

**KINERJA BUTIRAN KITOSAN TERIKATSILANG EPIKLOROHIDRIN
(ECH) DAN GLUTARALDEHID (GLA) TERHADAP ADSORPSI
*REMAZOL YELLOW FG***

SKRIPSI

**Oleh:
NUR HASANAH
NIM.18630109**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**KINERJA BUTIRAN KITOSAN TERIKATSILANG EPIKLOROHIDRIN
(ECH) DAN GLUTARALDEHID (GLA) TERHADAP ADSORPSI
REMAZOL YELLOW FG**

SKRIPSI

Oleh:
NUR HASANAH
NIM. 18630109

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

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023

HALAMAN PERSETUJUAN

**KINERJA BUTIRAN KITOSAN TERIKATSILANG EPIKLOROHIDRIN
(ECH) DAN GLUTARALDEHID (GLA) TERHADAP ADSORPSI
REMAZOL YELLOW FG**

SKRIPSI

Oleh:
NUR HASANAH
NIM. 18630109

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal:

Pembimbing I

Armeida Dwi R. M, M.Si
NIP. 19890527 201903 2 016

Pembimbing II

Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012



HALAMAN PENGESAHAN

KINERJA BUTIRAN KITOSAN TERIKATSILANG EPIKLOROHIDRIN (ECH) DAN GLUTARALDEHID (GLA) TERHADAP ADSORPSI *REMAZOL YELLOW FG*

SKRIPSI

Oleh:
NUR HASANAH
NIM. 18630109

Telah dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi dan
Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal:

Pengaji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001

(.....)



(.....)



Anggota Pengaji I : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Anggota Pengaji II : Armeida D.R Madjid, M.Si
NIP. 19890527 201903 2 016

Anggota Pengaji III : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012



SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Nur Hasanah
NIM : 18630109
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Kinerja Butiran Kitosan Terikatsilang Epiklorohidrin (ECH) dan Glutaraldehid (GLA) Terhadap Adsorpsi *Remazol Yellow FG*

Menyatakan bahwa skripsi saya merupakan benar-benar hasil sendiri, baik sebagian maupun secara keseluruhan, terkecuali dalam bentuk kutipan yang sudah disebutkan sumbernya. Apabila dikemudian hari terdapat klaim dari pihak lain sudah bukan menjadi tanggung jawab Dosen Pembimbing dan Pihak Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 19 Juni 2023



Nur Hasanah
NIM. 18630109

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil’alamin, segala puji dan syukur selalu saya panjatkan kepada kehadiran Allah *Subhanahu Wata’ala* yang telah memberikan rahmat, hidayah, dan karunia-Nya, dan puji syukur atas nikmat-Nya berupa kesehatan dan kemampuan sehingga saya bisa menyelesaikan penulisan naskah skripsi ini. Shelawat serta salam selalu saya haturkan kepada baginda Nabi Muhammad *Shallallahu ‘alaihi wasallam* yang telah memberikan saya nikmat iman dan islam.

Sebuah naskah tugas akhir dengan judul “**Kinerja Butiran Kitosan Terikatsilang Epiklorohidrin (ECH) dan Glutaraldehid (GLA) Terhadap Adsorpsi Remazol Yellow FG.**” Karya ini saya persembahkan kepada setiap orang yang telah mengulurkan tangan serta memberikan cinta dan kasih bagi saya, diantaranya:

1. Kedua orang tua, ibu Suliha dan bapak Jasani. Beliau adalah alasan saya berjuang menyelesaikan naskah ini. Terimakasih banyak atas segala hal yang tidak cukup untuk diutarakan.
2. Kedua kakak kandung saya dayat dan samsudin, terimakasih karena selalu siaga membantu dalam hal apapun.
3. Seluruh bapak dan ibu dosen, staff, dan laboran Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah menyalurkan ilmu dan bantuan kepada saya. Khususnya dosen wali saya ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, yang sudah menasehati dan membimbing saya dari awal masuk kuliah sampai saat ini.
4. Pembimbing I ibu Armeida Dwi Ridhowati M, M.Si dan pembimbing II ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, terimakasih telah membimbing dengan sabar dan selalu memberikan arahan dan motivasi sehingga naskah ini selesai dengan baik.
5. Sahabat-sahabat saya di kelas c (zia, bunga, ipit, nyu, nida) yang selalu siap direpotkan, dan sahabat saya di asrama mahad aly (ziyya dan aiksass) yang selalu bersedia menerima cerita.

6. Teman-teman angkatan kimia 2018 (kripton) dan teman-teman di kelas C (kece), yang selalu memberikan semangat dan support dari awal hingga saat ini.
7. Teman-teman se-perbimbingan (majidah, iqoh, vio, sulfani, geofani, dkk) yang telah membantu saya selama melakukan penelitian di laboratorium analitik.
8. Kepada pengunjung rutin kos bidadari bak kun, iklil, bak titin dan sepupu saya fahmi. Terimakasih banyak sudah banyak menghibur dan ngajak makan.
9. Semua pihak yang terlibat dan ikut andil dalam penyelesaian tugas akhir ini, mulai dari ujian seminar proposal, penelitian sampai sidang.

MOTTO

كُتِبَ عَلَيْكُمُ الْقِتَالُ وَهُوَ كُرْهٌ لَّكُمْ وَعَسَى أَنْ تَكْرَهُوا شَيْئًا وَهُوَ خَيْرٌ لَّكُمْ وَعَسَى أَنْ تُحِبُّوا شَيْئًا
وَهُوَ شَرٌّ لَّكُمْ ۝ وَاللَّهُ يَعْلَمُ وَأَنْتُمْ لَا تَعْلَمُونَ

“.....Boleh jadi kamu membenci sesuatu padahal ia amat baik bagimu, dan boleh jadi pula kamu menyukai sesuatu padahal ia amat buruk bagimu, Allah mengetahui sedang kamu tidak mengetahui.” (QS. Al Baqarah: 216).

“Our tomorrow may be dark, painful, difficult. We might stumble or fall down. But, stars shine brightest when the night is darkest. If the stars are hidden, we'll let moonlight guide us. If even the moon is dark, let our faces be the light that helps us find our way. Let's reimagine our world. We're huddled together tired, but let's dream again.” (RM-Leader of BTS)

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah swt, yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan naskah skripsi yang berjudul **“Kinerja Butiran Kitosan Terikatsilang Epiklorohidrin (ECH) dan Glutaraldehid (GLA) Terhadap Adsorpsi Remazol Yellow FG”**. Shelawat serta salam semoga selalu terlimpahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad saw sebagai revolusioner bagi seluruh umat Islam. Selama menyusun naskah skripsi ini tidak lepas dari bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak sehingga tugas akhir dapat selesai dengan baik dan tepat waktu. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian seminar hasil ini, khususnya kepada:

1. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Ibu Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si, dan ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini
3. Teruntuk Ibu dan Bapak yang selalu mendukung dan mendoakan anaknya, sehingga tetap semangat dalam menyelesaikan skripsi ini

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Dengan penuh rasa syukur kehadirat Allah swt, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Malang, 19 Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PERSETUJUAN	Kesalahan! Bookmark tidak ditentukan.
HALAMAN PENGESAHAN.....	Kesalahan! Bookmark tidak ditentukan.
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	viii
KATA PENGANTAR.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
ABSTRACT	xvii
مستخلص البحث.....	xviii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	6
1.3. Tujuan Penelitian	6
1.4. Batasan Masalah	6
1.5. Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJUAN PUSTAKA	8
2.1. Remazol Yellow FG	8
2.2. Adsorpsi	11
2.3. Kitosan	12
2.4. Modifikasi Kitosan	15
2.5. Analisis Data & Karakterisasi	21
2.5.1. Adsorpsi <i>Remazol Yellow FG</i> Menggunakan UV-Vis.....	21
2.5.2. Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FT-IR	22
BAB III METODELOGI PENELITIAN.....	25
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	25
3.2. Alat dan Bahan	25
3.2.1. Alat	25
3.2.2. Bahan	25
3.3. Tahapan Penelitian.....	26
3.4. Cara Kerja	26
3.4.1. Preparasi kitosan beads (dengan TPP 1% b/v)	26
3.4.2. Pengikatsilangan butiran kitosan dengan ECH (variasi konsentrasi)...	27
3.4.3. Pengikatsilangan butiran kitosan dengan GLA (variasi konsentrasi)...	27
3.4.4. Adsorpsi Remazol Yellow FG.....	27
3.4.4.1. Penentuan panjang gelombang maksimum Remazol Yellow FG	27
3.4.4.2. Pembuatan kurva standar Remazol Yellow FG	28
3.4.4.3. Adsorpsi Remazol Yellow FG (ECH & GLA)	28
3.4.4.4. Penentuan pH optimum adsorpsi Remazol Yellow FG	28

3.4.5. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR.....	29
3.4.6. Analisis data jumlah Remazol Yellow FG yang teradsorpsi.....	29
BAB IV HASIL & PEMBAHASAN	30
4.1. Preparasi Adsorben.....	30
4.2. Analisis Adsorpsi Remazol Yellow FG (Spektrofotometer UV-Vis)	34
4.2.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Remazol Yellow FG</i> ..	34
4.2.2. Pembuatan Kurva Standar Remazol Yellow FG.....	35
4.2.3. Adsorpsi Remazol Yellow FG	36
4.2.4. Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Remazol Yellow FG	42
4.3. Karakterisasi Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR.....	45
4.4. Manfaat Penelitian Menurut Perspektif Islam	50
BAB V PENUTUP.....	53
5.1. Kesimpulan	53
5.2. Saran	54
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN.....	65

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Kapasitas adsorpsi <i>Remazol Yellow FG</i> variasi konsentrasi ECH.....	38
Tabel 4.2 Kapasitas adsorpsi <i>Remazol Yellow FG</i> variasi konsentrasi GLA.....	40
Tabel 4.3 Dugaan gugus fungsi pada spektra IR kitosan terikatsilang ECH	46
Tabel 4.4 Dugaan gugus fungsi pada spektra IR kitosan terikatsilang GLA	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Remazol Yellow FG	9
Gambar 2.2 Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan	13
Gambar 2.3 Kitosan terikat dengan tripolifosfat.....	16
Gambar 2.4 Struktur epiklorohidrin.....	17
Gambar 2.5 Reaksi butiran kitosan terikatsilang epiklorohidrin	18
Gambar 2.6 Struktur Glutaraldehid.....	19
Gambar 2.7 Reaksi butiran kitosan terikatsilang gulataraldehid	20
Gambar 2.8 Hasil λ_{max} Remazol Yellow FG	22
Gambar 2.9 Hasil spektar IR (a) kitosan (b) kitosan-TPP (c) kitosan-TPP-ECH.	23
Gambar 2.10 Hasil spektra IR kitosan-TPP-GLA (garis biru).....	24
Gambar 2.11 Spektra IR (c) kitosan beads setelah adsorpsi	24
Gambar 4.1 Kitosan dalam asam asetat 5%	30
Gambar 4.2 Mekanisme in-liquid pembentukan koaservasi kitosan-TPP	31
Gambar 4.3 Butiran kitosan terikat silang ECH (atas), GLA (tengah)	34
Gambar 4.4 Panjang gelombang maksimum Remazol Yellow FG	35
Gambar 4.5 Kurva standar Remazol Yellow FG	36
Gambar 4.6 Grafik perbandingan agen pengikat silang ECH dan GLA.....	42
Gambar 4.7 Pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi butiran kitosan-ECH.....	43
Gambar 4.8 Pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi butiran kitosan-GLA.....	45
Gambar 4.9 Spektra IR kitosan serbuk, kitosan-ECH, setelah adsorpsi	46
Gambar 4. 10 Spektra IR kitosan serbuk, kitosan-GLA, setelah adsorpsi	48

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Persamaan kapasitas adsorpsi.....	12
Persamaan 4.1 Persamaan protonasi kitosan.....	30

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Tahapan Penelitian	65
Lampiran 2. Diagram Alir.....	66
Lampiran 3. Perhitungan Reagen.....	70
Lampiran 4. Data Analisis.....	77
Lampiran 5. Data Perhitungan Hasil Penelitian	81
Lampiran 6. Dokumentasi	88

ABSTRAK

Hasanah. Nur 2023. ***“Kinerja Butiran Butiran Terikatsilang Epiklorohidrin (ECH) dan Glutaraldehid (GLA) Terhadap Adsorpsi Remazol Yellow FG.”*** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Armeida D.R. Madjid, M.Si, Pembimbing II: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci: Adsorpsi, *Remazol Yellow FG*, kitosan terikat silang

Pada umumnya zat warna *Remazol Yellow FG* sulit terdegradasi di lingkungan karena mengandung gugus kromofor Azo. Metode yang telah banyak digunakan untuk menghilangkan limbah dari zat warna tersebut yaitu adsorpsi, salah satu material alami yang dapat digunakan sebagai adsorben adalah kitosan. Modifikasi butiran kitosan menggunakan agen pengikatsilang ECH dan GLA dilakukan untuk menstabilkan dan meningkatkan kinerja adsorpsinya. Dalam penelitian ini, dilakukan perbedaan variasi konsentrasi pada agen pengikat silang ECH dan GLA yaitu (1, 2,5, dan 5) v/v%, kemudian dilakukan optimasi pH pada adsorpsi *Remazol Yellow FG*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui perbandingan konsentrasi paling tinggi dari agen pengikat silang ECH dan GLA terhadap adsorpsi *Remazol Yellow FG*, untuk menentukan pH optimum pada adsorpsi *Remazol Yellow FG* dan untuk mengetahui perubahan struktur kitosan terikatsilang ECH atau GLA sebelum dan sesudah adsorpsi. Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR, sedangkan kapasitas adsorpsinya diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil kapasitas adsorpsi tertinggi terdapat pada butiran kitosan terikat silang ECH 5% sebesar 24,855 mg/gr dan GLA 1% sebesar 21,594 mg/gr, lalu pada variasi pH yang diberikan menggunakan ECH 5% dan GLA 1% dihasilkan nilai Q_e tertinggi berada pada pH 3 yakni sebesar 29,221 mg/gr dan 23,478 mg/gr. Hasil serapan FT-IR pada spektra ECH ditemukan adanya penurunan intensitas dari serapan O-H sebagai indikator terjadinya interaksi antara ECH dan kitosan. Lalu pada spektra GLA diketahui bahwa pembentukan gugus imina (C=N) sama dengan serapan keberadaan TPP yakni di daerah 1631 dan 1537 cm^{-1} . Secara keseluruhan tidak ada serapan baru yang muncul pada spektra ECH dan GLA baik sebelum dan sesudah adsorpsi, hal tersebut dapat diinterpretasikan bahwa proses adsorpsi tidak terjadi secara kimiawi.

ABSTRACT

Hasanah. Nur 2023. ***“Performance of Chitosan Beads Cross-linked with Epichlorohydrin (ECH) and Glutaraldehyde (GLA) on Adsorption of Remazol Yellow FG.”*** Thesis. Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: ADR. Madjid, M.Si, Supervisor II: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: Adsorption, Remazol Yellow FG, Chitosan Cross-linked

In general, Remazol Yellow FG dyes are difficult to degrade in the environment because they contain with chromophore Azo group. The method that has been widely used to remove waste from these dyes is adsorption. One of the natural materials that can be used as an adsorbent is chitosan. Modification of chitosan beads using crosslinker agents ECH and GLA was carried out to stabilize and improve their adsorption performance. In this study, different concentration variations of crosslinking agents ECH and GLA were carried out, namely (1, 2.5, and 5) v/v%, then pH optimization was carried out on the adsorption of Remazol Yellow FG. The purpose of this study was to determine the highest concentration of the crosslinking agents ECH and GLA on the adsorption of Remazol Yellow FG, to determine the optimum pH on the adsorption of Remazol Yellow FG and then to determine the structure changes of chitosan crosslinked ECH and GLA before and after adsorption. The characterization using FTIR Spectrophotometer, while the adsorption capacity was measured using a UV-Vis Spectrophotometer.

Based on the research that has been done, it was found that the highest adsorption capacity was found in chitosan beads crosslinked ECH 5% of 24.855 mg/gr and GLA 1% of 21.594 mg/gr. The highest Q_e was at pH 3 which was 29.221 mg/gr and 23.478 mg/gr. The results of FT-IR absorption in the ECH spectra found a decrease in the intensity of O-H absorption as an indicator of the interaction between ECH and chitosan. Then in the GLA spectra it is known that the formation of imine groups ($C=N$) in areas 1631 dan 1537 cm^{-1} areas. Overall no new absorption appeared in the ECH and GLA spectra both before and after adsorption, this can be interpreted that the adsorption process does not occur chemically.

مستخلص البحث

حسنة، نور. ٢٠٢٣. "أداء حبيبات الكيتوزان عبر مرتبطة إيبكليوروهدرین (ECH) و كلوتريدهيد (GLA) على إمتياز ريمازول الأصفر FG." بحث جامعي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: أرميد دوى رضاوتي مجید. الماجستير. المشرفة الثانية: سوسی نور الخالفة، الماجستير.

كلمات المفتاحية: المتراز، ريمازول الأصفر، الكيتوزان المتشابكة

بشكل العام، الأصباغ الصفراء ريمازول FG يصعب تحليتها في البيئة لأنها تحتوي على مجموعة كروموفور Azo. الطريقة الكثيرة استخدامها لإزالة النفايات من هذه الأصباغ هي الإمتياز، وإحدى المواد الطبيعية التي يمكن استخدامها في الإمتياز هي الشيتوزان. تعديل الشيتوزان باستخدام عوامل المتشابكات إيبكليوروهدرين (ECH) و كلوتريدهيد (GLA) لتحقيق الاستقرار و تحسين عملية الإمتياز. في هذا البحث، تفعل الباحثة تنوع تركيزات العوامل المتشابكات ECH و GLA وهي (١،٢٠٥،٥٪ v/v)، ثم تفعل تحسين الهيدروجيني (pH / بي آيس) على امتياز الصفراء ريمازول FG. كانت الأغرض في هذا البحث هي معرفة مقارنة أعلى التركيز لعوامل المتشابكات ECH و GLA على امتياز الصفراء ريمازول FG، وتعيين أحسن الهيدروجيني على إمتياز الصفراء ريمازول FG، ثم اكتشاف تغييرات في هيكل الشيتوزان المتشابكات ECH و GLA قبل الإمتياز وبعده. أما التوصيف باستخدام FT-IR، وأما قياس سعة الإمتياز باستخدام UV-Vis.

بناء على الحصول في هذا البحث، تجد الباحثة أن أعلى سعة الإمتياز في حبيبات الشيتوزان المتشابكات هي بتركيز ECH ٥٪ بقدر mg/gr ٢٤،٥٥٨ وتركيز GLA ١٪ بقدر mg/gr ٢١،٤٩٥. وفي نوع الهيدروجيني بتركيز ECH ٥٪ و GLA ١٪ يحصل على أعلى Q_e في الهيدروجيني (بي آيس pH) يعني بي آيس ٣ بقدر mg/gr ٢٩،١٢٢ و بقدر mg/gr ٢٣،٨٧٤. أما نتائج إمتصاص FT-IR في أطیاف ECH في أطیاف GLA هناك إنخفاضا في شدة الإمتصاص O-H كمؤشر للتفاعل بين ECH و الشيتوزان. وأما في أطیاف GLA تعرف أن تكوين مجموعات الإلبين ($C=N$) حول 1631 cm^{-1} و 1537 cm^{-1} . على كل حال، لم يظهر الامتصاص الجديد في أطیاف ECH و GLA قبل إمتياز و بعده، هذا دليل بأن عملية الإمتياز لا تحدث على طرق الكميائية

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pemanfaatan pewarna sintetis dalam berbagai bidang industri telah diaplikasikan secara luas, seperti dalam industri tekstil, kosmetik, farmasi, makanan, dan industri kertas. Namun, dampak pewarna sintesis terhadap lingkungan perlu untuk diantisipasi. Pewarna sintesis dapat mengganggu pertumbuhan bakteri dalam air dan pencemaran biologis yang dapat mengakibatkan ketidakseimbangan ekologis (Unuabonah et al. 2008). Berdasarkan strukturnya, pewarna yang tersedia dapat diklasifikasikan menjadi pewarna anionik dan kationik (Errais et al. 2011). *Remazol Yellow FG* merupakan zat pewarna azo yang digunakan pada pencelupan tekstil karena mudah digunakan, warnanya stabil dan tahan terhadap pencucian (DíazGómez-Treviño et al. 2013). Zat warna azo dan produk turunannya bersifat toksik bagi kehidupan akuatik dan mutagenik bagi manusia (Chung and Stevens 1993; Chung et al. 1992). Zat warna yang terkandung dalam air limbah tidak mudah untuk diolah, karena zat warna adalah senyawa organik yang tahan terhadap pencernaan aerobik, serta stabil terhadap zat pengoksidasi, cahaya, dan panas (Crini 2006).

Dalam pemanfaatannya yang berlebihan, zat kimia seperti pewarna azo sangat dapat mencemari lingkungan khususnya perairan dan juga dapat menyebabkan bencana ekologis bagi manusia (Enrico 2019). Banyak kasus nyata yang telah terjadi terkait pencemaran limbah zat warna, salah satu yang paling fenomenal adalah kasus sungai Citarum. Dikutip dari pemaparan petugas Lingkungan Hidup pada berita *kompas.com* (26/04/2011) ada sekitar 500 pabrik

di daerah hulu Citarum, mayoritas adalah pabrik tekstil yang sebagian besar limbahnya langsung dibuang ke anak-anak sungai Citarum. Limbah warna kuning juga terlihat oleh petugas lingkungan setempat. Air yang terkontaminasi bahan kimia ini oleh sebagian warga masih digunakan untuk mandi, akibatnya warga harus berhadapan dengan penyakit kulit. Selain berbahaya pada manusia, pencemaran ini juga akan mengganggu ekosistem didalamnya. Pada penelitian Wikiandy et al (2013) ditemukan beberapa kerusakan struktur organ pada ikan-ikan di DAS Citarum bagian hulu secara histologi akibat pencemaran limbah industri tekstil, diantara kerusakan dan kelainan yang teridentifikasi yaitu nekrosis, edema, kongesti, hyperplasia dan sebagainya.

Hal ini menjadi bukti bahwa sebagian kerusakan alam diprovokatori oleh manusia sehingga manusia juga akan menerima akibatnya kelak, sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Ar-Rum ayat 41, yaitu:

ظَهَرَ الْفُسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ إِمَّا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقُوهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Pada ayat diatas terdapat lafadz “الفساد”, yang penafsirannya adalah segala bentuk pelanggaran atau perusakan atas sistem yang telah dibuat oleh Allah SWT. Perusakan tersebut bisa berupa pencemaran alam yang dapat mengganggu ekosistem di dalamnya. Dalam ayat ini, Allah menegaskan bahwa sebagian akibat buruk kerusakan alam itu akan dirasakan oleh manusia. Meskipun penggunaan *Remazol Yellow FG* ini diperbolehkan dalam industri tekstil, namun tidak untuk

mencemari lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan suatu sistem pengolahan limbah sebelum dibuang ke lingkungan agar dapat meminimalisir serta mencegah pencemaran alam. Pada penelitian ini dilakukan studi pengurangan atau pengolahan limbah zat warna.

Pada umumnya zat warna sintetis sulit terdegradasi, tetapi lebih mudah dihilangkan melalui cara adsorpsi (Sye et al. 2008). Ada banyak metode pengolahan limbah zat warna yang telah dilakukan diantaranya ada ion exchange, presipitasi, koagulasi, fotodegradasi dan adsorpsi. Semua proses ini diiringi kelebihan dan kelemahan masing-masing. Seperti presipitasi yang merupakan metode paling ekonomis tapi tidak efesien digunakan untuk laurtan berair karena bergantung pada pH air limbah (Southern and Cooper 1995), koagulasi menggunakan bahan kimia yang banyak dan menghasilkan residu lumpur yang besar (Keeley et al. 2014), kemudian ion exchange membutuhkan biaya operasi tinggi dan peralatan yang rumit (Hassan and Carr 2018). Metode adsorpsi merupakan salah satu metode alternatif yang potensial dan paling sering dipakai karena memiliki konsep dan perlakuan yang sederhana, dapat didaur ulang, memiliki efisiensi tinggi, serta lebih ekonomis (Yagub et al. 2014).

Hal yang paling berperan dalam proses adsorpsi adalah adsorben. Syarat adsorben yang paling utama yaitu mempunyai daya serap yang tinggi (Ginting 2008). Beberapa material alami yang dapat digunakan sebagai adsorben yakni arang aktif (Karnib et al. 2014), cangkang telur dan kerang (Ahmad et al. 2012), serta kitosan (Mohammad et al. 2017). Kitosan merupakan hasil deasetilasi dari kitin dengan struktur [poli-2-amino-2-deoksi-Dglukosa], yakni suatu polimer yang bersifat polikationik (Nugroho et al. 2014), yang memiliki gugus amino dan

hidroksil sehingga dapat menyerap suatu zat warna kationik maupun anionik (Lazaridis et al. 2007). Kitosan dapat mengadsorpsi senyawa organik dengan baik, tetapi mempunyai beberapa kelemahan seperti tingkat daya apung yang tinggi (Sedyadi and Huda 2013), dan dapat larut dalam suasana asam atau basa (Chen and Huang 2010). Kelemahan ini dapat diatasi dengan cara memodifikasi kitosan untuk meningkatkan kinerja adsorpsinya, beberapa cara yang bisa diterapkan antara lain: Kitosan Terikatsilang (Salzano de Luna et al. 2017), Kopolimerisasi Cangkok (Hasri et al. 2019), Impregnasi Surfaktan (Chatterjee et al. 2010).

