PEMANFAATAN CANGKANG UDANG SEBAGAI ADSORBEN KATION BESI (II)

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sain (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta

Disusun Oleh :

ENI LATIFAH

No Mhs : 99612084

JURUSAN ILMU KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

JOGJAKARTA

2004

PEMANFAATAN CANGKANG UDANG SEBAGAI ADSORBEN KATION BESI (II)

Oleh :

ENI LATIFAH
No Mhs : 99 612 084

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 28 Februari 2004

Dewan Penguji	Tanda Tangan
1. Is Fatimah, M.Si.	.....
2. Dwi Arso Rubiyanto, S.Si.	.....
3. Riyanto, M.Si.	.....
4. Tatang Shabur Julianto, S.Si.	.....

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

(Jaka Nugraha, M.Si.)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan setulus hati dan segenap rasa kupersembahkan karya
yang sangat sederhana ini kepada:

BAPAK dan IBUKU tercinta.
Terimakasih atas do'a restu dan kasih sayang yang tiada batasnya,
serta semua pengorbanan, tetesan keringat dan air mata
untuk membesarkan ananda yang tak mungkin terbalaskan.

Mas Hamid, suamiku & imamku tersayang.
Terima kasih atas semua cinta, kesabaran, pengertian, perhatian,
tanggung jawab dan kesetiaannya untuk menemaniku selama ini
dan memberiku semangat untuk menyelesaikan studyku.

Kakakku dan adikku tersayang, Mas Lycul dan Rony.
Atas semua kasih sayang yang kalian berikan
dan semua dukungan dari kalianlah
aku dapat memahami semua arti persudaraan.
Semoga Allah akan selalu menjaga tali persaudaraan ini.

Kedua kakakku yang telah tiada, Mas Margono dan Mas Irul.
Keinginan terbesar Kakak adalah, menyaksikan aku dapat meniti cita-cita.
Ini memang bukan akhir dari suatu perjalanan,
karena masih ada setumpuk harapan membentang disana.
Tapi ini sekelumit asa yang dapat aku suguhkan.
semoga kita bahagia.....AMIN !

MOTTO

"Kutinggalkan untuk kamu dua pusaka, kamu tidak akan tersesat selama berpegang teguh kepada keduanya, yaitu Qur'an dan Sunnah Rasul.

Demikian perumpamaan-perumpamaan ini kami buat untuk diamati manusia, tetapi yamg mau memikirkan hanyalah orang-orang yang berilmu pengetahuan."

(QS. Al-Ankabut: 43)

"Kemurahan hati adalah tirai yang menutupi, sedangkan akal adalah pedang yang amat tajam. Oleh karena itu, tutupilah kekurang sempurnaan pekertimu dengan kemurahan hati, dan perangilah hawa nafsumu dengan akalmu."

(Nahjul Balaghah)

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN ii
HALAMAN PERSEMBAHAN iii
HALAMAN MOTTO iv
DAFTAR ISI v
KATA PENGANTAR vii
DAFTAR GAMBAR ix
INTISARI x
ABSTRACT xi
BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 5
1.3 Tujuan Penelitian 5
1.4 Manfaat Penelitian 5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Pengertian Kitin 7
2.2 Sifat-sifat Fisika-Kimia Kitin 7
2.3 Isolasi Kitin 10
2.4 Karakteristik Kitin dan Mekanisme Adsorpsi Ion Logam pada Kitin 12
2.5 Pemanfaatan Kitin sebagai Adsorben 14
BAB III DASAR TEORI
3.1 Kitin 17
3.2 Adsorbsi 18
3.3 Definisi Besi 23
3.3.1 Macam Spesies Besi 24
3.3.2 Pembentukan Kompleks Besi (II) 25

3.5 Instrumentasi 28
3.6 Hipotesis 33
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN
4.1 Alat dan Bahan Penelitian 34
4.1.1 Alat-alat Penelitian 34
4.1.2 Bahan-bahan Penelitian 34
4.2 Cara Kerja 35
4.2.1 Preparasi Bahan Baku Adsorben 35
4.2.2 Penyiapan Adsorben A 35
4.2.3 Penyiapan Adsorben B 35
4.2.4 Pembuatan Larutan Induk Besi (II) 500 ppm 36
4.2.5 Pembuatan Larutan 1,1 Ortophenantrolin 500 ppm 36
4.2.6 Penentuan λ Maksimum Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin 36
4.2.7 Penentuan Kesetabilan Kompleks 36
4.2.8 Penentuan Kurva Standar Kalibrasi 36
4.2.9 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorbsi Besi (II) 37
4.2.10 Adsorbsi Besi (II) pada Berbagai Konsentrasi 37
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN
5.1 Penentuan Optimasi Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II) 38
5.2 Penentuan Waktu Kesetabilan Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin 39
5.3 Penentuan Kurva Standar Kalibrasi Besi (II) 40
5.4 Adsorbsi Besi (II) pada Berbagai Variasi Kontak 41
5.5 Adsorbsi Besi (II) pada Berbagai Konsentrasi 43
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN
6.1 Kesimpulan 45
6.2 Saran 45
DAFTAR PUSTAKA 46
LAMPIRAN 46

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمن الرحيم

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan karunia dan rahmat-Nya yang telah memberikan daya dan kekuatan kepada penulis untuk melakukan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul: "PEMANFAATAN KITIN DARI CANGKANG UDANG SEBAGAI ADSORBEN KATION BESI (II)" sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Jurusan Kimia, Universitas Islam Indonesia.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Bapak Riyanto, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia dan selaku dosen pembimbing pertama, yang telah memberikan pengarahan dari awal hingga akhir pelaksanaan tugas akhir ini.
3. Bapak Tatang Shabur Julianto, S.Si. selaku dosen pembimbing kedua, yang telah banyak membantu pelaksanaan penelitian.
4. Kepala Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam beserta staf yang telah banyak membantu pelaksanaan penelitian ini

dan yang telah menyediakan fasilitas analisis selama penelitian berlangsung.

5. Ayahanda dan Ibunda tercinta, kakak-kakakku serta adikku (mas margono, mas lycul, mas irul dan rony), atas semua dukungan, bantuan serta do'a restu yang kalian berikan dengan ikhlas.
6. Mas Hamid atas semua kesabaran, ketulusan dan bantuan yang telah diberikan dengan sepenuh hati.
7. Teman-teman kimia khususnya angkatan '99, teman-teman kost (Mila, Barkah, May, Mimi, Lina, U-ut, Tya', Sri, Puji, Nove, Ari, Sasi, Datik, Anik dan Chacha), keluarga Ibu Nyoman Gerata dan semua pihak yang tidak bisa kami sebutkan satu persatu, atas dorongan semangat serta dukungan selama penelitian dan penulisan skripsi ini.

Semoga amal baik mereka dapat diterima oleh Allah SWT yang mampu membalas semuanya. Akhir kata penulis menyadari sepenuhnya bahwa skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan, maka dari itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini.

