (Sunarno, 2000). Waktu kontak yang lama, memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul zat terlarut yang teradsorpsi berlangsung lebih baik. Permukaan padatan yang kontak dengan suatu larutan, cenderung untuk menghimpun lapisan dari molekul-molekul zat terlarut pada permukaannya akibat ketidakseimbangan gaya-gaya pada permukaan (Syauqiyah, 2011). Berikut adalah kurva hubungan antara kapasitas adsorpsi nitrat (meq/g) dengan waktu kontak (t),

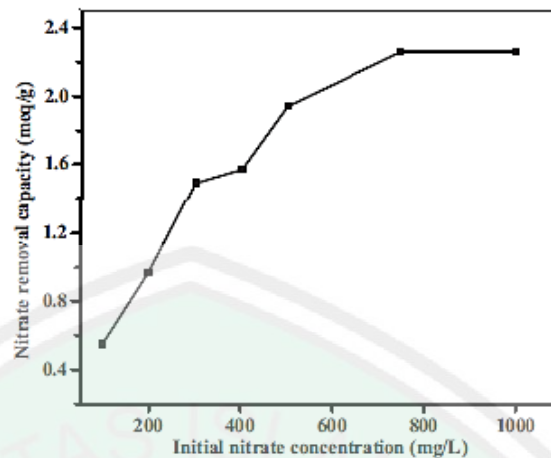


Gambar 2.5 Efek Waktu Kontak pada Nitrat Oleh Kitosan Terikat Silang *N, N, N* Trietil Amonium (Sowmya, 2016).

Berdasarkan Gambar 2.5, waktu kontak dapat mempengaruhi adsorpsi nitrat, hal ini dapat terlihat pada penelitian Sowmya (2016), tentang dekontaminasi nitrat oleh kitosan terikat silang dengan N, N, N Trietil Amonium dalam air payau, yang menyatakan bahwa kapasitas penghilang nitrat oleh kitosan terikat silang dari 100 mg/L larutan nitrat, dianalisis dengan waktu kontak 15 sampai 150 menit. Waktu maksimum yang diperlukan untuk keseimbangan kitosan terikat silang adalah 90 menit.

2.4.3 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Adsorpsi

Pengujian pengaruh konsentrasi awal suatu adsorbat, dilakukan untuk mengetahui pola penyerapannya. Semakin besar konsentrasi awal, diharapkan untuk memperoleh kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi. Hal ini dikarenakan pada konsentrasi awal yang lebih tinggi, akan memberikan kekuatan pendorong untuk mengatasi semua resistensi dari adsorbat antara fase cair dan padat, sehingga dapat meningkatkan penyerapannya (Yao et al., 2009). Selama situs aktif belum jenuh oleh adsorbat, maka kenaikan konsentrasi adsorbat akan diikuti pula dengan kenaikan jumlah adsorbat yang teradsorpsi (Utami, 2009).



Gambar 2.6 Efek Konsentrasi pada Nitrat oleh Kitosan Terikat Silang *N, N, N Trietil Amonium* (Sowmya, 2016).

Penelitian yang telah dilakukan oleh Sowmya (2016), tentang dekontaminasi nitrat oleh kitosan terikat silang *N, N, N Trietil Amonium* dalam air payau, menyatakan bahwa, untuk mengetahui kapasitas maksimum kitosan terikat silang *N, N, N Trietil Amonium*, menggunakan konsentrasi awal nitrat dari 100 sampai 1000 mg/L. Hasilnya, pada konsentrasi 750 mg/L, kapasitasnya sebesar 2,25 meq/g sedangkan dari konsentrasi 1000 mg.L, kapasitasnya sebesar 2,26 meq/g. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi, maka ion yang dihasilkan juga semakin banyak, sehingga mempengaruhi adsorpsi atau penyerapan larutan tersebut (Gambar 2.8).

2.5 Analisis Nitrat Menggunakan Spektrofotometri UV-VIS

Spektrofotometri UV-VIS merupakan teknik spektroskopi yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dan sinar tampak yang menggunakan instrument spektrofotometer. Prinsip yang digunakan pada spektrofotometri ini yaitu penyerapan sinar tampak untuk ultraviolet dengan suatu molekul, sehingga dapat

menyebabkan terjadinya eksitasi molekul dari tingkat energi dasar (ground state) ke tingkat energi yang tinggi (excited state) (Gandjar., 2007). Spektrofotometri UV-VIS digunakan untuk mengukur serapan cahaya pada daerah UV (100-200 nm) dan daerah sinar tampak (200-700 nm). Prinsip dasar analisis kuantitatif yaitu pada hukum lambert-beer.

$$A = -\log T = a.b.c$$

Dimana, A = absorbansi
T = Transmittansi
a = absorptifitas molar

Spektrofotometri UV-VIS dapat digunakan untuk uji kuantitatif dan kualitatif.

Analisis kuantitatif perlu dilakukan langkah-langkah utama dan baku yaitu :

1. Pembentukan warna (untuk pengukuran dengan sinar tampak) dan zat yang tidak berwarna, atau warna krang zat.
2. Penentuan Panjang gelombang maksimum.
3. Pembuatan kurva kalibrasi.

Komponen-komponen spektrofotometri UV-VIS terdiri dari :

1. Sumber cahaya, sebagai sumber radiasi UV digunakan lampu hydrogen (H) atau lampu deuterium (D). sedangkan sumbe radiasi tampak yang menghasilkan inframerah (IR) dapat menggunakan filamen, tungsten yang dapat menghasilkan tenaga radiasi 350-3500 nm.
2. Monokromator, radiasi yang diperoleh dari berbagai sumber radiasi adalah sinar polikromatis (banyak Panjang gelombang). Monokromator berfungsi untuk mengurai sinar menjadi monokromatis yang diinginkan.

3. Tempat sampel, dikenal dengan istilah kuvet. Kuvet ada yang berbentuk tabung (silinder) tapi ada yang berbentuk kotak. Syarat bahan yang dapat dijadikan kuvet adalah tidak menyerap sinar yang dilewatkan sumber radiasi dan tidak bereaksi dengan sampel dan pelarut.
4. Detector, berfungsi untuk mengubah tenaga radiasi menjadi arus listrik atau pengubah panas lain, serta biasanya terintegrasi dengan pencatat (printer). Tenaga cahaya yang dirubah menjadi tenaga listrik yang akan mencatat secara kuantitatif tenaga cahaya tersebut.

Seluruh molekul dapat mengabsorpsi dalam daerah UV-VIS karena mengandung electron, baik sekutu maupun sendiri yang dapat dieksitasikan ketingkat energi yang lebih tinggi. Panjang gelombang dimana absorpsi terjadi bergantung pada beberapa electron kuat itu terikat dalam molekul itu. Elektron dalam suatu ikatan kovalen tunggal terikat dengan kuat dan diperlukan ionisasi yang lebih tinggi atau Panjang gelombang pendek sitasinya (Day dan Underwod, 2002 : 388).

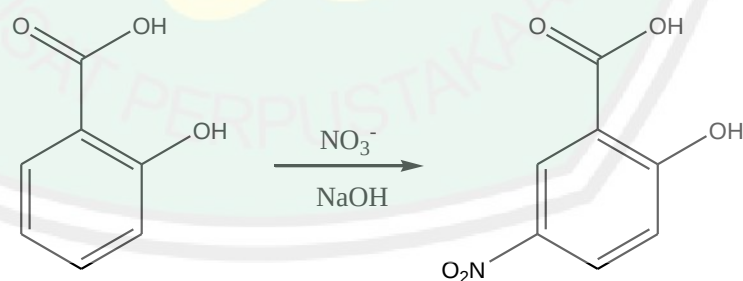
Beberapa hal yang harus diperhatikan dalam analisis spektrofotometri UV-VIS terutama untuk senyawa yang semula tidak berwarna yang akan dianalisis dengan senyawa spektrofotometri Visibel, karena senyawa tersebut harus diubah menjadi senyawa yang berwarna pembentukan molekul yang di analisis tidak menyelaap pada daerah tersebut (ibnu gholib 2012 : 252).

Spektrofotometri yang sesuai dengan pengukuran didaerah spektrum ultraviolet dan sinar tampak terdiri atas suatu sistem optic dengan kemampuan menghasilkan sinar monokromtis dalam jangkauan Panjang gelombang 200 – 800 Nm. Dengan

komponen komponen meliputi sumber sumber sinar, monokromator dan sistem optik (Ibnu Gholib 2012 : 261).

Adapun kelebihan dari metode spektrofotometri UV-VIS yaitu memerlukan peralatan dengan biaya murah sampai sedang dan mempunyai kepekaan analisis yang cukup tinggi serta banyak dipakai untuk analiis-analisis farmasi serta analisis klinik karena luasnya ragam bahan farmasi dan bahan biokimia yang menyerap radiasi sinar uv dan sinar tampak.

Analisis nitrat menggunakan metode spektrofotometri visibel yang bisa disebut juga dengan spektrofotometri sinar tampak, dimana sinar yang dihasilkan dapat dilihat oleh mata manusia. Cahaya yang dapat dilihat oleh mata manusia adalah dengan panjang gelombang 400-800 nm. Metode spektrofotometri visibel ini dilakukan menggunakan pereaksi asam salisilat dan NaOH yang akan membentuk senyawa asam 5-nitrosalisilat yang berwarna kuning. Reaksi yang dihasilkan, dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Asam salisilat

asam 5-nitrosalisilat
(Kuning)

Gambar 2.7 Reaksi antara nitrat dengan asam salisilat dan NaOH.

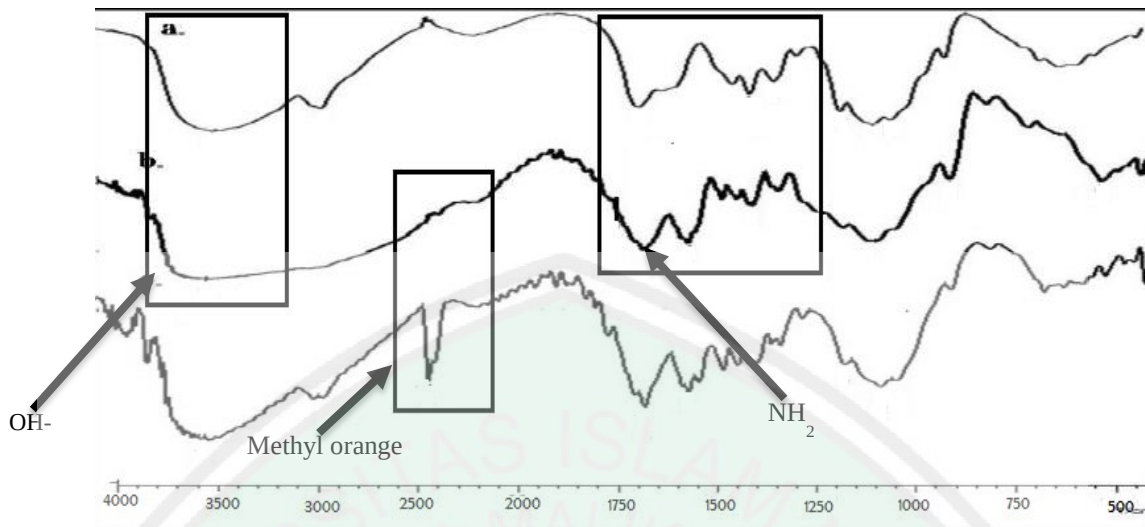
Analisis nitrat yang terjadi, didasarkan pada pembentukan turunan nitro asam salisilat, dimana asam salisilat dalam reaksi tersebut memiliki auktokrom pada strukturnya dan juga gugus kromofor. Gugus auktokrom merupakan suatu gugus fungsi dalam suatu molekul yang dapat mempengaruhi absorbansi radiasi gugus kromofor (Charke, 2015). Turunan nitro asam salisilat terbentuk dengan penambahan NaOH agar larutan berada dalam suasana basa ($\text{pH} \geq 12$) untuk membentuk kromofor dan membentuk warna kuning. Selanjutnya diukur dengan panjang gelombang maksimal 410-420 nm (Emawati, dkk, 2015 ; jana dan moktan, 2013). Kurva kalibrasi ditentukan dengan mengolah data antara konsentrasi (sumbu x) dan absorbansi (sumbu y), sehingga diperoleh persamaan regresi linier. Kurva kalibrasi memiliki nilai $R=0,995 \leq r \leq 1$ (Asra, dkk, 2017).

2.6 Spektrometer FTIR

Fourier Transform Infra-Red (FTIR) merupakan salah satu instrumen yang digunakan untuk mengetahui spektrum vibrasi molekul yang dapat digunakan untuk memprediksi struktur senyawa kimia. Terdapat tiga teknik pengukuran menggunakan FTIR, antara lain *Photo Acoustic Spectroscopy* (PAS), *Attenuated Total Reflectance* (ATR), dan *Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform* (DRIFT), yang setiap teknik memiliki karakteristik spektrum vibrasi molekul tertentu (Basley, et al., 2014). Pengujian dengan spektroskopi FTIR tidak memerlukan persiapan sampel yang rumit dan bisa digunakan dalam berbagai fase, baik fase padat, cair maupun gas. Metode spektroskopi adsorpsi ini, didasarkan pada perbedaan penyerapan radiasi inframerah oleh molekul suatu materi. Adsorpsi inframerah oleh suatu materi dapat

terjadi jika terpenuhinya dua syarat yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Martin, 2017).

Madjid, dkk. (2015) telah melakukan pengamatan perbedaan spektra vibrasi antara butiran kitosan sebelum dan sesudah di adsorpsi pada sampel pewarna *methyl orange*, hasil spektra inframerah terlihat pada gambar 2.13. Gambar tersebut adalah perbandingan antara spektra kitosan, butiran kitosan sebelum dan sesudah diadsorpsi. Perbandingan antara gambar a dan gambar b menunjukkan bahwa epiklorohidrin berikatan dengan OH⁻ dari kitosan, yang ditandai dengan penurunan intensitas dari OH⁻ pada daerah serapan 3400 cm⁻¹. Selain itu terjadi penurunan intensitas pada daerah 1250-1500 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya ikatan pada gugus NH₂ kitosan. Munculnya serapan pada 2362 cm⁻¹ menunjukkan bahwa adanya *methyl orange* dalam butiran kitosan.