Pengikatan silang pada rantai polimer kitosan sering dilakukan karena terbukti dapat meningkatkan stabilitas kimia kitosan, sehingga mampu bekerja dalam larutan basa maupun asam pekat (Chiou and Li 2002). Beberapa agen pengikat silang yang biasanya digunakan adalah senyawa yang mempunyai dua atau lebih gugus fungsi seperti glutaraldehyda (GLA) (Taylor P et al. 2013), epiklorohidrin (ECH) (Jing et al. 2013) dan ethylene glycol diglycidyl ether (EDGE) (Azlan et al. 2009). Pada penelitian ini, akan dilakukan modifikasi secara kimia melalui pengikatansilangan dengan ECH dan GLA, untuk mengetahui perbandingan antara kedua agen tersebut terhadap kinerja adsorpsi kitosan pada *Remazol Yellow FG*. Pengikatan silang kitosan dengan epiklorohidrin membuat gugus –OH pada kitosan mengikat gugus alkil (CH_2) pada epiklorohidrin, sehingga gugus hidroksil yang diproteksi oleh rantai alifatik mengakibatkan permukaan matriks kitosan menjadi lebih hidrofobik (Qaddafi et al. 2014). Sedangkan, penambahan agen pengikat silang glutaraldehyda (GLA) pada kitosan akan membuat strukurnya menjadi lebih rapat dan kuat, karena gugus karbonil yang dimiliki glutaraldehyda dapat berikatan dengan gugus amina kitosan

(Muthoharoh 2012). Pada penelitian (Cestari et al. 2004), setelah pengikatsilangan dengan GLA ditemukan ada sedikit peningkatan kristalinitas pada manik-manik kitosan atau butirannya menjadi lebih rigid.

Sebelum itu, dilakukan pengikatsilangan untuk memperoleh kitosan dalam bentuk butiran (beads). Pembentukan butiran ini dapat diperoleh dengan melarutkan kitosan pada asam asetat, dilanjutkan dengan penambahan tripolifosfat (TPP) (Guibal 2005). Penambahan tripolifosfat (TPP) pada kitosan memiliki peran ganda yaitu dapat membentuk struktur kitosan menjadi butiran yang lebih baik dibandingkan dengan NaOH, serta dapat berperan sebagai protektor gugus -NH₂ kitosan (Laus et al. 2010). Karena, beberapa agen pengikat silang seperti ECH juga memungkinkan berikatan dengan gugus aktif -NH₂ yang berperan penting pada proses adsorpsi (Wu et al. 2010). Berdasarkan analisis yang dilakukan oleh Madjid et al. 2016, ditemukan bahwa pori yang terbentuk pada kitosan dipengaruhi oleh konsentrasi TPP, sedangkan kekakuan dari kitosan beads dipengaruhi oleh lama perendamannya dan penambahan TPP juga dapat mempertahankan gugus -NH₂ dari kitosan meskipun tidak dapat dihilangkan seluruhnya.

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi butiran kitosan melalui agen pengikat silang yaitu epiklorohidrin (ECH) dan glutaraldehida (GLA). Perbandingan kedua agen pengikat silang tersebut ditinjau dari jumlah zat warna *Remazol Yellow FG* yang teradsorpsi. Adapun variasi konsentrasi ECH yang diberikan adalah 1%, 2,5% dan 5% (karena kelarutan ECH dalam air 6,6% suhu 20°C). Lalu, untuk konsentrasi GLA yang digunakan disamakan dengan variasi konsentrasi pada ECH. Selanjutnya, dilakukan adsorpsi *Remazol Yellow FG*

menggunakan kitosan termodifikasi dengan berbagai konsentrasi, kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui kapasitas adsorpsi optimum pada kitosan setelah dimodifikasi. Setelah itu, dilakukan optimasi pH pada pH 2-6. Karakterisasi kitosan juga dilakukan menggunakan instrumentasi spektroskopi inframerah (FTIR) untuk melihat perubahan gugus fungsi butiran kitosan yang sudah di modifikasi, serta sebelum dan sesudah adsorpsi.

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana perbandingan ECH dan GLA dengan variasi konsentrasi pada modifikasi butiran kitosan dalam mengadsorpsi *Remazol Yellow FG*?
2. Bagaimana pengaruh pH terhadap adsorpsi *Remazol Yellow FG*?
3. Bagaimana struktur kitosan terikat silang ECH atau GLA sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan spektrofotometer FT-IR?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui perbandingan dan konsentrasi tertinggi ECH dan GLA pada modifikasi butiran kitosan dalam mengadsorpsi *Remazol Yellow FG*
2. Untuk mengetahui pengaruh pH terhadap adsorpsi *Remazol Yellow FG*
3. Untuk mengetahui struktur kitosan terikat silang ECH atau GLA sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan spektrofotometer FT-IR

1.4. Batasan Masalah

1. Pembuatan butiran kitosan menggunakan tripolifosfat 1% (b/v) dengan lama perendaman 3 jam
2. variasi konsentrasi ECH yang digunakan adalah (1%, 2,5%, 3%, dan 5%)
3. variasi konsentrasi GLA yang digunakan adalah (1%, 2,5%, 3%, dan 5%)
4. Optimasi pH dilakukan pada pH asam 2-6
5. Analisis adsorpsi remazol yellow menggunakan spektrofotometer UV-Vis
6. Karakterisasi menggunakan FT-IR

1.5. Manfaat Penelitian

Adanya penelitian ini diharapkan dapat memberi manfaat berupa pengetahuan ilmiah tentang modifikasi kitosan yang lebih baik antara epiklorohidrin dan glutaraldehid dengan cara cross-linked berdasarkan kinerja adsorpsinya terhadap *Remazol Yellow FG*. Dengan demikian, hasil yang diperoleh dapat dijadikan opsi solusi untuk mengolah limbah zat warna anionik di lingkungan. Beberapa kelebihan hasil modifikasi ini juga diharapkan dapat menjadi kontribusi pada kitosan sebagai adsorben multi fungsi, sehingga bisa segera di aplikasikan untuk mengurangi polutan berbahaya sampingan dari industri tekstil/ pewarnaan dan juga sejenisnya.

BAB II

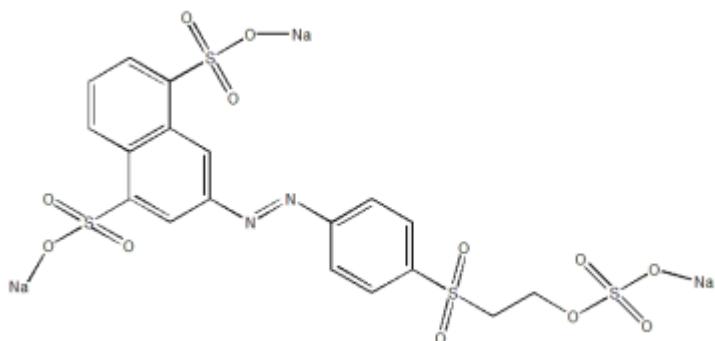
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Remazol Yellow FG

Zat warna merupakan senyawa aromatik yang dapat menyerap cahaya direntang panjang gelombang 350-700nm. Struktur pada pewarna umumnya mengandung gugus kromofor, yakni sistem elektron terdelokalisasi dengan ikatan rangkap terkonjugasi dan gugus auksokrom, yang merupakan substituen penarik elektron atau penyumbang elektron. Kromofor berfungsi menentukan warna zat warna, sedangkan auksokrom menentukan intensitas warna (Moussavi and Mahmoudi 2009). Gugus kromofor biasanya terdiri dari $-C=C-$, $-C=N-$, $-C=O$, $-N=N-$, $-NO_2$ dan cincin kuinoid, sedangkan gugus auksokrom yaitu $-NH_3$, $-COOH$, $-SO_3H$ dan $-OH$ (Zee 2002). Berdasarkan struktur kimia atau kromofornya, pewarna dapat dibedakan menjadi 20-30 kelompok berbeda, beberapa contoh kelompok pewarna paling penting yaitu Azo (monoazo, disazo, triazo, polyazo), pewarna antrakuinon, ftalosianin dan triarilmetana. Pewarna azo adalah pewarna yang dihubungkan oleh kromofor azo ($-N=N-$) pada bagian aromatiknya, yang mewakili kelas pewarna terbesar dalam penggunaannya dibidang tekstil serta industri lainnya (Zee 2002). Hal ini karena zat warna azo dapat terikat kuat pada kain, sehingga tidak mudah luntur dan memberikan warna yang baik (Blackburn and Burkinshaw 2002). Salah satu zat warna azo yang sering dimanfaatkan pada pemrosesan tekstil adalah *Remazol Yellow FG* karena harganya yang murah dan mudah diperoleh.

Remazol Yellow FG termasuk salah satu pewarna reaktif dengan gugus reaktif berupa sulfato-etil-sulfon ($-SO_2-CH_2-CH_2-OSO_3Na$), yang mudah larut

dalam air dan memberikan warna cerah. *Remazol Yellow FG* memiliki berat molekul 646,53 g/mol, dengan rumus molekul C₁₈H₁₃N₂Na₃O₁₂S₄, mempunyai jumlah muatan -3 ketika menjadi ion dalam larutan. Informasi toxicology dari *Remazol Yellow FG* (*Reactive Yellow 42*, CAS Number: 12226-63-0) yakni memiliki Ld₅₀ >5000 mg/kg; Oral, Rat dan Lc₅₀ 1000-48h mg/l. Adapun gambar struktur *Remazol Yellow FG* dapat dilihat pada gambar 2.1. Penggunaan pewarna *Remazol Yellow FG* dalam industri tekstil mencapai lebih dari 27,2% (Handayani et al. 2016). Pelepasan senyawa azo dan turunannya ini ke lingkungan tidak diinginkan, bukan hanya karena warnanya, tetapi juga karena banyak pewarna azo dan produk penguraiannya bersifat toksik dan/atau mutagenik sehingga dapat menjadi sumber penyakit (Sa'adah et al 2013).



Gambar 2.1 Struktur Remazol Yellow FG (R Djufri et al. 1976).

Efek kronis pewarna azo ini telah banyak dipelajari khususnya setelah reduksi pewarna azo yang menyebabkan pembentukan amina aromatik dan senyawa aromatik lainnya. Reduksi dari *Remazol Yellow FG* ini akan menghasilkan amina aromatik tersulfonasi. Bahaya toksik akut dari amina aromatik yaitu karsinogenesis terutama kanker kandung kemih (Zee 2002).

Toksisitas amina aromatik sangat bergantung pada strukturnya atau lokasi gugus amino. Misalnya, 2-naftilamina yang diduga kuat adalah karsinogen, sedangkan 1-naftilamina jauh lebih tidak beracun (Cartwright 1983). Kemudian, toksisitas amina aromatik juga tergantung pada sifat substituen selanjutnya dan lokasi substituen lainnya. Sebagai contoh, substitusi dengan gugus nitro, metil atau metoksi atau atom halogen dapat meningkatkan toksisitas, sedangkan substitusi dengan gugus karboksil atau sulfonat umumnya menurunkan toksisitas (Chung and Cerniglia 1992). pada penelitian (Suhendra et al 2013) ditemukan total anilin yang tinggi pada endapan sungai di ujung sungai Citarum Hulu, yang sangat mungkin berasal dari sludge pengolahan air limbah tekstil di mana sludge tersebut berpotensi tinggi mengandung azo dyes ataupun berbagai senyawa anilin.

Limbah dari zat warna tekstil merupakan salah satu pencemar organik yang bersifat *non-biodegradable*. Limbah tekstil cair memiliki warna yang pekat dan umumnya berasal dari sisa-sisa zat warna yang merupakan suatu senyawa kompleks aromatik yang sulit terdegradasi karena strukturnya yang stabil. Beberapa metode telah banyak dipelajari terkait pengolahan dan treatment limbah zat warna *Remazol Yellow FG* dilingkungan. Pada penelitian (Rakhmawati 2007) dilakukan adsorpsi *Remazol Yellow* menggunakan kitosan hasil deasetilasi kitin dari cangkang bekicot, hasilnya mampu mengadsorpsi limbah zat warna *Remazol Yellow* sebesar 0,40 mg/g. Kemudian, pada penelitian (Puspitasari 2007) bahwa kitosan sulfat mampu mengadsorpsi *Remazol Yellow FG 6* pada kondisi optimum di pH 4 sebanyak 0.64 mg/g.

2.2. Adsorpsi

Istilah 'adsorpsi' berkaitan dengan proses di mana molekul terakumulasi ke lapisan permukaan, tetapi desorpsi menunjukkan proses sebaliknya. Adsorpsi adalah proses perpindahan konsentrasi dari satu fase ke fase lainnya. Bahan dalam keadaan teradsorpsi didefinisikan sebagai 'adsorbat', tetapi dalam fase gas atau uap curah sebelum diadsorpsi disebut 'adsorptif' (Dąbrowski 2001). Adsorpsi dikategorikan sebagai proses pengolahan limbah yang paling efektif karena tergolong murah dan mudah di aplikasikan, serta memiliki metode yang sederhana. Berdasarkan penelitian Sabaruddin et al. (2021) dihasilkan bahwa metode adsoprsi yang digunakan mampu menyerap sebanyak 76 mg/g terhadap zat warna anionik methyl orange.

Pada proses adsorpsi, hal yang paling berpengaruh adalah adsorben atau bahan yang digunakan untuk mengadopsi. Beberapa karakteristik adsorben yang baik yaitu; memiliki daya serap yang tinggi, mempunyai luas permukaan yang besar, tidak larut dalam adsorbat, tidak beracun dan tidak meninggalkan residu (Ginting 2008).

Ada banyak pendekatan dan model untuk proses evaluasi adsorpsi, seperti model kesetimbangan isoterm, model kinetika, atau model termokimia (Nekouei et al. 2015). Masing-masing metode menggunakan asumsinya untuk menginterpretasikan hubungan antara waktu dan pengurangan konsentrasi adsorbat yang bermigrasi ke adsorben. Asumsi tersebut sebagian besar tergantung pada kapasitas adsorben atau kemampuan adsorben untuk menjebak adsorbat di dalamnya. Proses adsorpsi terbagi menjadi dua tipe, yaitu adsorpsi secara fisika dan adsorpsi secara kimia. Adapun adsorpsi secara fisika adalah gaya tarik

menarik antara molekul padat dengan adsorbat, sedangkan adsorpsi secara kimia merupakan proses adsorpsi yang melibatkan pertukaran ion antara adsorben dan adsorbat (Saputro et al. 2008).

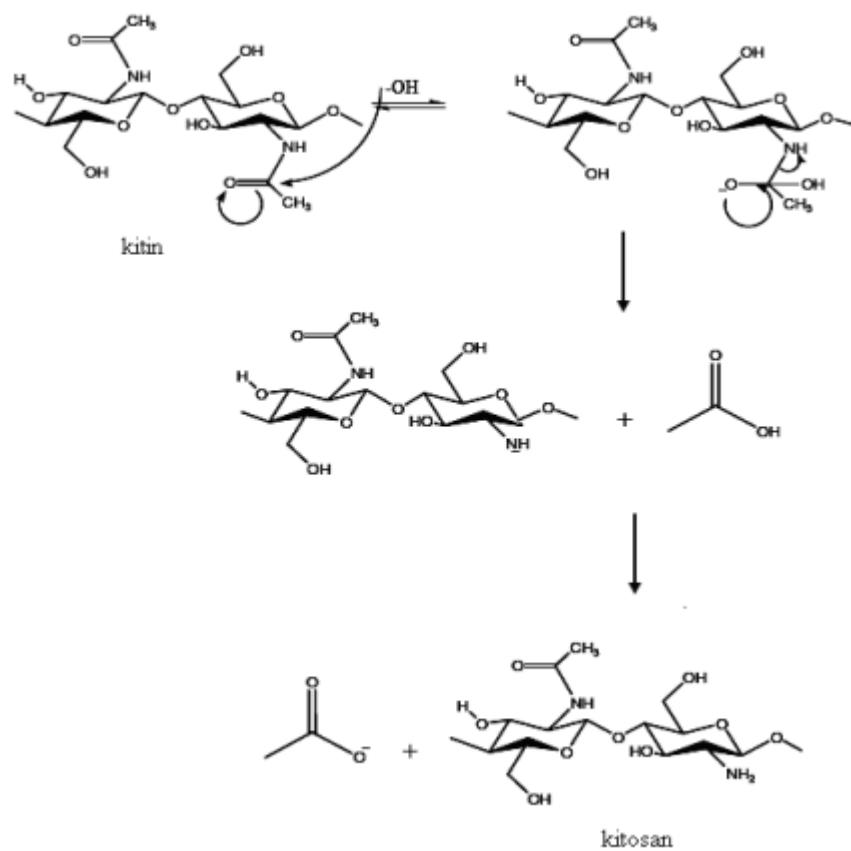
Adapun persamaan yang digunakan untuk mengetahui jumlah zat warna yang teradsorpsi (q_e) adalah sebagai berikut: (Laus and de Fávere 2011)

Keterangan; di mana q_e (mg. g⁻¹) adalah jumlah zat warna *Remazol Yellow FG* yang diserap oleh kitosan-ECH-TPP, C_o (mg. g⁻¹) adalah konsentrasi awal larutan zat warna *Remazol Yellow FG* dan C_e (mg. g⁻¹) adalah konsentrasi zat warna *Remazol Yellow FG* setelah adsorpsi, V yaitu volume (L) larutan dan m adalah massa (g) adsorben yang digunakan (kitosan-TPP-ECH/GLA). Ada beberapa faktor yang mempengaruhi kapasitas kinerja adsorpsi antara lain; pengaruh pH, pengaruh waktu kontak, dan pengaruh konsentrasi.

2.3. Kitosan

Kitosan ($C_6H_{11}NO_4$) n merupakan biopolimer yang ketersediaannya melimpah, bersifat non toksik, hidrofilik, mudah terurai, dan merupakan bahan antibakteri (Kumar et al. 2004). Kitosan termasuk polisakarida kationik yang diperoleh dari deasetilasi kitin biopolimer alami, yang ditemukan pada cangkang krustasea, serangga, dan dinding sel jamur. Kitosan terdiri dari unit -(1,4)-2-acetamido-2-deoxy-d-glucose dan -(1,4)-2-amino-2-deoxy-d-glucose, sintesis kitosan diperoleh setelah melalui proses deasetilasi dengan cara mengganti gugus asetyl menjadi gugus amina dan dipanaskan dalam larutan basa (Kurniasih et al. 2012). Proses deasetilasi kitin menjadi kitosan ditunjukkan pada gambar 2.2.

Kitosan mengandung gugus amina dan hidroksil yang tinggi, sehingga biopolimer ini mendukung modifikasi untuk menghasilkan gugus fungsional baru. Kitosan berbentuk padatan amorf berwarna putih kekuningan, bersifat polielektrolit:



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan
(Champagne 2008)

Pemanfaatan kitin menjadi kitosan merupakan inovasi pengolahan terhadap limbah kulit hewan krustasea seperti udang dan rajungan, sehingga kitosan yang dihasilkan dapat di manfaatkan lebih lanjut sebagai adsorben. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam Qs. Ali-Imran ayat 191 yang berbunyi:

اَلَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَاماً وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ الْسَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا
بِطْلَلٌ سُبْحَنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: "(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka," (QS. Ali Imran: 191).

Ayat tersebut berisi tentang penciptaan segala sesuatu tidak ada yang sia-sia. Dalam tafsir Quraish Shihab menerangkan bahwa ciri seorang ulul albab adalah dapat berfikir dan merenungi segala sesuatu yang diciptakan dan keunikan yang terkandung didalamnya seperti kitin. Kitin dapat diolah menjadi kitosan dan dapat dimanfaatkan salah satunya sebagai adsorben. Dari ayat di atas, Allah menunjukkan kepada manusia untuk senantiasa berfikir sehingga dapat mengolah ciptaan-Nya dengan baik.

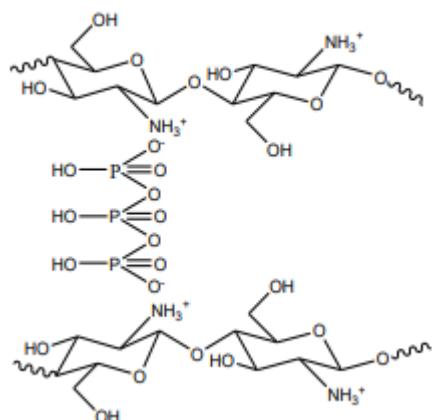
Secara khusus, kitin dan kitosan merupakan dua bahan alami berbiaya rendah, yang telah digunakan untuk adsorpsi ion logam, pewarna dan protein (Chiou and Li 2002). Membandingkan keduanya, kitosan lebih efisien daripada kitin dalam hal kapasitas adsorpsi karena adanya sejumlah besar gugus amino bebas pada rantai kitosan untuk adsorpsinya (Ngah et al. 2005). Namun, tidak seperti kitin, kitosan larut dalam asam organik encer, seperti asam asetat, asam format, dan sejenisnya. Oleh karena itu, berbagai modifikasi fisik dan kimia telah dikembangkan untuk meningkatkan stabilitas kimia kitosan dalam media asam dan ketahanannya terhadap degradasi biokimia dan mikrobiologi. Meskipun metode ikatan silang dapat mengurangi kapasitas adsorpsi kitosan, tetapi dapat meningkatkan ketahanan kitosan terhadap asam dan bahan kimia.

2.4. Modifikasi Kitosan

Kitosan secara luas dianggap sebagai bahan polimer yang menjanjikan minat ilmiah yang besar, karena sifat yang sangat baik, seperti kelimpahannya, non-toksitas, hidrofilisitas, biokompatibilitas, biodegradabilitas, sifat adsorpsi, sifat antibakteri dan potensi aplikasi yang luas (Chiou and Li 2003; Wu et al. 2001). Disamping hal tersebut, kitosan cenderung memiliki beberapa kelemahan seperti daya tahan terhadap panas yang buruk, sifat mekanik yang rendah, serta memiliki keterbatasan utama yaitu kelarutannya dalam sebagian besar larutan mineral dan asam organik encer. Hal ini terjadi karena kitosan mempunyai gugus NH₂ yang dapat terprotonasi dalam media asam berair, dimana nilai pH larutan juga berpengaruh pada karakteristik kitosan (Zhou et al. 2019). Berdasarkan review penelitian terbaru terkait kitosan, terdapat beberapa contoh modifikasi untuk meningkatkan kinerja adsorpsi kitosan yaitu *Chitosan Crosslinking* (Salzano de Luna et al. 2017), *Graft Copolymerization* (Hasri et al. 2019), *Surfactant Impregnation* (Chatterjee et al. 2010). Selain itu, banyak peneliti yang telah memodifikasi kitosan menjadi adsorben multi fungsi berdasarkan kapasitas yang dibutuhkan dalam aplikasinya.

Modifikasi kitosan dapat dilakukan melalui proses kimia atau fisika, atau kombinasi dari kedua proses tersebut. Modifikasi fisik meliputi pencampuran dan konversi bentuk kitosan. Modifikasi fisik kitosan biasanya akan memperluas rantai polimernya untuk memberikan akses yang baik dalam penyerapan (adsorpsi) ke dalamnya, serta dapat menurunkan *crystalline state* nya (Saheed et al. 2021). Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi fisik terlebih dahulu

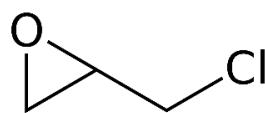
melalui pengikatan silang menggunakan tripolifosfat (TPP), sehingga diperoleh kitosan berbentuk butiran (*beads*). Selain sebagai agen pengikat silang, TPP berguna untuk membentuk dan mempertahankan butiran pada kitosan (Ngah and Fatinathan 2010). Pembentukan butiran tersebut terjadi melalui interaksi ionik antara gugus amino bermuatan positif pada kitosan (NH_3^+), dan ion lawannya yang bermuatan negatif, OH^- , $\text{HP}_3\text{O}_{10}^{4-}$ dan $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$ (Cho et al. 2014), reaksi ionik yang terjadi antara kitosan dan TPP ditunjukkan pada gambar 2.3. Pada percobaan (Chiou and Li 2003) dilakukan pembuatan butiran kitosan cross-linked untuk menghilangkan pewarna RR 189 dari air limbah dalam sistem batch. Hasil pada percobaan tersebut menunjukkan bahwa butiran kitosan yang dibuat menggunakan TPP ditemukan lebih kaku dan memiliki kapasitas adsorpsi lebih tinggi dibandingkan dengan butiran kitosan yang dibuat dalam NaOH.