Jogjakarta, Februari 2004

Penulis

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 1. Struktur Kitin 10

Gambar 2. Interaksi Molekular yang Terjadi dalam Adsorbsi 21

Gambar 3. Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin 27

Gambar 4. Panjang Gelombang Maksimum Besi (II) Ortophenantrolin 39

Gambar 5. Waktu Kesetabilan Kompleks Besi (II) 40

Gambar 6. Kurva Kalibrasi Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin pada λ 509 nm 42

Gambar 7. Perbandingan Adsorben A dan B pada Variasi Waktu Kontak 43

Gambar 8. Perbandingan Serapan Adsorben A dan B pada Berbagai Konsentrasi 44

PEMANFAATAN CANGKANG UDANG SEBAGAI ADSORBEN KATION BESI (II)

ENI LATIFAH
No. Mhs. 99612084

INTISARI

Telah dilakukan penelitian untuk mempelajari pemanfaatan cangkang udang sebagai adsorben kation besi (II) dengan menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis.

Penentuan konsentrasi yang terserap oleh adsorben dihitung dengan menggunakan metode standart kalibrasi dengan persamaan y = 0,0567x + 0,0016 dan menggunakan 2 tipe adsorben yaitu A tanpa aktivasi dan B dengan aktivasi. Variabel uji yang digunakan adalah variasi waktu kontak dan konsentrasi. Variasi waktu kontak dilakukan pada waktu 5, 10, 15, 20 dan 30 menit menggunakan larutan besi(II) konsentrasi 1 ppm. Dan untuk variasi konsentrasi dilakukan dengan menggunakan konsentrasi 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm.

Hasil penelitian menunjukkan kemampuan cangkang udang sebagai adsorben besi (II) dapat dilihat pada variasi waktu kontak dan pada variasi konsentrasi untuk adsorben B, dimana adsorben dapat bekerja baik apabila adsorben diinteraksikan dengan kation besi (II) dalam waktu 30 menit dan konsentrasi 1 ppm, dan adsorben masih dapat digunakan untuk menyerap besi (II) sampai konsentrasi 5 ppm dengan baik.

Kata kunci : Adsorben, cangkang udang, Spektrometri, standart kalibrasi, waktu Kontak dan konsentrasi.

THE USE OF SHRIMP EGGSHELL AS AN IRON CATION ABSORBENT

ENI LATIFAH
Student Number 99612084

ABSTRACT

It had been done an investigation to study the use of shrimp eggshell as an iron cation absorbent (II) by using an UV-Vis spectrophotometer method.

Concentration determination absorbed by the absorbent was calculated by using a calibration standard method with an equation y = 0,0567x + 0,0016 and two types of absorbent that is A, without activation and B with activation. Test variables used were concentration and contact time variations. The contact time variation was done in times of 5, 10, 15, 20 and 30 minutes used a concentration of iron solvent (II) 1 ppm. For the concentration variation it was done by using concentrations 1, 2, 3, 4 and 5 ppm.

Results of the study demonstrated that ability of the shrimp eggshell as the iron absorbent (II) can be seen on the contact time variation and the concentration variation for the B absorbent, where the absorbent can work well when the absorbent was interacted to iron cation (II) in 30 minutes and concentration 1 ppm, and the absorbent still can be used to absorb the iron (II) to the concentration 5 ppm and doing well.

Keywords: Absorbent, shrimp eggshell, spectrophotometer, calibration standard, Contact time and concentration

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan yang sangat pesat dan teknologi yang diciptakan oleh manusia telah memberikan banyak kemudahan bagi manusia. Tetapi, ternyata kemudian kemajuan yang sangat pesat dari teknologi tersebut juga memberikan dampak yang kurang baik dan bahkan sangat buruk bagi manusia sendiri. Bahan-bahan sisa yang merupakan bahan buangan dari industri berteknologi tinggi tersebut mempunyai daya racun yang kuat dan bahkan dapat mengakibatkan kematian, bukan saja terhadap hewan dan tumbuhan tetapi juga manusia.

Toksikan yang sangat berbahaya umumnya berasal dari buangan industri terutama sekali industri kimia dan industri yang melibatkan penggunaan logam berat baik sebagai logam murni, bahan organik maupun bahan-bahan anorganik. Logam berat banyak digunakan dalam bidang industri karena memiliki berbagai keunggulan sifat diantaranya kemampuannya untuk membentuk paduan dengan logam lain, dan mampu menghantarkan listrik dan panas. Berbagai logam berat pencemar lingkungan yang cukup berbahaya antara lain Cd, Cu, Pb, Zn, Hg, Ni, Co dan Fe (Manahan, 1994). Besi (II) adalah salah satu jenis pencemar lingkungan yang bersifat sangat toksik, mempunyai sifat sulit larut dan tidak mudah mengendap.

Pencemaran lingkungan oleh logam berat selalu menjadi permasalahan tersendiri dihampir semua negara industri, hal ini disebabkan oleh sifat toksik dari

sebagian unsur logam ini bagi makhluk hidup bila keberadaannya melebihi ambang atas dan sifatnya tidak dapat terdegradasi secara biologis di alam. Banyak kasus pencemaran lingkungan oleh logam berat telah dipublikasikan secara luas. Dua kasus besar diantaranya adalah kasus pencemaran Teluk Minamata di Jepang oleh metil merkuri pada tahun 1953-1960 dan kasus penyakit itai-itai pada tahun 1960-an yang terjadi akibat tercemarnya sungai Jiutzu (juga di Jepang) oleh logam kadmium sebagai limbah proses eksplorasi tambang didaerah sekitar sungai tersebut (Darman, 1995). Sedangkan berbagai contoh permasalahan lingkungan yang terjadi di Indonesia diantaranya, tercemarnya sungai Brantas oleh logam merkuri di Surabaya, pencemaran logam-logam dari proses tailing pada kegiatan industri pertambangan di Papua Barat dan masih banyak kasus lain yang sejenis.

Oleh karena itu sangatlah penting untuk mengembangkan teknik menemukan atau memperoleh kembali logam berat yang berbahaya terhadap lingkungan, dalam hal ini besi (II) dari berbagai macam limbah seperti dalam sel kering dan limbah cair yang mengandung besi (II) .

Berbagai upaya telah dikembangkan untuk mengolah air limbah yang mengandung logam berat. Salah satu diantaranya adalah metode pengendapan. Prinsip kerjanya didasarkan pada pengendapan logam sebagai hidroksidanya. Metode pengendapan memang lebih praktis, akan tetapi hasilnya kurang memuaskan, karena tidak mampu menghilangkan logam dari larutannya jika konsentrasi logam sangat kecil. Oleh karena itu kemudian dikembangkan metode lain yaitu metode elektrodeposisi, tetapi metode elektrodeposisi juga mempunyai kelemahan yaitu alat sistem monitoringnya memerlukan biaya yang cukup tinggi.

Alternatif lain penanganan pencemaran logam berat di dalam larutan adalah ekstraksi ion logam berat dengan resin penukar ion. Metode pertukaran ion didasarkan pada interaksi elektrostatik antara anion dengan ion logam berat, tetapi kolom yang digunakan cepat mampat jika ada ion kalsium dan magnesium dalam larutan. Kelemahan yang lain, logam-logam berat seperti Hg, Cu dan emas (Au) sukar direduksi jika konsentrasi logam di bawah beberapa μg/L (Harris and Ramellow, 1990).

Dewasa ini untuk penanganan limbah industri logam berat banyak dikembangkan metode adsorpsi dengan menggunakan adsorben-adsorben alam. Penggunaan karbon aktif sebagai adsorben dalam operasi pengolahan limbah telah dilakukan. Akan tetapi, operasi pengolahan limbah cair dengan menggunakan adsorben tersebut membutuhkan biaya yang cukup besar. Oleh karena itu, perlu dipelajari kemampuan kuantitatif bahan yang lain yang dapat digunakan sebagai adsorben limbah cair industri.