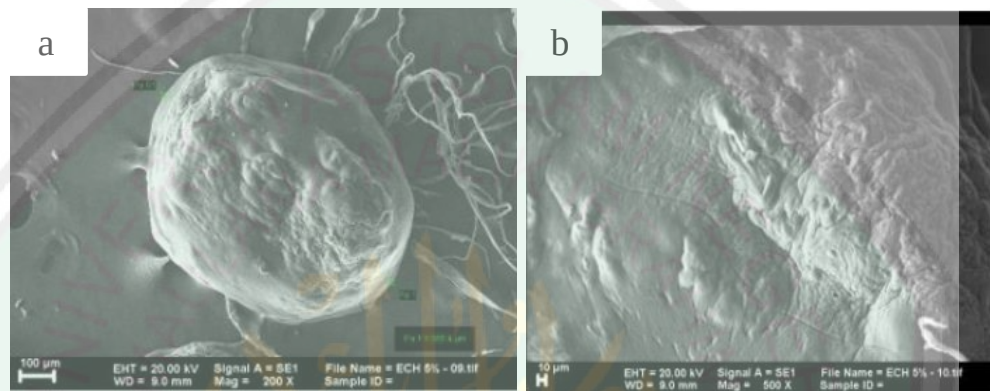
Gambar 2.8 Spektra IR a) Kitosan b) Butiran Kitosan Sebelum Adsorpsi c) Butiran Kitosan Setelah Adsorpsi (Madjid dkk., 2015).

2.7 Scanning Electron Microscope dan Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Pengujian morfologi adsorben kitosan terikat silang dengan tripolifosfat dan epiklorohidrin, diuji menggunakan analisis SEM-EDX. SEM merupakan mikroskop elektron yang memiliki pembesaran tingi sampai dengan 20.000 kali untuk keperluan analisis dalam mengidentifikasi struktur permukaan suatu material secara berelief. Sedangkan EDX digunakan untu mengetahui komposisi unsur dari suatu material. Prinsip dari instrument SEM-EDX menggunakan analisis area, dimana sinar elektron yang dihasilkan dari elektron *gun* dialirkan hingga mengenai sampel aliran sinar elektron yang selanjutnya difokuskan menggunakan *electron optic column* sebelum sinar mengenai sampel. Sinar yang telah mengenai sampel, akan terjadi interaksi pada sampel yang disinari. Interaksi-interaksi yang terjadi tesebut, akan dideteksi dan diubah kedalam sebuah gambar oleh analisis SEM dan dalam bentuk grafik padda EDX. Hasil analisis SEM-EDX berupa gambar struktur permukaan dari sampel yang

diuji dengan karakteristik gambar tiga dimensi (3D) dan grafik hubungan antara energi (keV) pada sumbu horizontal (Yesyi, 2012).

Penelitian yang telah dilakukan oleh Madjid, 2018 menunjukkan hasil hasil karakterisasi SEM untuk butiran kitosan yang terikat silang dengan TPP dan ECH dengan perbesaran 200x dan 500x sebagai berikut :



Gambar 2.9 Gambar SEM butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH perbesaran 200x dan 500x

Berdasarkan hasil Gambar diatas menunjukkan bahwa hasil SEM pada butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH, morfologi pada permukaan butiran kitosan terlihat berkerut akibat dari proses pengikat silang ECH, selain itu, butiran kitosan yang berikatan silang dengan ECH dapat memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik, dibandingkan dengan kitosan tanpa terikat silang.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan April 2019 - Oktober 2019 di Laboraturium Analitik Riset dan Laboraturium Layanan Analitik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spektrofotometri UV-VIS, Spektroskopi Inframerah (FTIR), micropipet 100-1000 ml, micropipet 20-200 ml, neraca analitik, gelas arloji, cawan petri, oven, *shaker*, beaker glass, *syringe*, batang pengaduk, spatula, pipet volume, pipet tetes, labu ukur 100 ml dan 10 ml, bola hisap, botol 100 ml, rak dan tabung reaksi dan indikator pH.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk penelitian ini antara lain : Nitrat dari KNO_3 , Kitosan, Epiklorohidrin, Tripolifosfat, asam salisilat, H_2SO_4 , NaOH, aquades,.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Pembuatan Adsorben Kitosan Terikat silang TPP dan ECH.

Preparasi pembuatan adsorben, dilakukan dengan cara ditimbang 1 gram kitosan, kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 5% v/v. Selanjutnya larutan kitosan dimasukkan ke dalam *syringe* 1 ml dan ditetaskan pada 25 mL larutan TPP 10% (w/v), direndam selama 3 jam hingga terbentuk butiran-butiran (*beads*). Setelah itu, disaring butiran-butiran dan dimasukkan ke dalam 25 mL larutan Epiklorohidrin

5% v/v, kemudian butiran yang dihasilkan dioven selama 2 jam pada suhu 50-60 °C. Setelah itu, kitosan yang telah berikatan dengan epiklorohidrin disaring dan dicuci dengan menggunakan NaOH 0,1 M, kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C.

3.3.2 Pengukuran absorbansi Nitrat menggunakan Spektrofotometer UV-VIS.

3.3.2.1 Pembuatan Kurva Standar Nitrat.

a. Pembuatan asam salisilat 5%

ditimbang asam salisilat bubuk sebanyak 0,05 gram dalam beaker glas, setelah itu dilarutkan dengan H_2SO_4 p.a pada lemari asam, kemudian ditanda bataskan dengan H_2SO_4 dalam labu takar 10 ml.

b. Pembuatan NaOH 2 N

Ditimbang NaOH sebanyak 8 gram, kemudian di larutkan dengan aquades dalam beaker glass, selanjutnya ditanda bataskan dalam labu takar 100 ml.

c. Pembuatan Sampel Nitrat 500 ppm

Dibuat larutan nitrat sebanyak 500 ppm dalam 1000 ppm, dengan cara ditimbang bubuk KNO_3 sebanyak 0,1 gram kemudian dilarutkan dan di tanda bataskan dalam labu takar 100 ml, setelah itu larutan yang sudah jadi diambil 50 ml, di masukkan dalam labu takar 100 ml dan ditanda bataskan dengan aquades.

d. Pembuatan Kurva Kalibasi Nitrat

Disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 6 buah, kemudian dimasukkan sampel nitrat dalam KNO_3 sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200

ml. Selanjutnya ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml dalam ruangan gelap menggunakan micropipet 100-1000 ml dan digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit. Setelah itu dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit, kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS.

3.3.3 Penentuan Kemampuan Adsorpsi Kitosan Terikat Silang TPP dan ECH.

a. Pengaruh pH

Adsorpsi dilakukan menggunakan sistem *batch* pada suhu ruangan. Larutan NO_3 (Nitrat) 500 ppm sebanyak 100 ml, dikondisikan pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 dengan penambahan NaOH 0,1 M atau H_2SO_4 0,1 M. Setelah itu, dibagi 25 ml dalam 3 wadah, dimasukan 0,02 gram butiran kitosan termodifikasi tripolifosfat dan epiklorohidin dan dishakker selama 24 jam. Larutan yang sisa 25 ml dijadikan sampel awal dan di analisis dengan cara disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 9 buah, kemudian dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml. Selanjutnya ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml menggunakan micropipet 100-1000 ml dan digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit. Setelah itu dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit, kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS. Dicatat absorbansi yang didapat. Selanjutnya untuk sampel akhir yang dishakker, dianalisis dengan cara yang sama seperti sampel awal.

b. Pengaruh Konsentrasi

Adsorpsi dilakukan dengan menggunakan sistem *batch* pada suhu ruangan. Larutan NO_3 (Nitrat) diambil pada konsentrasi 500 ppm dari 1000 ppm sebanyak 100

ml, kemudian dikondisikan pada pH 6 dengan penambahan NaOH 0.1 M atau H₂SO₄ 0,1 M. Dikondisikan dengan beberapa konsentrasi 100, 300, 500, 700 dan 900 ppm. Setelah itu, setiap konsentrasi dibagi menjadi 3 bagian sebanyak 25 ml dan dishakker selama 24 jam. Larutan yang sisa 25 ml dijadikan sampel awal dan di analisis dengan cara disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 16 Larutan yang sisa 25 ml dijadikan sampel awal dan di analisis dengan cara disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 9 buah, kemudian dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml. Selanjutnya ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml menggunakan micropipet 100-1000 ml, digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit. Setelah itu dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit, kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS. Dicatat absorbansi yang didapat. Selanjutnya untuk sampel akhir yang dishakker, dianalisis dengan cara yang sama seperti sampel awal.

c. Pengaruh Waktu Kontak.

Adsorpsi dilakukan menggunakan sistem *batch* pada suhu ruangan. Larutan NO₃ (Nitrat) diambil dengan konsentrasi 500 ppm dari 1000 ppm sebanyak 50 ml yang ditandabatkan dengan aquades sampai 100 ml dan dikondisikan pada pH 6 dengan penambahan NaOH 0.1 M atau H₂SO₄ 0,1 M. Setelah itu, dibagi 25 ml dalam 3 wadah adsorpsi, dimasukan 0,02 gram butiran kitosan termodifikasi tripolifosfat dan epiklorohidin dan dishakker selama 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 3 jam, 6 jam, 24 jam dan 48 jam. Dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-VIS sesuai waktu shaker yang di kondisikan, setelah selesai dishakker sesuai kondisi,

dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml. Selanjutnya ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml menggunakan micropipet 100-1000 ml, digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit. Setelah itu dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit, kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS. Dicatat absorbansi yang didapat.

3.4 Analisis Data

Analisis data, diperoleh setelah sampel nitrat diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-VIS menggunakan persamaan kurva kalibrasi yang menghasilkan suatu persamaan. Persamaan yang diperoleh berupa nilai $y=ax+b$, selanjutnya nilai absorbansi yang diperoleh dimasukkan dalam persamaan yang diperoleh dan mendapatkan nilai X, dilakukan pada semua sampel yang dianalisis (triplo). Setelah didapatkan semua nilai C_0 sama C_a , selanjutnya dimasukkan pada rumus kapasitas absorpsi yaitu $Q = \frac{(C_0 - C_e) \times v}{m}$. Dicatat hasil kapasitas yang didapat dan di buat grafik agar dapat dilihat hasil optimumnya. Karakterisasi butiran kitosan setelah adsorpsi, dilakukan dengan menggunakan analisis spektrofotometer FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari adsorben, serta untuk mengetahui morfologi butiran kitosan.

3.5 Analisis Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer FTIR.

Kitosan murni, butiran kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH sebelum adsorpsi dan sesudah adsorpsi dibuat plat KBR terlebih dahulu kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR.

3.6 Analisis Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer SEM-EDX.

Butiran kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH sebelum adsorpsi, dianalisis dengan menggunakan SEM-EDX.

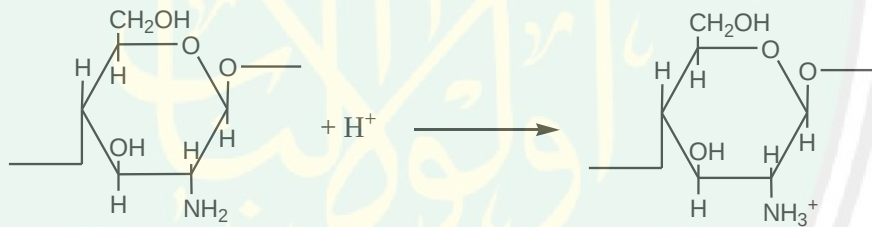


BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Adsorben Butiran Kitosan

Pembuatan butiran kitosan dimulai dengan pelarutan kitosan dalam asam asetat karena kitosan memiliki sifat pelarutan tinggi dalam asam organik lemah, seperti asam asetat (Mekawati dkk., 2000). Asam asetat glasial melarutkan kitosan dengan cara memprotonasi gugus amino bebas (-NH_2) menjadi amino kationik (-NH_3^+) (Kim, 2004). Reaksi protonasi yang terjadi pada kitosan terlihat pada gambar 4.1. Hasil pencampuran antara kitosan dengan asam asetat adalah larutan berwarna kuning bening dan kental, seperti pada Gambar 4.2.

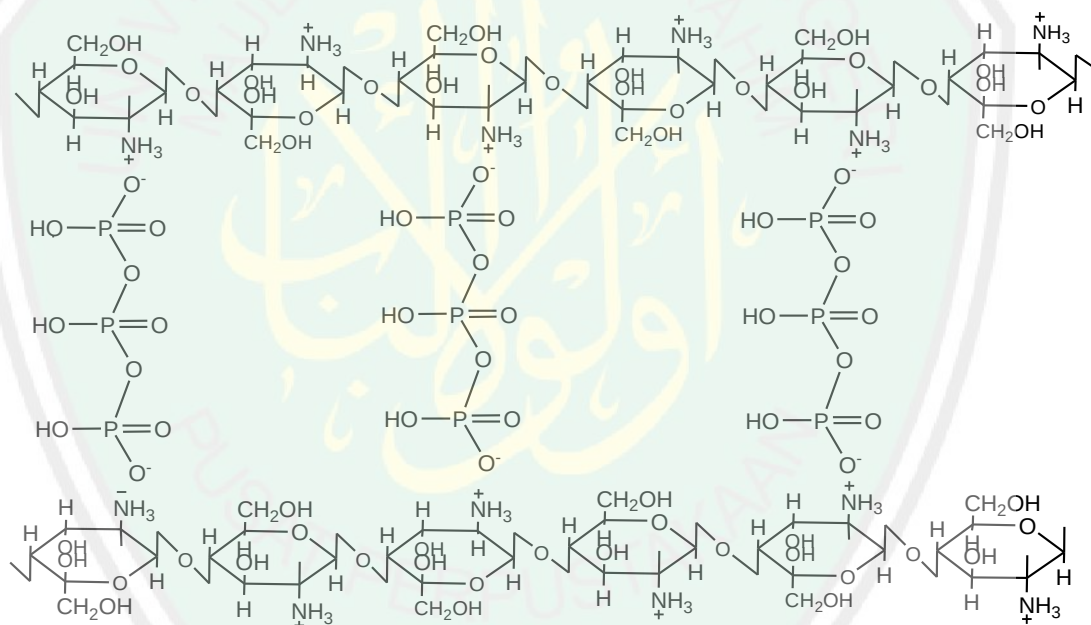


Gambar 4.1 Proses protonasi kitosan



Gambar 4.2 Larutan hasil campuran kitosan dengan asam asetat

Proses selanjutnya, larutan kitosan diteteskan ke dalam agen pengikat silang pertama, yaitu larutan tripolifosfat (TPP) untuk memperoleh butiran kitosan. Lamanya peredaman kitosan dalam TPP dilakukan selama 3 jam, hal ini dilakukan agar butiran kitosan yang sudah terbentuk tidak terlalu kaku, sehingga memudahkan proses adsorpsi. Proses pencampuran kitosan dengan tripolifosfat akan menyebabkan gugus amin pada kitosan yang bermuatan positif ($-\text{NH}_3^+$) akan berinteraksi dengan gugus tripolifosfat yang bermuatan negative ($\text{H}_3\text{P}_3\text{O}_{10}^{3-}$) melalui interaksi ionik membentuk ikatan crosslink (Gambar 4.3).