Gambar 2.3 Kitosan terikat dengan tripolifosfat (Madjid et al. 2016)

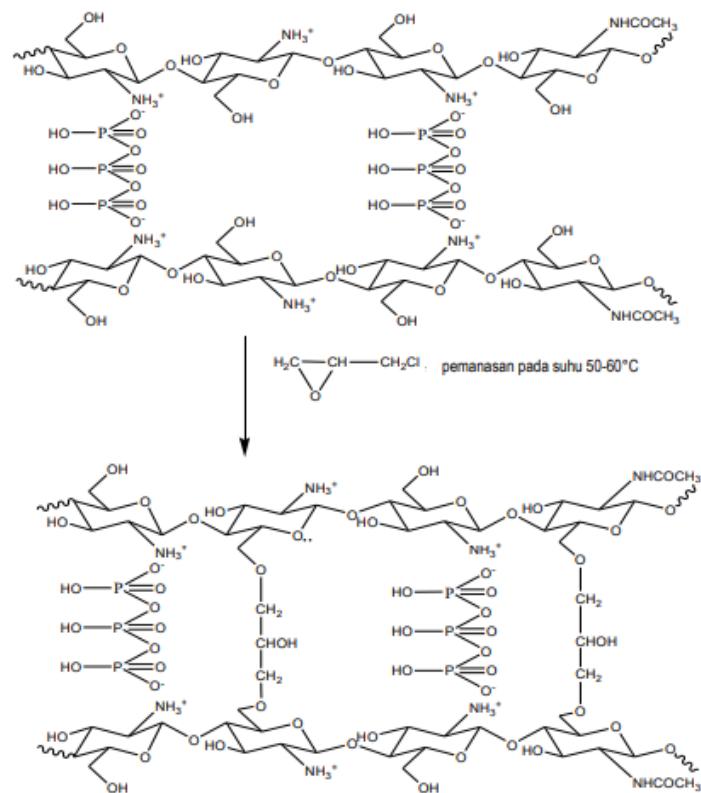
Selanjutnya, butiran kitosan dimodifikasi secara kimia melalui *crosslinking* mampu memberikan kitosan yang lebih stabil dan kuat saat

digunakan sebagai adsorben. Adapun agen pengikat silang yang sering digunakan dan telah diterapkan dalam banyak bidang adalah epiklorohidrin. Epiklorohidrin atau sering disingkat ECH (IUPAC: 2-(Chloromethyl)oxirane) dengan rumus molekul C₃H₅ClO (struktur ECH: gambar 2.4), merupakan molekul organik yang sangat reaktif ditandai dengan cincin oksiran yang beranggota tiga, dengan heteroatom oksigen dan klorin (Stranges et al. 2011). ECH juga merupakan agen monofungsional pengikat silang yang digunakan untuk membentuk ikatan kovalen dengan atom C dari gugus hidroksil pada kitosan membentuk ikatan tunggal, yang mengakibatkan pecahnya cincin epoksida dan pelepasan atom klorin (Gonçalves et al. 2005). Keuntungan penggunaan agen ECH pada modifikasi kitosan adalah tidak menghilangkan gugus amina kationik (NH₃⁺) yang bertindak sebagai situs utama adsorpsi pada kitosan (Wei et al. 1992). ECH mengikat silang kitosan sebagian besar menghubungkan dengan gugus –OH pada kitosan sehingga tidak mempengaruhi gugus amino asli pada kitosan (Mishima et al. 2017).



Gambar 2.4 Struktur epiklorohidrin

Adapun reaksi ikatan silang kimia yang terjadi yakni ditunjukkan pada gambar 2.5 dibawah ini (Madjid et al. 2018):

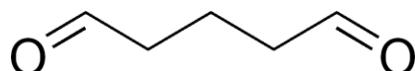


Gambar 2.5 Reaksi butiran kitosan terikatsilang epiklorohidrin
(Madjid et al. 2018)

Berdasarkan beberapa penelitian terdahulu, dibandingkan dengan cross linker lainnya, kitosan yang dimodifikasi dengan ECH menunjukkan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi. Seperti pada penelitian (Chiou and Li 2002) yang mengkaji adsorpsi pewarna Reactive Red 189 (RR 189) menggunakan butiran kitosan terikat silang ECH, diperoleh kapasitas adsorpsi maksimum dengan diameter kecil, sedang dan besar adalah 1936, 1686 dan 1642 g/ kg, dari hasil tersebut ditemukan bahwa butiran kitosan yang terikat silang ECH jauh lebih efektif dibandingkan adsorben konvensional. Pada penelitian lain juga dilaporkan bahwa butiran kitosan yang ditambahkan cross-linker epiklorohidrin (ECH) menjadi lebih rigid dan kecil yang menunjukkan lingkungan yang

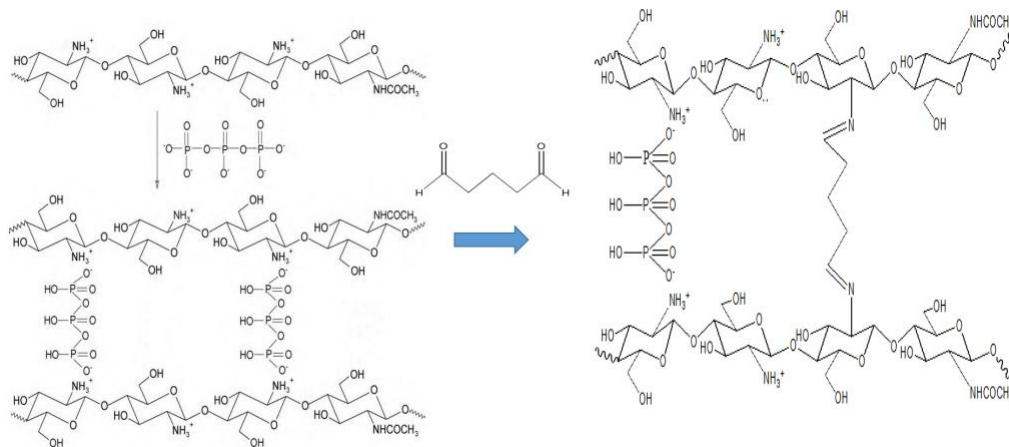
menguntungkan karena dapat meningkatkan kekuatan mekanik manik-maniknya (butirannya) (Liu et al., 2012; Sabarudin & Madjid, 2021).

Selain itu, agen pengikat silang yang akan digunakan adalah glutaraldehid. Molekul glutaraldehid (GLA) memiliki rumus molekul $\text{HCO}-(\text{CH}_2)_3-\text{CHO}$, merupakan senyawa dengan dua gugus aldehida yang dipisahkan oleh rantai fleksibel dari tiga jembatan metilen (Vakili et al. 2014). Berikut adalah gambar struktur dari molekul GLA:



Gambar 2.6 Struktur Glutaraldehid

Ditemukan bahwa pengikatansilangan butiran kitosan dengan glutaraldehid (GLA) dapat mengurangi kelarutan permukaan kitosan dalam air atau menjadi lebih *hydrophobic* (Poon et al. 2014). Penambahan GLA pada kitosan menghasilkan stabilitas termal yang lebih baik karena adanya ikatan imina yang dapat meningkatkan dispersi pada kitosan (Yeng et al. 2013). Menurut hasil penelitian (Kamari et al. 2009), meskipun butiran kitosan-GLA menunjukkan kapasitas adsorpsi yang lebih rendah tetapi mereka memiliki stabilitas kimia yang lebih besar yang memungkinkan penggunaannya dalam medium asam dan basa serta tahap adsorpsi dan desorpsi berkelanjutan. Kitosan yang diikat silang oleh GLA (glutaraldehid) melibatkan reaksi basa Schiff antara gugus aldehida GLA dan gugus amina kitosan membentuk imina (Mishima et al. 2017). Reaksi antara kitosan beads dengan GLA ditunjukkan pada gambar dibawah ini: (Kamari et al. 2009)



Gambar 2.7 Reaksi butiran kitosan terikatsilang gulataraldehid (Kamari et al. 2009)

Pada penelitian sebelumnya (Józwiak et al. 2013), ditemukan bahwa pengikatsilangan kitosan beads menggunakan GLA berdampak positif untuk adsorpsi pewarna anionik (RB5) pada pH rendah, akan tetapi sebaliknya untuk pewarna kationik (BG4). Hal ini terjadi karena gugus yang bertanggung jawab pada adsorpsi pewarna anionik adalah gugus amino pada kitosan, dimana akan ada lebih banyak proton yang tersedia pada pH rendah karena protonasi gugus amino bebas NH_3^+ , sehingga dapat meningkatkan afinitas elektrostatik antara anion pewarna bermuatan negatif dan situs adsorpsi bermuatan positif. Sedangkan penambahan GLA untuk uji pewarna kationik dapat menurunkan efektivitas adsorpsinya, karena sebagian gugus amino dalam kitosan diblokir oleh glutaraldehid, sehingga untuk penyerapan BG4 gugus yang bertanggung jawab adalah gugus -OH. Gugus hidroksil pada pH tinggi dapat mengalami deprotonasi, atau memperoleh muatan negatif, yang memiliki efek positif pada penyerapan senyawa kationik. Untuk alasan ini, penyerapan BG4 pada kitosan ikatan silang glutaraldehyda efisien pada pH basa.

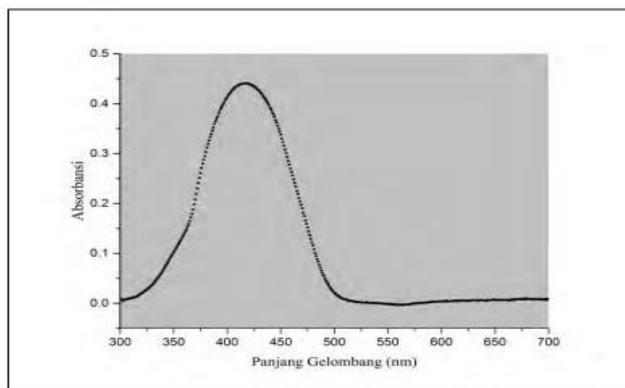
2.5. Analisis Data & Karakterisasi

2.5.1. Adsorpsi *Remazol Yellow FG* Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer ultraviolet-visible suatu teknik analisa yang menyelidiki interaksi radiasi cahaya dengan materi dalam kisaran ultraviolet (200-400) nm dan visible (400-800) nm. Sepktrofotometer UV-vis merupakan teknik analisa spektroskopis dengan memanfaatkn radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu (Day & Underwood. 2002). Adapun prinsip sepktrofotometer UV-vis yaitu penyerapan sinar tampak untuk ultraviolet pada suatu materi atau molekul, sehingga menyebabkan molekul tersebut tereksitasi dari level *ground state* (level energi paling rendah) menuju *excited state* (level energi yang lebih tinggi) (Rohman A 2014). Spektrofotometer ini digunakan untuk mengetahui besarnya energi yang diteruskan atau diadsorbsi, dimana radiasi monokromatik larutan sampel dengan kandungan zat yang dapat menyerap sinar radiasi (Harmita 2006). Instrumen pada spektrofotometer UV-vis antara lain; sumber cahaya, tempat sampel, monokromator dan detektor. Beberapa kelebihan penggunaan metode spektrofotometer UV-vis yaitu peralatan yang digunakan mudah, membutuhkan biaya yang murah sampai sedang, memiliki sensivitas yang cukup tinggi, dan sudah banyak digunakan untuk bahan biokimia dan farmasi. Hal yang perlu diperhatikan adalah untuk senyawa yang tidak berwarna harus diubah menjadi senyawa yang berwarna sebelum dianalisi (Gandjar, I. G., & Rohman 2007).

Pengukuran adsorpsi *Remazol Yellow FG* merujuk pada beberapa penelitian sebelumnya (Kusumaningsih et al., 2006; Maghfiroh, 2016). Panjang

gelombang optimum (λ_{max}) *Remazol Yellow FG* diukur pada rentang panjang gelombang 200-800 nm, hasil menunjukkan bahwa λ_{max} *Remazol Yellow FG* berkisar pada rentang 418 nm – 420 nm. Selanjutnya dilakukan pembuatan kurva standar dengan mengukur absorbansi larutan zat warna *Remazol Yellow FG* pada panjang gelombang maksimum.

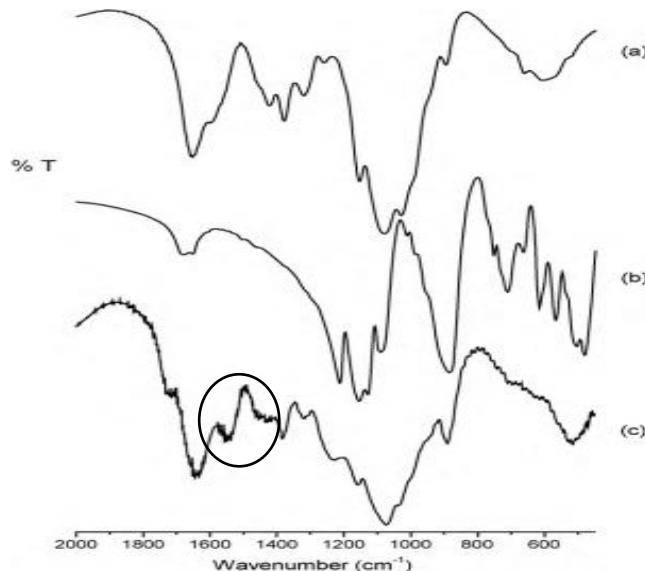


Gambar 2.8 Hasil λ_{max} Remazol Yellow FG (Maghfiroh 2016)

2.5.2. Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FT-IR

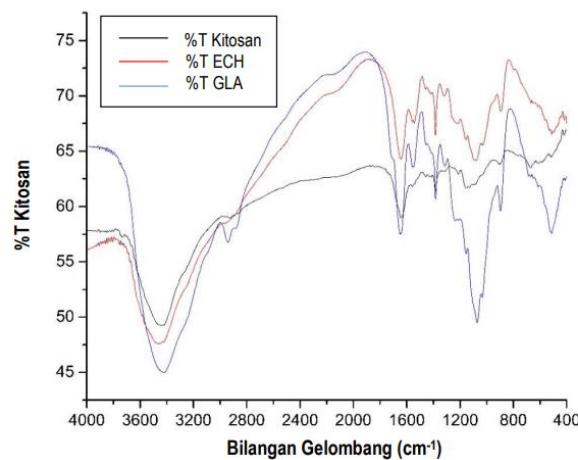
Keberhasilan pengikatsilangan kitosan dengan tripolifosfat dan epiklorohidrin/glutaraldehid dapat diamati dari struktur ikatan penyusunnya, sehingga perlu dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada struktur kitosan. Berdasarkan penelitian (Laus et al. 2010), diperoleh spektrum kitosan-TPP-ECH (gambar 2.10c) yang menunjukkan adanya puncak baru pada bilangan gelombang 1554 cm^{-1} yang

dapat dikaitkan dengan interaksi ionik antara gugus amino bermuatan positif dari kitosan yang terikatsilang dan muatan negatif dari gugus trifosfat.



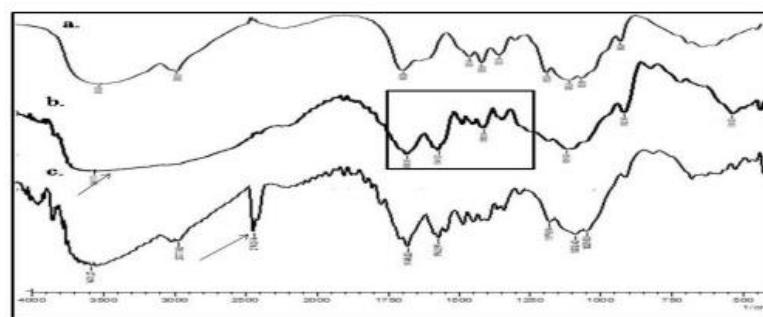
Gambar 2.9 Hasil spektar IR (a) kitosan (b) kitosan-TPP (c) kitosan-TPP-ECH (Laus et al. 2010)

Berikutnya, hasil karakterisasi kitosan-TPP-GLA dari penelitian (Madjid et al. 2018) yang dapat dilihat pada gambar 2.11 (garis biru), dimana terdapat serapan disekitar bilangan gelombang 1640 dan 1540 cm⁻¹ yang mengindikasikan keberadaan TPP. Lalu keberhasilan pengikatsilangan kitosan dengan GLA dapat ditinjau dari terbentuknya gugus imina (C=N) yang terlihat di daerah yang sama dengan gugus P=O dari TPP.



Gambar 2.10 Hasil spektra IR kitosan-TPP-GLA (garis biru)
(Madjid et al. 2018)

Berikutnya adalah contoh spektra butiran kitosan *cross-linked* yang dikarakterisasi setelah adsorpsi berdasarkan penelitian (Madjid et al. 2016), hasilnya dapat dilihat pada gambar 2.12(c) yang mana terdapat serapan baru di daerah 2362 cm^{-1} yang menandakan keberadaan zat warna (*Methyl Orange*) pada kitosan.



Gambar 2.11 Spektra IR (c) kitosan beads setelah adsorpsi (Madjid et al. 2016)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan di Laboratorium Analitik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2. Alat dan Bahan

1.2.1. Alat

Adapun alat-alat yang akan digunakan pada penelitian ini yaitu; gelas ukur 100 ml, gelas beaker 100 ml, labu ukur, pipetukur 25 ml pipet tetes, batang pengaduk, rak dan tabung reaksi, bola hisap, spatula, batang pengaduk, cawan petri, gelas arloji, *syringe*, neraca analitik, pH meter, shaker, corong gelas, kertas saring, oven, seperangkat alat spektrofotometer UV-Vis dan sepktrofotometer FT-IR.

1.2.2. Bahan

Adapun bahan-bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini adalah *Remazol Yellow FG*, asam asetat, kitosan dari kulit udang DD 75% (Himedia), epiklorohidrin (ECH) 99% (Sigma Aldrich), glutaraldehid (GLA) 2,5% (Sigma Aldrich) dan sodium tripolifosfat (TPP) (Sigma Aldrich), aquabides, HCL dan NaOH.

3.4. Tahapan Penelitian

Berikut adalah tahapan-tahapan yang akan dilakukan pada penelitian ini:

- 1) Preparasi kitosan beads menggunakan TPP 1% dengan lama perendaman 3 jam
- 2) Pengikatsilangan kitosan beads dengan epiklohidirin (variasi konsentrasi)
- 3) Pengikatsilangan kitosan beads dengan glutaradehid (variasi konsentrasi)
- 4) Penentuan panjang gelombang maksimum *Remazol Yellow FG*
- 5) Pembuatan kurva standar *Remazol Yellow FG*
- 6) Adsorpsi *Remazol Yellow FG* menggunakan kitosan-TPP-ECH/GLA
- 7) Optimasi pH adsorpsi *Remazol Yellow FG* menggunakan kitosan termodifikasi optimum
- 8) Karakterisasi kitosan-TPP-ECH/GLA (sebelum dan sesudah adsorpsi) menggunakan spketrofotometer FT-IR
- 9) Analisis data kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG* menggunakan kitosan-TPP-ECH/GLA

3.5. Cara Kerja

1.5.1. Preparasi kitosan beads (dengan TPP 1% b/v)

Disiapkan larutan kitosan 1% (b/v) dengan cara melarutkan 1 gram kitosan kedalam 100 mL asam asetat 5% (v/v). Selanjutnya, dimasukkan 5 mL larutan kitosan ke dalam syringe dan diteteskan pada 10 mL larutan TPP 1% b/v dan direndam selama 3 jam (Madjid et al. 2016). Kemudian, diambil butiran yang terbentuk dengan penyaringan.

1.5.2. Pengikatsilangan butiran kitosan dengan ECH (variasi konsentrasi)

Pengikatsilangan butiran kitosan dengan ECH dilakukan dengan cara dimasukkan butiran kitosan (hasil 3.4.1) kedalam 25 ml epiklorohidrin dengan beberapa konsentrasi berbeda (1%, 2,5%, dan 5%) v/v. Setelah itu, dimasukkan oven selama 2 jam pada suhu 50-60°C. Kemudian, Kitosan yang sudah terikatsilang ECH disaring dan dicuci menggunakan aquabides, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C (Madjid et al. 2018).

1.5.3. Pengikatsilangan butiran kitosan dengan GLA (variasi konsentrasi)

Pengikatsilangan butiran kitosan menggunakan GLA dilakukan dengan cara dimasukkan butiran kitosan hasil preparasi 3.4.1 kedalam 25 ml glutaraldehid dengan variasi konsentrasi 1%, 2,5%, dan 5% v/v. Kemudian, dibiarkan terendam selama 24 jam pada suhu ruang tanpa pemanasan. Setelah 24 jam, butiran kitosan terikatsilang GLA disaring, dan dicuci menggunakan air suling (aquabides), lalu dikeringkan di udara (Kamari et al. 2009).

1.5.4. Adsorpsi Remazol Yellow FG

1.5.4.1. Penentuan panjang gelombang maksimum Remazol Yellow FG

Adapun langkah-langkah untuk menentukan panjang gelombang maksimum dari *Remazol Yellow FG* yaitu mula-mula membuat larutan induk 1000 ppm (100mg *Remazol Yellow FG* kedalam 1L aqua DM). Setelah itu, diencerkan menjadi konsentrasi 25 ppm dengan cara diambil sebanyak 25 ml larutan induk kedalam 1L aqua DM. Selanjutnya, diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm.

1.5.4.2. Pembuatan kurva standar Remazol Yellow FG

Penentuan Kurva standar dilakukan dengan cara menyiapkan larutan *Remazol Yellow FG* dengan konsentrasi 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, dan 40 ppm (dibuat dengan mengencerkan larutan induk menggunakan aqua DM), kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum (λ_{max}) pada 3.4.4.1.

1.5.4.3. Adsorpsi Remazol Yellow FG menggunakan kitosan-TPP-ECH/GLA (Variasi Konsentrasi)

Adsorpsi *Remazol Yellow FG* dilakukan menggunakan metode *batch*. Mula-mula diambil sebanyak 0,02 gram kitosan-TPP-ECH/GLA kedalam 25 mL larutan *Remazol Yellow FG* 25 ppm, lalu diaduk menggunakan *shaker* dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam (Madjid et al. 2016). Selanjutnya, disaring dan diukur filtrat menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Perlakuan yang sama dilakukan untuk kitosan-TPP-ECH/GLA dengan konsentrasi ECH dan GLA yang berbeda (hasil dari 3.4.2 dan 3.4.3). Masing-masing adsorpsi diulang sebanyak 3 kali perulangan (*triplo*).

1.5.4.4. Penentuan pH optimum adsorpsi Remazol Yellow FG

Optimasi pH adsorpsi *Remazol Yellow FG* dilakukan dengan cara menambahkan sebanyak 0,02 gram kitosan termodifikasi kedalam 25 mL larutan *Remazol Yellow FG* 25 ppm. Kemudian dikondisikan pada pH 2 dengan penambahan HCl (*buffer pH*), lalu di *shaker* dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam. Selanjutnya disaring dan diambil filtrat sebanyak 2,5 ml untuk dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ_{max} . Perlakuan yang sama

dilakukan dengan variasi pH 3,4,5 dan 6. Semua proses diulangi sebanyak 3 kali (*triplo*).

1.5.5. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dilakukan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada kitosan. Karakterisasi FTIR dilakukan secara kualitatif. Adapun sampel yang dikarakterisasi yaitu; kitosan murni sebagai standar, hasil optimum dari kitosan beads termodifikasi (masing-masing satu sampel dari ECH dan GLA) dan kitosan termodifikasi setelah adsorpsi (untuk mengetahui keberadaan *Remazol Yellow FG*. Kemudian, dicampurkan semua sampel dengan KBr untuk dibuat pellet dengan cara digerus campuran sampai halus dan diletakkan pada sebuah cetakan. Kemudian, dianalisis menggunakan spektrofotometer FT-IR.