Salah satu bahan adsorben yang dewasa ini mendapat perhatian besar dari para ahli adalah kitin. Kitin mempunyai kemampuan mengikat ion logam dalam larutan. Kitin terdapat dalam jamur, kerang-kerangan, serangga, ketam atau rajungan dan udang (Muzzarelli, 1977).

Sebagaimana diketahui komoditi udang merupakan primadona yang diunggulkan. Komoditi tersebut mampu menumbuhkan industri pengolahan hasil perikanan, sehingga mampu menumbuhkan kegiatan ekonomi. Saat ini industri pengolahan hasil perikanan sudah berkembang baik dalam skala menengah atau

besar, antara lain: industri pengalengan ikan, pembekuan ikan atau udang, tepung ikan, kerupuk ikan atau udang, dan lain sebagainya.

Dari kemajuan industri hasil laut akan menimbulkan banyak limbah yang terus menumpuk. Pengolahan udang akan menimbulkan cangkang sebagai limbah yang tidak bermanfaat. Limbah cangkang udang akan terus menumpuk dan mencemari lingkungan karena menimbulkan bau yang tajam.

Limbah industri udang mengandung lebih dari 25%, yang selama ini pemanfaatannya masih belum maksimal karena masih terbatas sebagai bahan makanan, misalnya pada proses pembuatan terasi, kerupuk udang, petis udang atau dapat juga dikeringkan untuk dijadikan sebagai protein pelengkap bahan makanan ternak khususnya unggas (Bastaman, 1989; Indra dan Syafir, 1993).

Jadi pengembangan adsorben selektif untuk mendapatkan kembali logam berat yang berbahaya terhadap lingkungan, dalam hal ini besi (II) menggunakan khitin ditujukan untuk melindungi lingkungan dan pendayagunaan limbah cangkang. Dalam hal ini cangkang udang telah dipilih sebagai sampel kajian.

Dengan demikian akan sangat menarik untuk dipelajari karakteristik adsorpsi ion logam pada kitin sebagai adsorben dalam upaya peningkatan kapasitas adsorpsinya.

1.2 Rumusan Masalah

1. Dapatkah cangkang udang menyerap kation besi (II) ?
2. Bagaimana pengaruh deproteinasi dan demineralisasi cangkang udang untuk menyerap kation besi (II) ?
3. Bagaimana pengaruh waktu kontak dan konsentrasi awal besi (II) terhadap penyerapan kation besi (II)

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian bertujuan untuk membuat kitin dari cangkang udang dan menguji kemampuannya dalam mengadsorpsi ion kation besi (II) dalam larutan. Hal-hal yang akan diteliti adalah sebagai berikut:

1. Mengkaji apakah cangkang udang dapat menyerap kation besi (II)
2. Mengkaji pengaruh deproteinasi dan demineralisasi cangkang udang terhadap penyerapan kation besi (II)
3. Mengkaji pengaruh waktu kontak dan konsentrasi awal kation besi (II) terhadap penyerapan kation besi (II)

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Mengetahui faktor-faktor yang menentukan kemampuan adsorpsi kation besi (II) cangkang udang

2. Memberikan kontribusi bagi pengembangan kajian bidang ilmu lingkungan dan ilmu terkait lainnya sehingga dapat digunakan sebagai informasi dalam pengelolaan lingkungan
3. Memberikan pengalaman praktis, teoritis dan sistematis bagi penulis, untuk melakukan penelitian yang lebih luas cakupannya

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengertian Kitin

Suhardi (1993) dalam Cahyaningrum (2001) menyatakan bahwa, kata Kitin berasal dari bahasa Yunani, *Khiton* yang berarti baju dari besi, Karena sesuai dengan fungsinya sebagai jaket pelindung untuk hewan-hewan golongan invertebrata. Kitin adalah bagian konstituen organik yang sangat penting pada kerangka hewan golongan *Antropoda, Moluska, Nematoda, Crustacea* dan beberapa kelas serangga dan jamur. Kitin tidak hanya ditemukan pada bagian kulit atau kerangka saja, melainkan juga terdapat pada bagian trakea, insang dan dinding usus.

Kitin berbentuk kristal berwarna putih, tidak berasa dan tidak berbau. Kitin larut dalam air, larutan asam yang encer dan pekat, juga pelarut-pelarut organik umumnya. Sistem pelarut yang efektif untuk melarutkan kitin adalah campuran pelarut N,N-dimetilasetamida yang mengandung 5 % LiCl. Kitin tidak beracun dan mempunyai berat molekul yang tinggi, sekitar $1,2.10^6$.

2.2 Sifat-sifat Fisika-Kimia Kitin

Chen (1982) dalam Darjito (2001) menyatakan bahwa, kitin termasuk golongan homopolisakarida yang mempunyai berat molekul tinggi dan merupakan polimer linear dari anhidro N-asil-D-glukosamin (N-asil-2-amino-2 deoksi-D-glukosa). Struktur kitin sama dengan sellulosa, di mana ikatan yang terjadi antara

monomernya terangkai dengan ikatan glukosa pada posisi β- (1-4). Perbedaannya dengan sellulosa adalah gugus hidroksil yang terikat pada atom karbon nomor dua, pada kitin digantikan oleh gugus asetamida ($NHCOCH_3$) sehinggga kitin menjadi sebuah polimer berunit N-asil glukosamin.

Unit pengulang struktur kitin mengandung dua residu heksosa dan termasuk unit ketobiosa. Kitin mempunyai rumus molekul $(C_8H_{13}NO_5)_n$ yang mengandung jumlah atom C = 47,29%, H = 6,45%, N = 6,89% dan O = 39,375% Windolz (1983) dalam Darjito (2001).

Kitin tidak larut dalam air, larutan basa encer dan pekat, larutan asam encer, dan pelarut-pelarut organik akan tetapi kitin larut dalam asam-asam pekat seperti HCl, H_2SO_4, HNO_3 dan HCOOH anhidrat. Kitin kurang reaktif dibandingkan sellulosa. Seichi dkk, (1983) dalam Darjito (2001) menyatakan bahwa kitin merupakan polisakarida kristalin. Ada tiga jenis kristalin kitin di alam, yaitu bentuk α, β dan φ-kitin. Perbedaan ketiga bentuk tersebut terdapat pada susunan rantai molekulnya di dalam kristal. Pada α-kitin, rantai tersusun secara antipararel (↑↓), sedangkan pada β-kitin, rantainya tersusun pararel (↑↑), dan pada φ-kitin, rantainya terdiri dari tiga di mana dua rantai tersusun pararel dan satu tersusun antipararel (↑↓↑).

Dari ketiga bentuk di atas, α-kitin merupakan bentuk yang paling stabil. Bentuk ini ditemukan pada kutikula arthopoda dan jamur. φ-kitin dapat berubah menjadi α-kitin jika ditambahkan larutan jenuh litium tiosianat pada suhu kamar. Bentuk ini ditemukan pada Petinustectus dan Rhynchaenus fagi, sedangkan bentuk β-kitin ditemukan pada indung sutera Coinus dan Cleopus. Ketiga bentuk

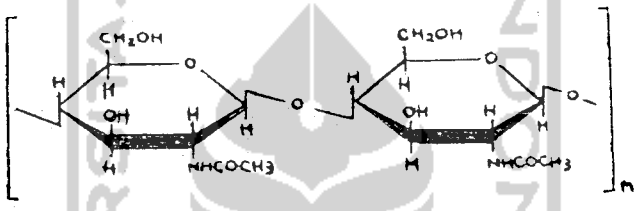
ini juga ditemukan pada satu organisma, yaitu pada cumi-cumi {Loligo sp) dengan penyebaran α-kitin pada mulutnya, β-kitin pada pennya dan φ-kitin pada lapisan perutnya, Bastaman (1989) dan Seichi dkk, (1983) dalam Darjito (2001).