Gambar 4.3 Reaksi kitosan dengan Tripolifosfat.

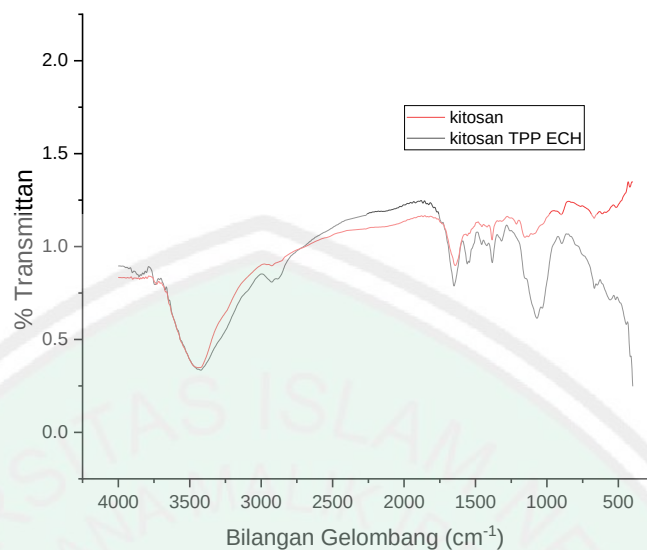
Selanjutnya butiran kitosan tersebut dimasukkan ke dalam agen pengikat silang kedua yaitu larutan epiklorohidrin (ECH). Ikatan silang yang terjadi antara kitosan dengan ECH merupakan ikatan silang secara kovalen. Reaksi yang terjadi antara kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH dapat dilihat pada Gambar 2.3. Agen

pengikat silang, dihilangkan dengan cara pengkondisian kitosan pada $\text{pH} \geq 10$ dengan menambahkan NaOH 0,1 M. Hasil pembuatan butiran kitosan yang terikat silang oleh TPP dan ECH, setiap 10 mL larutan kitosan didapat berat rendemen $\pm 0,125$ gram. Butiran kitosan yang sudah kering ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.4 Butiran Kitosan Kering

Hasil butiran kitosan dianalisis dengan instrumentasi FTIR untuk mengetahui gugus tripolifosfat dan epiklorohidrin yang terikat pada butiran kitosan. Rentang bilangan gelombang yang digunakan pada analisis butiran kitosan sebesar 500-4000 cm^{-1} . Hasil analisis yang telah dilakukan, ditunjukkan pada Gambar 4.5.



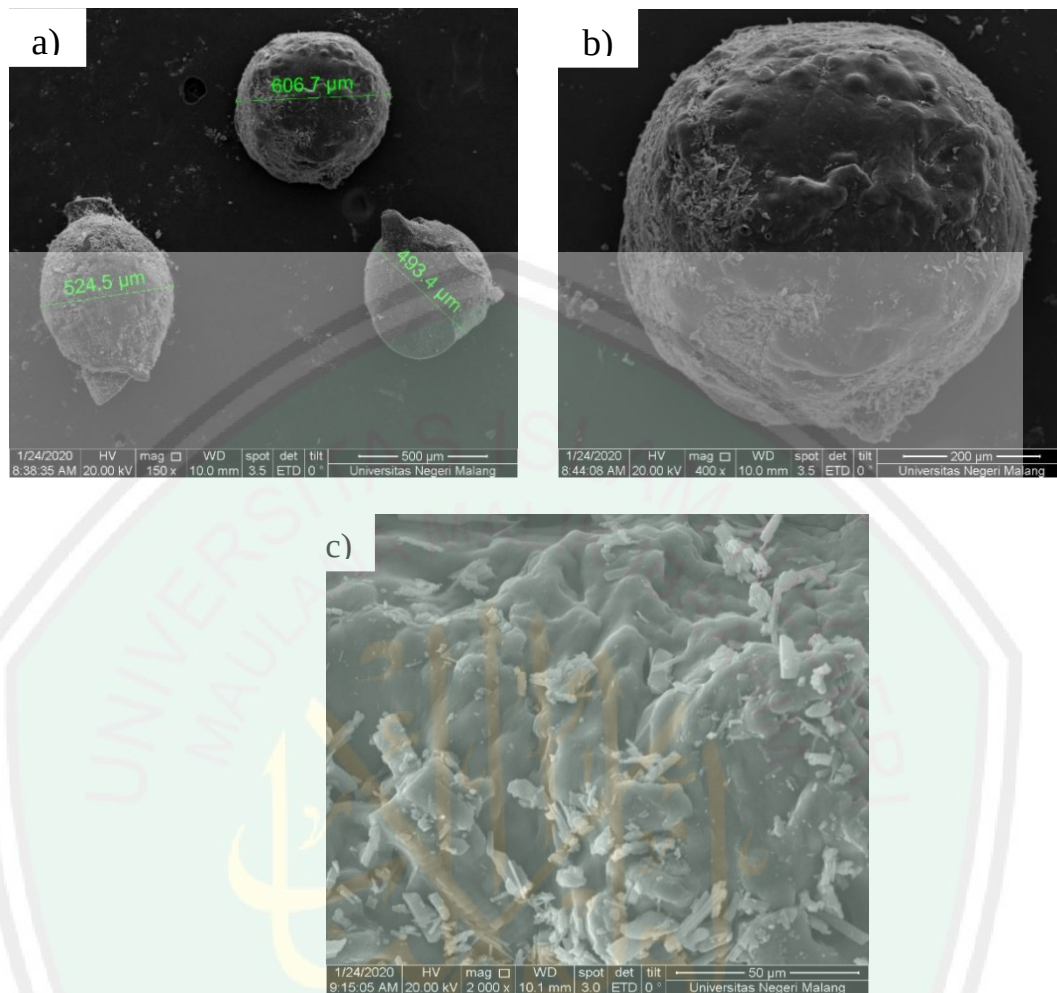
Gambar 4.5 Hasil karakterisasi FTIR kitosan dan butiran kitosan.
Tabel 4.1 Gugus fungsi dan bilangan gelombang hasil FTIR spektra kitosan dengan kitosan terikat silang TPP dan ECH

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang	Kitosan	Kitosan Termodifikasi
O-H stretching	3400 cm ⁻¹	✓	✓
N-H bending	1620 cm ⁻¹	✓	✓
C-O-C	2929 cm ⁻¹	-	✓
P=O stretching	1220 cm ⁻¹	-	✓
P-O-P	906 cm ⁻¹	-	✓

Berdasarkan Tabel 4.1 yang menyajikan gugus fungsi dari spektum FTIR pada kitosan dan juga kitosan terikat silang TPP dan ECH, menunjukkan adanya serapan pada daerah gelombang 3400 cm⁻¹ yang merupakan daerah gugus O-H stretching. Munculnya bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ terdapat gugus N-H bending pada spektra

yang menandakan adanya interaksi antara NH_3^+ kitosan dengan tripolifosfat. Menurut Kurniasih (2011), menyatakan bahwa spektra kitosan, muncul puncak baru pada daerah $1635,5 \text{ cm}^{-1}$. Pada daerah 2929 cm^{-1} yang menandakan munculnya gugus C-O-C dari epiklorohidrin yang menghubungkan antar polimer kitosan. Hal ini menandakan keberhasilan ikat silang terhadap kitosan. pada bilangan gelombang 1220 cm^{-1} dan 906 cm^{-1} menunjukkan gugus P=O dan P-O-P, dimana gugus tersebut merupakan gugus dari TPP yang memiliki intensitas rendah. Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara TPP dan kitosan sehingga muncul serapan pada daerah tersebut.

Karakterisasi yang dilakukan selain menggunakan FTIR, butiran kitosan dianalisis juga menggunakan metode SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy Electron With Energy Dispersive*) untuk mengetahui morfologi pada butiran kitosan, dengan perbesaran mulai dari 150x, 400x sampai 2000x menggunakan energi yang digunakan berkisar 20.00 kV. Diameter butiran kitosan yang diukur dengan analisis SEM sebesar $606.7 \mu\text{m}$ dengan ukuran diameter pori yang sebesar $3.099 \mu\text{m}$. Hasil gambar karakterisasi SEM ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil karakterisasi SEM butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH dengan perbesaran (a) 150x, (b) 400x dan (c) 2000x.

Berdasarkan pada Gambar 4.6 hasil karakterisasi SEM butiran kitosan terikat silang dengan TPP dan ECH, menunjukkan struktur butiran kitosan yang kasar. Hal ini dikarenakan pada butiran kitosan tersebut telah mengalami proses modifikasi dengan TPP dan ECH. Hasil EDX dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang terkandung dalam butiran kitosan. Hasil karakterisasi EDX ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Uji EDX Butiran Kitosan.

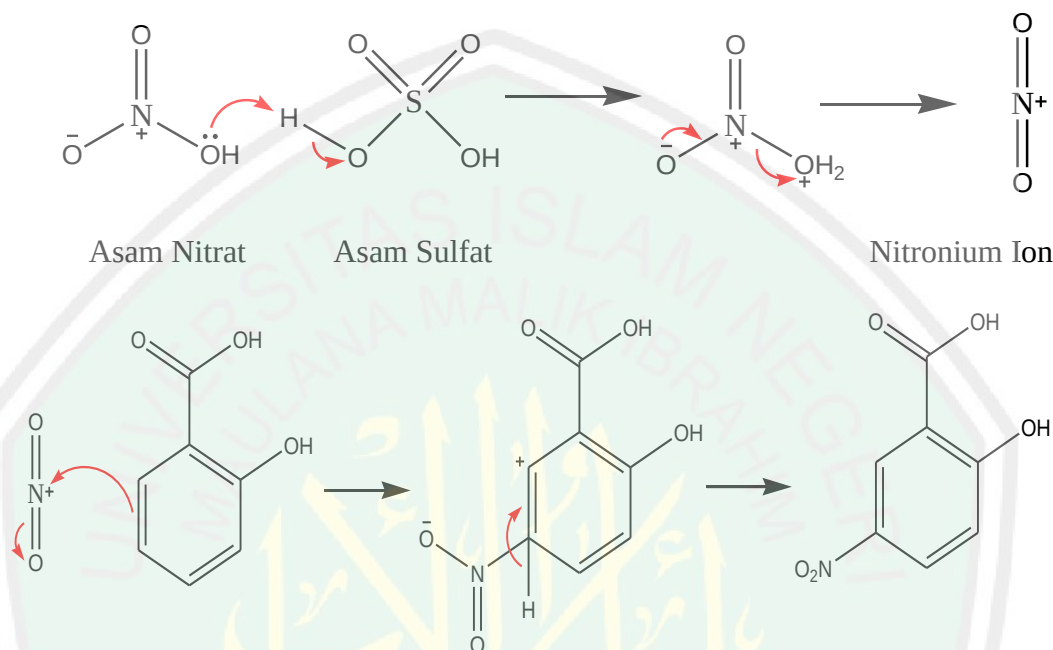
Sampel	Atom					Total (%)
	C (%)	O (%)	Na (%)	P (%)	Cl (%)	
Kitosan	45,22	36,60	07,15	05,77	05,26	100

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa senyawa butiran kitosan termodifikasi, memiliki komposisi terbesar pada unsur karbon (C) sebesar 45,22% dan oksigen (O) sebesar 36,60%, dimana unsur tersebut merupakan unsur yang terkandung dalam kitosan. Kandungan unsur O terdapat juga pada Natrium-Tipolifosfat yang berperan dalam terbentuknya butiran kitosan. Selain itu, terdapat unsur Na sebesar 07,15% dan fosfat (P) sebesar 05,77% merupakan unsur yang terkandung dalam senyawa Natrium-Tripolifosfat juga. Unsur selanjutnya yaitu klorin (Cl) sebesar 05,26% adalah sisa unsur dari senyawa Epiklorohidrin yang termasuk pengotor. Hal ini dikarenakan bahwa proses pencucian yang dilakukan kurang maksimal.

4.2 Analisis Kadar Nitrat dengan Asam Salisilat Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Pengukuran kadar nitrat, dimulai dengan pengukuran panjang gelombang dari nitrat menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan metode asam salisilat. Penambahan asam salisilat bertujuan untuk membentuk senyawa nitro asam salisilat, serta membentuk kromofor yang dapat menyerap radiasi sinar tampak. Penambahan NaOH agar larutan berada pada pH ≥ 12 untuk membentuk kromofor. Reaksi yang dihasilkan pada pencampuran nitrat, asam salisilat dan NaOH menghasilkan warna kuning akibat terbentuknya senyawa asam 5-nitrosalisilat (Gambar 4.7). Cataldo *et al*

(2014), menjelaskan substitusi gugus nitrat pada asam salisilat terjadi pada karbon kelima dimana terletak pada posisi *para* terhadap gugus hidroksil dari asam salisilat.



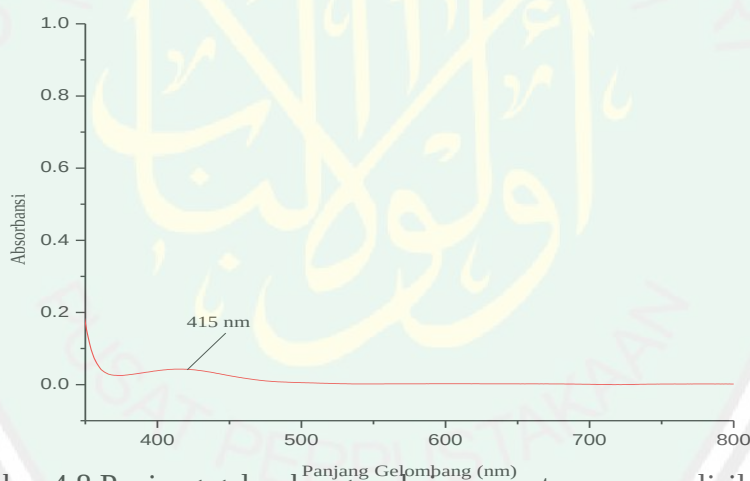
Gambar 4.7. Mekanisme reaksi asam 5-nitrosalisilat.