1.5.6. Analisis data jumlah *Remazol Yellow FG* yang teradsorpsi

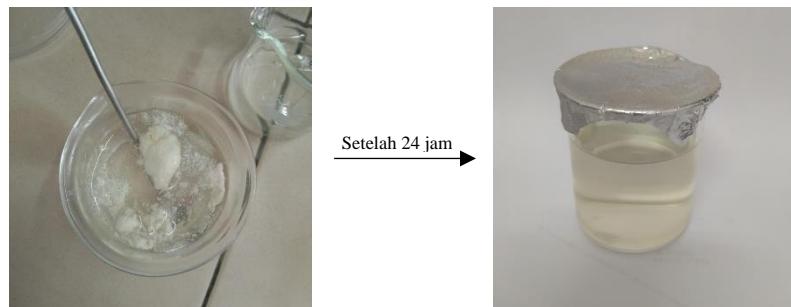
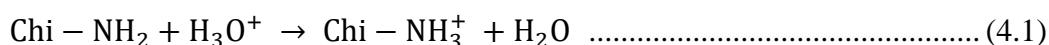
Kadar *Remazol Yellow FG* yang berhasil teradsorpsi dapat dihitung melalui data absorbansi dari masing-masing sampel. Dihitung konsentrasi *Remazol Yellow FG* setelah adsorpsi melalui persamaan linear hasil dari kurva standar ($y=mx+b$). Data tersebut kemudian dimasukkan kedalam rumus kapasitas adsorpsi $Q = \frac{(c_0 - c_e)v}{m}$, untuk mengetahui kinerja adsorpsi butiran kitosan yang terikatsilang ECH/GLA terhadap zat warna *Remazol Yellow FG*. Kemudian, dicatat hasil data yang telah dihitung dan dibuat grafik untuk mengetahui kapasitas adsorpsi optimum. Dengan demikian, dapat diketahui agen pengikat silang yang yang lebih baik untuk modifikasi butiran kitosan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Adsorben

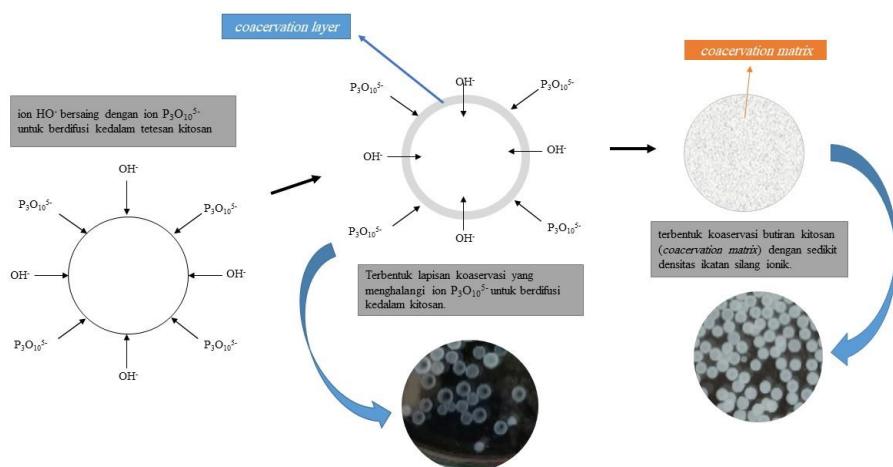
Adsorben yang digunakan pada penelitian ini yaitu butiran kitosan yang dimodifikasi menggunakan dua pengikat silang berbeda berupa epiklorohidrin (ECH) dan glutaraldehid (GLA). Pembuatan butiran kitosan dilakukan menggunakan tripolifosfat (TPP), sebelum itu bubuk kitosan dilarutkan ke dalam asam asetat 5% hingga membentuk gel berwana keruh kekuningan seperti setelah 24 jam (Gambar 4.1). Gugus $-NH_2$ pada kitosan akan terprotonasi selama pelarutan berlangsung sehingga menghasilkan kitosan polikation yang akan meningkatkan peluang interaksi ionik antara kitosan dan anion. Berikut adalah reaksi ionisasi kitosan dalam media asam (Rinaudo et al. 1999):



Gambar 4.1 Kitosan dalam asam asetat 5%

Setelah itu, larutan kitosan diteteskan menggunakan *syringe* ke dalam larutan TPP. Setiap tetesan yang jatuh kedalam larutan TPP langsung membentuk bola-bola gel, mekanisme pembentukannya dapat dilihat pada (Gambar 4.2). Hal ini terjadi karena TPP dalam air akan terdisosiasi menjadi ion hidroksi (HO^-) dan

ion tripolifosfor ($P_3O_{10}^{5-}$, $P_3O_{10}^{4-}$, $H_2P_3O_{10}^{3-}$) yang dapat berdifusi ke dalam tetesan kitosan. Pada saat tetesan kitosan kontak dengan larutan TPP asli (pH 8,6), ion HO^- akan segera bersaing dengan ion $P_3O_{10}^{5-}$ untuk bereaksi dengan gugus NH_3^+ pada permukaan kitosan sehingga terbentuk gel lapisan luar (*coacervation layer*). Lalu, ion OH^- yang memiliki ukuran molekul lebih kecil akan berdifusi ke dalam tetesan kitosan, sedangkan ion $P_3O_{10}^{5-}$ akan tertahan di luar karena terhalang oleh lapisan film gel dan akan berinteraksi secara ionik dengan NH_3^+ . Setelah beberapa waktu, ion $P_3O_{10}^{5-}$ akan menembus dan berdifusi ke inti hingga membentuk koaservasi butiran kitosan secara sempurna (*coacervation matrix*) dengan sedikit densitas ikatan silang ionik (Mi et al. 1999). Mekanisme pembentukan butiran kitosan menggunakan TPP dapat terjadi melalui deprotonasi gugus NH_3^+ oleh ion OH^- atau interaksi ionik dengan ion tripolifosfor (Bhumkar and Pokharkar 2006).



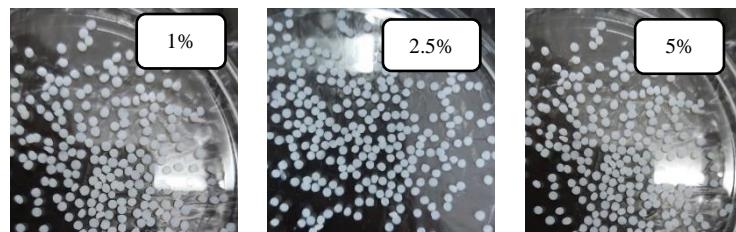
Gambar 4.2 Mekanisme *in-liquid* pembentukan koaservasi butiran kitosan-TPP (Mi et al. 1999)

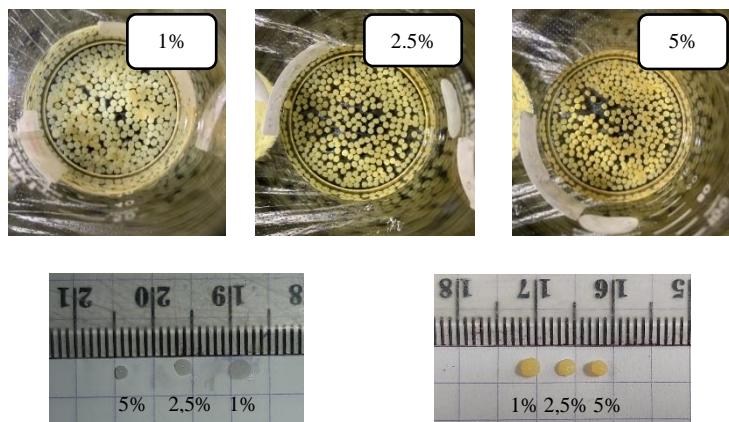
Kitosan yang telah menjadi butiran setelah ditambahkan TPP, kemudian ditatahkan ke dalam larutan ECH. Reaksi kitosan dengan ECH dapat berikatan silang dengan gugus hidroksil menghasilkan produk kitosan terikatsilang ECH (Chen et al. 2008). Mekanisme pengikatan silang ECH pada kitosan terhubung melalui atom C pada ECH dengan gugus hidroksi kitosan, yang mengakibatkan terbukanya cincin epoksi dan menghilangkan atom Cl (Gonçalves et al. 2005). Skema reaksi pengikat silangan butiran kitosan dengan ECH dapat dilihat pada (Gambar 2.5). Berdasarkan jenis reaksi yang terjadi antara ECH dan kitosan dapat menjadi dampak positif terhadap kinerja dan stabilitas kitosan karena tidak mengganggu gugus utama (NH_3^+) sehingga ketersediaan gugus amina akan memperkuat kekuatan mekanik butiran kitosan untuk menarik adsorbat. Adapun penampakan fisik butiran kitosan yang telah direaksikan dengan ECH yaitu berwarna putih dan butirannya menjadi lebih keras/kaku (Gambar 4.3 atas). Berdasarkan hasil yang terlihat diperoleh butiran paling kecil terdapat pada penambahan ECH 5%, di mana ukuran butiran yang teramat berkaitan dengan luas permukaannya. Penambahan ekstra ECH akan memperluas permukaan kitosan karena ECH akan menepati ruang yang cukup besar di antara rantai polimer kitosan (Laus and de Fávere 2011). Semakin kecil butiran kitosan yang dihasilkan mengindikasikan luas permukaan yang luas. Hal ini, akan menguntungkan kinerja adsorben untuk menyerap zat warna.

Selanjutnya, pengikat silangan butiran kitosan dengan GLA. Adapun hasil penambahan GLA pada butiran kitosan dapat dilihat pada Gambar 4.3 (bawah) yaitu terjadi perubahan warna pada butiran menjadi warna kuning, perubahan warna ini menunjukkan adanya produk dari reaksi kondensasi aldol tak jenuh

seperti α,β -imina tak jenuh dan enal (Kildeeva et al. 2009), selain itu perubahan warna ini dapat menjadi indikator kualitatif terjadinya reaksi antara butiran kitosan dengan GLA. Warna butiran yang dihasilkan semakin gelap seiring bertambahnya konsentrasi GLA yang diberikan, hal ini telah dijelaskan pada penelitian Poon et al, 2014, bahwa pada konsentrasi GLA yang kecil sebagian besar terikat pada permukaan partikel daripada bagian inti partikel sehingga warna yang dihasilkan menjadi lebih terang.

Reaksi yang terjadi antara butiran kitosan dan GLA dapat dilihat pada Gambar 2.7, di mana gugus aldehida (-COH) pada GLA akan berikatan dengan gugus amina (NH_3) pada kitosan membentuk imina (reaksi basa Schiff) (Mishima et al. 2017). Fakta ini akan berdampak pada penurunan efisiensi terjadinya kemisorpsi oleh gugus amina kitosan dengan pewarna anionik karena pemblokiran oleh GLA. Ketika diamati secara fisik, ukuran partikel butiran kitosan terikat silang GLA seiring peningkatan konsentrasi ditemukan semakin mengecil dan menjadi lebih keras/kaku. Hal ini dapat diasumsikan bahwa pada saat GLA meningkat akan terjadi banyak ikatan pada gugus amina kitosan sehingga butiran yang terbentuk akan semakin kaku dan keras, di mana butiran yang terlalu keras akan menyulitkan difusi adsorbat ke dalam adsorben (Madjid et al. 2018).



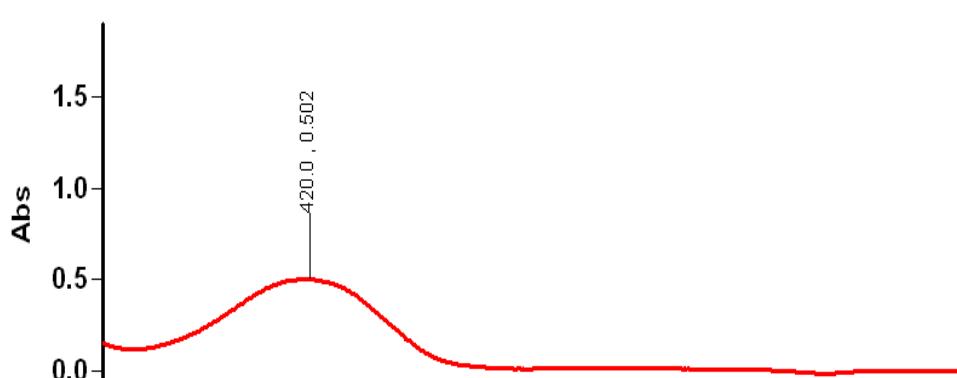


Gambar 4.3 Butiran kitosan terikat silang ECH (atas), butiran kitosan terikat silang GLA (tengah), ukuran butiran (bawah) ECH (putih) & GLA (kuning)

4.2. Analisis Adsorpsi Remazol Yellow FG (Spektrofotometer UV-Vis)

4.2.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Remazol Yellow FG*

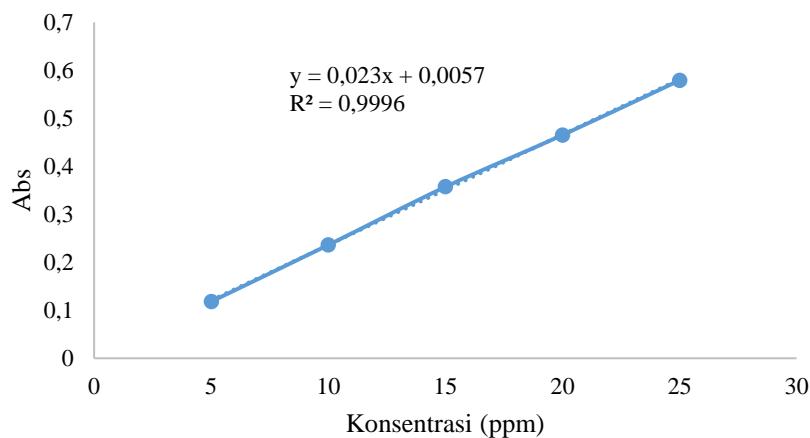
Penentuan panjang gelombang maksimum pada pewarna *Remazol Yellow FG* bertujuan untuk mencari nilai serapan optimum dengan nilai absorbansi yang paling tinggi. Pengukuran sampel pada daerah λ_{max} akan menghasilkan serapan lebih sensitif, akurat, serta memiliki eror kesalahan yang kecil. Pengukuran panjang gelombang maksimum pada larutan *Remazol Yellow FG* dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada range panjang gelombang 300-800 nm. Berdasarkan hasil pada Gambar 4.4 ditemukan serapan yang tertinggi pada bilangan gelombang 420 nm dengan absorbansi 0.502 ppm. Hasil tersebut telah sesuai dengan penelitian terdahulu, di mana panjang gelombang maksimum *Remazol Yellow FG* berkisar pada serapan di daerah 418-420 nm (Kusumaningsih et al. 2006; Maghfiroh 2016).



Gambar 4.4 Panjang gelombang maksimum *Remazol Yellow FG*

4.2.2. Pembuatan Kurva Standar Remazol Yellow FG

Kurva standar larutan *Remazol Yellow FG* diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum (λ_{max}) 420 nm. Tujuan pembuatan kurva standar yaitu untuk mendapatkan persamaan garis miring dari hubungan beberapa konsentrasi larutan standar dengan nilai absorbansinya. Hasil persamaan regresi yang diperoleh digunakan untuk menentukan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi pada step berikutnya. Adapun variasi konsentrasi larutan standar *Remazol Yellow FG* yang digunakan yaitu 5, 10, 15, 29, 25 (ppm). Nilai absorbansi dari masing-masing konsentrasi di plotkan seperti pada Gambar grafik 4.5, persamaan regresi yang didapatkan yaitu $y = 0,023 x + 0.0057$ dengan koefisien determinan (R^2) 0,9996.



Gambar 4.5 Kurva standar *Remazol Yellow FG*

4.2.3. Adsorpsi Remazol Yellow FG

Tahap pertama adsorpsi *Remazol Yellow FG* dilakukan menggunakan butiran kitosan terikat silang ECH yang telah dipreparasi sebelumnya. Perbedaan konsentrasi pada ECH yang diberikan bertujuan untuk mengetahui rasio konsentrasi kitosan/ECH paling tinggi dalam mengadsorpsi zat warna *Remazol Yellow FG*. Variasi konsentrasi ECH yang gunakan pada penelitian ini yaitu 1%; 2,5%, 5%, batasan konsentrasi ini telah disesuaikan dengan kelarutan ECH. Berdasarkan Tabel 4.1 ditemukan jumlah kapasitas adsorpsi yang paling tinggi terletak pada konsentrasi ECH 5% sebesar 24.855 mg/gr diikuti dengan ECH 2,5% lalu 1%. Berdasarkan hasil tersebut ditemukan bahwa peningkatan konsentrasi ECH secara signifikan juga meningkatkan jumlah kapasitas adsorpsi.

Hasil ini dapat dikaitkan dengan ukuran adsorben yang semakin mengecil seiring bertambahnya konsentrasi ECH sebagaimana Gambar 4.3, dimana ukuran partikel yang kecil mengindikasikan luas permukaan yang besar sehingga akan meningkatkan penyerapan jumlah adsorbat ke dalam adsorben. Oleh karena itu,

ECH 5% memiliki kapasitas adsorpsi paling tinggi dibandingkan ECH 2.5% dan ECH 1%. Peningkatan jumlah ECH pada kitosan akan memperluas jaringan kitosan karena bertambahnya ikatan antara rantai kitosan dengan ECH, hal ini juga dapat meningkatkan kerapatan molekul kitosan karena gugus OH pada kitosan akan banyak terikat dengan ECH, sehingga dapat mengurangi proses desorpsi adsorbat (Chen et al. 2011). Selain itu, reaksi ECH dengan kitosan akan terikat melalui gugus OH dan tidak mengganggu gugus NH_3^+ sebagai gugus aktif kitosan, fakta ini dapat dikaitkan dengan afinitas elektrostatik kitosan dalam menarik zat warna agar terserap ke dalam adsorben. Hal ini akan berdampak positif terhadap kinerja butiran kitosan dalam mengadsorpsi partikel karena gugus NH_3^+ sebagai aksesibilitas utama tidak akan terganggu dan memudahkan partikel untuk mendekati situs adsorpsi (Yu et al. 2021).

Selanjutnya, pada uji *One Way ANOVA* diperoleh nilai signifikansi pada analisis ini sebesar 0,000 (<0,05) yang artinya rata-rata nilai kapasitas adsorpsi (Q_e) oleh butiran kitosan-ECH dengan tiga konsentrasi berbeda secara signifikan. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa perbedaan konsentrasi ECH yang diberikan memiliki pengaruh nyata terhadap kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG*.

Tabel 4.1 Kapasitas adsorpsi remazol yellow FG berdasarkan variasi konsentrasi ECH

Konsentrasi ECH	Ulangan	Kapasitas adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
1%	U1	18,370	
	U2	17,772	18,098 ± 0,30 ^a
	U3	18,152	
2.5%	U1	19,891	
	U2	21,087	20,543 ± 0,60 ^b
	U3	20,652	
5%	U1	24,185	
	U2	25,217	24,855 ± 0,58 ^c
	U3	25,163	

Keterangan: Notasi yang berbeda (a, b, c) menunjukkan pengaruh yang beda nyata (signifikan), dengan P value 0,000 (<0,05)

Selanjutnya, penentuan konsentrasi GLA paling tinggi ditinjau dari kinerja butiran kitosan setelah terikat silang GLA dalam mengadsorpsi *Remazol Yellow FG*. Variasi konsentrasi GLA yang digunakan pada tahap ini yaitu 1%, 2.5%, dan 5%. Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 4.2 diperoleh jumlah adsorpsi tertinggi terletak pada GLA 1% lalu menurun pada GLA 2.5% dan 5%. Hal ini dapat dikaitkan dengan kekakuan adsorben yang dihasilkan sebelumnya, dimana adsorben menjadi lebih keras dan kaku seiring bertambahnya konsentrasi GLA. Adsorben yang terlalu keras/kaku dapat mempersulit proses difusi zat warna ke dalam adsorben. Oleh karena itu, dapat diasumsikan bahwa GLA (2,5% dan 5%) mempunyai permukaan yang terlalu keras dan kaku dibandingkan GLA 1% diakibatkan karena terjadinya banyak ikatan silang antara glutaraldehid dengan permukaan kitosan, sehingga butiran yang dihasilkan semakin berkerut (mengecil) (Madjid et al. 2018).

Selain itu, penambahan ekstra GLA akan diikuti dengan pengurangan amina bebas pada permukaan adsorben karena interaksi GLA dengan kitosan melalui

situs aktif NH_3^+ seperti pada Gambar 2.7. Fakta ini dapat menjadi salah satu penyebab berkurangnya jumlah zat warna yang teradsorpsi pada saat GLA bertambah, karena ketersediaan situs aktif pada kitosan semakin sedikit menyebabkan daya tarik dari gugus amina positif terhadap anion zat warna semakin lemah. Sehingga penambahan ekstra GLA akan banyak memblokir gugus NH_3^+ yang dapat melemahkan daya tarik elektrostatik sehingga adsorbat akan sulit mendekati situs adsorpsi (Bui et al. 2020). Oleh sebab itu, pada GLA (2.5% dan 5%) terjadi penurunan jumlah zat warna yang teradsorpsi karena jumlah (fraksi) gugus amino bebas pada konsentrasi tersebut sebagian besar akan terikat pada GLA sehingga kinerja kitosan untuk menarik anion zat warna menjadi terbatas diikuti dengan penurunan kapasitas adsorpsi yang signifikan.

Hasil ini telah sesuai dengan beberapa kasus sebelumnya, seperti pada penelitian Osifo et al. (2008) dimana fraksi NH_2 ditemukan semakin menurun dengan bertambahnya konsentrasi GLA (0,5%; 2,5%; 4%) diiringi dengan penurunan kapasitas adsorpsi Cu (II). Lalu pada studi (Monteiro and Airoldi 1999) kapasitas adsorpsi Cu^{2+} mengalami penurunan seiring bertambahnya konsentrasi GLA yakni $0.5\% > 1\% > 1\% > 10\% > 15\% > 25\%$. Kemudian pada adsorpsi Palladium yang dilakukan oleh (Ruiz et al. 2001) ditemukan bahwa peningkatan pengikat silang (GLA) menginduksi penurunan kapasitas adsorpsi hampir 20%.

Berdasarkan uji *One Way ANOVA* diperoleh nilai signifikansi sebesar 0,000 ($<0,05$) yang menunjukkan rata-rata nilai kapasitas adsorpsi (Q_e) oleh butiran kitosan-ECH menggunakan tiga konsentrasi berbeda secara signifikan. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa ada pengaruh nyata pada perbedaan konsentrasi GLA yang diberikan terhadap kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG*.

Tabel 4.2 Kapasitas adsorpsi remazol yellow FG berdasarkan variasi konsentrasi GLA

Konsentrasi GLA	Ulangan	Kapasitasa adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
1%	U1	21,576	
	U2	21,848	21,594 ± 0,245 ^a
	U3	21,359	
2.5%	U1	19,891	
	U2	21,087	20,543 ± 0,605 ^b
	U3	20,652	
5%	U1	12,500	
	U2	13,315	13,134 ± 0,566 ^b
	U3	13,587	

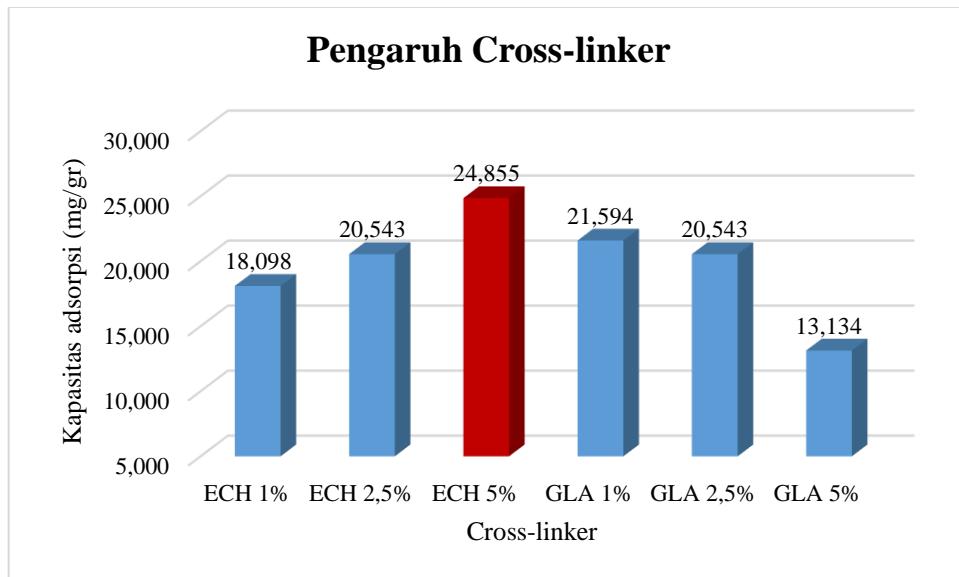
Keterangan: Notasi yang berbeda (a dan b) menunjukkan pengaruh yang beda nyata (signifikan), dengan P value 0,000 (<0,05)

Pada penelitian ini, butiran kitosan diikat silang menggunakan dua agen berbeda yaitu ECH dan GLA, pemilihan kedua agen tersebut didasarkan pada perbedaan ikatan antara ECH dan GLA saat berinteraksi dengan kitosan. Di mana, ECH berikatan pada gugus hidroksil kitosan (Gambar 2.5), sedangkan GLA mengikat gugus amina melalui reaksi basa Schiff (Gambar 2.7). Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa butiran kitosan yang terikat silang ECH mampu mengadsorpsi zat warna *Remazol Yellow FG* lebih banyak daripada butiran kitosan yang terikat silang GLA, hasil ini juga sesuai dengan beberapa penelitian terdahulu yang tertera pada Tabel 4.3.