Jika sebagian besar gugus asil pada kitin disubtitusi oleh hidrogen menjadi gugus amino dengan penambahan larutan basa kuat berkonsentrasi tinggi, hasilnya dinamakan kitosan atau kitin terdeasilasi. Kitosan bukan merupakan senyawa tunggal, tetapi merupakan kelompok yang teradesilasi sebagian dengan derajat polimerisasi yang beragam. Kitin dan kitosan adalah nama untuk dua kelompok senyawa yang tidak dibatasi dengan stoikiometri pasti, kitin adalah poli N-asil glukosamin yang terdeasilasi sedangkan kitosan adalah kitin yang teradesilasi sebanyak mungkin, tetapi tidak cukup sempurna untuk dinamakan poli glukosamin, Bastaman (1989) dalam Darjito (2001).

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA

2.3 Isolasi Kitin

Kitin adalah salah satu polielektrolit alam yang kelimpahannya sangat besar, merupakan penyusun kulit keras dari krustacea dan insekta, dan terdapat dalam dinding sel beberapa fungi dan mikroorganisme. Kitin mempunyai kerangka polisakarida yang tersusun dari unit-unit 2-asetamida-2deoksi-D-glokusa yang berikatan 1-4 beta. Struktur dapat dinyatakan seperti pada gambar berikut ini (Suhardi, 1993).



Gambar 1. Struktur kitin

Dalam cangkang udang, kitin terdapat sebagai makro polisakarida yang berikatan dengan garam-garam anorganik terutama karbonat ($CaCO_3$), protein dan lipida termasuk pigmen-pigmen. Oleh karena itu untuk mengisolasi kitin dari cangkang udang perlu dilibatkan proses-proses pemisahan mineral (demineralisasi) dan pemisahan protein (deproteinasi), di samping penghilangan lemak dengan pelarut-pelarut organik. Proses demineralisasi dapat dilakukan dengan asam klorida (HCl) encer atau larutan EDTA, sedangkan proses deproteinasi dapat dilakukan dengan larutan natrium hidroksida (NaOH) panas atau dengan enzim maupun bakteri proteolitik. Lemak dan zat-zat warna dapat

dihilangkan melalui pencucian dengan alkohol dan aseton. Ketiga tahap utama tersebut oleh Muzzarelli (1997) diterangkan sebagai berikut:

Deproteinasi

Protein dalam cangkang udang mencapai sekitar 21% dari bahan keringnya atau sekitar 35% dari bahan orgnik. Protein tersebut berikatan secara kovalen dengan kitin, disamping itu terdapat juga protein yang terikat secara fisis yaitu protein yang merupakan sisa-sisa daging yang menempel pada matrik cangkang dengan jumlah yang bervariasi.

Pada prinsipnya proses deproteinasi bertujuan memisahkan atau melepaskan ikatan-ikatan antara protein dan kitin. Proses ini umumnya dilakukan dengan perlakuan menggunakan larutan NaOH panas dalam waktu relatif lama. Proses deproteinasi optimum dilakukan pada kondisi NaOH 3,5%, temperatur 60°C dan diinkubasi selama 2 jam. Rendemen kitin yang diperoleh ± 90,97% dari kandungan kitin dalam limbah kulit udang. Dengan perlakuan ini protein akan terlepas dan membentuk Na-proteinat yang dapat larut dalam air.

Demineralisasi

Mineral dalam cangkang udang dapat mencapai 40-50% perberat bahan keringnya. Mineral ini terutama berupa kalsium karbonat ($CaCO_3$), yang berikatan secara fisik dengan kitin. Mineral dapat dihilangkan cukup mudah dengan perlakuan dalam asam klorida (HCl) encer pada suhu kamar, atau dengan perlakuan dalam larutan etilen diamin tetra asetat (EDTA). Dari hasil penelitian

yang telah dilakukan oleh Endang (1999) dalam Darjito (2001), proses demineralisasi optimum dilakukan pada kondisi HCl 10%, temperatur 8°C dan diinkubasi selama 30 menit. Cara yang pertama lebih banyak digunakan daripada cara kedua, karena lebih efektif dan menghasilkan kitin dengan kandungan mineral sisa yang lebih rendah, meskipun dengan oroses tersebut ada kemungkinan polimer kitin mengalami perubahan-perubahan kimiawi misalnya terjadinya pemutusan rantai (fragmentasi) atau lepasnya gugus-gugus asilnya, hal ini tergantung kondisi proses yang dikenakan untuk suatu bahan dasar.

Depigmentasi

Penghilangan lemak dan zat-zat warna telah berlangsung pada waktu pencucian residu sesuai proses deproteinasi dan proses demineralisasi, terutama pada pencucian dengan etanol. Bahan lain yang dapat digunakan untuk pencucian lemak dan pigmen-pigmen ini antara lain aseton dan eter.

2.4 Karakteristik Kitin dan Mekanisme Adsorpsi Ion Logam pada Kitin

Faktor yang menentukan dalam penyerapan logam pada kitin adalah kemampuan gugus asetamida untuk bertindak sebagai penukar ion. Sellulosa dapat menyerap zat terlarut dengan ikatan hidrogen hanya dalam keadaan tidak ada air, sedangkan kitin dapat bertindak demikian bilamana ada air maupun tanpa ada air. Dalam air, kitin dapat membentuk ikatan-ikatan hidrogen dengan beberapa zat terlarut dan dapat juga berperan serta dalam reaksi-reaksi pertukaran ion melalui gugus-gugus asetamidanya, sedangkan gugus-gugus hidroksilnya

terlindungi oleh air dengan cara yang sama yang dialami oleh sellulosa (Hodge dan Osman, 1976 dalam Suhardi, 1992). Kitin memiliki kemampuan mengikat *(chelating)* ion-ion logam karena elektron nitrogen yang ada dalam gugus-gugus amino tersubtitusi dapat memantapkan ikatan dengan ion-ion logam transisi.

Sum dan Morgan (1981) menyatakan bahwa berbagai padatan tersuspensi dan koloid yang ditemui di perairan alam memiliki muatan permukaan. Muatan permukaan ini memegang peranan penting dalam pengikatan ion-ion logam di dalam larutan yang sangat dipengaruhi oleh pH larutan. Pada pH rendah, permukaan adsorben bermuatan positif, sedangkan pada pH tinggi permukaan adsorben menjadi bermuatan negatif yang disebabkan karena terjadinya pelepasan proton dari gugus hidroksil.