Mekanisme reaksi pada Gambar 4.7 menunjukkan adanya proses pembentukan ion nitronium dari nitrat dengan asam sulfat, dimana asam sulfat berfungsi untuk memprotonasi asam nitrat untuk membentuk ion nitronium sebagai elektrofil sebagai agen penitrasi dan juga sebagai pengikat air. selanjutnya ion nitronium akan terikat secara langsung pada cincin aromatik yaitu pada gugus $-\text{NO}_2$.

Asam salisilat yang digunakan diukur panjang gelombangnya terlebih dahulu pada rentang panjang gelombang 300-500 nm. Panjang gelombang yang digunakan untuk mengukur larutan asam 5-nitro-salisilat sebesar 400-500 nm. Panjang gelombang maksimum asam 5-nitrosalisilat yang dihasilkan sebesar 415 nm dan

dijadikan acuan dalam pembuatan kurva kalibrasi. Panjang gelombang maksimum yang terbentuk, akibat adanya pembentukan senyawa nitro asam salisilat yang teradsorpsi secara maksimal pada panjang gelombang tersebut. Transisi elektronik yang terjadi pada senyawa ini adalah dari $\pi \rightarrow \pi^*$ yang terjadi kisaran panjang gelombang 200-700 nm, karena memiliki gugus fungsional yang tidak jenuh berupa benzena, sehingga ikatan rangkap dalam gugus tersebut dapat memberikan orbital ϕ yang diperlukan.

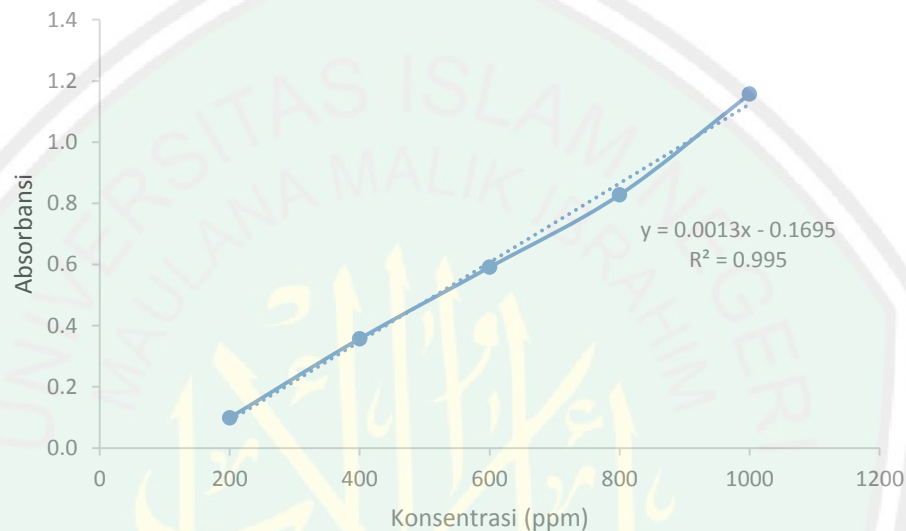
Baghizadeh (2015) telah melakukan pembentukan warna larutan nitrat yang ditambah dengan asam salisilat dan NaOH, dengan berbagai konsentrasi yang menghasilkan panjang gelombang sekitar 410-420 nm.



Gambar 4.8 Panjang gelombang maksimum antara asam salisilat dan nitrat.

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan untuk mengetahui konsentrasi sampel yang akan digunakan untuk analisis. Perlakuan *shaker* sebelum sampel dianalisis berfungsi agar butiran kitosan mampu menyerap secara maksimal ion nitrat. Variasi konsentrasi yang digunakan pada pembuatan kurva kalibrasi, yaitu 200, 400, 600,

800, dan 1000 ppm. Peranan asam salisilat adalah sebagai agen pewarna larutan nitrat ketika analisis spektrofotometer UV Vis. Selanjutnya, penambahan larutan NaOH digunakan untuk mengkondisikan larutan basa. Larutan nitrat dalam asam salisilat dan NaOH berwarna kuning bening.



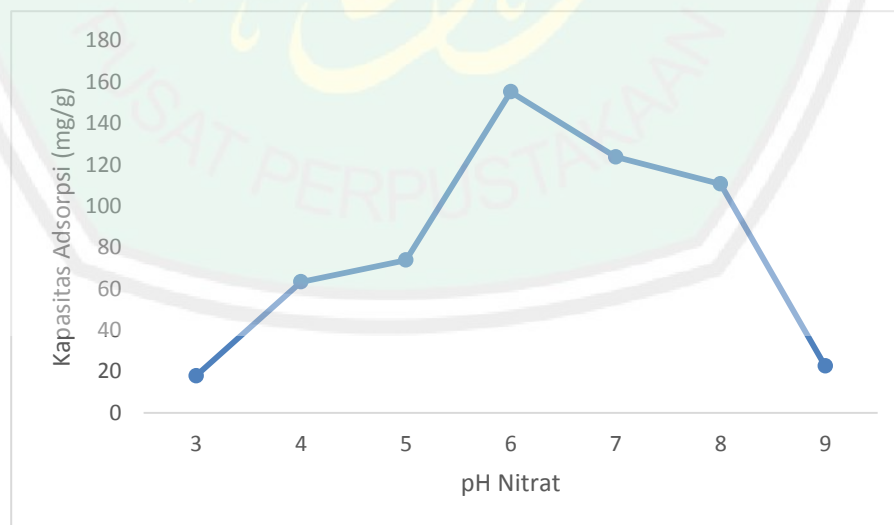
Gambar 4.9 Hasil kurva kalibrasi nitrat

Hasil yang diperoleh dari kurva kalibrasi nitrat, ditunjukkan pada gambar 4.9. Larutan nitrat memiliki nilai regresi (R^2) sebesar 0,995 dengan persamaan $y = 0.0013x - 0.1695$. Dari grafik tersebut juga menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi nitrat maka absorbansi yang dihasilkan semakin besar pula. Hal tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa bahwa absorbansi suatu senyawa berbanding lurus dengan konsentrasinya (Rohman., 2007).

4.3 Pengaruh variasi pH Adsorbat Nitrat terhadap Kemampuan Butiran Kitosan

Pengaruh pH (keasaman) merupakan suatu parameter yang sangat penting untuk dilakukan dalam proses adsorpsi nitrat menggunakan butiran kitosan. Penentuan pH dilakukan untuk mengetahui dimana adsorben dapat menyerap secara maksimum ion nitrat. Proses adsorpsi butiran kitosan dilakukan dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9, dengan tiga kali perulangan. Pengkondisian pH larutan nitrat yang dilakukan, menggunakan penambahan H_2SO_4 dan $NaOH$.

Hasil penelitian pengaruh pH nitrat menggunakan butiran kitosan, teradsorpsi maksimal pada pH 6. Hal ini menunjukkan bahwa butiran kitosan menyerap maksimum pada pH asam dibandingkan pH netral maupun basa, karena butiran kitosan bersifat stabil dalam pH asam sehingga kapasitas adsorpsinya akan lebih besar (Gambar 4.10).



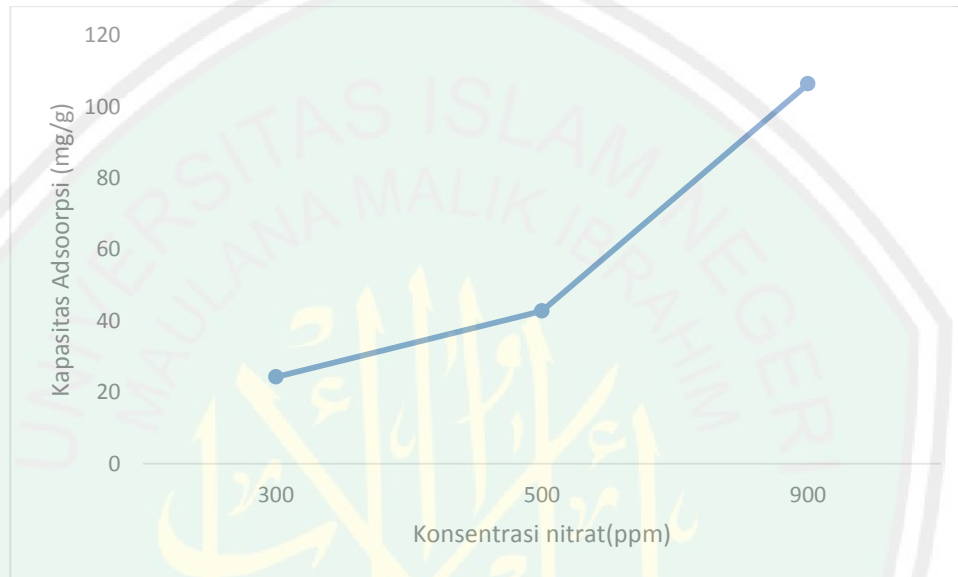
Gambar 4.10 Kurva hubungan variasi pH dengan kapsitas adsorpsi

Berdasarkan Gambar 4.10, menunjukkan bahwa pengaruh variasi pH adsorbat nitrat, tergantung pada banyak sedikitnya ion H^+ yang terbentuk. Hasil pada nilai pH 3 kapasitas adsorpsi yang diperoleh meningkat. Hal ini dikarenakan pada pH 3, terlalu banyak ion H^+ yang terbentuk dalam konsentrasi tinggi, sehingga terjadi kompetisi antara ion NO_3^- dengan ion H^+ , sehingga adsorpsi ion NO_3^- pada butiran kitosan meningkat. Pada pH 4-5 masih banyak kompetisi antara ion NO_3^- dengan ion H^+ sehingga masih terjadi peningkatan kapasitas adsorpsi pada ion nitrat (NO_3^-) yang lebih dari pH 3. pH 6 menghasilkan kapasitas adsorpsi maksimum dengan nilai kapasitas adsorpsi sebesar 155.192 mg/g. Pada pH yang lebih tinggi (7, 8 dan 9) terjadi penurunan adsorpsi ion nitrat, walaupun konsentrasi H^+ rendah, namun terjadi peningkatan konsentrasi ion OH^- sehingga lebih sulit teradsorpsi karena terjadi tolak menolak antara ion NO_3^- dengan OH^- .

4.4 Pengaruh Konsentrasi Adsorbat Nitrat terhadap Kemampuan Adsorben Butiran kitosan

Proses adsorpsi butiran kitosan dengan variasi konsentrasi 300, 500 dan 900 ppm, dengan tiga kali perulangan. Adsorpsi butiran kitosan dilakukan dengan bantuan *shaker* untuk memaksimalkan pengadsorpsi terhadap nitrat. Setelah proses adsorpsi dilakukan butiran kitosan ditambahkan dengan agen pewarna berupa asam salisilat dan dilakukan pengocokan agar tidak terjadi pengendapan. Selanjutnya pengkondisian pH menjadi basa dengan penambahan larutan NaOH.

Proses adsorpsi dilakukan dengan spektrofotometri UV Vis, pada Panjang gelombang 415 nm. Kurva 4.11 menunjukkan semakin besar konsentrasi, maka kapasitas adsorpsi juga semakin meningkat (Yao, dkk., 2015).



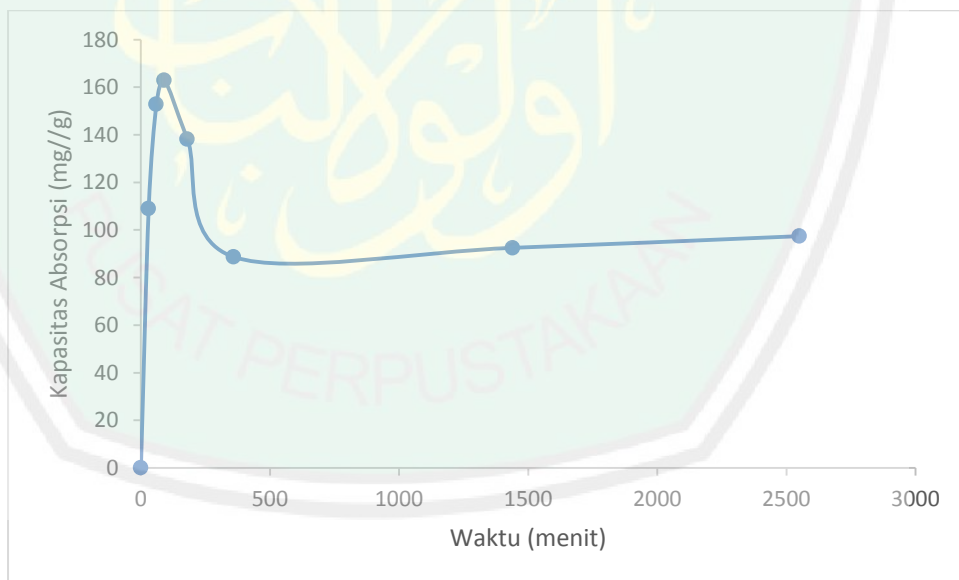
Gambar 4.11. Kurva variasi konsentrasi Nitrat dengan kapasitas adsorpsi

Berdasarkan Gambar kurva 4.11 menunjukkan bahwa pengaruh konsentrasi pada adsorbat nitrat, memiliki nilai hasil yang disignifikan. Hal ini terbukti pada kurva pengaruh konsentrasi diatas. Hasil adsorpsi butiran kitosan pada nitrat, semakin meningkat dengan semakin besar pula konsentrasi nitrat yang di adsorpsi. Pada penelitian yang dilakukan variasi konsentrasi larutan dari 300, 500 dan 900 ppm. Masing-masing larutan mengalami proses adsorpsi dengan kondisi pH 6 dan waktu kontak selama 24 jam. Peningkatan jumlah ion nitrat yang teradsorpsi maksimum pada konsentrasi 900 ppm, menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar 106,44 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ion nitrat, maka kemampuan

adsorpsi butiran kitosan termodifikasi juga semakin besar, karena banyaknya ion nitrat yang berinteraksi dengan butiran kitosan termodifikasi, sehingga pada konsentrasi 900 ppm semakin banyak.

4.5 Pengaruh Waktu Kontak Adsorbat Nitrat terhadap Kemampuan Adsorben Butiran Kitosan

Variasi waktu kontak adsorpsi ditentukan untuk mengetahui waktu optimum adsorpsi nitrat oleh butiran kitosan terikat silang dengan tripolifosfat dan epiklorohidrin. Penentuan waktu reaksi optimum menggunakan variasi waktu yaitu 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 180 menit, 360 menit, 1440 menit dan 2520 menit dengan tiga kali perulangan.