Peningkatan jumlah zat warna *Remazol Yellow FG* yang diserap oleh butiran kitosan-ECH dibandingkan dengan GLA dapat dijelaskan oleh perbedaan gugus fungsi kitosan yang terlibat dalam reaksi ikatan silang kimia. Hal ini dapat dikaitkan dengan interaksi yang terjadi antara zat warna *Remazol Yellow FG* dan butiran kitosan, dimana anion sulfonat (SO_3^-) akan tertarik karena adanya

kekuatan elektrostatik gugus NH_3^+ pada kitosan. Oleh karena itu, jumlah *Remazol Yellow FG* yang terserap oleh butiran kitosan-ECH lebih tinggi karena sebagian besar ECH akan mengikat gugus $-\text{OH}$ sehingga tidak mengganggu situs aktif kitosan untuk menarik anion sulfonat zat warna *Remazol Yellow FG*. Sedangkan GLA akan terhubung dengan gugus NH_2 sehingga mengurangi situs utama kitosan untuk menarik anion pada zat warna (Chiou and Li 2003).

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini selaras dengan beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, dimana penambahan ECH sebagai agen pengikat silang pada butiran kitosan dapat meningkatkan kinerja kitosan jika dibandingkan tanpa ECH atau pengikat silang yang lain. Beberapa penelitian yang mendukung yakni studi yang dilakukan (Majidah 2022) pada adsorpsi *Remazol Yellow FG* menggunakan kitosan terikat silang TPP saja diperoleh nilai Q_e hanya sebesar 9,229 mg/gr. Lalu pada penelitian (Józwiak and Filipkowska 2020) yang membandingkan kinerja butiran kitosan menggunakan agen pengikat silang berbeda yaitu ECH, GLA, dan TTE di mana hasil yang tertinggi terdapat pada butiran kitosan terikatsilang ECH sebesar 1430 mg/gr.



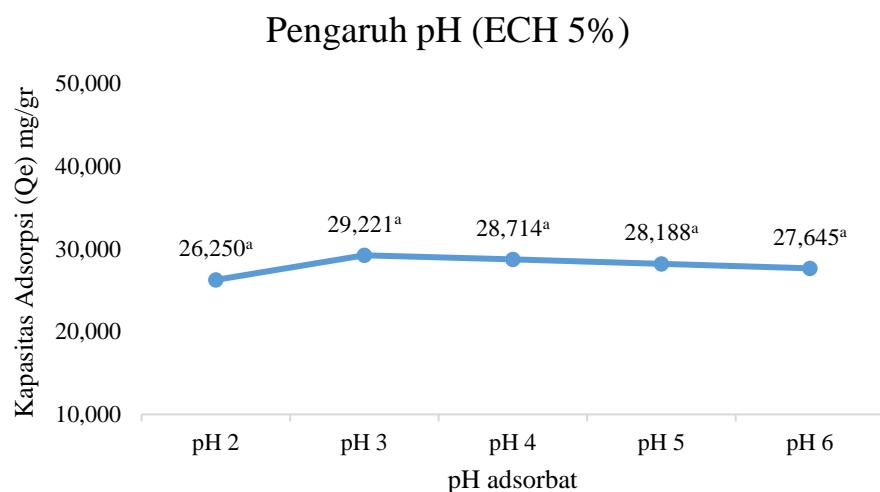
Gambar 4.6 Grafik perbandingan agen pengikat silang ECH dan GLA

4.2.4. Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Remazol Yellow FG

Penentuan pengaruh pH pada tahap ini dilakukan menggunakan butiran kitosan terikat silang ECH 5% dan GLA 1% (paling optimum). Langkah awal yakni mengkondisikan larutan *Remazol Yellow FG* pada pH 2 sampai 6. Berdasarkan jumlah zat warna yang teradsorpsi oleh butiran kitosan-ECH disemua pH (2-6) menunjukkan adanya peningkatan dibandingkan hasil adsorpsi tanpa pengkondisian pH. Pada Gambar 4.7 dapat dilihat nilai Q_e yang diperoleh di semua variasi pH lebih besar dari 24,855 mg/gr (jumlah adsorpsi tertinggi sebelum di kondisikan pH). Hal ini mengindikasikan bahwa pH merupakan parameter yang penting pada proses adsorpsi. Pada perolehan hasil ini dapat diindikasikan bahwa adsorpsi pewarna anionik *Remazol Yellow FG* menggunakan butiran kitosan-ECH lebih optimal pada pH asam. Hal ini juga sesuai dengan beberapa penelitian sebelumnya bahwa butiran kitosan terikat silang ECH

memiliki kinerja yang lebih tinggi sebagai adsorben pewarna anionik pada pH asam (Chiou and Li 2003; Chiou and Li 2002).

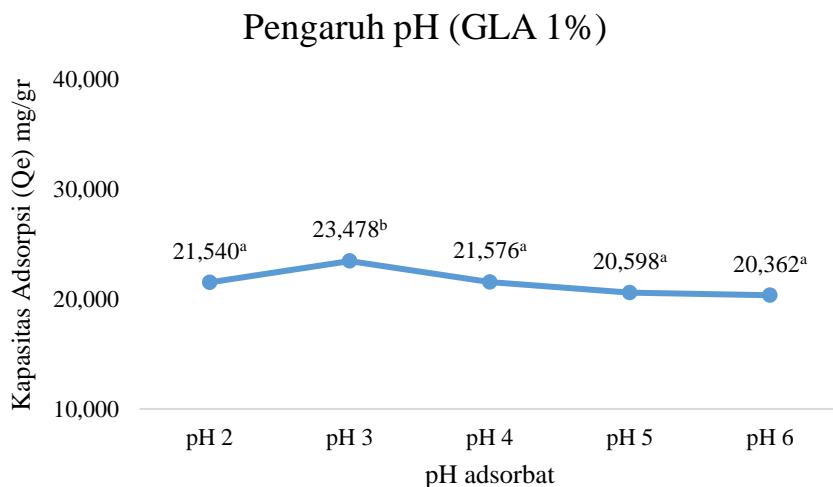
Selanjutnya, diketahui bahwa adsorpsi *Remazol Yellow FG* paling tinggi terjadi pada pH 3 dengan jumlah zat warna yang terserap sebanyak $29,221 \pm 0,625^a$ mg/gr. Hasil ini juga sesuai dengan Kim et al. 2012, yang mana pada penelitian tersebut ditemukan kondisi optimum butiran kitosan-ECH dalam mengadsorpsi RB5 (pewarna anionik) terjadi pada pH 3. Pada uji *One Way ANOVA* didapatkan nilai signifikasi $0,282 (>0,05)$ yang menunjukkan bahwa variasi pH yang diberikan tidak memiliki perbedaan yang signifikan terhadap nilai Q_e yang dihasilkan. Namun secara keseluruhan terdapat peningkatan kapasitas adsorpsi oleh butiran kitosan terikat silang ECH dengan pemberian pH yang berbeda dibandingkan dengan kinerja butiran kitosan-ECH tanpa pengkondisian pH.



Gambar 4.7 Pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi butiran kitosan-ECH

Selanjutnya, dilakukan penentuan pengaruh pH pada butiran kitosan yang terikat silang GLA 1% (optimum) dengan perlakuan yang sama seperti sebelumnya. Berdasarkan pada Gambar 4.8 dihasilkan bahwa peningkatan nilai Q_e hanya terjadi pada pH 3 yaitu sebesar 23,478 mg/gr, jika dibandingkan hasil adsorpsi tanpa pengkondisian pH. Menurut uji *One Way ANOVA* diperoleh nilai p (signifikansi) sebesar 0,000 ($<0,05$) yang mengindikasikan terdapat perbedaan yang nyata dengan adanya variasi pH adsorbat yang diberikan terhadap kinerja adsorpsi butiran kitosan terikat silang GLA. Di mana, pH 3 memiliki pengaruh yang signifikan dengan pH 2, 4, 5 dan 6. Sedangkan pH 2 tidak mempunyai pengaruh yang signifikan dengan pH 4,5 dan 6.

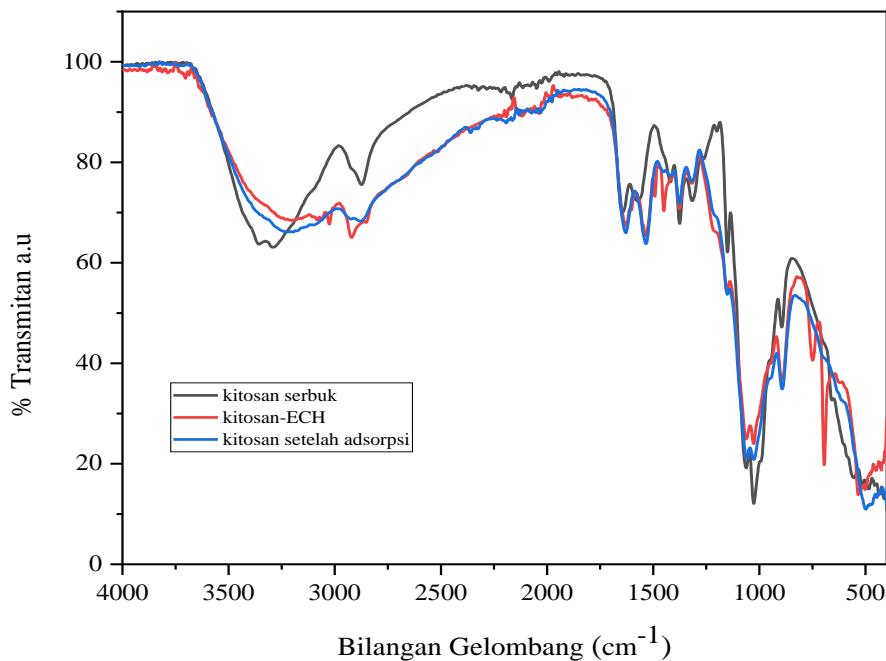
Pada hasil tersebut diketahui kapasitas adsorpsi meningkat dari pH 2 sampai 3, lalu menurun pada pH 4,5 dan 6. Jumlah adsorpsi tertinggi berada pada pH 3, hal ini sesuai dengan penelitian (Sabarudin and Madjid 2021) yang menyatakan bahwa peningkatan jumlah zat warna yang terserap pada pH 3 dapat diakibatkan oleh peran TPP. Pada pH 3 TPP akan tersedia dalam bentuk $H_2P_3O_{10}^{3-}$ dimana dua ionnya akan berinteraksi dengan amina terprotonasi dan sisanya berinteraksi dengan *Remazol Yellow FG* bermuatan positif ($pK_a \sim 3,77$). Sedangkan pada pH 2,4,5 dan 6 tidak ditemukan perbedaan hasil yang signifikan. Namun, penurunan hasil adsorpsi pada pH tersebut dapat terjadi karena pada pH 2 akan terlalu banyak tersedia H^+ sehingga menyebabkan kompetisi antara ion sulfonat pada zat warna *Remazol Yellow FG* dengan H^+ untuk bereaksi dengan gugus amina pada kitosan, sedangkan pada pH 4,5, dan 6 ketesedian H^+ semakin menurun sehingga gugus amina bermuatan positif akan berkurang dan menyebabkan daya tarik elektrostatiknya melemah dan kurang menguntungkan (Bui et al. 2020).



Gambar 4.8 Pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi butiran kitosan-GLA

4.3. Karakterisasi Butiran Kitosan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR

Karakterisasi ada penelitian ini dilakukan menggunakan spektrofotometer FT-IR, bertujuan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada struktur kitosan. Keberhasilan modifikasi butiran kitosan terikat silang ECH dan GLA selain dapat dilihat dari perubahan fisiknya, diperlukan juga diamati menggunakan FT-IR untuk memastikan perubahan struktur ikatan penyusunnya. Kemudian, karakterisasi juga dilakukan pada butiran kitosan setelah digunakan sebagai adsorben untuk mengetahui keberadaan gugus *Remazol Yellow FG* yang terikat pada kitosan. Gambar 4.9 dan 4.10 menunjukkan hasil spektra IR butiran kitosan terikat silang ECH dan GLA, sebelum dan sesudah adsorpsi.

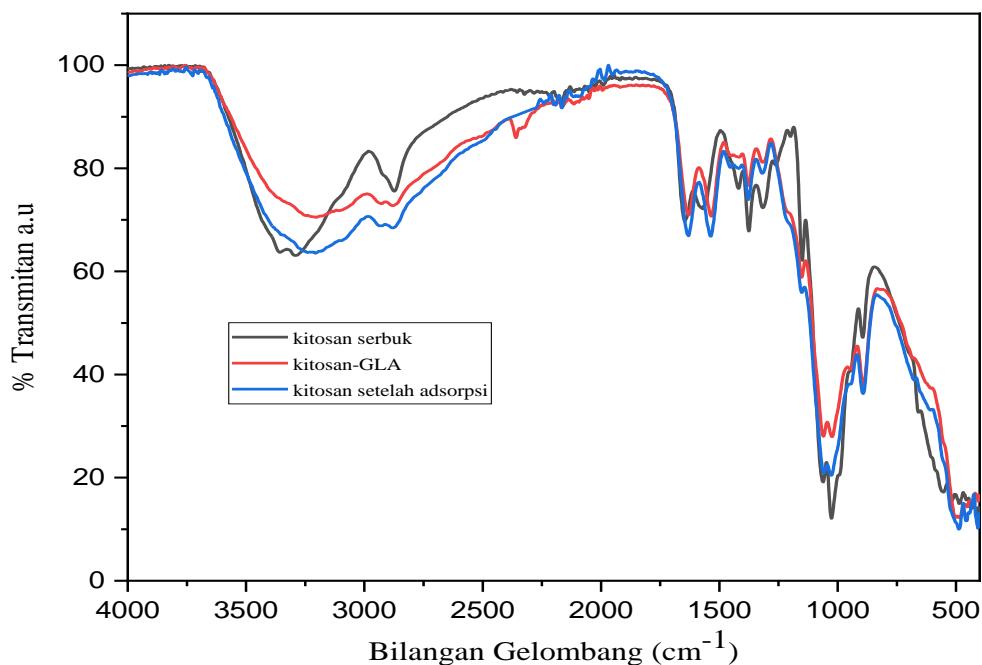


Gambar 4.9 Spektra IR kitosan serbuk (hitam), kitosan-TPP-ECH (merah), kitosan setelah adsorpsi (biru)

Tabel 4.3 Dugaan gugus fungsi pada spektra IR kitosan terikatsilang ECH

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) hitam	merah	biru	Referensi
O-H, N-H stretch	3291,7	3266,02	3246,06	O-H 3500 – 3200, N-H 3500 – 3100 (Sastrohamidjojo 2019) 1300 – 900
C-N stretch	1025,45	1022,59	1024,02	(Sastrohamidjojo 2019; Kim, et al 2012)
C-O stretch	1150,95	1152,38	1150,95	1350 – 1000 (Sastrohamidjojo 2019)
N-H bending	1645,85	1631,59; 1536,03	1630,16; 1536,03	1600 dan 1500 (Bhumkar & Pokharkar 2006)
-CH ₂ - vibrasi bengkok	-	1454,74	1456,16	1400-1500 (Sastrohamidjojo 2019)

Gambar 4.9 merupakan hasil spektra dari kitosan serbuk (hitam), kitosan-TPP-ECH sebelum digunakan sebagai adsorben (merah) dan kitosan-TPP-ECH setelah digunakan untuk mengadsorpsi *Remazol Yellow FG* (biru). Berdasarkan spektra yang muncul dapat dilihat adanya serapan di sekitar panjang gelombang 3300 cm^{-1} (hitam) yang merupakan serapan khas O-H, kemudian intensitasnya menurun pada spektrum (merah) yang mengindikasikan bahwa ECH berikatan dengan OH⁻ dari kitosan (Madjid et al 2016). Selain itu, terdapat serapan baru pada spektra (merah) di bilangan gelombang 1451 cm^{-1} yang merupakan vibarsi bengkok -CH₂- sebagai tanda adanya ikatan pada atom C dari ECH dengan gugus hidroksil kitosan. Pada spketra kitosan-TPP-ECH (sebelum dan sesudah adsorpsi) diketahui muncul serapan di daerah $1631; 1536\text{ cm}^{-1}$ dan $1630; 1536\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan adanya interaksi amina kitosan dengan TPP (Bhumkar and Pokharkar 2006). Diteruskan dengan melebarnya serapan O-H pada spektra merah dan biru yang dapat diinterpretasikan semakin banyaknya keberadaan gugus O-H pada kitosan setelah penambahan TPP. Keberadaan kitosan ditandai dengan kemunculan serapan disekitar bilangan gelombang 1150 cm^{-1} dan 1018 cm^{-1} sebagai serapan C-N dan C-O stretch (Kim et al. 2012). Pada spektra (biru) dapat dilihat bahwa tidak ada serapan baru yang menandakan keberadaan *Remazol Yellow FG* pada struktur kitosan. Hal ini dapat diasumsikan bahwa penyerapan adsorbat tidak terjadi secara kimiawi ke dalam kitosan.



Gambar 4. 10 Spektra IR kitosan serbuk (hitam), kitosan-TPP-GLA (merah), kitosan setelah adsorpsi (biru)

Tabel 4.4 Dugaan gugus fungsi pada spektra IR kitosan terikatsilang GLA

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm⁻¹) hitam	merah	biru	Referensi
O-H, N-H stretch	3291,7	3218,96	3241,78	O-H 3500 – 3200, N-H 3500 – 3100 (Sastrohamidjojo 2019) 1300 – 900
C-N stretch	1025,45	1024,02	1025,45	(Sastrohamidjojo 2019; (Kim, et al 2012)
C-O stretch	1150,95	1152,38	1150,95	1350 – 1000 (Sastrohamidjojo 2019) 1600 dan 1500
C=N atau N-H bending	1645,85	1631,59; 1537,46	1631,59; 1537,46	(Bhumkar & Pokharkar 2006; Madjid, et al 2018)

Selanjutnya dilakukan karakterisasi butiran kitosan terikat silang GLA untuk memastikan perubahan struktur pada kitosan. Berdasarkan hasil spektra kitosan serbuk (garis hitam) muncul serapan luas pada daerah 3200 cm^{-1} menandakan adanya vibrasi ulur O-H dan N-H sebagai gugus khas dari kitosan, yang diteruskan dengan kemunculan dua serapan di daerah sekitar 1020 cm^{-1} yang mengindikasikan rentangan C-O. Pembentukan gugus imina (C=N) pada spektra kitosan-TPP-GLA (sebelum dan sesudah adsorpsi) muncul di daerah yang sama dengan serapan TPP yakni pada bilangan gelombang $1631,59$ dan $1537,46\text{ cm}^{-1}$ (Madjid et al. 2018), dimana menurut (Knaul et al. 1999) peningkatan intensitas pada daerah sekitar 1650 cm^{-1} menandakan adanya reaksi antara kitosan dengan GLA, diteruskan dengan adanya peningkatan intensitas pada daerah 1520 cm^{-1} yang megindikasikan frekuensi dari ikatan etilenik (Monteiro & Aioldi 1999). Selain itu, berdasarkan ikatan yang terjadi antara GLA dan kitosan yakni terikat secara kovalen yang mana lebih kuat daripada ikatan ionik antara TPP dan amina kitosan, sehingga dapat diduga serapan tersebut merupakan serapan dari imina (C=N) yaitu produk dari reaksi antara gugus aldehid GLA dengan amina kitosan. Kemudian, pada gambar spektra kitosan sebelum (merah) dan sesudah (biru) digunakan untuk adsorpsi *Remazol Yellow FG* tidak terlihat adanya spektrum baru, sehingga dapat diasumsikan bahwa proses adsorpsi terjadi tidak secara kimiawi.

4.5. Manfaat Penelitian Menurut Perspektif Islam

Kitosan memiliki berbagai macam kegunaan dalam aspek kehidupan, salah satu yang paling fenomenal yaitu sebagai adsorben. Kitosan termasuk biopolymer yang ketersediaannya sangat melimpah di alam. Sintesis kitosan diperoleh dari proses deasetilasi kitin, yang dapat diambil dari limbah kulit hewan krustasea (udang, kepiting). Potensi dari limbah hewan laut tersebut dapat dijadikan isyarah untuk memanfaatkan sumber daya alam yang ada. Dalam al-qur'an dan hadist, Allah SWT telah banyak mengingatkan hambanya untuk memanfaatkan sumber daya alam ciptaanya baik yang ada di daratan ataupun lautan, seperti yang tertera dalam firman-Nya pada surat An-Nahl ayat 14 yang berbunyi:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيبًا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُوهَا وَتَرِى الْفُلْكَ مَوَاحِرَ
فِيهِ وَلَتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

Artinya: "Dan Dialah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar, dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai; dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur."

لَحْمًا طَرِيبًا

Beberapa ulama' mufassir seperti ibnu katsir menafsirkan lafadz pada semua hewan yang ada di laut seperti ikan, cumi, kepiting dan sebagainya. Dalam ayat diatas dapat kita ketahui bahwasanya Allah swt memberi anugerah kepada hambanya dengan menundukkan lautan dan membuatnya mudah untuk diarungi supaya kita mengambil manfaat dari semua yang ada di laut seperti ikan-ikan yang segar. Pada lafadz **ولَتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ** (*supaya kamu mencari keuntungan dari karunia-Nya*), Allah swt juga mengisyaratkan untuk mengambil keuntungan

dari semua nikmat yang telah diberikan. Hal ini dapat dikaitkan dengan pengolahan lebih lanjut limbah kulit hewan-hewan krustasea menjadi kitosan sebagai bentuk mensyukuri nikmat yang Allah swt berikan.

Selanjutnya, kitosan sebagai adsorben dapat di modifikasi lebih lanjut untuk mendapatkan produk yang diingikan dan sesuai kegunaan. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi melalui crosslinking menggunakan epiklorohidrin dan glutaraldehid untuk mendapatkan kitosan yang lebih stabil dalam larutan asam, sehingga dapat di aplikasikan lebih luas. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kapasitas adsorpsi paling optimum menggunakan butiran kitosan-ECH dan GLA yaitu sebesar 24,855 mg/gr dan 21,594 mg/gr. Hasil ini menunjukkan peningkatan yang signifikan dibandingkan dengan kinerja butiran kitosan sebelum diikat silang yang terdapat pada penelitian sebelumnya, dimana nilai Q_e yang diperoleh sebesar 9,229 mg/gr (Majidah 2022). Perlakuan modifikasi pada kitosan ini merupakan pemikiran kreatif untuk menghasilkan sesuatu yang terbaik dan bermanfaat bagi kehidupan sebagai wujud pengabdian yang tulus terhadap nikmat-Nya. Dengan bersikap kreatif dan inovatif, kita sudah termasuk orang-orang yang mensyukuri ciptaan Allah swt. Hal ini selaras dengan slogan UIN Malang yang mengkader mahasiswa untuk menjadi sosok ulul albab. Menurut Quraish Shihab, ulul albab adalah orang yang memiliki akal yang murni, yang tidak diselubungi kulit. Dalam al-quran, ulul albab disebutkan pada surat Al-'Imran ayat 190 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَآخِنَافِ الْأَيَّلِ وَالنَّهَارِ لَعَائِتٍ لِأُولَئِكَ الْأَلْبَابِ

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.”

Dalam tafsir al-Wajiz dikatakan bahwa hanya orang-orang berakal (ulul albab) yang dapat melihat peristiwa-peristiwa yang terjadi di alam semesta sebagai tanda keberadaan dan kekuasaan Allah swt. Pada konteks ini, ulul albab adalah golongan orang yang suka mengkaji fenomena-fenomena yang berkaitan dengan kejadian alam seperti kitosan yang dapat disintesis dari limbah cangkang udang atau kepiting. Kemudian, ditindak lanjuti dengan berbagai metode modifikasi seperti penambahan agen pengikat silang. Perlakuan ini sesuai dengan anjuran islam untuk senantiasa berfikir secara mendalam menuju sosok ulul albab yang mementingkan dzikir dan fikir. Pada hakikatnya ayat diatas menganjurkan kita untuk menjadi saintis yang selalu berfikir dan menciptakan pembaharuan-pembaharuan yang diperlukan.