Menurut Sum dan Morgan (1981) permukaan sel atau padatan dapat menyerap ion logam dengan menghasilkan kompleks logam pada permukaan dengan persamaan umum:

$$GH + M^{2+} \leftrightarrows GM^{(Z-1)+} + H^{+}$$

$$2GH + M^{2+} \leftrightarrows G_2M^{(Z-2)+} + 2H^{+}$$

Dimana *GH* adalah gugus fungsional yang terdapat pada permukaan sel atau padatan seperti: $[\ R\text{-}COOH\ ]_n$, $[ROH]_n$, $[ROHCOOH]_n$, $[RNH_2COOH]_n$, $\cong$ $[AlOH\ ]_n$ atau $\cong$ $[\ SiOH]_n$, dan *M* adalah ion logam. Situs-situs aktif dari adsorben dapat dianggap sebagai ligan yang mengikat logam secara selektif. Faktor-faktor yang menentukan besarnya dan kuluk interaksi logam-ligan (situs aktif) adalah kekuatan mempolarisasi dan karakter keras lunaknya kation.

2.5 Pemanfaatan Kitin sebagai Adsorben

Pada umumnya kitin di alam tidak terdapat dalam keadaan bebas, tetapi berikatan dengan protein, mineral dan berbagai macam pigmen. Altschul dalam Indra (1993) dalam Cahyaningrum (2001) mengatakan bahwa kulit udang mengandung 25-40% protein,15-20% kitin dan mineral dalam jumlah minor, tetapi besarnya kandungan komponen tersebut juga tergantung dari jenis udang.

Austin (1988) dalam Majid (2001) menyatakan bahwa kitin adalah suatu polimer alami atau biopolimer seperti sellulosa yang secara kimiawi merupakan polimer dari N-asetil-D-glukosamin. Brine (1984) dalam Majid (2001) menyatakan bahwa kitin memiliki kombinasi sifat-sifat khas seperti bioaktivitas, biodegradabilitas (dapat terurai secara biologis) dan sifat liat, sehingga merupakan polimer yang menarik dan dapat dimanfaatkan pada berbagai bidang industri seperti bidang biokimia, obat-obatan atau farmakologi, pangan dan gizi, pertanian, mikrobiologi, penanganan air limbah, industri-industri kertas, tekstil, membrane atau film, kosmetika, dan lain-lain.

Kitin secara alami sering tidak komplit asetilasinya. Muzzarelli (1985) dalam Majid (2001) menyatakan bahwa kitin biasanya mempunyai derajat deasilasi sampai 10 %. Untuk membedakan kitin dan kitosan didasarkan pada kandungan nitrogennya, Davies dan Hayes (1988) dalam Suhardi (1992) menyatakan bahwa jika kandungan total nitrogen kurang dari 7%, maka polimer disebut kitin dan apabila total nitrogennya lebih dari 7% maka disebut kitosan.

Pemusatan perhatian penelitian pada metode adsorpsi logam-logam dari perairan tercemar buangan industri memungkinkan pengembangan kitin sebagai

adsorben untuk mengadsorpsi logam. Kitin memungkinkan digunakan untuk mengadsorpsi logam karena memiliki gugus-gugus aktif, mudah memperoleh sumber kitin, dan proses pembuatannya tidak sulit.

Pemanfaatan kitin dalam berbagai bidang telah lama dilakukan, hal ini ditunjukkan dengan penggunaan kitosan sebagai kolom kromatografi untuk memisahkan logam natrium dan magnesium yang dilakukan oleh Muzarelli dkk, (1970). Zikakis (1984) dan Muzarelli (1971) dalam Darjito (2001) menggunakan kitosan dan turunannya sebagai pengumpal ion logam Cr, Mn, Fe, Cu, Cd, Co, Ni, Pb, Zn, masing-masing pada kondisi pH tertentu dan terjadi perubahan pH. Mitani dkk (1991) melaporkan pada kondisi pH yang tidak terkontrol, kitosan yang telah diperbesar ukurannya (swelling) mampu mengadsorpsi Cu (II) dan Ni (II) dengan adanya efek ion yang berlawanan yaitu garam sulfat lebih tinggi dibanding Cu (II) dan Ni (II) dari garam klorida. Hal ini memberikan indikasi bahwa gugus aktif yang ada pada permukaan sel sangat berperan dalam proses adsorpsi. Mitani dkk, (1995) dalam Majid (2001) melakukan percobaan yang sama terhadap kitosan yang telah diperbesar ukurannya (swelling) untuk mengadsorpsi asam benzoat dan turunannya. No., dkk, (1989) dalam Majid (2001) menggunakan kitosan sebagai koagulan bahan organik. Pinoti dkk, (1997) dalam Abdul Majid (2001) menggunakan kitosan sebagai flokulan untuk bahan makanan, dan tidak ketinggalan juga dengan Modrzejewska dkk, (1999) dalam Majid (2001) menggunakan membran kitosan untuk memisahkan Cr (IV) dari larutannya.

Erny (1999) dalam Darhito (2001) melaporkan tentang penghilangan Cd dengan menggunakan kitosan. Dari hasil penelitiannya dapat disimpulkan bahwa adsorpsi Cd sangat tergantung pada pH, kitosan merupakan adsorben yang sesuai untuk menghilangkan Cd dalam larutan cair karena kapasitas dan kinetikanya sangat sesuai serta adsorpsi yang terjadi memenuhi persamaan Freundlich dan untuk regenerasi kitosan menggunakan HCl 0,01 N menghasilkan efesiensi mencapai 88%.

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Kitin

Kitin diperoleh melalui proses deproteinasi dan proses demineralisasi dari cangkang udang yang merupakan senyawa turunan polisakarida dan mempunyai gugus fungsional utama yaitu hidroksi, amina dan amida. Kitin dan dengan situs aktif amida dan amina mempunyai kemampuan untuk berinteraksi dengan ion logam. Muzzarelli (1971) dalam Majid (2001) menyatakan bahwa ion-ion logam transisi khususnya dapat berinteraksi dengan situs aktif amida dan amina dengan beberapa kemungkinan bentuk mekanisme, yaitu pembentukan kelat atau hanya berupa interaksi elektrostatik. Dalam deret spektrokimia (deret kekuatan ligan) ligan yang mempunyai gugus fungsional hidroksi (-OH) terletek disebelah kiri gugus amida dan amina. Hal ini berarti bahwa ligan amida dan amina merupakan donor elektron yang lebih kuat sehingga bersifat sebagai ligan yang lebih kuat dibanding ligan hidroksi. Jika dalam adsorben terdapat gugus hidroksi, amina dan amida maka dapat diharapkan bahwa adsorpsi ion logam akan berlangsung secara kimia dengan lebih melibatkan situs aktif dari gugus amida dan amina daripada gugus hidroksi. Hal ini juga dinyatakan oleh Muzzarelli (1977) bahwa pengikatan ion logam dengan adsorben kitin akan didominasi oleh gugus amida dan amina daripada gugus hidroksi. Amida merupakan situs aktif yang mempunyai ikatan rangkap parsial akibat adanya ikatan rangkap pada gugus karbonilnya sedangkan situs aktif amina tidak memiliki ikatan rangkap parsial.

dua fasa, misalnya fasa cair dengan fasa cair, fasa gas dengan fasa cair, fasa gas dengan fasa padat dan fasa cair dengan fasa padat (Lynam, 1995).