Gambar 4.12 Kurva adsorpsi nitrat oleh butiran kitosan dengan variasi waktu kontak.

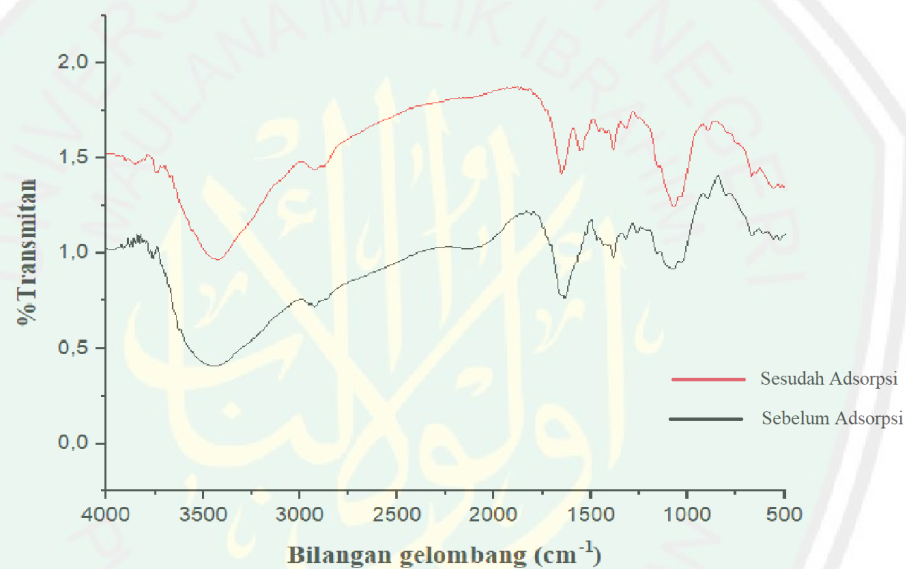
Adsorpsi butiran kitosan terhadap nitrat dengan konsentrasi optimum pada setiap waktu kontak, ditunjukkan pada Gambar 4.12. Berdasarkan kurva hasil waktu kontak tersebut, terjadi peningkatan dari waktu 0 menit sampai waktu 90 menit. Pada waktu kontak ke 90 menit memiliki daya adsorpsi sebesar 162,980 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa pada waktu kontak 90 menit, merupakan waktu maksimum adsorpsi butiran kitosan dalam mengadsorp nitrat.

Pada waktu kontak 180 menit, adsorpsi butiran kitosan mengalami penurunan sampai pada waktu kontak 360 menit. Terjadinya penurunan kemampuan adsorpsi, dikarenakan ikatan antar gugus pada butiran kitosan dengan nitrat semakin melemah akibat adanya tumbukan antar partikel nitrat, sehingga kemampuan dalam menyerap nitrat melemah juga. Oleh karena itu, hanya gugus yang berikatan kuat dengan adsorben, yang masih bisa berikatan. Selain itu, adanya kesalahan saat dilakukan proses analisis pada nitrat tidak dapat dikontrol. Kemungkinan reaksi antara nitrat-asam salisilat yang menghasilkan kompleks warna yang memiliki kestabilan dalam jangka waktu yang cepat sehingga akan mempengaruhi absorbansi dari kompleks tersebut.

Sedangkan pada waktu 360 menit sampai 2520 menit, terjadi hampir dalam keadaan kesetimbangan, dimana adsorben butiran kitosan sudah tidak mampu lagi menyerap ataupun mengikat adsorbat yang masuk. Menurut Azis (2013) menjelaskan bahwa suatu adsorbat akan diserap oleh adsorben dengan maksimal sampai mencapai waktu jenuh, dimana waktu jenuh merupakan lamanya waktu adsorben yang sudah tidak mampu lagi menyerap adsorbat.

4.6 Karakterisasi Butiran Kitosan Setelah Adsorpsi dengan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam butiran kitosan. Hasil puncak-puncak yang muncul sebelum adsorpsi dibandingkan dengan spektra yang muncul sesudah adsorpsi. Hasil spektra FTIR sebelum dan sesudah adsorpsi butiran kitosan ditunjukkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Hasil karakterisasi FTIR butiran kitosan.

Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang hasil spektra FTIR butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH sebelum dan sesudah adsorpsi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang	Sebelum Adsorpsi	Sesudah Adsorpsi
-NO ₂	1468,49 cm ⁻¹	-	√
P=O	1156,04 cm ⁻¹	√	√
O=P-OH	1647,86 cm ⁻¹	√	√
-OH	3429,96 cm ⁻¹	√	√

Tabel 4.2 menunjukkan adanya perbedaan serapan pada butiran kitosan terikat silang TPP dan ECH sebelum dan sesudah digunakan untuk menyerap nitrat. Serapan tersebut menunjukkan adanya gugus nitro pada daerah bilangan gelombang 1468,49 cm⁻¹. Hal ini mengindikasikan bahwa butiran kitosan setelah adsorpsi, telah mengikat nitrat. Adanya bilangan gelombang 1156,04 cm⁻¹, menunjukkan adanya vibrasi P=O yang merupakan gugus fungsi dari ion tripolifosfat. Kemudian ditambah dengan adanya puncak yang muncul pada bilangan gelombang 1647,86 cm⁻¹, menunjukkan adanya ikatan tripolifosfat, yaitu ikatan O=P-OH. Pada bilangan gelombang 3429,96 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan OH.

4.7 Pemanfaatan Butiran Kitosan dalam Perspektif Islam

Negara Indonesia dikenal sebagai negara agraris, dimana kegiatan pertanian dapat memberikan dukungan perekonomian. Selain dampak positif yang disebabkan pada kegiatan pertanian, juga terdapat dampak negatif bagi lingkungan, seperti

beberapa dampak polutan yang dihasilkan dari limbah pertanian salah satunya yaitu nitrat. Pemakaian pupuk secara intensif mengakibatkan peningkatan nitrat dalam tanah dan air (Sunitha., 2013). Allah SWT berfirman dalam surah Al-Baqarah 2:11

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ قَالُوا إِنَّمَا نَحْنُ مُصْلِحُونَ (11) أَلَا إِنَّهُمْ هُمُ الْمُفْسِدُونَ وَلَكِنْ لَا يَشْعُرُونَ (12)

Artinya :”Dan bila dikatakan kepada mereka:’janganlah kamu membuat kerusakan dimuka bumi’. mereka menjawab :’sesungguhnya kami orang-orang yang mengadakan perbaikan’. ingatlah, sesungguhnya mereka itulah orang-orang yang membuat kerusakan, tetap mereka tidak sadar” (QS.2: 11-12).

Tafsir kementrian agama RI menyatakan bahwa bila mereka dinasihati agar meninggalkan perbuatan yang menimbulkan kerusakan dibumi, mereka selalu membuat dalih dan alasan dengan mengatakan bahwa mereka sebenarnya berusaha mengadakan perbaikan. Mereka bahkan menganggap apa yang mereka kerjakan sebagai usaha untuk kebaikan orang-orang islam dan untuk menciptakan perdamaian antara kaum muslimin dengan golongan lainnya. Mereka mengatakan bahwa tindakan-tindakan mereka yang merusak itu sebagai suatu usaha perbaikan untuk menipu kaum muslimin.

Seperti pada tafsir yang telah disebutkan, memberi pupuk pada tanaman termasuk perbuatan yang menguntungkan bagi tumbuhan. Akan tetapi disisi lain, terdapat dampak negatif yang dapat membahayakan kesehatan-kesehatan makhluk hidup lainnya, serta lingkungan. Maka sesungguhnya hal tersebut adalah perbuatan yang tidak terpuji.

Kitosan diketahui mempunyai kemampuan untuk membantuk gel, film dan fiber, karena kitosan memiliki berat molekul yang tinggi serta solubilitasnya dalam

larutan asam encer (Harianingsih, 2010). Kitosan telah digunakan secara luas di industri makanan, kosmetik, farmasi dan pertanian, serta pada pengolahan air limbah. Diindustri makanan, kitosan dapat digunakan sebagai suspensi padat, pengawet, penyetabil warna, penyetabil makanan, pembentuk gel, tambahan makanan hewan dan sebagainya (Hardjito,2006).

Tafsir Muyassar (2007), menyebutkan bahwa dalam Q.S. Al-Hijr ayat 20 bahwa Allah SWT menjadikan di bumi sumber rezki dan kehidupan bagi manusia dan binatang, biji-bijian, buah-buahan, sayur-sayuran, dan berbagai macam mineral tambang. Dia-lah yang memberi rezeki dan menjamin makanan setiap makhluk.

وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعِيشَ وَمَنْ لَسْتُمْ لَهُ وَبِرَازِقِينَ ﴿٢٠﴾

Artinya : “Dan Allah telah menjadikan untukmu di bumi keperluan-keperluan hidup, dan (Kami menciptakan pula) makhluk-makhluk yang kamu sekalian-sekalian bukan pemberi rezki kepadanya”.

Tidak ada makhluk di dunia ini yang diciptakan tanpa adanya manfaat untuk umat manusia meskipun makhluk tersebut bukanlah makhluk yang dapat memberi rezki, seperti halnya cangkang udang-udangan. Cangkang udang-udangan yang lebih sering menjadi limbah ternyata berrmanfaat untuk umat manusia. Cangkang udang-udangan ini dapat dijadikan sebagai kitosan, juga sebagai pengawet bahan pangan.

Dalam tafsir kementerian agama RI, Q.S. Al-Hijr menerangkan bahwa anugerah Allah tidak terhingga kepada manusia. Allah menciptakan bermacam-macam keperluan hidup bagi manusia, selain itu Allah telah menciptakan tanah yang subur yang dapat ditanami dengan tanam-tanaman yang berguna dan merupakan

kebutuhan pokok bagi manusia, serta menciptakan air yang dapat diminum dan menghidupkan tanam-tanaman menciptakan burung yang berterbangan di angkasa yang dapat ditangkap dan dijadikan makanan yang enak dan lezat. Diciptakan-Nya laut yang didalamnya hidup bermacam-macam jenis ikan yang dapat dimakan serta mutiara dan barang tambang yang diperlukan oleh manusia dan menjadi sumber mata pencaharian.

Hewan-hewan air merupakan ciptaan Allah SWT yang dapat memberi manfaat apabila tumbuh dengan baik seperti terpenuhinya salah satu kebutuhannya seperti air. Sebagaimana dijelaskan melalui firman Allah ST dalam surat Q.S An-Nur/24:45 sebagai berikut:

وَاللَّهُ خَلَقَ كُلَّ دَابَّةٍ مِنْ مَّاءٍ ۖ فَمِنْهُمْ مَنْ يَمْشِي عَلَى بَطْنِهِ ۖ وَمِنْهُمْ مَنْ يَمْشِي عَلَى رِجْلَيْنِ وَمِنْهُمْ مَنْ يَمْشِي عَلَى أَرْبَعٍ يَخْلُقُ اللَّهُ مَا يَشَاءُ ۚ إِنَّ اللَّهَ عَلَى كُلِّ شَيْءٍ قَدِيرٌ (45)

Artinya : “Dan Allah telah menciptakan semua jenis hewan dar air, maka sebagian dari hewan itu ada yang berjalan diatas perutnya dan sebagian berjalan dengan dua kaki, sedang sebagian (yang lain) berjalan dengan empat kaki. Allah menciptakan apa yang dikehendaki-Nya. Sesungguhnya Allah Maha Kuasa atas segala sesuatu” (Kementrian Agama, 2002).

Menurut tafsir Al-Misbah menjelaskan bahwa disamping bukti-bukti kekuasaan dan limpahan anugerah-Nya, Allah juga telah menciptakan semua jenis hewan dari air yang memancar sebagaimana Dia menciptakan tumbuhan dari air yang tercurah. Lalu Allah SWT menjadikan hewan-hewan itu beraneka ragam jenis, potensi dan fungsinya. Betapa penciptaan tersebut menunjukkan kekuasaan Allah sekaligus kehendak-Nya yang mutlak. Jika dipandang dari satu sisi bahan penciptaannya sama yaitu air, akan tetapi air dijadikannya dalam bentuk yang

berbeda-beda, lalu dengan perbedaan tersebut Allah menciptakan makhluk hidup yang memiliki potensi dan fungsi berbeda-beda pula yang sungguh berbeda dengan substansi serta kadar air yang merupakan bahan kejadiannya (Shihab, 2002).

Makhluk-makhluk yang ada di lautan yang diciptaan oleh Allah SWT tanpa terkecuali akan memberikan manfaat untuk kebutuhan hidup manusia. Hewan-hewan laut yang memiliki cangkang tidak hanya dagingnya yang bisa dimakan oleh manusia, tetapi pada cangkang-cangkang tersebut dapat dijadikan bahan dasar untuk pembuatan kitosan melalui proses tertentu, yang akan memiliki bermacam-macam manfaat. Manusia yang mau berfikir akan mampu mengelola suatu bahan buangan, menjadi sesuatu yang memiliki banyak manfaat seperti pada cangkang-cangkang hewan laut,

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Adsorpsi nitrat menggunakan butiran kitosan terikat silang dengan tripolifosfat (TPP) dan epiklorohidrin (ECH) dipengaruhi oleh pH. Terlihat pada hasil adsorpsi maksimal pada pH 6 sebesar 155,192 mg/g. Variasi konsentrasi mempengaruhi proses adsorpsi nitrat dengan hasil maksimal pada konsentrasi 900 ppm dengan kapasitas adsorpsi sebesar 106,44 mg/g. Variasi waktu kontak juga mempengaruhi proses adsorpsi nitrat, dengan hasil maksimal waktu kontak pada 90 menit dengan kapasitas adsorpsi sebesar 162,980 mg/g.

1. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR pada butiran kitosan setelah proses adsorpsi nitrat terdapat gugus N=O milik ion nitrat yang berada pada bilangan gelombang $1468,49\text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

Penelitian adsorpsi yang telah dilakukan masih banyak kesalahan, dan masih butuh bimbingan ahli, serta

1. Perlu dilakukan pengujian waktu kestabilan larutan, agar diketahui batas deteksi larutan yang akan diuji.
2. Perlu adanya kalibrasi pada setiap alat yang digunakan untuk analisis.
3. Perlu dikembangkan penelitian lebih lanjut terhadap butiran kitosan untuk adsorpsi nitrat.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustiani W. 2007. *Modifikasi Membran Elektrode Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Platina Terlapis Dengan Polietilena Glikol Porogen* (skripsi). Bogor : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas IPB
- Ahmad, M., Usman, A. R .A., Lee, S. S., Kim S. C., and Joo, J. H. (2011). Eggshell and Coral Waste as Low Cost Sorbents For The Removal of Pb²⁺, Cd²⁺, and Cu²⁺ From Aqueous Solution. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 18, 198 – 204.
- Ahn, C.K., Park, D., Woo, S.H., and Park, J.M., 2009. Removal Of Cationic Heavy Metal From Aqueous Solution by Activated Carbon Impregnated with Anionic Surfactants. 164, 1130–1136.
- Ayu Lestari, Indri. 2014. “Adsorpsi Logam Kadmium (Cd) oleh Arang Aktif Tempurung Aren (Arenca Pinnata) dengan Aktivator HCl”. *Jurnal Kimia Mulawarman*.12:1.
- Azlan, K., Wansaime, W. N., & Lai Ken, L. (2009). Chitosan and Chemically Modifiedchitosan Beads for Acid Dyes Sorption. *Journal of Environmental Sciences*. 21(3),296–302.
- Bingol, A., Uzun, H., Bayhan, Y.K., Karagunduz, A., Cakici, A., and Keskinler, B., 2004. Removal of Chromate Anions From Aqueous Stream by A Cationic Surfactant Modified Yeast. *Bioresour Technology*. 94, 245–249.
- Bhuvana. 2006. *Studies On Frictional Behaviour of Chitosan-Coated Fabrics*. Aux. es. J. vol 6(4): 123-130.
- Bhumkar, D. R., and Pokharkar, V. B. 2006. Studies on Effect of pH on Crosslinking of Chitosan with Sodium Tripolyphosphate : A Technical Note. *AAPS Pharmasitech*, 7 (2), 1-6.
- Brett, C.M.A., and Brett, A.M.O., 2011. Electrochemical Sensing in Solution-origins, Application and Future Perspective. *Journal of Solid State Electrochemistry*. 15:1487-1494.
- Chiou, M.S., and H.Y. Li. 2003. Adsorption Behavior of Reactive Dye in Aqueous Solution on Chemical Cross-Linked Chitosan Beads. *Chemosphere* 50 p.1095–1105

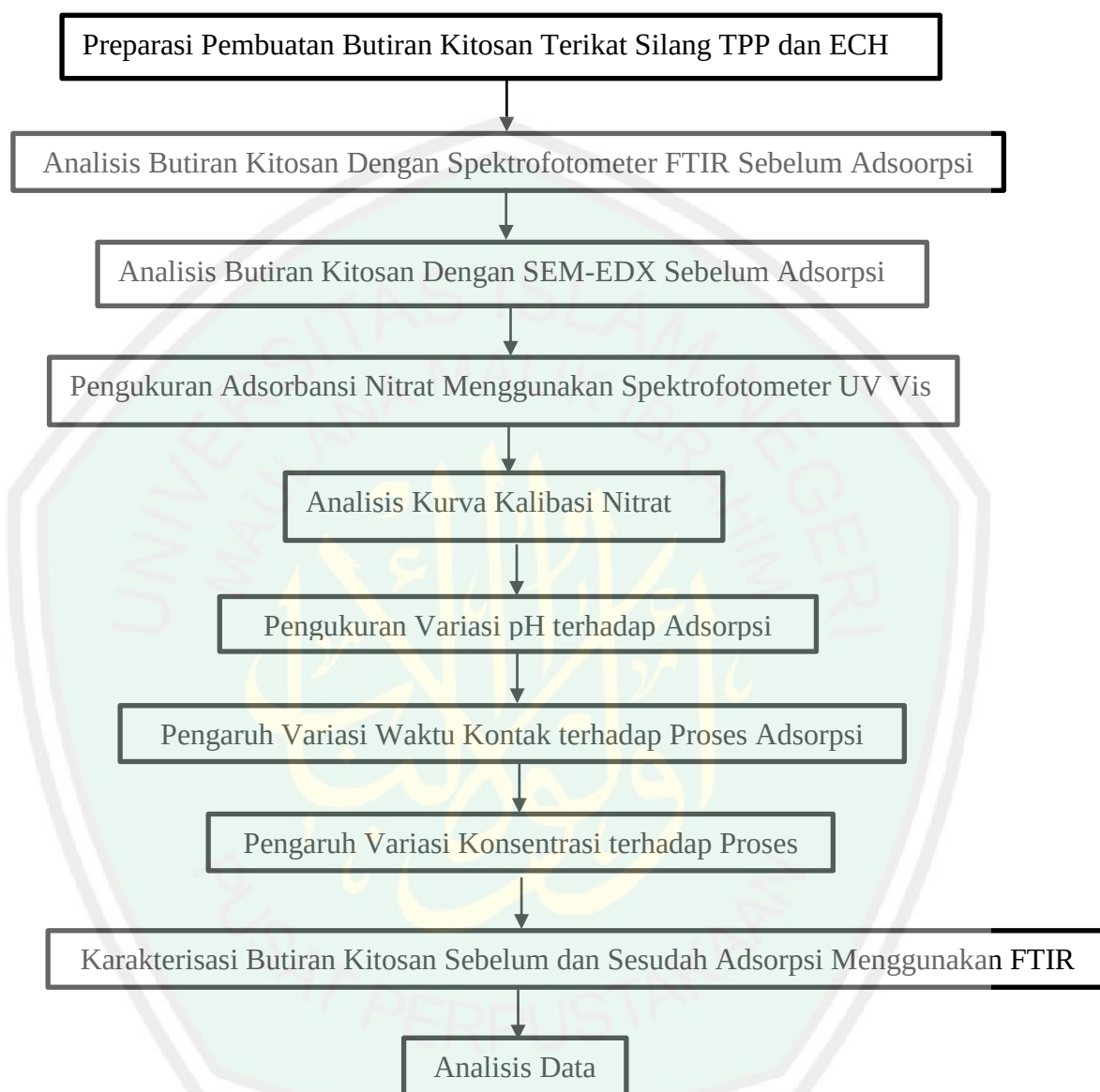
- Chatterjee., Sudipta., Lee Dae, S., Lee Min, W, and Woro Seung, H., 2009. Enhanced Adsorption of Congo Red From Aqueous Solutions by Chitosan Hydrogel Beads Impregnated. *Bioresource Technology*. 100, 2803-2809.
- M. Chabani, A. Amrane, and A. Bensmaili, Kinetics of Nitrates Adsorption on Amberlite IRA 400 resin, *Desalination* 206 (2007) 560–567, doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2006.04.064>.
- Effendi, H. (2003). *Telaah Kualitas Air bagi Pengolahan Sumberdaya Hayati Lingkungan Perairan*. Yogyakarta. Kanisius.
- Endang W Laksono, Jaslin Ikhsan and AK. Prodjosantoso. (2006). Complex Surface Formation Model On Chitosan Adsorption to Metals. *Proceeding International Conference of Mathematics and Natural Scinces*, Bandung : November 2006
- Evaani, Duma Yanrita., Cahyaningrum, and Sari Edi. 2012. Sintesis dan Pemanfaatan Kitosan-Alginat Sebagai Membran Ultrafiltrasi Ion K⁺ . *UNESA Journal of Chemistry* Vol.1, NO.2 : Surabaya.
- Gerardi, M. H. 2002. *Nitrification and Denitrification in the Activated Sludge Process*. New York: John Wiley & Sons, inc.
- Guibal, E. (2004). Interactions of Metal Ions With Chitosan-Based Sorbents: A review. *Separation and Purification Technology*, 38(1), 43–74.
- Hasan DMA, Olasehinde PI, Ahmadi AN, Yisa J, Jacob O. Spatial and Temporal Distribution of Nitrate Pollution in Groundwater of Abuja Nigeria. *International Journal of Chemistry* Vol. 4 No. 3. [internet]; 2012 [diakses tanggal 15 Desember 2014] available from <http://dx.doi.org/10.5539/ijc.v4n3.p104>.
- Ho, Y.S., Mc Kay, G., Wase, D.A.J., and Foster,C.F,. 2000. Study of the Sorption of Divalent Metal Ions onto Peat. *Adsorption Science Technology*. 18. 639-650.
- Kaban, J. 2009. *Modifikasi Kimia dari Kitosan dan Aplikasi Produk yang Dihasilkan*. Pidato Pengukuhan guru Besar. USU.
- Kembaren, A., 2013. *Pembuatan ESI Pb²⁺ Menggunakan Membran dari Campuran PbS, PVC, dan DBP*. *Jurnal penelitian*. Fakultas matematika dan ilmu pengetahuan alam. Universitas Negeri Medan.

- Laus, R., Costa, T. G., Szpoganicz, B., and Favere, V. T. (2010). Adsorption and Desorption of Cu (II), Cd (II) and Pb (II) Ions Using Chitosan Crosslinked with Epichlorohydrin-Triphosphate as The Adsorbent, *Journal of Hazardous of Material*, 183, 233 – 241.
- Lin, Y.H., 2007. *A Study of The Mobility of Silver Ions in Chitosan Membranes*. Thesis: University Waterloo. Canada.
- Madjid, A., Nitsae, M., Atikah, dan Sabarudin, A. (2015). Pengaruh Penambahan Tripolyfosfat pada Kitosan Beads untuk Adsorpsi Methyl Orange. *Jurnal MIPA*, 30(2). 144 – 149.
- Masykur, Abu., Budi Hastuti., dan Fariha Ifda. 2009. *Modifikasi Kitosan Melalui Proses Swelling Dan Crosslinking Menggunakan Glutaraldehid Sebagai Pengadsorpsi Logam Cr (Vi) Pada Limbah Industri Batik*. Faculty of Mathematics and Naatural Science. UNS.
- Miretzky, P., & Cirelli, A. F. (2009). Hg(II) Removal from Water by Chitosan and Chi-tosan Derivatives: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 167(1), 10–23.
- Mohammad, A. M., Taher A., Salah, E., Mohammed, A. H., and Bahgat, E. E. A. (2015). Efficient Treatment of Lead-Containing Wastewater by Hydroxyapatite/Chitosan Anostructures. *Arabian Journal of Chemistry*. 14. 1878 – 5352.
- Mohamed, N. A., & Fahmy, M. M. (2012). Synthesis and Antimicrobial Activity of Some Novel Cross-Linked Chitosan Hydrogels. *International Journal of Molecular Sciences*. 13(9), 11194–11209.
- Ngah, W.S. Wan, S. Ab. Ghani, L. L. Hoon. 2002. Comparative Adsorption of Lead(II) on Flake and Bead-types of Chitosan. *Journal of the Chinese Chemical Society*. 49, p.625-628
- Rinaudo, M. (2006). Chitin and Chitosan: Properties and Applications. *Progress in Polymer Science*, 31(7), 603–632.
- Sanjaya, I. & Yuanita L. 2007. Adsorpsi Pb (II) oleh Kitosan Hasil Isolasi Kitin Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla sp*). *J. Ilmu Dasar* 8(1):30-36.
- Singh,dkk. 2005. *External Stimuli Response on A Novel Chitosan Hydrogel Crosslinked with Formaldehyde*. *Bull Mater Sci*, Vol 29, No 3, Hal.233-238.

- Sugita, P. 2009. *Kitosan: Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor : IPB Press.
- Shu XZ., and Zhu KJ. 2002. Controlled Drug Release Properties of Ionically Cross-Linked Chitosan Beads: The Influence of Anion Structure. *International Journal of Pharmaceutics* 233:217-225.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah* . Jakarta : Lentera Hati. Hal. 308.
- Syauqiah I, Amalia M, dan Kartini HA. 2011. Analisis Variasi Waktu dan Kecepatan Pengaduk pada Proses Adsorpsi Limbah Logam Berat dengan Arang Aktif. *Info Teknik* 12(1):11-20.
- Tran, C. D., Simon, D., Delneri, A., and Franco, M. (2013) Chitosan-Cellulose Composite Materials: Preparation, Characterization and Application for Removal of Microcrystin. *Journal of Hazardous Materials*. 15, 355 – 366.
- Trisnawulan, IAM., 2007, Analisis Kualitas Air Sumur Gali Di Kawasan Pariwisata Sanur. *Tesis*. Program Magister Ilmu Lingkungan Pasca Sarjana Universitas Udayana,Bali.
- Utami, U.B.L., Rohman, T., dan Mahmud., 2009. Adsorpsi Pb(II) oleh Kitosan Terlapiskan pada Arang Aktif Cangkang Kelapa Sawit, *J. Sains MIPA*, 15(2) : 89 – 99.
- Wahyono D. 2010. Ciri Nanopartikel Kitosan dan Pengaruhnya pada Ukuran Partikel dan Efisien Penyalutan Ketopren. *Tesis*. Program Pasca Sarjana. IPB : Bogor.
- Wang, L., & Wang, A., 2008. Adsorption Properties of Congo Red from Aqueous Solution Onto Surfactant-Modified Montmorillonite. *J. Hazard. Mater.* 160, 173–180.
- Wu, F. C., Tsengand, R. L., and Juang, S. J. (2001). Kinetic Modeling of Liquid-Phase Adsorption of Reactive Dyes and Metal Ion on Chitosan. *Wat Res.* 35(6), 613 – 618.
- Yahaya, N.K.E, Muhammad, F.P, Ismail, A, Olugbenga, S. B and Mohd, A.A, 2011. *Adsorptiv Removal of Cu (II) Using Activated Carbon Prepared From Rice Husk by ZnCl₂ Activation and Subsequent Gasification with CO₂*. School of Chemical Engineering University Sains Malaysia.
- Yongmei, X., and Yumin, D. (2003). Effect of Molecular Structure of Chitosan on Protein Delivery Properties of Chitosan Nanoparticles. *International Journal of Pharmaceutics*. 250: 215-226.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan



Lampiran 2. Diagram Alir

2.1 Pembuatan Butiran Kitosan

Kitosan serbuk

- Ditimbang sebanyak 1 gram
- Dilarutkan kedalam 100 ml asam asetat 5%
- Dimasukkan larutan kitosan ke dalam *syringe* 1 ml dan diteteskan kedalam 25 ml larutan TPP 10%
- Direndam selama $\pm$ 3 jam
- Disaring
- Dimasukkan butiran kitosan ke dalam 25 mL larutan ECH 5% v/v
- Dioven selama 2 jam pada suhu 50-60 °C
- Dikondisikan pada pH lebih dari 10 dengan NaOH selama 1 jam
- Disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C