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu:

1. Kapasitas adsorpsi paling tinggi terdapat pada butiran kitosan yang terikatsilang ECH. Perbedaan konsentrasi yang diberikan menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan terhadap kapasitas adsorpsi, dimana pada ECH ditemukan peningkatan kapasitas adsorpsi saat konsentrasi bertambah, sedangkan pada GLA sebaliknya. Adsorpsi tertinggi masing-masing terdapat pada ECH dengan konsentrasi 5% sebesar 24,855 mg/gr dan GLA dengan konsentrasi 1% sebanyak 21,594 mg/gr.
2. Pada variasi pH diperoleh hasil paling optimum berada pada pH 3 baik ECH maupun GLA masing-masing sebesar 29,221 mg/gr dan 23,478 mg/gr.
3. Hasil serapan FT-IR pada spektra ECH ditemukan adanya penurunan intensitas dari serapan O-H di daerah 3200 cm^{-1} sebagai indikator terjadinya interaksi antara ECH dan kitosan. Lalu pada spektra GLA diketahui bahwa pembentukan gugus imina ($\text{C}=\text{N}$) muncul di daerah 1631 cm^{-1} dan 1537 cm^{-1} . Secara keseluruhan tidak ada serapan baru yang muncul pada spektra ECH dan GLA baik sebelum dan sesudah adsorpsi, hal tersebut dapat diinterpretasikan bahwa proses adsorpsi tidak terjadi secara kimiawi.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dikerjakan, maka dapat disimpulkan beberapa poin sebagai saran berikut ini:

1. Perlunya panduan teknis yang pasti dalam pembuatan butiran agar keberhasilan membuat butiran menjadi terjamin dan konsisten. Adapun hal-hal yang perlu diperhatikan yakni pastikan perendaman butiran dilakukan di wadah yang kecil agar butiran terendam sempurna; penatahan butiran setelah direndam dalam TPP tidak boleh menggunakan spatula untuk mencegah bentuk butiran supaya tidak rusak; berhati-hati saat memisahkan butiran sebelum di oven agar butiran terbentuk sempurna.
2. Perlunya dilakukan variasi konsentrasi ECH lebih dari 5% dan variasi konsentrasi GLA kurang dari 1% untuk mengetahui kondisi tertinggi, kemudian perlunya ditambah beberapa variasi lanjutan untuk di analisis secara termodinamika agar diketahui secara pasti proses terjadinya adsorpsi adsorbat ke dalam adsorben.
3. Perlunya karakterisasi lebih lanjut menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan SAA (*Surface Area Analyzer*) untuk mengetahui luas permukaan dan pori pada butiran kitosan sehingga dapat di analisis lebih lanjut.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, Mahtab, Adel R. A. Usman, Sang Soo Lee, Sung Chul Kim, Jin Ho Joo, Jae E. Yang, and Yong Sik Ok. 2012. "Eggshell and Coral Wastes as Low Cost Sorbents for the Removal of Pb 2+, Cd 2+ and Cu 2+ from Aqueous Solutions." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 18(1):198–204. doi: 10.1016/j.jiec.2011.11.013.
- AZLAN, Kamari, Wan Ngah WAN SAIME, and Liew LAI KEN. 2009. "Chitosan and Chemically Modified Chitosan Beads for Acid Dyes Sorption." *Journal of Environmental Sciences* 21(3):296–302. doi: 10.1016/S1001-0742(08)62267-6.
- B, E. Mirzaei, Ramazani SA A., Shafiee M, and Danaei M. 2013. "Studies on Glutaraldehyde Crosslinked Chitosan Hydrogel Properties for Drug Delivery Systems." *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials* 62(11):605–11.
- Bhumkar, R. Devika, and Varsha B. Pokharkar. 2006. "Studies on Effect of PH on Cross-Linking of Chitosan with Sodium Tripolyphosphate: A Technical Note." *AAPS PharmSciTech* 7(2):2–7. doi: 10.1208/pt070250.
- Blackburn, Richard S., and Stephen M. Burkinshaw. 2002. "A Greener Approach to Cotton Dyeings with Excellent Wash Fastness." *Green Chemistry* 4(1):47–52. doi: 10.1039/b111026h.
- Bui, Trung Huu, Woorim Lee, Seong Beom Jeon, Kyoung Woong Kim, and Yunho Lee. 2020. "Enhanced Gold(III) Adsorption Using Glutaraldehyde-Crosslinked Chitosan Beads: Effect of Crosslinking Degree on Adsorption Selectivity, Capacity, and Mechanism." *Separation and Purification Technology* 248. doi: 10.1016/j.seppur.2020.116989.
- Cartwright, R. A. 1983. "Historical and Modern Epidemiological Studies on Populations Exposed to N-Substituted Aryl Compounds." *Environmental Health Perspectives* Vol. 49:13–19. doi: 10.1289/ehp.834913.
- Cestari, Antonio R., Eunice F. S. Vieira, Aline G. P. Dos Santos, Jackeline A. Mota, and Vanessa P. De Almeida. 2004. "Adsorption of Anionic Dyes on Chitosan Beads. 1. The Influence of the Chemical Structures of Dyes and Temperature on the Adsorption Kinetics." *Journal of Colloid and Interface Science* 280(2):380–86. doi: 10.1016/j.jcis.2004.08.007.
- Champagne, Lakia Monique. 2008. "The Synthesis of Water Soluble N-Acyl Chitosan Derivatives for Characterization As Antibacterial Agents."
- Chatterjee, Sudipta, Dae S. Lee, Min W. Lee, and Seung H. Woo. 2010. "Enhanced Molar Sorption Ratio for Naphthalene through the Impregnation

- of Surfactant into Chitosan Hydrogel Beads.” *Bioresource Technology* 101(12):4315–21. doi: 10.1016/j.biortech.2010.01.062.
- Chen, Arh Hwang, and Yao Yi Huang. 2010. “Adsorption of Remazol Black 5 from Aqueous Solution by the Tempted Crosslinked-Chitosans.” *Journal of Hazardous Materials* 177(1–3):668–75. doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.12.083.
- Chen, Arh Hwang, Sheng Chang Liu, Chia Yuan Chen, and Chia Yun Chen. 2008. “Comparative Adsorption of Cu(II), Zn(II), and Pb(II) Ions in Aqueous Solution on the Crosslinked Chitosan with Epichlorohydrin.” *Journal of Hazardous Materials* 154(1–3):184–91. doi: 10.1016/j.jhazmat.2007.10.009.
- Chen, Chia Yun, Cheng Yu Yang, and Arh Hwang Chen. 2011. “Biosorption of Cu(II), Zn(II), Ni(II) and Pb(II) Ions by Cross-Linked Metal-Imprinted Chitosans with Epichlorohydrin.” *Journal of Environmental Management* 92(3):796–802. doi: 10.1016/j.jenvman.2010.10.029.
- Chiou, M. S., and H. Y. Li. 2003. “Adsorption Behavior of Reactive Dye in Aqueous Solution on Chemical Cross-Linked Chitosan Beads.” *Chemosphere* 50(8):1095–1105. doi: 10.1016/S0045-6535(02)00636-7.
- Chiou, Ming Shen, Pang Yen Ho, and Hsing Ya Li. 2004. “Adsorption of Anionic Dyes in Acid Solutions Using Chemically Cross-Linked Chitosan Beads.” *Dyes and Pigments* 60(1):69–84. doi: 10.1016/S0143-7208(03)00140-2.
- Chiou, Ming Shen, and Hsing Ya Li. 2002. “Equilibrium and Kinetic Modeling of Adsorption of Reactive Dye on Cross-Linked Chitosan Beads.” *Journal of Hazardous Materials* 93(2):233–48. doi: 10.1016/S0304-3894(02)00030-4.
- Cho, Ah Ra, Yong Gi Chun, Bum Keun Kim, and Dong June Park. 2014. “Preparation of Chitosan-TPP Microspheres as Resveratrol Carriers.” *Journal of Food Science* 79(4). doi: 10.1111/1750-3841.12395.
- Chung, King-Thom, and Carl E. Cerniglia. 1992. “Mutagenicity of Azo Dyes: Structure-Activity Relationships.” *Mutation Research/Reviews in Genetic Toxicology* 277(3):201–20. doi: [https://doi.org/10.1016/0165-1110\(92\)90044-A](https://doi.org/10.1016/0165-1110(92)90044-A).
- Chung, King-Thom -T, and S. Edward Stevens. 1993. “Degradation Azo Dyes by Environmental Microorganisms and Helminths.” *Environmental Toxicology and Chemistry* 12(11):2121–32. doi: 10.1002/etc.5620121120.
- Chung, King Thorn, S. Edward Stevens, and Carl E. Cerniglia. 1992. “The Reduction of Azo Dyes by the Intestinal Microflora.” *Critical Reviews in Microbiology* 18(3):175–90. doi: 10.3109/10408419209114557.
- Crini, Grégorio. 2006. “Non-Conventional Low-Cost Adsorbents for Dye

- Removal: A Review.” *Bioresource Technology* 97(9):1061–85.
- Dąbrowski, A. 2001. “Adsorption - From Theory to Practice.” *Advances in Colloid and Interface Science* 93(1–3):135–224. doi: 10.1016/S0001-8686(00)00082-8.
- Day, RA, dan Underwood, AL. 2002. *Quantitative Analysis*.
- DíazGómez-Treviño, A. P., V. Martínez-Miranda, and M. Solache-Ríos. 2013. “Removal of Remazol Yellow from Aqueous Solutions by Unmodified and Stabilized Iron Modified Clay.” *Applied Clay Science* 80–81:219–25. doi: 10.1016/j.clay.2013.03.019.
- Enrico. 2019. “Dampak Limbah Cair Industri Tekstil Terhadap Lingkungan Dan Aplikasi Tehnik Eco Printing Sebagai Usaha Mengurangi Limbah.” *Moda* 1(1):5–13.
- Errais, Emna, Joelle Duplay, Fadila Darragi, Inès M’Rabet, Amélie Aubert, Fabienne Huber, and Gilles Morvan. 2011. “Efficient Anionic Dye Adsorption on Natural Untreated Clay: Kinetic Study and Thermodynamic Parameters.” *Desalination* 275(1–3):74–81. doi: 10.1016/j.desal.2011.02.031.
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*.
- Ginting, Ferdinand Delesev. 2008. “Pengujian Alat Pendingin.” *Fakultas Teknik Universitas Indonesia* 7–21.
- Gonçalves, Vanessa L., Mauro C. M. Laranjeira, Valfredo T. Fávere, and Rozângela C. Pedrosa. 2005. “Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled Release of Diclofenac Sodium.” *Polímeros* 15(1):6–12. doi: 10.1590/s0104-14282005000100005.
- Guibal, E. 2005. “Heterogeneous Catalysis on Chitosan-Based Materials: A Review.” *Progress in Polymer Science (Oxford)* 30(1):71–109.
- Handayani, Desi Suci, Candra Purnawan, Pranoto, Sri Hastuti, and Diniyah Hilmiyana. 2016. “Adsorption of Remazol Yellow FG from Aqueous Solution on Chitosan-Linked P-T-Butylcalix[4]Arene.” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 107.
- Harmita. 2006. *Analisa Kuantitaif Bahan Baku Dan Sediaan Farmasi*. edited by Harmita.
- Hasri, Diana E. Pratiwi, Suriati E. Putri, and Alimin. 2019. “Adsorption Study for Removal of Acid Orange Dye Using Modified Nano Chitosan.” in *Journal of Physics: Conference Series*. Vol. 1244.
- Hassan, Mohammad M., and Christopher M. Carr. 2018. “A Critical Review on Recent Advancements of the Removal of Reactive Dyes from Dyehouse

- Effluent by Ion-Exchange Adsorbents.” *Chemosphere* 209:201–19.
- Jing, Yingjun, Qi Liu, Xueqing Yu, Wencheng Xia, and Na Na Yin. 2013. “Adsorptive Removal of Pb(II) and Cu(II) Ions from Aqueous Solutions by Cross-Linked Chitosan-Polyphosphate-Epichlorohydrin Beads.” *Separation Science and Technology (Philadelphia)* 48(14):2132–39. doi: 10.1080/01496395.2013.794433.
- Jóźwiak, Tomasz, and Urszula Filipkowska. 2020. “Sorption Kinetics and Isotherm Studies of a Reactive Black 5 Dye on Chitosan Hydrogel Beads Modified with Various Ionic and Covalent Cross-Linking Agents.” *Journal of Environmental Chemical Engineering* 8(2). doi: 10.1016/j.jece.2019.103564.
- Jóźwiak, Tomasz, Urszula Filipkowska, J. Rodziewicz, and Ewa Nowosad. 2013. “Effect of Cross-Linking with Glutaraldehyde on Adsorption Capacity of Chitosan Beads.” *Progress on Chemistry and Application of Chitin and Its Derivatives* 18:35–48.
- Kamari, A., W. S. Wa. Ngah, M. Y. Chong, and M. L. Cheah. 2009. “Sorption of Acid Dyes onto GLA and H₂SO₄ Cross-Linked Chitosan Beads.” *Desalination* 249(3):1180–89. doi: 10.1016/j.desal.2009.04.010.
- Karnib, Mona, Ahmad Kabbani, Hanafy Holail, and Zakia Olama. 2014. “Heavy Metals Removal Using Activated Carbon, Silica and Silica Activated Carbon Composite.” Pp. 113–20 in *Energy Procedia*. Vol. 50.
- Keeley, J., P. Jarvis, and S. J. Judd. 2014. “Coagulant Recovery from Water Treatment Residuals: A Review of Applicable Technologies.” *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 44(24):2675–2719.
- Kildeeva, N. R., P. A. Perminov, L. V. Vladimirov, V. V. Novikov, and S. N. Mikhailov. 2009. “About Mechanism of Chitosan Cross-Linking with Glutaraldehyde.” *Russian Journal of Bioorganic Chemistry* 35(3):360–69. doi: 10.1134/S106816200903011X.
- Kim, Tae Young, Seung Shik Park, and Sung Yong Cho. 2012a. “Adsorption Characteristics of Reactive Black 5 onto Chitosan Beads Cross-Linked with Epichlorohydrin.” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 18(4):1458–64. doi: 10.1016/j.jiec.2012.02.006.
- Kim, Tae Young, Seung Shik Park, and Sung Yong Cho. 2012b. “Adsorption Characteristics of Reactive Black 5 onto Chitosan Beads Cross-Linked with Epichlorohydrin.” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 18(4):1458–64. doi: 10.1016/J.JIEC.2012.02.006.
- Knaul, Jonathan Z., Samuel M. Hudson, and Katherine A. M. Creber. 1999. “Crosslinking of Chitosan Fibers with Dialdehydes: Proposal of a New Reaction Mechanism.” *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer*

- Physics* 37(11):1079–94. doi: 10.1002/(SICI)1099-0488(19990601)37:11<1079::AID-POLB4>3.0.CO;2-O.
- Kumar, M. N. V. Rav., R. A. A. Muzzarelli, C. Muzzarelli, H. Sashiwa, and A. J. Domb. 2004. “Chitosan Chemistry and Pharmaceutical Perspectives.” *Chemical Reviews* 104(12):6017–84. doi: 10.1021/cr030441b.
- Kurniasih, Mardiyah, Dwi Kartika, and Riyanti. 2012. “Sintesis Dan Karakteristik Karboksimetil Kitosan.” *Prosiding Seminar Nasional* 1(3):125–32.
- Kusumaningsih, Triana, Abu Masykur, and Roni Supriyanto. 2006. “The Adsorption of Remazol Yellow FG in the Textile Wastes by Cogon Grass (*Imperata Cylindrica* (L.) Raeush).” *Biofarmasi Journal of Natural Product Biochemistry* 4(1):27–33. doi: 10.13057/biofar/f040106.
- Laus, Rogério, Thiago G. Costa, Bruno Szpoganicz, and Valfredo T. Fávere. 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 Materials* 183(1–3):233–41. doi: 10.1016/j.jhazmat.2010.07.016.
- Laus, Rogério, and Valfredo Tadeu de Fávere. 2011. “Competitive Adsorption of Cu(II) and Cd(II) Ions by Chitosan Crosslinked with Epichlorohydrin-Triphosphate.” *Bioresource Technology* 102(19):8769–76. doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.07.057>.
- Lazaridis, Nikolaos K., George Z. Kyzas, Alexandras A. Vassiliou, and Dimitrios N. Bikaris. 2007. “Chitosan Derivatives as Biosorbents for Basic Dyes.” *Langmuir* 23(14):7634–43. doi: 10.1021/la700423j.
- Liu, Tingyi, Zhong Liang Wang, Lin Zhao, and Xi Yang. 2012. “Enhanced Chitosan/Fe 0-Nanoparticles Beads for Hexavalent Chromium Removal from Wastewater.” *Chemical Engineering Journal* 189–190:196–202. doi: 10.1016/j.cej.2012.02.056.
- Madjid, ADR. Nitsae, M. Atikah, Sabaruddin, A. 2016. “Pengaruh Penambahan Tripolyfosfat Pada Kitosan Beads Untuk Adsorpsi Methyl Orange.” *Jurnal MIPA* 38(2):144–49.
- Madjid, ADR, M. Nitsae, ... A. Atikah-Indonesian Journal of, and Undefined 2015. 2016. “PENGARUH PENAMBAHAN TRIPOLYFOSFAT PADA KITOSAN BEADS UNTUK ADSORPSI METHYL ORANGE.” *Jurnal MIPA* 38(2):144–49.
- Madjid, Armeida Dwi Ridhowati, Merpiseldin Nitsae, and Akhmad Sabarudin. 2018. “Perbandingan Butiran Kitosan Dengan Pengikat Silang Epiklorohidrin (ECH) Dan Glutaraldehid (GLA): Karakterisasi Dan Kemampuan Adsorpsi Timbal (Pb).” *Alchemy* 6(1):29. doi:

- 10.18860/al.v6i1.6790.
- Maghfiroh, Lailatul. 2016. "Studi Adsorpsi Remazol Yellow Fg Adsorption Using Nata De Coco."
- Majidah, Nur Rofiatul. 2022. "PENGARUH KONSENTRASI DAN LAMA PERENDAMAN TRIPOLIFOSFAT DALAM PEMBUATAN BUTIRAN KITOSAN UNTUK OPTIMASI ADSORPSI REMAZOL YELLOW FG." *Skripsi*.
- Mi, Fwu-Long, Shin-Shing Shyu, Sung-Tao Lee, and Tsung-Bi Wong. 1999. "Kinetic Study of Chitosan-tripolyphosphate Complex Reaction and Acid-resistive Properties of the Chitosan-tripolyphosphate Gel Beads Prepared by In-liquid Curing Method." *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 37(14):1551–64. doi: 10.1002/(sici)1099-0488(19990715)37:14<1551::aid-polb1>3.3.co;2-8.
- Mishima, Kenji, Xiaoyu Du, Shunsuke Sekiguchi, and Naoki Kano. 2017. "Experimental and Theoretical Studies on the Adsorption and Desorption Mechanisms of Chromate Ions on Cross-Linked Chitosan." *Journal of Functional Biomaterials* 8(4). doi: 10.3390/jfb8040051.
- Mohammad, Ahmad M., Taher A. Salah Eldin, Mohamed A. Hassan, and Bahgat E. El-Anadouli. 2017. "Efficient Treatment of Lead-Containing Wastewater by Hydroxyapatite/Chitosan Nanostructures." *Arabian Journal of Chemistry* 10(5):683–90. doi: 10.1016/j.arabjc.2014.12.016.
- Monteiro, Oyrton A. C., and Claudio Airoldi. 1999. "Some Studies of Crosslinking Chitosan–Glutaraldehyde Interaction in a Homogeneous System." *International Journal of Biological Macromolecules* 26(2):119–28. doi: [https://doi.org/10.1016/S0141-8130\(99\)00068-9](https://doi.org/10.1016/S0141-8130(99)00068-9).
- Moussavi, Gholamreza, and Maryam Mahmoudi. 2009. "Removal of Azo and Anthraquinone Reactive Dyes from Industrial Wastewaters Using MgO Nanoparticles." *Journal of Hazardous Materials* 168(2–3):806–12. doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.02.097.
- Muthoharoh, Siti Prilia. 2012. "Sintesis Polimer Superabsorben Dari Hidrogel Kitosan Terikat Silang." xii + 60 halaman.
- Nekouei, Farzin, Shahram Nekouei, Inderjeet Tyagi, and Vinod Kumar Gupta. 2015. "Kinetic, Thermodynamic and Isotherm Studies for Acid Blue 129 Removal from Liquids Using Copper Oxide Nanoparticle-Modified Activated Carbon as a Novel Adsorbent." *Journal of Molecular Liquids* 201:124–33. doi: 10.1016/j.molliq.2014.09.027.
- Ngah, W. S. Wa., S. Ab Ghani, and A. Kamari. 2005. "Adsorption Behaviour of Fe(II) and Fe(III) Ions in Aqueous Solution on Chitosan and Cross-Linked Chitosan Beads." *Bioresource Technology* 96(4):443–50. doi:

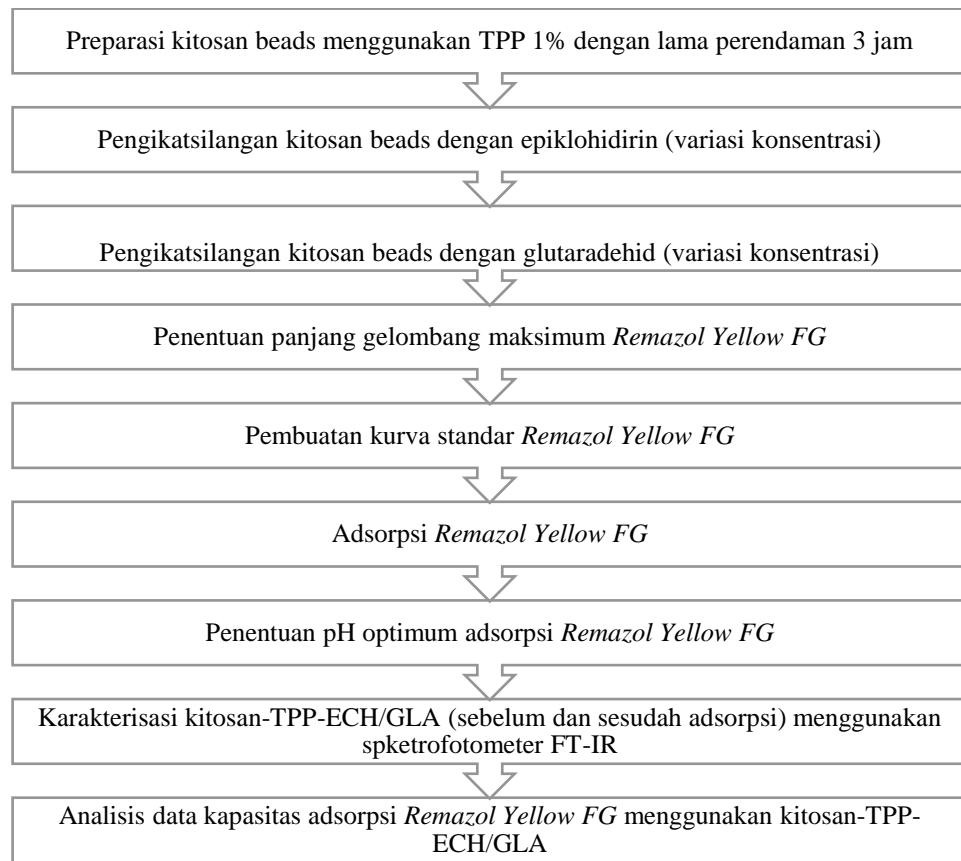
- 10.1016/j.biortech.2004.05.022.
- Ngah, W. S. Wa., and S. Fatinathan. 2010. "Adsorption Characterization of Pb(II) and Cu(II) Ions onto Chitosan-Tripolyphosphate Beads: Kinetic, Equilibrium and Thermodynamic Studies." *Journal of Environmental Management* 91(4):958–69. doi: 10.1016/j.jenvman.2009.12.003.
- Nugroho, Dwi, Eko Budi Susatyo, Dan Agung, and Tri Prasetya. 2014. "SINTESIS MEMBRAN KITOSAN-PVA TERIKAT SILANG UNTUK MENURUNKAN KADAR ZAT WARNA REMAZOL RED." *Indonesian Journal of Chemical Science* 3(1).
- Osifo, Peter O., Athena Webster, Hein van der Merwe, Hein W. J. P. Neomagus, Marius A. van der Gun, and David M. Grant. 2008. "The Influence of the Degree of Cross-Linking on the Adsorption Properties of Chitosan Beads." *Bioresource Technology* 99(15):7377–82. doi: 10.1016/j.biortech.2008.01.053.
- Poon, Louis, Lee D. Wilson, and John V. Headley. 2014. "Chitosan-Glutaraldehyde Copolymers and Their Sorption Properties." *Carbohydrate Polymers* 109:92–101. doi: 10.1016/j.carbpol.2014.02.086.
- Puspitasari, A. 2007. "Pembuatan Dan Pemanfaatan Kitosan Sulfat Dari Cangkang Bekicot (Achatina Fullica) Sebagai Adsorben Zat Warna Remazol Yellow FG 6."
- Qaddafi, Muhammad, Wahid Wahab, La Nursiah Nafie, and Paulina Taba. 2014. "Penggunaan Epiklorohidrin Dalam Meningkatkan Stabilitas Adsorben Kitosan Berikatan Silang Dan Kitosan Tercetak Ionik Kobal." *Al-Kimia* 2(2):12–26.
- R Djufri, GA Kasoenarno, A Salihima, A. Lubis. 1976. *Teknologi Pengelantangan, Pencelupan Dan Pencapan*.
- Rakhmawati, Eka. 2007. "Pemanfaatan Kitosan Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot Sebagai Adsorben Zat Warna." 1–68.
- Rinaudo, M., G. Pavlov, and J. Desbrières. 1999. "Influence of Acetic Acid Concentration on the Solubilization of Chitosan." *Polymer* 40(25):7029–32. doi: 10.1016/S0032-3861(99)00056-7.
- Rohman A, Gandjar IG. 2014. *Kimia Farmasi Analisis. Edisi 1*. Pustaka Pelajar.
- Ruiz, Montserrat, Ana Maria Sastre, Maria Celia Zikan, and Eric Guibal. 2001. "Palladium Sorption on Glutaraldehyde-Crosslinked Chitosan in Fixed-Bed Systems." *Journal of Applied Polymer Science* 81(1):153–65. doi: 10.1002/app.1425.
- Sa'adah, Nailys, Rum Hastuti, and NBA Prasetya. 2013. "Pengaruh Asam

- Formiat Pada Bulu Ayam Sebagai Adsorben Terhadap Penurunan Kadar Larutan Zat Warna Tekstil Remazol Golden Yellow Rnl.” *Chem Info* 1(1):202–9.
- Sabarudin, Akhmad, and Armeida D. R. Madjid. 2021. “Preparation and Kinetic Studies of Cross-Linked Chitosan Beads Using Dual Crosslinkers of Tripolyphosphate and Epichlorohydrin for Adsorption of Methyl Orange.” *Scientific World Journal* 2021. doi: 10.1155/2021/6648457.
- Saheed, Ismaila Olalekan, Wen Da Oh, and Faiz Bukhari Mohd Suah. 2021. “Chitosan Modifications for Adsorption of Pollutants – A Review.” *Journal of Hazardous Materials* 408.
- Salzano de Luna, Martina, Rachele Castaldo, Rosaria Altobelli, Lucia Gioiella, Giovanni Filippone, Gennaro Gentile, and Veronica Ambrogi. 2017. “Chitosan Hydrogels Embedding Hyper-Crosslinked Polymer Particles as Reusable Broad-Spectrum Adsorbents for Dye Removal.” *Carbohydrate Polymers* 177:347–54. doi: 10.1016/j.carbpol.2017.09.006.
- Saputro, Adi, Jurusan Teknik, Kimia Fakultas, Industri Upn, " Veteran, and " Jatim. 2008. “Model Matematika Adsorpsi Zeolit Alam.” *Ejournal.Upnjatim.Ac.Id* 2(2).
- Sedyadi, Endaruji, and Khaerul Huda. 2013. “Kajian Adsorpsi Remazol Yellow FG Oleh Montmorillonit-Kitosan.” *Integrated Laboratorium Journal* 04(02):139–52.
- Southern, T. G., and P. Cooper. 1995. “Technical Solutions to the Colour Problem: A Critical Review.” P. 75 in *Colour in Dyehouse Effluent*, edited by P. Cooper. Bradford, U.K.: Society of Dyers and Colourists.
- Stranges, S., M. Alagia, P. Decleva, M. Stener, G. Fronzoni, D. Toffoli, M. Speranza, D. Catone, S. Turchini, T. Prosperi, N. Zema, G. Contini, and Y. Keheyyan. 2011. “The Valence Electronic Structure and Conformational Flexibility of Epichlorohydrin.” *Physical Chemistry Chemical Physics* 13(27):12517–28. doi: 10.1039/c0cp02730h.
- Suhendra, Edward, Purwanto Purwanto, and Edwan Kardena. 2013. “KEBERADAAN ANILIN DI SUNGAI CITARUM HULU AKIBAT PENGGUNAAN AZO DYES PADA INDUSTRI TEKSTIL.” *METANA* 9(02).
- Sye, Wen F., Li C. Lu, Jia W. Tai, and Cheng I. Wang. 2008. “Applications of Chitosan Beads and Porous Crab Shell Powder Combined with Solid-Phase Microextraction for Detection and the Removal of Colour from Textile Wastewater.” *Carbohydrate Polymers* 72(3):550–56. doi: 10.1016/j.carbpol.2007.09.031.
- Unuabonah, Emmanuel I., Kayode O. Adebawale, and Folasegun A. Dawodu.