Adsorpsi pada suatu gas atau larutan didenifisikan oleh Oscik (1982) sebagai suatu peristiwa akumulasi substansi adsorbat yang terjadi pada permukaan adsorben. Berdasarkan besarnya interaksi antara adsorbat dengan adsorben, adsorpsi dibedakan menjadi dua yaitu adsorpsi fisika (*physisorption*) dan adsorpsi kimia

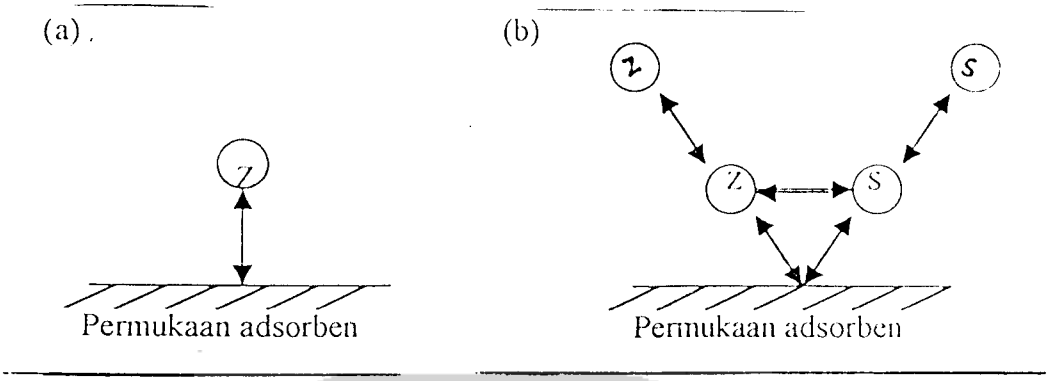
Adsorpsi kimia melibatkan ikatan koordinasi sebagai hasil penggunaan elektron secara bersama-sama oleh adsorben dan adsorbat (Oscik, 1982). Pada adsorpsi kimia terjadi pembentukan dan pemutusan ikatan, maka panas adsorpsinya mempunyai kisaran yang sama dengan reaksi kimia . Oscik (1982) memperkirakan bahwa harga energi adsorpsi kimia berkisar antara 80-650 kJ/mol dan menurut Adamson (1990) dalam Cahyaningrum (2001) batas minimal energi adsorpsi kimia adalah 20,92 kJ/mol. Ikatan antara adsorben dengan adsorbat cukup kuat sehingga spesies aslinya tidak dapat ditemukan kembali. Zat yang teradsorpsi membentuk satu lapisan tunggal dan relatif bersifat irreversibel sehingga diperlukan energi yang besar untuk melepaskan kembali.

Perilaku adsorpsi larutan dapat diprediksi secara kualitatif dari polaritas adsorben dan komponen larutan. Adsorben polar cenderung menyerap lebih kuat adsorbat polar dan adsorbat non polar terserap lebih lemah, demikian pula sebaliknya. Kekuatan adsorpsi merupakan hasil kombinasi dari afinitas adsorbat terhadap pelarut dan afinitas adsorbat terhadap adsorben. Faktor utama yang menentukan proses adsorpsi adalah kelarutan adsorbat di dalam pelarut. Pada

umumnya substansi yang hidrofobik cenderung teradsorpsi pada larutan encer, sedang substansi hidrofilik kurang teradsorpsi dalam larutan encer.

Proses adsorpsi larutan secara teoritis umumnya lebih rumit bila dibandingkan dengan proses adsorpi pada gas, uap atau cairan murni. Hal tersebut disebabkan adsorpsi larutan melibatkan kompetisi antara zat terlarut dan pelarut atau antara komponen-komponen campuran cairan dengan situs adsorpsi (Shaw,1991).

Adsorpsi suatu zat dari larutan berbeda dengan adsorpsi zat secara individu (gas, uap dan cairan murni) sebab larutan sekurang-kurangnya mengandung dua komponen yang dapat membentuk lapisan kompak pada permukaan adsorben. Perubahan konsentrasi larutan dapat mengakibatkan pertukaran timbal balik pada permukaan, hal ini menggambarkan adsorpsi dari larutan. Jika pada permukaan adsorben dan larutan sudah jenuh dengan molekul adsorbat maka hanya substitusi molekul suatu komponen oleh komponen lain yang terjadi.



Gambar 2. Interaksi molekular yang terjadi dalam adsorpsi (a) dari fasa gas, (b) dari larutan biner (Oscik, 1982)

Adsorpsi antar muka padat-gas pada adsorbat yang bertekanan rendah, mekanisme adsorpsi semata-mata bergantung pada sifat gaya yang bekerja antara adsorben dan molekul adsorbat (gambar a). Mekanisme adsorpsi pada larutan cukup rumit, seperti yang ditunjukkan pada gambar b. Pada larutan biner proses adsorpsi bergantung pada faktor-faktor berikut:

1. gaya-gaya yang bekerja antara molekul-molekul adsorbat (Z) dan permukaan adsorben.
2. gaya-gaya yang bekerja antara molekul-moekul pelarut (S) dan permukaan adsorben.
3. gaya-gaya yang bekerja antara molekul dari komponen larutan (Z dan S) baik dalam lapisan permukaan maupun dalam fasa dalam.

Menurut Steventson (1994) dan Hancock (1996), proses adsorpsi logam-logam melibatkan gaya-gaya dari paling lemah sampai paling kuat. Gaya-gaya tersebut adalah gaya London/Van Der Walls, ikatan hidrogen, gaya elektrostatik (ikatan ion) dan ikatan kovalen.

Gaya London/Van Der Walls/Dispersi. Merupakan gaya tarik menarik yang timbul akibat adanya interaksi dwi kutub sesaat dan dwi kutub terimbas. Energi yang dihasilkan dari gaya ini sekitar 2-20 kJ/mol (Petrucci-Suminar (1987) dalam Indah Raya, 1998). Menurut Adamsom (1992) energi interaksi yang dihasilkan dari gaya disperse ini (10-40 kJ/mol) lebih kecil dibandingkan energi ikatan kovalen atau elektrostatik (>> 40 kJ/mol), tetapi lebih besar dibandingkan energi induksi (<< 10 kJ/mol).

Ikatan Hidrogen. Ikatan ini terjadi di antara molekul-molekul yang atom hidrogennya terikat secara kovalen dengan atom yang sangat elektronegatif. Ikatan hidrogen terjadi pula orientasi molekuler, rentang energinya sama seperti energi interaksi Van Der Walls.

Ikatan ionik. Ikatan ini dihasilkan bila satu atau lebih elektron ditransfer dari orbital atom satu ke orbital atom lain. Ikatan ion terjadi dari tarikan gaya elektrostatik antara dua atom yang muatannya berlawanan. Pembentukan ikatan ion terjadi bila kation organik diganti oleh kation anorganik. Sifat kation dari molekul organik bergantung pada pH larutan.

Ikatan kovalen. Ikatan ini terbentuk karena penggunaan pasangan elektron secara bersama-sama atau pembentukan kompleks antara gugus donor dengan akseptor tunggal. Ikatan ini juga dapat terjadi dari koordinasi situs aktif adsorben kelat dengan ion logam melalui dua atom donor untuk menghasilkan suatu kompleks siklik. Pembentukan kompleks dapat juga terjadi deri efek sinergi melalui pengikatan dua komponen yang saling memperkuat, yaitu ikatan sigma

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA PERPUSTAKAAN FMIPA

(σ) dari situs aktif adsorben ke logam, ikatan balik pi (π) dari logam-logam ke situs aktif adsorben (Hughes dan Poole, 1989) dalam Abdul Majid (2001).