Hasil

2.2 Pengukuran absorbansi Nitrat menggunakan Spektrofotometer UV-VIS

2.2.1 Pembuatan Kurva Standart Nitrat.

Pembuatan asam salisilat 5%

- Ditimbang asam salisilat bubuk sebanyak 0,05 gram
- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Ditambahkan H₂SO₄ satu pengambilan pipet tetes
- Diaduk hingga larut
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditandabatkan dan dihomogenkan dengan H₂SO₄

Hasil

2.3 Pembuatan NaOH 2N

Pembuatan NaOH 2 N

- Ditimbang sebanyak 8 gram
- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Ditambahkan aquades
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- Ditandabatkan dengan aquades

Hasil

2.4 Pembuatan Sampel Nitrat 500 ppm

Pembuatan Sampel Nitrat 500 ppm

- Ditimbang bubuk KNO_3 sebanyak 0,1 gram dalam beaker glass
- Dilarutkan dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- Diambil sampel 1000 ppm sebanyak 50 ml
- Ditanda bataskan dan dihomogenkan dengan aquades

Hasil

2.5 Analisis Kurva Kalibrasi Nitrat

Analisis Kurva Kalibrasi Nitrat

- Disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 6 buah
- dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml
- ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml dalam ruang gelap menggunakan micropipet 100-1000 ml
- Digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit.
- Dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml
- Ditunggu 20 menit
- Dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS

Hasil

2.6 Pengaruh pH terhadap Proses Adsorpsi

Larutan Nitrat

- Disiapkan larutan NO_3 (Nitrat) 500 ppm sebanyak 100 ml
- Dikondisikan pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 dengan penambahan NaOH 0,1 M atau H_2SO_4 0,1 M
- Dibagi masing-masing 25 ml dalam 3 wadah (pengulangan triplo)
- Dishaker pada kecepatan 100 rpm selama 24 jam
- Disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 25 buah
- Dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml
- Ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml menggunakan micropipet 100-1000 ml
- Digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit
- Dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit
- Dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS

Hasil

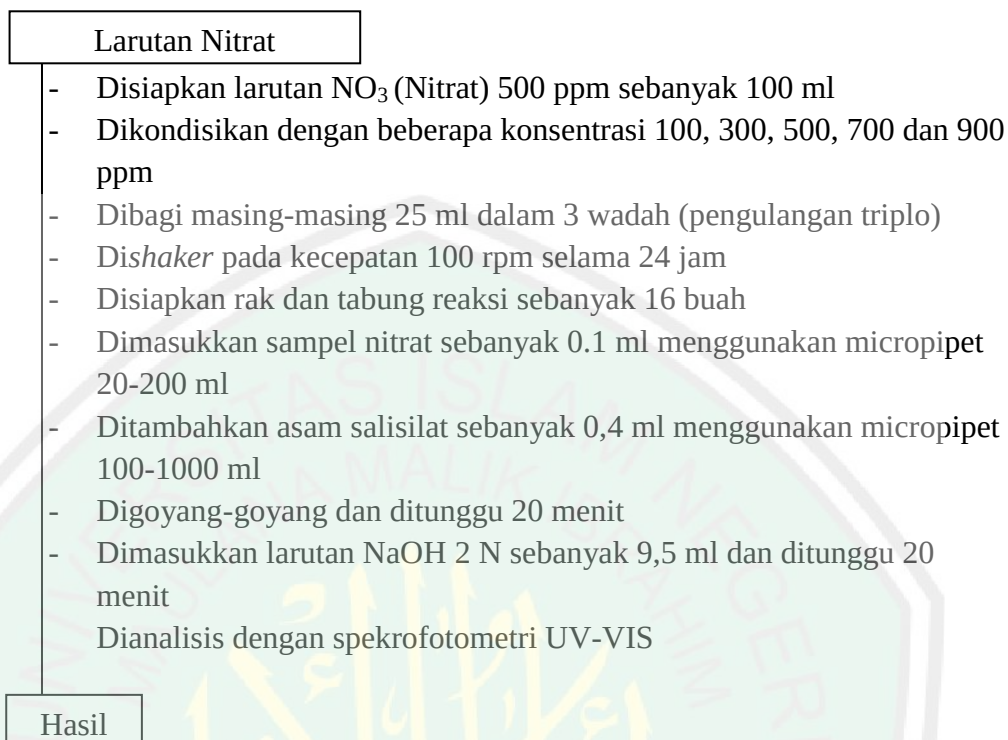
2.6 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Proses Adsorpsi

Larutan Nitrat

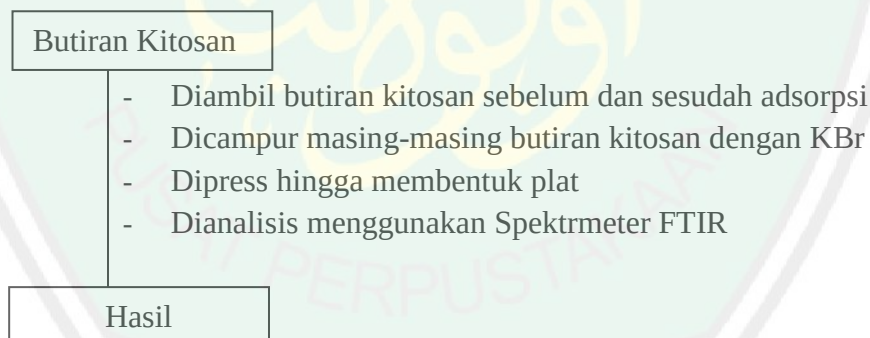
- Disiapkan larutan NO_3 (Nitrat) 500 ppm sebanyak 100 ml
- Dibagi masing-masing 25 ml dalam 3 wadah (pengulangan triplo)
- Dishaker pada kecepatan 100 rpm selama 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, 3 jam, 6 jam, 24 jam dan 48 jam
- Disiapkan rak dan tabung reaksi sebanyak 25 buah
- Dimasukkan sampel nitrat sebanyak 0.1 ml menggunakan micropipet 20-200 ml
- Ditambahkan asam salisilat sebanyak 0,4 ml menggunakan micropipet 100-1000 ml
- Digoyang-goyang dan ditunggu 20 menit
- Dimasukkan larutan NaOH 2 N sebanyak 9,5 ml dan ditunggu 20 menit
- Dianalisis dengan spektrofotometri UV-VIS

Hasil

4.7 Pengaruh konsentrasi terhadap Proses Adsorpsi`



2.8 Karakterisasi spektrometer FTIR



Lampiran 3.Perhitungan

3.1 Pembuatan Larutan Asam Asetat 5%

Konsentrasi asam asetat	= 5%
Massa Asam Asetat	= 5 ml
Volume akuades	= 100ml

3.2Pembuatan Larutan TPP 10%

Konsentrasi TPP	= 10%
Massa TPP	= 1 gram
Volume akuades	= 100 ml

3.3 Pembuatan Larutan ECH 5%

Konsentrasi ECH	= 5%
Massa ECH	= 5 gram
Volume akuades	= 100 ml

3.4 Pembuatan Larutan Asam salisilat 5%

Konsentrasi Asam Salisilat	= 5%
Volume akuades	= 100 mL
% Massa	$= \frac{\text{Massa (gr)}}{\text{Massa (mL)}} \times 100\%$
5%	$= \frac{\text{Massa (gr)}}{100 \text{ mL}} \times 100\%$
Massa	= 5 gram

3.5 Pembuatan larutan NaOH 2 N

Diket : N = 2

Valensi = 1

Mr = 40

Vol. = 0.1

Ditanya : Massa ?

$$\text{Jawab : } N = \frac{(\text{Massa} \times \text{Valensi})}{\text{Mr} \times \text{Vol}}$$

$$2 = \frac{(\text{Massa} \times 1)}{40 \times 0,1}$$

$$2 = \frac{\text{Massa}}{4}$$

$$\text{Massa} = 8 \text{ gram}$$

3.6 Perhitungan Larutan H₂SO₄ 0,1 M

$$\text{Mr Senyawa} = 98,08 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Berat jenis senyawa} = 1,84 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Konsentrasi H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = 95-97\% \text{ (dianggap } 96\%)$$

$$\begin{aligned} \text{Molaritas senyawa} &= \frac{10 \times \% \times \text{BJ}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{10 \times 96\% \times 1,84 \text{ gr/mL}}{98,08 \text{ GR/Mol}} \\ &= 18 \text{ M} \end{aligned}$$

Pengenceran :

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 18 \text{ M} \cdot V_1 &= 0,1 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 0,56 \text{ mL} \end{aligned}$$

3.7 Pembuatan NaOH 0,1 M

$$\text{Mr senyawa} = 40 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Volume larutan} = 0,1 \text{ L}$$

$$\text{Konsentrasi larutan} = 0,1 \text{ M}$$

$$= \text{Konsentrasi} \times \text{Volume}$$

$$= 0,1 \text{ M} \times 0,1 \text{ L}$$

$$= 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{Massa senyawa} = \text{Mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ gr/mol}$$

$$= 0,4 \text{ gram}$$

3.8 Perhitungan Nitrat 500 ppm dan 1000 ppm

- Larutan Nitrat 500 ppm

$$500 \text{ ppm} = \frac{500 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{50 \text{ m}}{0,1 \text{ L}} = \frac{0,05 \text{ gr}}{100 \text{ mL}}$$

- Larutan Nitrat 1000 ppm

$$1000 \text{ ppm} = \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{100 \text{ m}}{0,1 \text{ L}} = \frac{0,1 \text{ gr}}{100 \text{ mL}}$$

3.7 Pembuatan larutan nitrat untuk kurva standart 200, 400, 600, 800 dan 1000 ppm

$$200 \text{ ppm} \rightarrow M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ ppm} \cdot V_1 = 200 \text{ ppm} \cdot 10$$

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

$$400 \text{ ppm} \rightarrow M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$500 \text{ ppm} \cdot V_1 = 400 \text{ ppm} \cdot 10$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

$$600 \text{ ppm} \rightarrow M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 600 \text{ ppm} \cdot 10$$

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

$$800 \text{ ppm} \rightarrow M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 800 \text{ ppm} \cdot 10$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Lampiran 4. Data Hasil Adsorpsi Butiran Kitosan

4.1 Data Absorbansi Variasi Ph

Analysis

Collection time

10/3/2019 1:58:13 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
2.1		0.1333	0.0004	0.27	0.1337
					0.1331
					0.1330
2.2		0.3984	0.0001	0.04	0.3986
					0.3984
					0.3983
2.3		0.2639	0.0002	0.07	0.2638
					0.2638
					0.2642
3.1		0.2459	0.0001	0.05	0.2461
					0.2458
					0.2459
3.2		0.4245	0.0012	0.28	0.4231
					0.4249
					0.4254
3.3		0.4619	0.0002	0.04	0.4619
					0.4621
					0.4618
4.1		0.3982	0.0002	0.06	0.3982
					0.3979
					0.3984

4.2				0.1353
				0.1361
	0.1360	0.0007	0.50	0.1367

4.3				0.2151
				0.2151
	0.2151	0.0000	0.01	0.2150

5.1				0.3337
				0.3339
	0.3339	0.0001	0.04	0.3340

5.2				0.3998
				0.4000
	0.3999	0.0001	0.03	0.3999

5.3				0.4038
				0.4036
	0.4037	0.0001	0.03	0.4039

6.1				0.4152
				0.4155
	0.4153	0.0001	0.03	0.4154

6.2				0.4383
				0.4382
	0.4384	0.0002	0.05	0.4386

6.3				0.3190
				0.3192
	0.3191	0.0002	0.05	0.3193

7.1				0.4418
				0.4418
	0.4419	0.0002	0.04	0.4421

7.2				0.2210
				0.2212
	0.2212	0.0002	0.11	0.2215

7.3				0.3520
				0.3517
	0.3518	0.0001	0.04	0.3519

8.1				0.3654
				0.3653
	0.3654	0.0000	0.01	0.3654

8.2				0.4381
				0.4379
	0.4380	0.0001	0.02	0.4380

8.3				0.4270
				0.4268
	0.4270	0.0002	0.04	0.4272

9.1				0.4565
				0.4575
	0.4570	0.0005	0.10	0.4571

9.2				0.4444
				0.4440
	0.4441	0.0002	0.05	0.4440

9.3				0.4571
				0.4575
	0.4574	0.0002	0.04	0.4574

4.2 Data Kapasitas Adsorpsi pH

pH	A	Kons. awal	Kapasitas Adsorpsi
3	0,4611	500	99,1025641
4	0,3036	500	216,5833333
5	0,2066	500	97,43589744
6	0,3227	500	86,12179487
7	0,4332	500	136,7307692
8	0,251	500	67,66025641
9	0,4371	500	26,6025641

pH	Absorbansi	Kons. Awal	Q Akhir	Q rata-rata	Stdev
pH 3	0,2459	319,5384615	225,5769231	99,1025641	90,627923
	0,4245	456,9230769	53,84615385		
	0,4619	485,6923077	17,88461538		
pH 4	0,3982	436,6923077	63,30769231	216,5833333	112,74236
	0,136	235	331,25		
	0,2151	295,8461538	255,1923077		
pH 5	0,3339	387,2307692	140,9615385	97,43589744	30,813403
	0,3999	438	77,5		
	0,4037	440,9230769	73,84615385		
pH 6	0,4153	449,8461538	62,69230769	86,12179487	49,674876
	0,4384	467,6153846	40,48076923		
	0,3191	375,8461538	155,1923077		
pH 7	0,4419	470,3076923	37,11538462	136,7307692	87,119877
	0,2212	300,5384615	249,3269231		
	0,3518	401	123,75		
pH 8	0,3654	411,4615385	110,6730769	67,66025641	30,719645
	0,438	467,3076923	40,86538462		
	0,427	458,8461538	51,44230769		
pH 9	0,457	481,9230769	22,59615385	26,6025641	5,9399596
	0,4441	472	35		
	0,4574	482,2307692	22,21153846		

4.3 Data Penentuan Konsentrasi Optimum

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
100 1					0.1164
					0.1166
		0.1165	0.0001	0.07	0.1166
100 2					0.1048
					0.1052
		0.1052	0.0003	0.30	0.1055
100 3					0.1285
					0.1285
		0.1285	0.0000	0.03	0.1285
300 1					0.3071
					0.3073
		0.3072	0.0001	0.03	0.3072
300 2					0.3895
					0.3893
		0.3897	0.0005	0.12	0.3902
300 3					0.3366
					0.3366
		0.3366	0.0000	0.00	0.3366
500 1					0.5645
					0.5648
		0.5648	0.0003	0.06	0.5652
500 2					0.4622
					0.4632