2008. "Equilibrium, Kinetic and Sorber Design Studies on the Adsorption of Aniline Blue Dye by Sodium Tetraborate-Modified Kaolinite Clay Adsorbent." *Journal of Hazardous Materials* 157(2–3):397–409. doi: 10.1016/j.jhazmat.2008.01.047.
- Vakili, Mohammadtaghhi, Mohd Rafatullah, Babak Salamatinia, Ahmad Zuhairi Abdullah, Mahamad Hakimi Ibrahim, Kok Bing Tan, Zahra Gholami, and Parisa Amouzgar. 2014. "Application of Chitosan and Its Derivatives as Adsorbents for Dye Removal from Water and Wastewater: A Review." *Carbohydrate Polymers* 113:115–30.
- Wei, Y. C., S. M. Hudson, J. M. Mayer, and D. L. Kaplan. 1992. "The Crosslinking of Chitosan Fibers." *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry* 30(10):2187–93. doi: 10.1002/pola.1992.080301013.
- Wikiandy, Noviani, Rosidah, and Titin Herawati. 2013. "DAMPAK PENCEMARAN LIMBAH INDUSTRI TEKSTIL TERHADAP KERUSAKAN STRUKTUR ORGAN IKAN YANG HIDUP DI DAERAH ALIRAN SUNGAI (DAS) CITARUM BAGIAN HULU." *Jurnal Perikanan Dan Kelautan* 4(3):215–25.
- Wu, Feng Chin, Ru Ling Tseng, and Ruey Shin Juang. 2001. "Kinetic Modeling of Liquid-Phase Adsorption of Reactive Dyes and Metal Ions on Chitosan." *Water Research* 35(3):613–18. doi: 10.1016/S0043-1354(00)00307-9.
- Wu, Feng Chin, Ru Ling Tseng, and Ruey Shin Juang. 2010. "A Review and Experimental Verification of Using Chitosan and Its Derivatives as Adsorbents for Selected Heavy Metals." *Journal of Environmental Management* 91(4):798–806.
- Yagub, Mustafa T., Tushar Kanti Sen, Sharmeen Afroze, and H. M. Ang. 2014. "Dye and Its Removal from Aqueous Solution by Adsorption: A Review." *Advances in Colloid and Interface Science* 209:172–84.
- Yeng, Chan Ming, Salmah Husseinsyah, and Sam Sung Ting. 2013. "Chitosan/Corn Cob Biocomposite Films by Cross-Linking with Glutaraldehyde." *BioResources* 8(2):2910–23. doi: 10.15376/biores.8.2.2910-2923.
- Yu, Xiaolong, Juan Zhang, and Yan Zheng. 2021. "Perchlorate Adsorption onto Epichlorohydrin Crosslinked Chitosan Hydrogel Beads." *Science of the Total Environment* 761:143236. doi: 10.1016/j.scitotenv.2020.143236.
- Zee, Frank P. van der. 2002. *Anaerobic Azo Dye Reduction*.
- Zhou, Chang E., Chi Wai Kan, Chang Sun, Jinmei Du, and Changhai Xu. 2019. "A Review of Chitosan Textile Applications." *AATCC Journal of Research* 6:8–14.

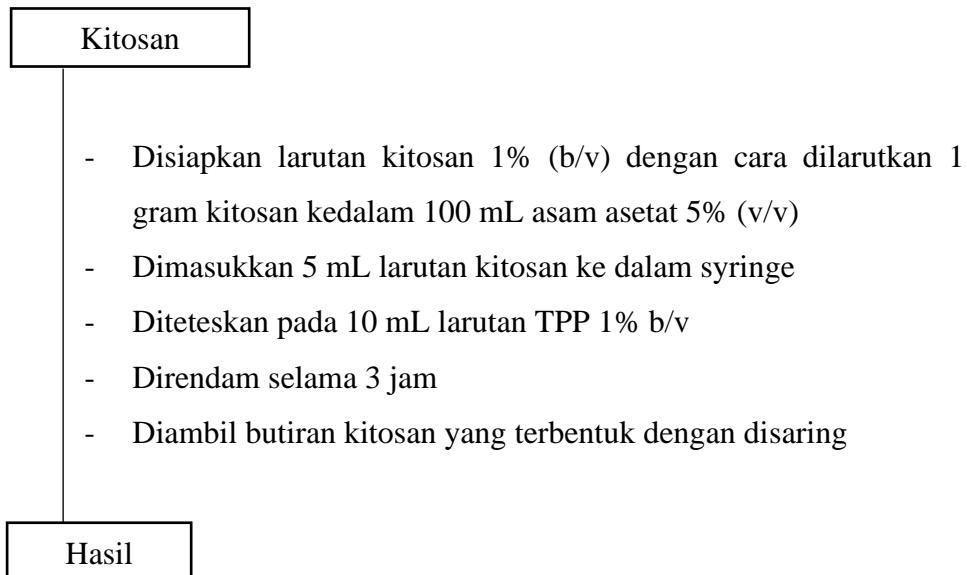
LAMPIRAN

Lampiran 1. Tahapan Penelitian

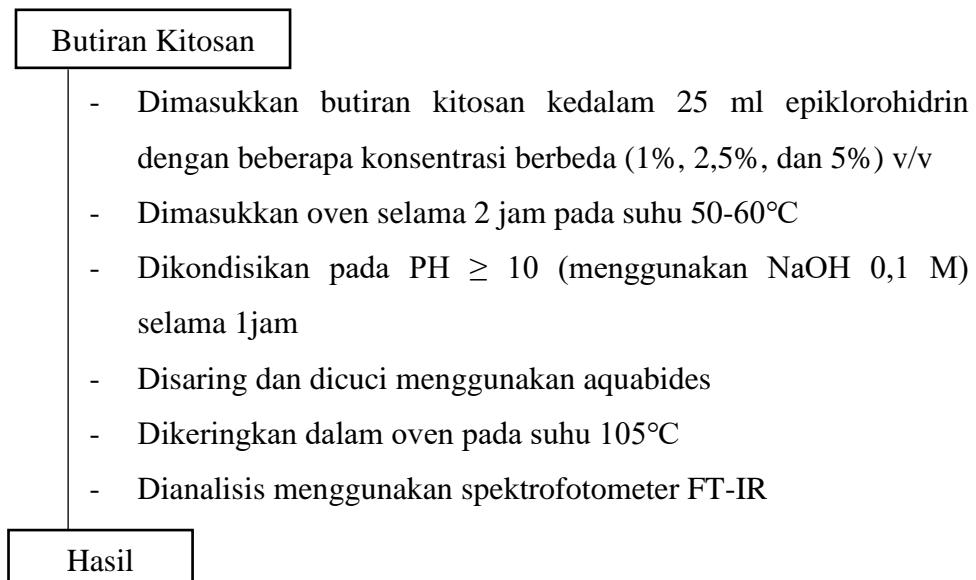


Lampiran 2. Diagram Alir

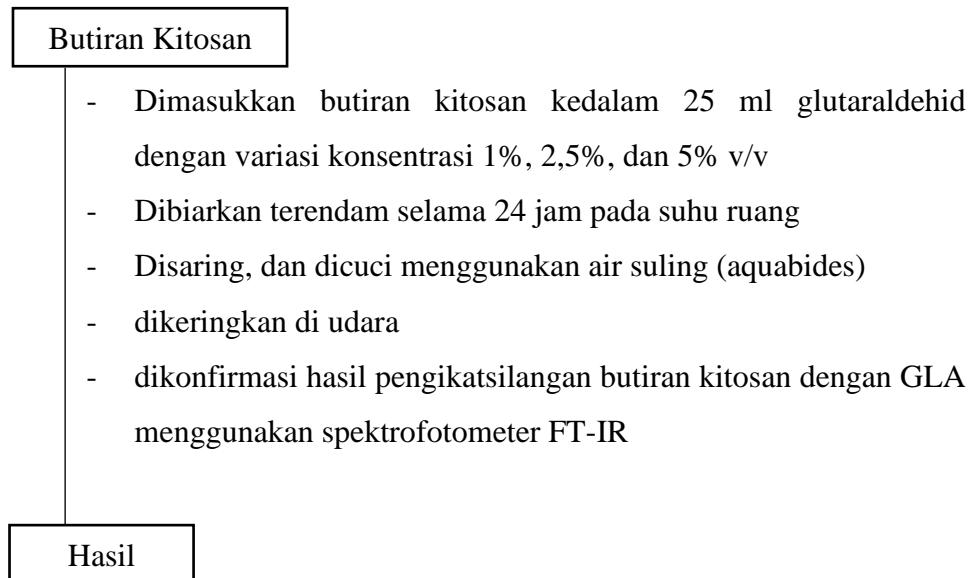
2.1. Preparasi kitosan beads menggunakan TPP



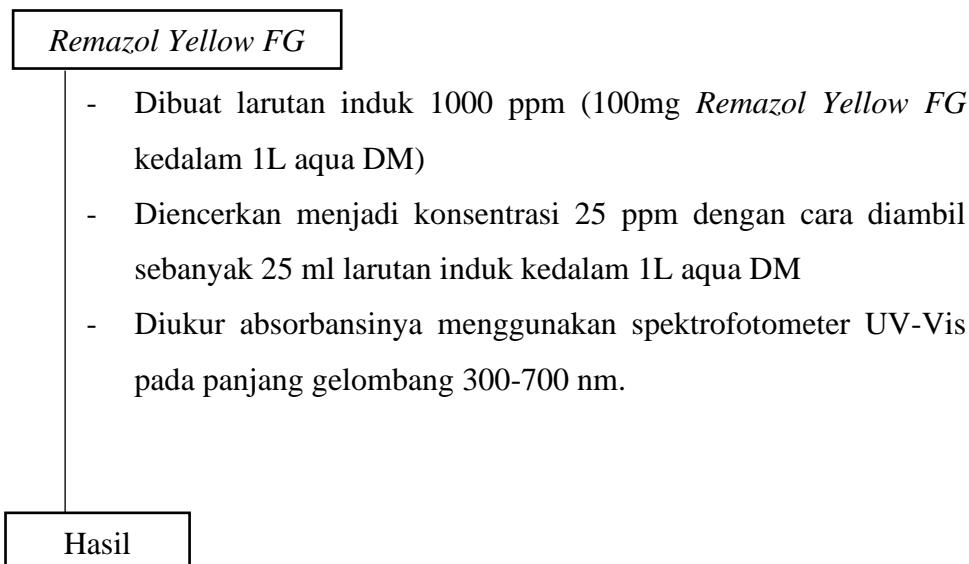
2.2. Pengikatsilangan kitosan beads dengan epiklorohidrin (variasi konsentrasi)



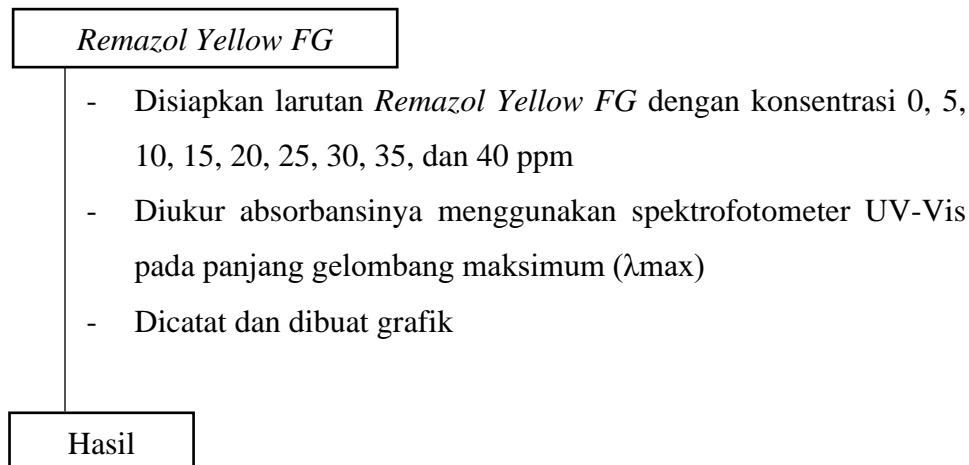
2.3. Pengikatsilangan kitosan beads dengan glutaradehid (variasi konsentrasi)



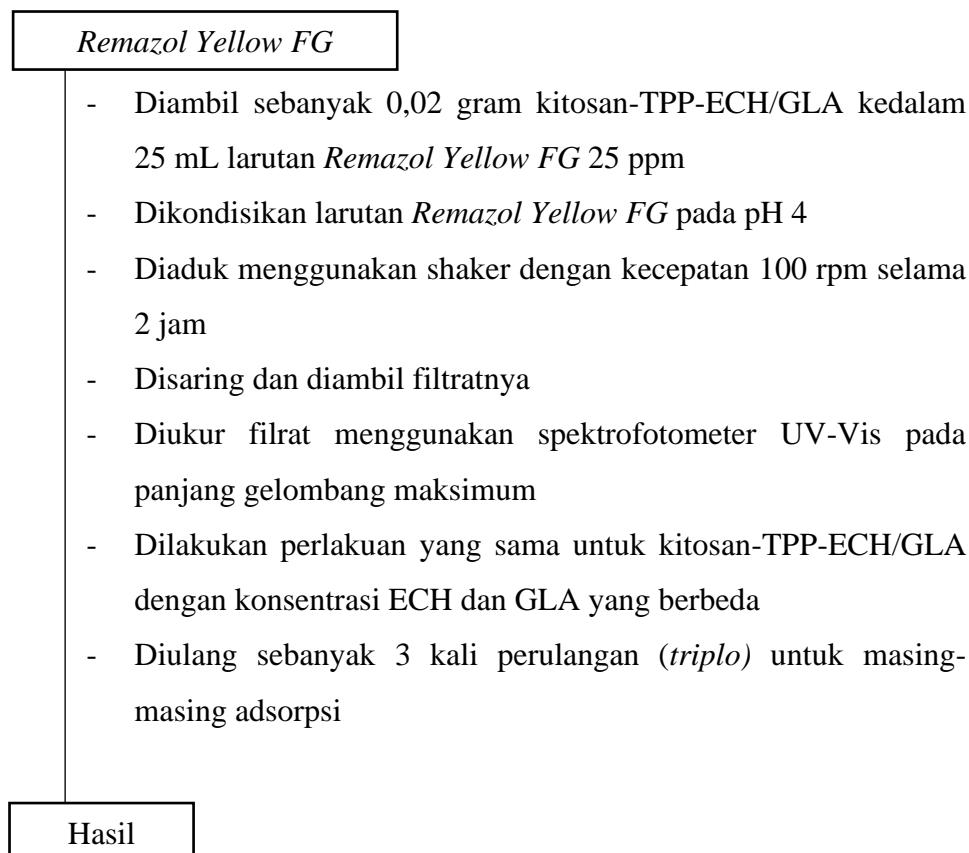
2.4. Penentuan panjang gelombang maksimum *Remazol Yellow FG*



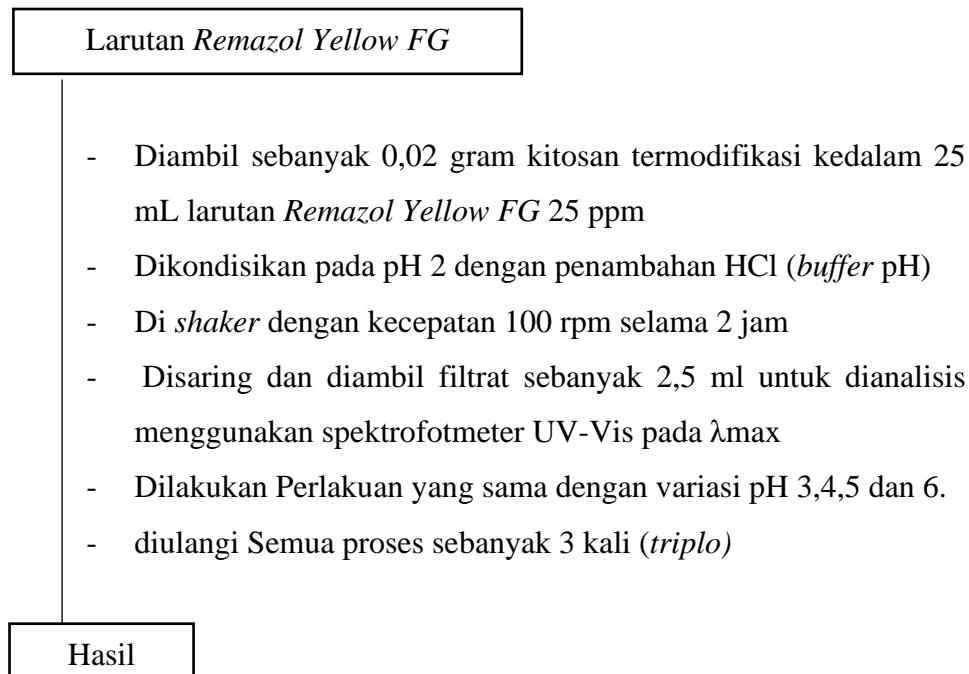
2.5. Pembuatan kurva standar *Remazol Yellow FG*



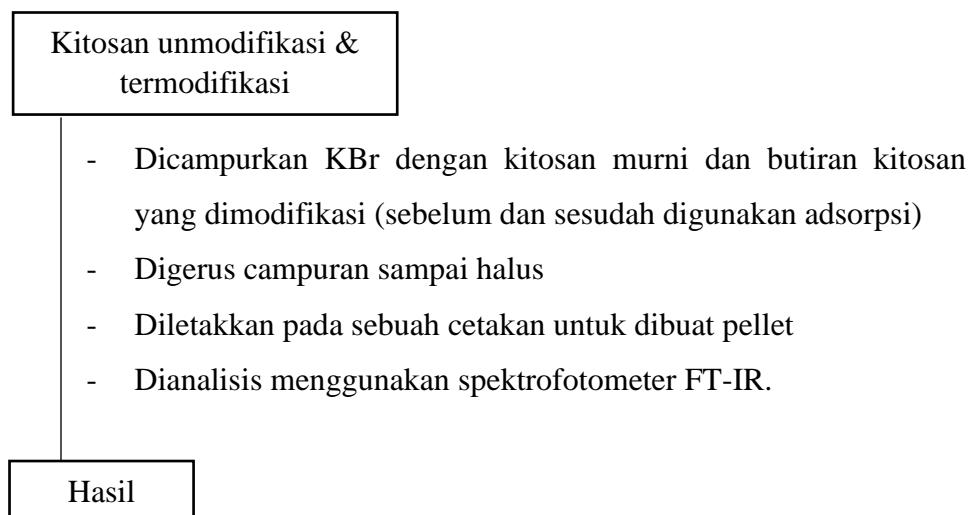
2.6. Adsorpsi *Remazol Yellow FG* menggunakan kitosan-TPP-ECH/GLA



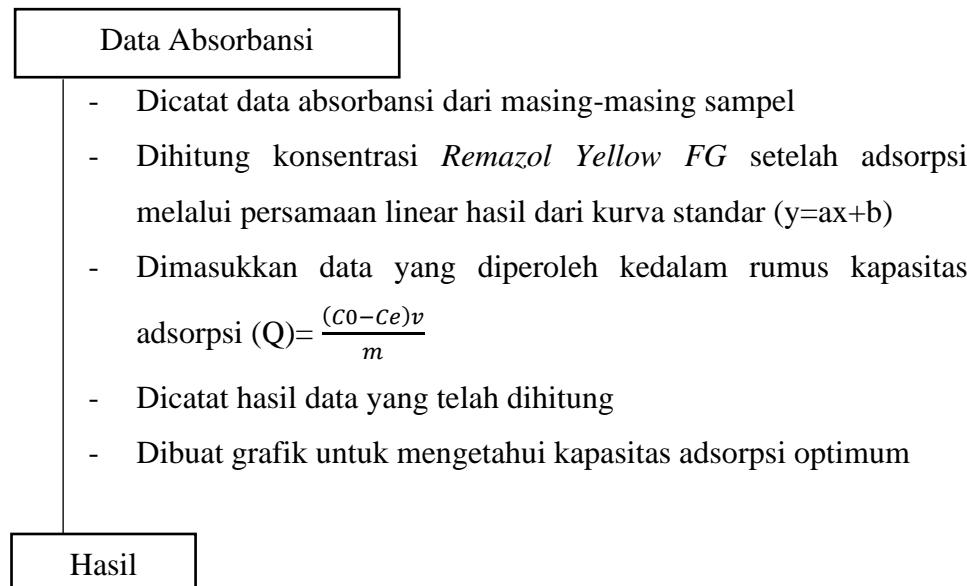
2.7. Penentuan pH optimum pada adsorpsi *Remazol Yellow FG*



2.8. Karakterisasi kitosan-TPP-ECH/GLA (sebelum dan sesudah adsorpsi) menggunakan spketrofotometer FT-IR



2.9. Analisis data kapasitas adsorpsi kitosan-TPP-ECH/GLA terhadap *Remazol Yellow FG*



Lampiran 3. Perhitungan Reagen

3.1. Pembuatan Larutan Asam Asetat 5%

Diket : Volume yg akan dibuat (V_2) = 100 ml
 Konsentrasi yg diinginkan = 5%
 (M_2)

Ditanya : Volume asam asetat yg diambil?