Untuk menentukan harga energi dan kapasitas adsorpsi dapat digunakan model adsorpsi Langmuir dengan persamaan sebagai berikut:

$$c/m = 1/bK + c/b$$

dengan c = konsentrasi adsorbat dalam larutan, m = jumlah logam teradsorpsi/gram adsorben, K = konstanta kesetimbangan adsorpsi, dan b = kapasitas adsorpsi (mg/gram). Jika dibuat grafik antara c/m versus c maka akan diperoleh garis lurus, dan diperoleh $1/b$ sebagai slop dan $1/bK$ sebagai intersep. Selanjutnya harga K yang dapat diperoleh dapat dihitung energi adsorpsinya melalui persamaan:

$$E = RT \ln K$$

Dengan E = energi adsorpsi, R = tetapan Rydberg (8,414 J/K.mol) dan T temperatur Kelvin, dan K = konstanta kesetimbangan

3.3 Definisi Besi

Besi adalah salah satu elemen kimia yang dapat ditemui pada hampir semua tempat dibumi, pada semua lapisan geologis dan semua badan air. Pada umumnya besi yang ada didalam air dapat bersifat terlarut besi (II) (ferro) atau besi (III) (ferri); tersuspensi sebagai butir koloidal (diameter < 1 mikro meter) atau lebih besar seperti Fe_2O_3, FeO, FeOOH, $Fe(OH)_3$ dan sebagainya, tergabung dengan zat organik atau zat padat anorganik seperti tanah liat (Alaerts dan Santika, 1984).

Menurut (Svehla, 1979) besi yang murni adalah logam yang berwarna putih perak, yang kukuh dan liat. Ia melebur pada suhu 1535 ^{0}C, dan jarang terdapat besi komersial yang murni, biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, dan sulfida dari besi, serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar ini menaikkan peranan penting dalam kekuatan stuktur besi. Besi dapat dimagnetkan. Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer dapat melarutkan besi, dimana dihasilkan garam-garam besi (II) dan gas hidrogen.

3.3.1 Macam Spesies Besi

Besi (II) merupakan garam-garam besi (II) atau ferro yang diturunkan dari besi (II) oksida, (FeO) dalam larutan, garam-garam ini mengandung kation besi dan berwarna sedikit hijau, ion-ion gabungan dan kompleks-kompleks sempit yang berwarna tua adalah juga umum. Ion besi (II) mudah di oksidasikan menjadi besi (III), maka merupakan zat pereduksi yang kuat. Semakin kurang asam larutan itu, semakin nyatalah efek ini dalam suasana netral atau basa bahkan oksigen dari atmosfer akan mengoksidasi ion besi (II). Maka besi (II) harus sedikit asam jika ingin disimpan dalam jangka waktu yang agak lama (Svehla, 1979).

Ion besi (II) memberi garam berkristal. Garam morh cukup stabil terhadap udara dan terhadap hilangnya air, dan umumnya dipakai untuk membuat larutan baku ion besi (II) bagi analisis *volumetric*, dan sebagai zat pengkalibrasi dalam pengukuran magnetic. Sebaliknya $FeSO_4$ $7H_2O$ secara lambat melapuk dan berubah menjadi kuning cokelat bila dibiarkan dalam udara (teroksidasi). Penambahan HCO_3^- atau SH^- kepada larutan besi (II) berturut-turut mengendapkan

$FeCO_3$ dan FeS. Ion besi (II) teroksidasi dalam larutan asam oleh udara menjadi ion besi (III). Dengan ligan - ligan selain air yang ada perubahan-perubahan yang nyata dalam potensial terjadi, dan sistem besi (II) sampai besi (III) merupakan contoh yang baik mengenai efek ligan pada kestabilan relatif dari tingkat oksidasi (Cotton and Willkinson, 1976).

3.3.2 Pembentukan Kompleks Besi (II)

Kompleks oktahedral umumnya paramagnetik, dan medan ligan yang cukup kuat dibutuhkan untuk perpasangan spin. Ion dimagnetik adalah:

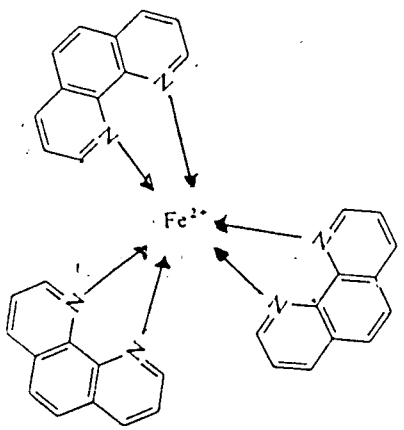
$[Fe(CN)_6]_4^-$ dan $[Fedipy]^{2+}$

Beberapa pengompleks yang sering digunakan dalam besi (II) adalah sebagai berikut:

1. *Larutan natrium hidroksida*: endapan putih besi (II) hidroksida, $Fe(OH)_2$, bila tidak terdapat udara sama sekali. Endapan ini tak larut dalam reagensia berlebihan, tetapi larut dalam asam. Bila terkena udara, besi (II) hidroksida dengan cepat dioksidasikan, yang pada akhirnya menghasilkan besi (III) hidroksida yang cokelat-kemerahan. Pada kondisi biasa, Fe $(OH)_2$, nampak sebagai endapan hijau kotor; dengan penambahan hidrogen peroksida, ia segera dioksidasikan menjadi besi (III) hidroksida.
2. *Regensia α, α' dipiridil*: kompleks berwarna dari kation bivalen $[Fe(C_5H_4)_2]^{2+}$ dengan garam-garam besi (II) dalam larutan asam mineral. Ion besi (III) tak bereaksi. Ion-ion logam yang lain bereaksi dengan regensia dalam larutan asam, tetapi intensitas warna-warna yang

dihasilkan adalah begitu lemah, sehingga tak mengganggu uji terhadap besi ini, asalkan dipakai regensia yang berlebihan. Jumlah-jumlah besar halida dan sulfat, mengurangi kelarutan kompleks besi (II) dipiridil dan mungkin terbentuk endapan merah.

3. *Larutan kalium heksasianoferat (II)*: dalam keadaan tanpa udara sama sekali, terbentuk endapan putih kalium besi (II) heksasianoferat. Pada kondisi atmosfer biasa, diperoleh suatu endapan biru muda
4. *Reagensia 0-fenantrolina*: berwarna merah yang disebabkan oleh kation kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dalam larutan yang sedikit asam. Reaksi antara ion besi (II) dengan 1,10-fenantrolin membentuk suatu kompleks yang digunakan suatu cara yang peka dan baik untuk menentukan besi (II). Serapan masuk jenis molar kompleks, $(C_{12}H_8N_2)_3Fe^{2+}$ adalah 11,100 pada 508,5 nm. Intensitas warna tidak tergantung pada pH diantara batas 2 sampai 9, kompleks ini sangat stabil dan intensitas warna tidak berubah menyolok dalam kurun waktu sangat lama. Hukum Beer dipenuhi.



Gambar 3. Kompleks Besi (II) ortophenantrolin

Masing-masing dari kedua atom nitrogen dalam 1,10-fenantrolin mempunyai sepasang elektron tak terpakai yang akan dapat dipakai bersama dengan ion besi (II). Tiga molekul demikian dari senyawa organik dengan ion logam untuk memberikan ion warna darah (Day dan Underwood, 1988).