		0.4633	0.0010	0.22	0.4643
500	3				0.5761
					0.5759
		0.5759	0.0001	0.02	0.5758
700	1				0.6666
					0.6670
		0.6669	0.0003	0.04	0.6670
700	2				0.7585
					0.7586
		0.7586	0.0001	0.01	0.7587
700	3				0.7618
					0.7617
		0.7617	0.0001	0.01	0.7616
900	1				0.9659
					0.9657
		0.9661	0.0005	0.05	0.9667
900	2				0.9290
					0.9291
		0.9291	0.0002	0.02	0.9294
900	3				0.8612
					0.8615
		0.8618	0.0007	0.09	0.8626

4.4 Data kapasitas adsorpsi variasi konsentrasi

Konsentrasi	absorbansi	konsentrasi X
100	0.0811	192.7692308
300	0.3325	386.1538462
500	0.5078	521
700	0.6398	622.5384615
900	0.9725	878.4615385

Konsentrasi	Absorbansi	Q Awal	Q Akhir	Rata-rata	STDEV
100,1	0,1165	220	-34,03846154	-30,41666667	6,273132733
100,2	0,1052	211,3076923	-23,17307692		
100,3	0,1285	229,2307692	-34,03846154		
300,1	0,3072	366,6923077	24,32692308	-11,53846154	40,20530246
300,2	0,3897	430,1538462	-55		
300,3	0,3366	389,3076923	-3,942307692		
500,1	0,5648	564,8461538	-54,80769231	-25,83333333	59,66734192
500,2	0,4633	486,7692308	42,78846154		
500,3	0,5759	573,3846154	-65,48076923		
700,1	0,6669	643,3846154	-26,05769231	-85,83333333	51,78867339
700,2	0,7586	713,9230769	-114,2307692		
700,3	0,7617	716,3076923	-117,2115385		
900,1	0,9661	873,5384615	6,153846154	51,44230769	50,84465915
900,2	0,9291	845,0769231	41,73076923		
900,3	0,8618	793,3076923	106,4423077		

4.5 Data Absorbansi Variasi Waktu Kontak

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
0.1					0.5504
					0.5505
		0.5507	0.0004	0.08	0.5512
0.2					0.5942
					0.5941
		0.5942	0.0002	0.03	0.5944

0.3				0.5719
				0.5718
	0.5719	0.0001	0.01	0.5719

30.1				0.4804
				0.4805
	0.4805	0.0001	0.02	0.4806

30.2				0.4808
				0.4808
	0.4809	0.0001	0.01	0.4809

30.3				0.5454
				0.5457
	0.5456	0.0001	0.03	0.5456

60.1				0.5577
				0.5574
	0.5574	0.0003	0.05	0.5571

60.2				0.4353
				0.4353
	0.4353	0.0001	0.01	0.4354

60.3				0.5465
				0.5465
	0.5465	0.0000	0.01	0.5465

90.1				0.5320
				0.5321
	0.5321	0.0001	0.01	0.5321

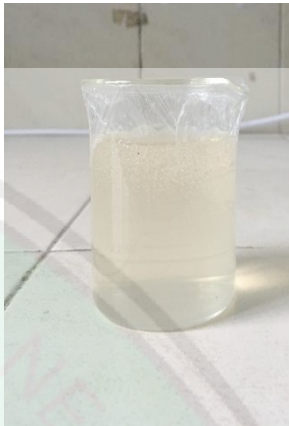
90.2				0.5212
------	--	--	--	--------

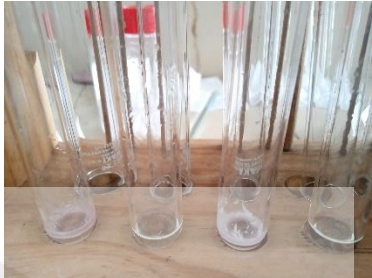
				0.5228
	0.5225	0.0011	0.22	0.5234
90.3				0.4023
				0.4020
	0.4024	0.0004	0.10	0.4028

4.6 Data Kapasitas Adsorpsi Nitrat

(Waktu) T 1	Konsentrasi (ppm)	Kapasitas Adsorpsi (mg/g)
0	554	0
30	500	67.5
60	559.1538462	-6.442307692
90	539.6923077	17.88461538
3 jam	443.4615385	138.1730769
6 jam	503.6153846	62.98076923
24 jam	485.6153846	85.48076923
T 2	x	Q
0	587.4615385	0
30	500.3076923	108.9423077
60	465.2307692	152.7884615
90	532.3076923	68.94230769
3 jam	493.5384615	117.4038462
6 jam	516.5384615	88.65384615
24 jam	513.4615385	92.5
T 3	x	Q
0	570.3076923	0
30	550.0769231	25.28846154
60	550.7692308	24.42307692
90	439.9230769	162.9807692
3 jam	482.6923077	109.5192308
6 jam	511.0769231	74.03846154
24 jam	504.3076923	82.5
	Q rata-rata	
	0	
	67.24358974	
	56.92307692	
	83.26923077	
	121.6987179	
	75.22435897	
	86.82692308	

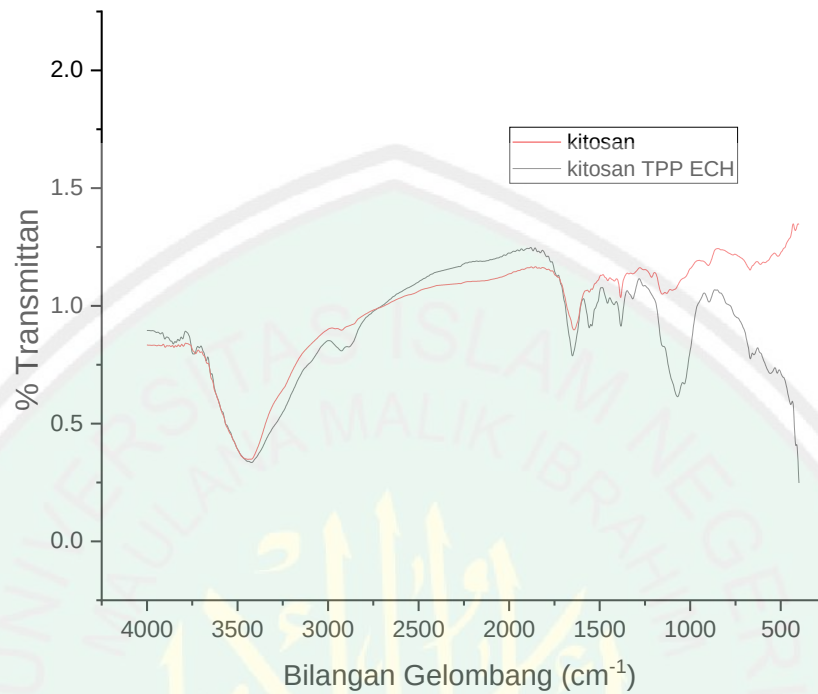
Lampiran 5. Dokumentasi

No.	Perlakuan	Hasil
1.	Kitosan dilarutkan dengan asam asetat dalam beaker glass	Larutan kental berwarna kuning 
2.	Butiran kitosan diikat silangkan dengan TPP dan ECH	Butiran Kitosan basah dalam larutan ECH 
3.	Butirak kitosan setelah dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C	Butiran kitosan kering 

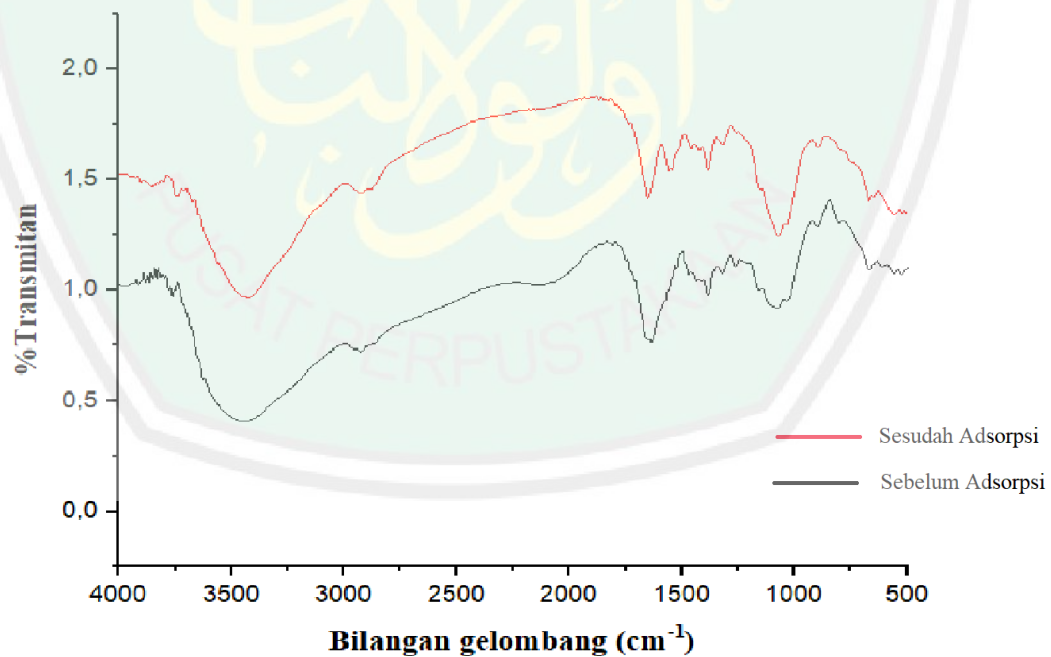
4.	Campuran Larutan Nitrat dengan Asam salisilat	Larutan sedikit berwarna kuning 
5.	Campuran larutan Nitrat dengan asam salisilat ditambah dengan NaOH	Larutan berwarna kuning bening 

Lampiran 6. Gambar FTIR Butiran Kitosan

6.1 Gambar Spektra Kitosan dengan Kitosan Terikat Silang Sebelum Adsorpsi

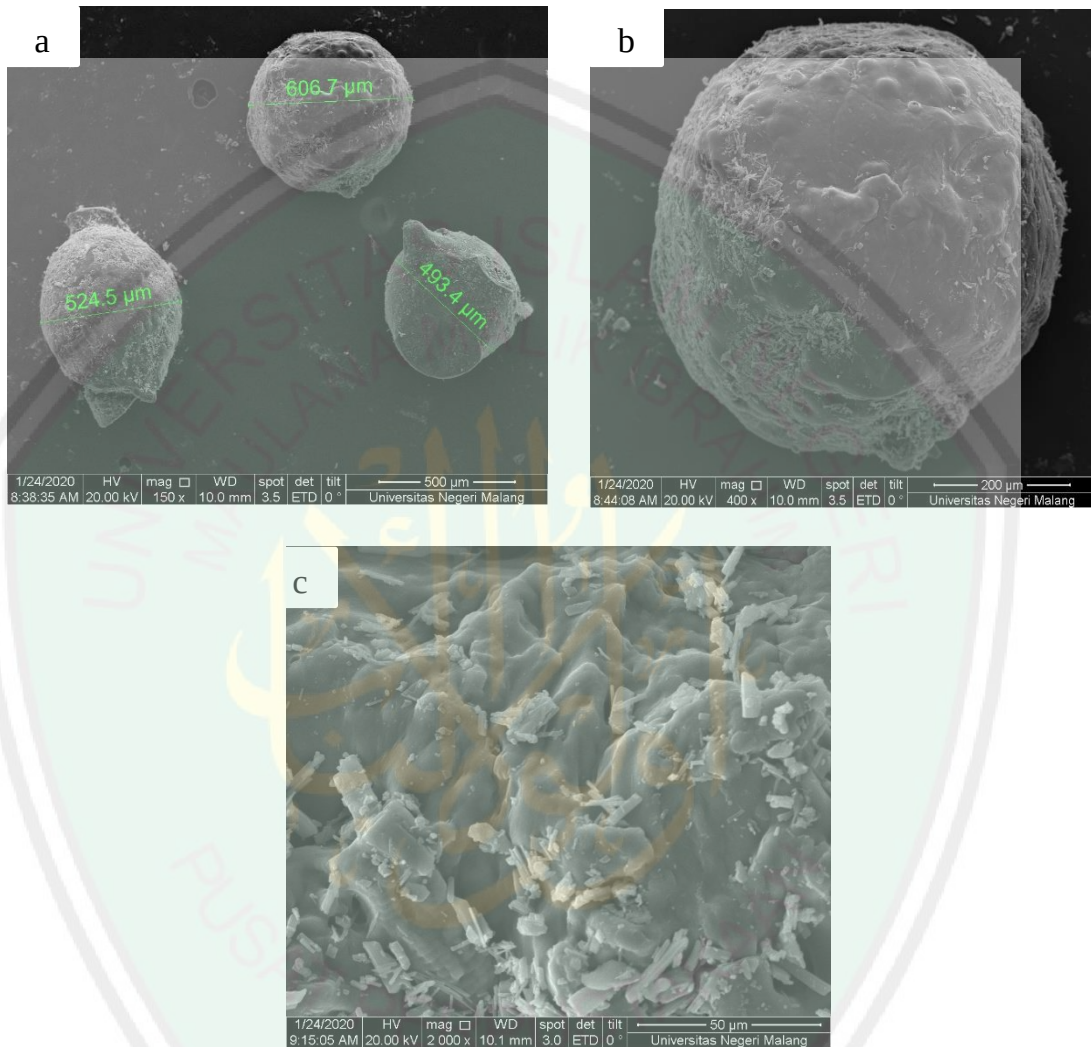


6.2 Gambar Spektra Kitosan Terikat Silang Sebelum dan Sesudah Adsorpsi



Lampiran 7. Gambar SEM Butiran Kitosan

7.1 Gambar Morfologi Butiran Kitosan Sebelum Adsorpsi Dengan Perbesaran (a) 150x, (b) 400x dan (c) 2000x



Lampiran 8. Tabel Hasil EDX Butiran Kitosan.

Sampel	Atom					Total (%)
	C (%)	O (%)	Na (%)	P (%)	Cl (%)	
Kitosan	45,22	36,60	07,15	05,77	05,26	100

Lampiran 9. Tingkatan warna dan Panjang gelombang spektrofotometer Visibel.