Dijawab :

$$\% v/v = \frac{\text{volume asam asetat} (x)}{\text{volume larutan}}$$

$$5\% = \frac{\text{volume asam asetat} (x)}{100 \text{ ml}}$$

$$\begin{aligned} x &= 5\% \times 100 \text{ ml} \\ &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

3.2. Pembuatan Larutan Induk *Remazol Yellow FG 100 ppm*

Diket : Konsentrasi yg diinginkan = 100 ppm
 Volume larutan yg dibutuhkan = 1 L

Ditanya : Massa *Remazol Yellow FG* yang dibutuhkan?
 Dijawab :
 Konsentrasi = $\frac{\text{massa Remazol Yellow FG } (x)}{\text{Volume larutan } (L)}$
 (ppm)

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= \frac{\text{massa Remazol Yellow FG } (x)}{1 \text{ L}} \\ x &= 100 \text{ ppm (mg/L)} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,1 \text{ gram} \end{aligned}$$

3.3. Pengenceran Larutan *Remazol Yellow FG 100 ppm* Menjadi 25 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 100 \text{ ppm} \times V_1 &= 25 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{25 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml}}{100 \text{ ppm}} \\ &= 25 \text{ ml} \end{aligned}$$

3.4. Pembuatan Larutan Tripolifosfat (TPP) 1%

Diket : Konsentrasi = 1%
 tripolifosfat
 Volume aquades = 100 ml

Ditanya : Massa tripolifosfat yang dibutuhkan?

Dijawab :
 % b/v = $\frac{\text{massa tripolifosfat } (gr)}{\text{Volume larutan } (L)} \times 100\%$

$$1\% = \frac{\text{massa tripolifosfat } (gr)}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{Massa (gr)} &= \frac{1\% \times 100}{100\%} \\ &= 1 \text{ gram} \end{aligned}$$

3.5. Pembuatan Larutan Epiklorohidrin (ECH)

a) 1%

Diket : Konsentrasi epiklorohidrin = 1%
 Volume aquades = 100 ml

Ditanya : Volume epiklorohidrin yang dibutuhkan?
 Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$1\% = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{1\% \times 100}{100\%}$$

$$= 1 \text{ ml}$$

b) 2,5%

Diket : Konsentrasi epiklorohidrin = 2,5%
 Volume aquades = 100 ml

Ditanya : Volume epiklorohidrin yang dibutuhkan?

Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$2,5\% = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{2,5\% \times 100}{100\%}$$

$$= 2,5 \text{ ml}$$

c) 5%

Diket : Konsentrasi epiklorohidrin = 5%
 Volume aquades = 100 ml
 Ditanya : Volume epiklorohidrin yang dibutuhkan?
 Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$5\% = \frac{\text{volume epiklorohidrin (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{5\% \times 100}{100\%}$$

$$= 5 \text{ ml}$$

3.6. Pembuatan Larutan Glutaraldehid (GLA)**a) 1%**

Diket : Konsentrasi glutaraldehid = 1%
 Volume aquades = 100 ml
 Ditanya : Volume glutaraldehid yang dibutuhkan?
 Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$1\% = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{1\% \times 100}{100\%}$$

$$= 1 \text{ ml}$$

b) 2,5%

Diket : Konsentrasi glutaraldehid = 2,5%
 Volume aquades = 100 ml
 Ditanya : Volume glutaraldehid yang dibutuhkan?
 Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$2,5\% = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{2,5\% \times 100}{100\%}$$

$$= 2,5 \text{ ml}$$

c) 5%

Diket : Konsentrasi glutaraldehid = 5%
 Volume aquades = 100 ml

Ditanya : Volume glutaraldehid yang dibutuhkan?

Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{\text{Volume larutan}} \times 100\%$$

$$5\% = \frac{\text{volume glutaraldehid (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume (ml)} = \frac{5\% \times 100}{100\%}$$

$$= 5 \text{ ml}$$

3.7. Pembuatan Larutan HCl 1M

Diket	:	Mr HCl	= 36.5 g/mol
		ρ HCl	= 1.18 g/mL
		Konsentrasi HCl	= 37%

Ditanya : Volume yang dibutuhkan untuk membuat HCl 1M?

Dijawab :

$$\% \text{v/v} = \frac{\text{volume HCl (ml)}}{\text{Volume larutan (ml)}} \times 100\%$$

$$37\% = \frac{\text{volume HCl (ml)}}{100 \text{ ml}} \times 100\%$$

$$\text{Volume HCl} = \frac{37\% \times 100}{100\%}$$

$$= 37 \text{ ml}$$

$$\rho = \frac{\text{massa HCl (gr)}}{\text{Volume HCl (ml)}}$$

$$1.18 \text{ g/ml} = \frac{\text{massa HCl (gr)}}{37 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa HCl} = 37 \text{ ml} \times 1.18 \text{ g/ml}$$

$$= 43,66 \text{ gram}$$

$$\text{M HCl} = \frac{\text{massa HCl (gr)}}{\text{Mr HCl}} \times \frac{1000}{\text{volume larutan (ml)}}$$

$$= \frac{43.66 \text{ gr}}{36.5 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$= 11.9616 \text{ M}$$

Jadi, konsentrasi 37% HCl adalah 11.9616 M

Sehingga,

$$\text{M1.V1} = \text{M2.V2}$$

$$11.9616 \text{ M} \times \text{V1} = 1 \text{ M} \times 100 \text{ ml}$$

$$\text{V1} = \frac{1 \text{ M} \times 100 \text{ ml}}{11.9616 \text{ M}}$$

$$= 8.4 \text{ ml}$$

(butuh 8,4 ml HCl 37% untuk membuat larutan HCl 1M 100 ml)

3.8. Pembuatan Larutan HCl 0.1M

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 1 \text{ M} \times V_1 &= 0.1 \text{ M} \times 100 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{0.1 \text{ M} \times 100 \text{ ml}}{1 \text{ M}} \\ &= 10 \text{ ml} \end{aligned}$$

3.9. Pembuatan Larutan NaOH 1M

Diket	:	Massa molekul NaOH	= 40 g/mol
		Volume larutan yg dibuat	= 100 ml
		Konsentrasi NaOH	= 99.9%

Ditanya : Massa yang dibutuhkan untuk membuat NaOH 1M?

Dijawab :

$$M \text{ NaOH} = \frac{\text{massa NaOH (gr)}}{Mr \text{ NaOH}} \times \frac{1000}{\text{volume larutan (ml)}}$$

$$= \frac{\text{Massa NaOH gr}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa NaOH} = \frac{40 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times 10 \text{ ml}}{99.9 \%}$$

$$= 4 \text{ gram}$$

(butuh sebanyak 4 gram untuk membuat NaOH 1M 100 ml)

3.10. Pembuatan Larutan NaOH 0.1M

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 1 \text{ M} \times V_1 &= 0.1 \text{ M} \times 100 \text{ ml} \end{aligned}$$

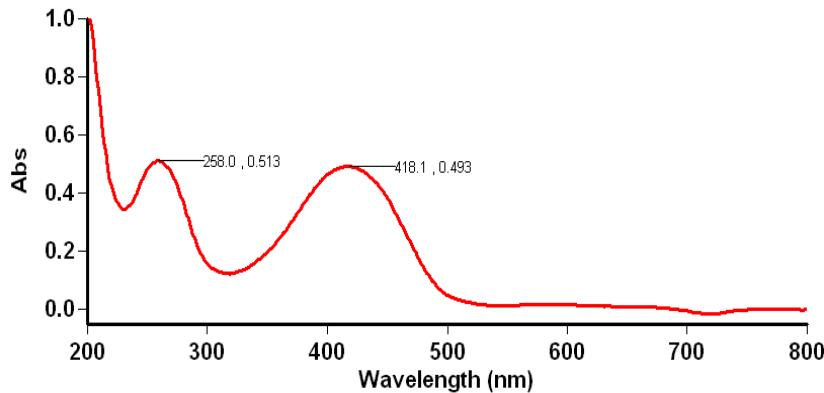
$$\begin{aligned} V_1 &= \frac{0.1 \text{ M} \times 100 \text{ ml}}{1 \text{ M}} \\ &= 10 \text{ ml} \end{aligned}$$

Lampiran 4. Data Analisis

4.1 Data panjang gelombang Remazol Yellow FG

Lamda Maks Rhemazol Yellow FG

Tanggal Analisa: 16 November 2022



Scan Analysis Report

Report Time: Wed 16 Nov 01:20:43 PM 2022

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Nur Hasanah\Lamda Maks Rhemazol Yellow FG (16-11-2022).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Rhemazol Yellow FG

Collection Time 11/16/2022 1:21:06 PM

Peak Table

Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 800.0 nm to 199.9 nm

Wavelength (nm) Abs

418.1	0.493
258.0	0.513

4.2. Data kurva standar *Remazol Yellow FG*

Standart	Conc (ppm)	Abs
STD 1	5	0,118
STD 2	10	0,236
STD 3	15	0,357
STD 4	20	0,465
STD 5	25	0,579

4.3 Data absorbansi UV-Vis

a. Absorbansi butiran kitosan-ECH

Crosslinker		Abs sebelum	Abs sesudah
ECH 1%	U1	0,432	0,094
	U2	0,436	0,109
	U3	0,435	0,101
ECH 2.5%	U1	0,432	0,110
	U2	0,435	0,113
	U3	0,434	0,103
ECH 5%	U1	0,514	0,069
	U2	0,515	0,051
	U3	0,518	0,055

b. Absorbansi butiran kitosan-GLA

Crosslinker		Abs sebelum	Abs sesudah
GLA 1%	U1	0,423	0,026
	U2	0,426	0,024
	U3	0,425	0,032
GLA 2.5%	U1	0,455	0,089
	U2	0,472	0,084
	U3	0,472	0,092
GLA 5%	U1	0,430	0,200
	U2	0,432	0,187
	U3	0,432	0,182

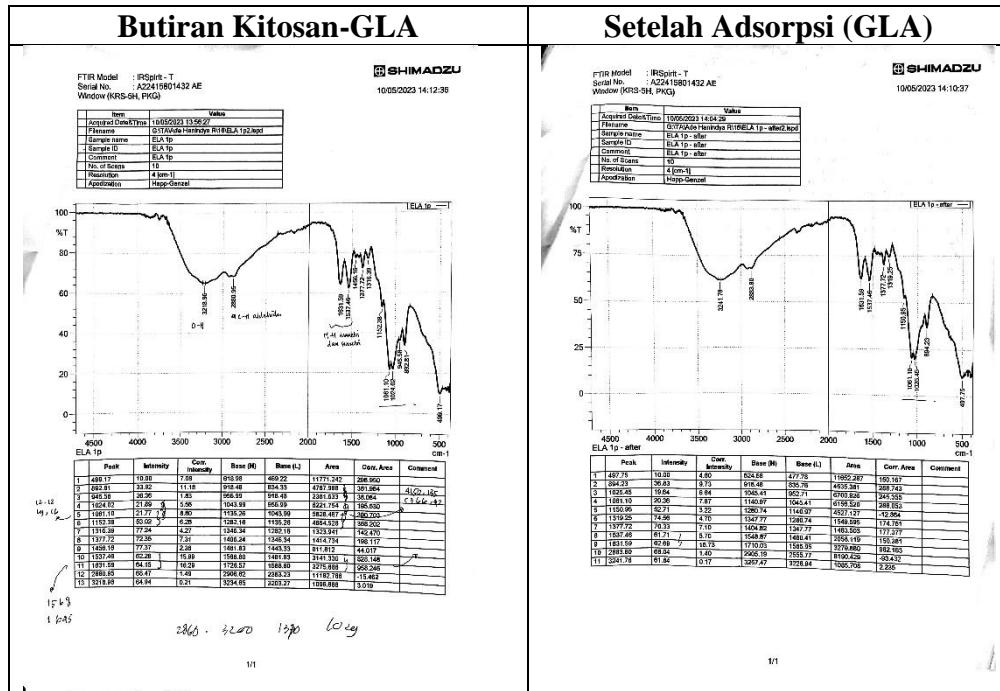
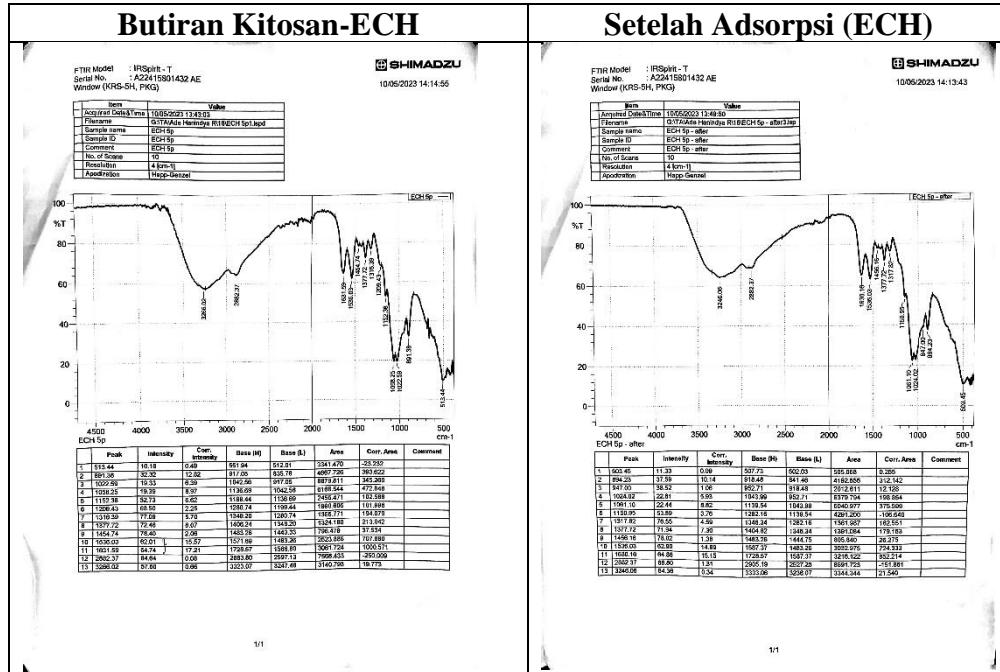
c. Absorbansi variasi pH (ECH 5%)

pH (ECH)		Abs sebelum	Abs sesudah	Konsentrasi awal (Co)
2	U1	0,538	0,036	23,639
	U2	0,494	0,025	21,726
	U3	0,497	0,019	21,857
3	U1	0,563	0,014	24,726
	U2	0,537	-0,001	23,596
	U3	0,527	0,001	23,161
4	U1	0,57	0,011	25,030
	U2	0,531	0,020	23,335
	U3	0,54	0,025	23,726
5	U1	0,578	0,019	25,378
	U2	0,561	0,043	24,639
	U3	0,512	0,033	22,509
6	U1	0,583	0,037	25,596
	U2	0,567	0,05	24,900
	U3	0,518	0,055	22,770

d. Absorbansi variasi pH (GLA 1%)

pH (GLA)		Abs sebelum	Abs sesudah	Konsentrasi awal (Co)
2	U1	0,415	0,012	18,291
	U2	0,408	0,021	17,987
	U3	0,405	0,006	17,857
3	U1	0,437	0,02	19,248
	U2	0,454	0,020	19,987
	U3	0,453	0,008	19,943
4	U1	0,451	0,055	19,857
	U2	0,453	0,061	19,943
	U3	0,454	0,051	19,987
5	U1	0,454	0,078	19,987
	U2	0,458	0,085	20,161
	U3	0,460	0,072	20,248
6	U1	0,457	0,084	20,117
	U2	0,466	0,100	20,509
	U3	0,461	0,076	20,291

4.4 Data hasil FT-IR



Lampiran 5. Data Perhitungan Hasil Penelitian

a. Perhitungan kapasitas adsorpsi Remazol Yellow FG variasi konsentrasi ECH

Konsentrasi ECH	Ulangan	Kapasitas adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
1%	U1	18,370	
	U2	17,772	18,098 ± 0,30 ^a
	U3	18,152	
2.5%	U1	19,891	
	U2	21,087	20,543 ± 0,60 ^b
	U3	20,652	
5%	U1	24,185	
	U2	25,217	24,855 ± 0,58 ^c
	U3	25,163	

Keterangan: Notasi yang berbeda (a dan b) menunjukkan pengaruh yang beda nyata (signifikan), dengan P value 0,000 (<0,05)

Diketahui: Abs (y)= 0,023x + 0,0057

$$R^2 = 0,9996$$

Pada kurva standar diasumsikan bahwa y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi.

$$\text{Konsentrasi awal (Co)} = \frac{(absorbansi)+b}{a}$$

$$= \frac{(0,432)+0,0057}{0,023}$$

$$= 19,030 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi akhir (Ce)} = \frac{(absorbansi)+b}{a}$$

$$= \frac{(0,094)+0,0057}{0,023}$$

$$= 4,335 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi teradsorpsi} = (\text{Co}-\text{Ce})$$

$$= (19,030-4,335) \text{ ppm}$$

$$= 14,696 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kapasitas adsorpsi (Qe)} &= \frac{(Co-Ce) \times \text{volume}}{\text{massa}} \\
 &= \frac{14,696 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ L}}{0,02 \text{ gr}} \\
 &= 18,370 \text{ mg/gr}
 \end{aligned}$$

b. Perhitungan kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG* variasi konsentrasi ECH

Konsentrasi GLA	Ulangan	Kapasitas adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
1%	U1	21,576	$21,594 \pm 0,245^a$
	U2	21,848	
	U3	21,359	
2.5%	U1	19,891	$20,543 \pm 0,605^b$
	U2	21,087	
	U3	20,652	
5%	U1	12,500	$13,134 \pm 0,566^b$
	U2	13,315	
	U3	13,587	

Keterangan: Notasi yang berbeda (a dan b) menunjukkan pengaruh yang beda nyata (signifikan), dengan P value 0,000 (<0,05)

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi awal (Co)} &= \frac{(absorbansi)+b}{a} \\
 &= \frac{(0,423)+0,0057}{0,023} \\
 &= 18,639 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi akhir (Ce)} &= \frac{(absorbansi)+b}{a} \\
 &= \frac{(0,026)+0,0057}{0,023} \\
 &= 1,378 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi teradsorpsi} &= (Co-Ce) \\
 &= (18,639-1,378) \text{ ppm} \\
 &= 17,261 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kapasitas adsorpsi (Qe)} &= \frac{(Co - Ce) \times \text{volume}}{\text{massa}} \\
 &= \frac{17,261 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ L}}{0,02 \text{ gr}} \\
 &= 21,576 \text{ mg/gr}
 \end{aligned}$$

c. Perhitungan kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG* variasi pH (ECH 5%)

pH (ECH 5%)	Ulangan	Kapasitasa adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
2	U1	27,283	26,250 ± 0,927
	U2	25,489	
	U3	25,978	
3	U1	29,837	29,221 ± 0,625
	U2	29,239	
	U3	28,587	
4	U1	30,380	28,714 ± 1,447
	U2	27,772	
	U3	27,989	
5	U1	30,380	28,188 ± 2,174
	U2	28,152	
	U3	26,033	
6	U1	29,674	27,645 ± 2,289
	U2	28,098	
	U3	25,163	

d. Perhitungan kapasitas adsorpsi *Remazol Yellow FG* variasi pH (GLA 1%)

pH (GLA %)	Ulangan	Kapasitasa adsorpsi (Qe). mg/gr	Mean ± Std
2	U1	21,902	21,540 ± 0,452 ^a
	U2	21,033	
	U3	21,685	
3	U1	22,663	23,478 ± 0,767 ^b
	U2	23,587	
	U3	24,185	
4	U1	21,522	21,576 ± 0,302 ^a
	U2	21,304	
	U3	21,902	
5	U1	20,435	20,598 ± 0,431 ^a
	U2	20,272	
	U3	21,087	

	U1	20,272	
6	U2	19,891	$20,362 \pm 0,522^a$
	U3	20,924	

e. One Way ANOVA: variasi konsentrasi ECH

```
DATASET ACTIVATE DataSet2.
ONEWAY Qe BY konsentrasi
/STATISTICS DESCRIPTIVES HOMOGENEITY
/PLOT MEANS
/MISSING ANALYSIS
/POSTHOC=TUKEY BTUKEY LSD ALPHA (.05).
```

Oneway

[DataSet2]

Descriptives

Conc.	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean			
					Lower Bound	Upper Bound	Minimum	Maximum
ECH 1%	3	18,09800	,302635	,174726	17,34621	18,84979	17,772	18,370
ECH 2,5%	3	20,54333	,605360	,349505	19,03954	22,04713	19,891	21,087
ECH 5%	3	24,85500	,580865	,335362	23,41205	26,29795	24,185	25,217
Total	9	21,16544	2,996208	,998736	18,86236	23,46853	17,772	25,217

Test of Homogeneity of Variances

Nilai Qe		Levene Statistic	df1	df2	Sig.
Nilai Qe	Based on Mean	1,060	2	6	,404
	Based on Median	,197	2	6	,826
	Based on Median and with adjusted df	,197	2	4,119	,828
	Based on trimmed mean	,955	2	6	,436

ANOVA

Nilai Qe

Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	2	35,114	132,429	,000
Within Groups	6	,265		
Total	8			

Nilai Qe

		Konsentrasi ECH	N	Subset for alpha = 0.05		
				1	2	3
Tukey HSD ^a	ECH 1%	3	18,09800			
	ECH 2,5%	3		20,54333		
	ECH 5%	3			24,85500	
	Sig.		1,000	1,000	1,000	
Tukey B ^a	ECH 1%	3	18,09800			
	ECH 2,5%	3		20,54333		
	ECH 5%	3			24,85500	

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

f. One Way ANOVA: variasi konsentrasi GLA Descriptives

Conc.	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
GLA 1%	3	21,59433	,245015	,141459	20,98568	22,20298	21,359	21,848
GLA 2,5%	3	20,54333	,605360	,349505	19,03954	22,04713	19,891	21,087
GLA 5%	3	13,13400	,565653	,326580	11,72884	14,53916	12,500	13,587
Total	9	18,42389	4,016730	1,338910	15,33636	21,51142	12,500	21,848

ANOVA

Nilai Qe

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	70,227	2	35,114	132,429	,000
Within Groups	1,591	6	,265		
Total	71,818	8			

Nilai Qe

		Konsentrasi ECH	N	Subset for alpha = 0.05		
				1	2	3
Tukey HSD ^a	ECH 1%	3	18,09800			
	ECH 2,5%	3		20,54333		
	ECH 5%	3			24,85500	
	Sig.		1,000	1,000	1,000	
Tukey B ^a	ECH 1%	3	18,09800			
	ECH 2,5%	3		20,54333		
	ECH 5%	3			24,85500	

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

g. One Way ANOVA: variasi pH (ECH 5%)

Descriptives

Qe

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
pH 2	3	26,25000	,927414	,535443	23,94618	28,55382	25,489	27,283
pH 3	3	29,22100	,625194	,360956	27,66793	30,77407	28,587	29,837
pH 4	3	28,71367	1,447160	,835518	25,11872	32,30861	27,772	30,380
pH 5	3	28,18833	2,173728	1,255002	22,78849	33,58817	26,033	30,380
pH 6	3	27,64500	2,289364	1,321765	21,95790	33,33210	25,163	29,674
Total	15	28,00360	1,738129	,448783	27,04106	28,96614	25,163	30,380

ANOVA

Qe

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	15,672	4	3,918	1,472	,282
Within Groups	26,623	10	2,662		
Total	42,295	14			

Homogeneous Subsets

Qe

		Subset for alpha = 0.05	
		ECH 5%	N
			1
Tukey HSD ^a	pH 2	3	26,25000
	pH 6	3	27,64500
	pH 5	3	28,18833
	pH 4	3	28,71367
	pH 3	3	29,22100
	Sig.		,244

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

i. **One Way ANOVA: variasi pH (GLA 1%)**

Descriptives

Qe

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean			
					Lower Bound	Upper Bound		
pH 2	3	21,54000	,452282	,261125	20,41647	22,66353	21,033	21,902
pH 3	3	23,47833	,766797	,442710	21,57350	25,38316	22,663	24,185
pH 4	3	21,57600	,302635	,174726	20,82421	22,32779	21,304	21,902
pH 5	3	20,59800	,431257	,248987	19,52670	21,66930	20,272	21,087
pH 6	3	20,36233	,522391	,301603	19,06464	21,66002	19,891	20,924
Total	15	21,51093	1,218061	,314502	20,83639	22,18547	19,891	24,185

ANOVA

Qe

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	18,085	4	4,521	16,833	,000
Within Groups	2,686	10	,269		
Total	20,771	14			

Homogeneous Subsets

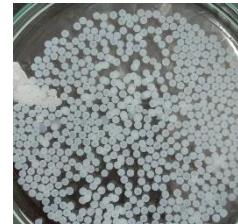
Qe

	pH	N	Subset for alpha = 0.05	
			1	2
Tukey HSD ^a	pH 6	3	20,36233	
	pH 5	3	20,59800	
	pH 2	3	21,54000	
	pH 4	3	21,57600	
	pH 3	3		23,47833
	Sig.		,096	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

Lampiran 6. Dokumentasi

Dokumentasi Penelitian	
	
Kitosan + asam asetat 5%	Kitosan + TPP 1% (3 jam perendaman)
	
Kitosan + TPP + ECH (2 jam dalam oven)	Kitosan + TPP + GLA (24 jam)
	
Butiran kitosan-ECH (setelah kering)	Butiran kitosan-GLA (setelah kering)
	
<i>Remazol Yellow FG</i> sebelum adsorpsi	<i>Remazol Yellow FG</i> sesudah adsorpsi

	
Butiran kitosan-ECH (setelah adsorpsi)	Butiran kitosan-GLA (setelah adsorpsi)