3.4 Dasar Spektroskopi Ultra Violet dan Visible

Sastrohamidjojo, H. (2001) menyatakan bahwa, serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum ultraviolet dan visible tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Serapan radiasi ultraviolet dan visible sering dikenal sebagai s*pektroskopi elektronik.* Transisi-transisi yang terjadi biasanya antara orbital ikatan dan orbital non ikatan. Panjang gelombang serapan adalah merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan tenaga dari orbital yang bersangkutan. Pemisahan tenaga yang paling tinggi diperoleh bila elektron-elektron dalam ikatan-tereksitasi yang menimbulkan serapan dalam daerah dari 120 hingga 200 nm. Daerah ini dikenal sebagai daerah ultraviolet vakum dan relatif tidak banyak memberikan keterangan. Diatas 200 nm eksitasi elektron dari orbital-orbital p dan d dan orbital π terutama sistem terkonjugasi – π segera dapat diukur dan spektra yang diperoleh memberikan banyak keterangan.

Terdapat keuntungan yang selektif dari serapan ultraviolet, yaitu gugus-gugus karakteristik dapat dikenal dalam molekul-molekul yang sangat kompleks. Sebagian besar dari molekul yang relatif kompleks mungkin transparan dalam ultraviolet sehingga kita mungkin memperoleh spektrum yang semacam dari molekul yang sederhana.

Spektrum ultraviolet adalah suatu gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Sering juga data ditunjukkan sebagai gambar grafik atau tabel yang menyatakan panjang gelombang lawan serapan molar atau log dari serapan molar, E_{max} atau log E_{max}.

3.5 Instrumentasi

Pada metode spektrofotometri sampel menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu. Larutan tembaga misalnya berwarna biru karena larutan tersebut menyerap warna komplomenter, yaitu kuning. Semua larutan yang tidak berwarna, menyerap sinar cahaya dengan panjang gelombang yang tertentu. Sinar cahaya putih atau tidak berwarna merupakan campuran sinar yang berwarna, yaitu yang bersifat satu panjang gelombang yang tertentu.

Spektrofotometer adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diadsorbsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Kelebihan spektrometer dibandingkan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat lebih terseleksi dan ini diperoleh dengan berbagai filter dari warna yang mempunyai spesifikasi melewatkan trayek panjang gelombang 30-40 nm. Sedangkan pada spektrometer, panjang yang benar-benar terseleksi dapat diperoleh dengan

bantuan alat pengurai cahaya seperti prisma. Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum tampak yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorbsi, untuk larutan sampel dan blangko ataupun pembanding. Penjelasan tentang instrument spektrometer adalah sebagai berikut:

1.Sumber tenaga radiasi

Sastrohamidjojo, H. (2001) menyatakan bahwa, sumber tenaga radiasi terdiri dari benda yang tereksitasi hingga ke tingkat tenaga yang tinggi oleh sumber listrik bertegangan tinggi. Materi yang kembali ke tingkat tenaga yang lebih rendah, melepaskan foton dengan tenaga-tenaga yang karakteristik yang sesuai dengan Δ E, yaitu perbedaan tenaga antara tingkat tereksitasi dan tingkat dasar rendah.

Sumber radiasi yang ideal untuk pengukuran serapan harus menghasilkan spektrum kontinyu dengan intensitas yang seragam pada keseluruhan kisaran panjang gelombang yang sedang dipelajari.

Sumber radiasi ultraviolet. Sumber-sumber radiasi ultraviolet yang kebanyakan digunakan adalah lampu hidrogen dan lampu deuterium. Mereka terdiri dari sepasang elektroda yang terselubung dalam tabung gelas dan diisi dengan gas hidrogen atau deuteraium pada tekanan yang rendah. Bila tegangan yang tinggi dikenakan pada elektroda-elektroda, maka akan dihasilkan elektron-elektron yang mengeksitasikan elektron-elektron lain dalam molekul gas ke tingkatan tenaga yang tinggi. Bila elektron-elektron kembali ke tingkat dasar mereka melepaskan radiasi yang kontinyu dalam daerah sekitar 180 nm dan 350 nm.

Sumber radiasi ultraviolet yang lain adalah lampu xenon, tetapi ia tidak se stabil lampu hidrogen. Sumber radiasi yang lain yang biasa digunakan pada spektroskopi absorpsi adalah lampu wolfram. Arus cahaya tergantung pada tegangan lampu menurut rumus sebagai berikut: (i = KV^n), dimana i = arus cahaya, V = tegangan, n = eksponen (3-4 pada lampu wolfram), variasi tegangan masih dapat diterima 0,2% pada suatu sumber DC, misalkan: baterai, lampu hidrogen atau lampu deuterium digunakan untuk sumber pada daerah UV. Keuntungan lampu wolfram adalah energi radiasi yang dibebaskan tidak bervariasi pada berbagai panjang gelombang.Untuk memperoleh tegangan yang stabil dapat digunakan transformator. Jika potensial tidak stabil kita akan mendapatkan energi yang bervariasi. Untuk mengatasi masalah ini maka dilakukan pengukuran transmitan larutan sampel selalu disertai larutan pembanding.

2. Monokromator

Sastrohamidjojo, H. (2001) menyatakan bahwa, sumber radiasi yang umum digunakan untuk menghasilkan radiasi kontinyu dalam kisaran panjang gelombang yang lebar. Dalam spektrometer, radiasi yang polikromatik ini harus diubah menjadi radiasi monokromotik. Ada dua jenis alat yang digunakan untuk mengurai radiasi polikromatik menjadi monokromatik yaitu *penyaring* dan *monokromator*. Monokromator merupakan serangkaian alat optik yang menguraikan radiasi polikromatik menjadi jalur-jalur yang efektif atau panjang gelombang-gelombang tunggalnya dan memisahkan panjang gelombang-

gelombang tersebut menjadi jalur-jalur yang sangat sempit (digunakan untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis).

Dalam spektrometer alat dapat juga berupa prisma ataupun grating. Untuk mengarahkan sinar monokromatis yang diinginkan dari hasil penguraian ini dapat digunakan celah. Jika celah posisinya tetap maka prisma atau gratingnya yang dirotasikan untuk mendapatkkan λ yang diinginkan.

3. Tempat cuplikan

Sastrohamidjojo, H. (2001) menyatakan bahwa, cuplikan pada daerah ultraviolet dan visible biasanya berupa gas atau larutan ditempatkan dalam sel atau kuvet. Untuk daerah ultraviolet biasanya digunakan quartz atau sel dari silika yang dilebur, sedangkan untuk daerah visible digunakan gelas biasa atau quartz. Sel yang digunakan untuk cuplikan yang berupa gas mempunyai panjang lintasan dari 0,1 hingga 100 nm, sedang sel untuk larutan mempunyai panjang lintasan tertentu dari 1 hingga 10 cm. Sebelum sel dipakai harus dibersihkan dengan air, dengan larutan detergen atau asam nitrat panas.

4. Detektor

Sastrohamdjojo (2001) menyatakan bahwa, setiap detektor menyerap tenaga foton yang mengenainya dan mengubah tenaga tersebut untuk dapat diukur secara kuantitatif seperti sebagai arus listrik atau perubahan-perubahan panas. Kebanyakan detektor menghasilkan sinyal listrik yang dapat mengaktifkan meter atau pencatat. Setiap pencatat harus menghasilkan sinyal yang secara kuantitatif

berkaitan dengan tenaga cahaya yang mengenainya. Persyaratan-persyaratan penting untuk detektor meliputi: 1) sensitivitas tinggi hingga dapat mendeteksi tenaga cahaya yang mempunyai tingkatan rendah sekalipun, 2) waktu respon yang pendek, 3) stabilitas yang lama untuk menjamin respon secara kuantitatif, dan 4) sinyal elektronik yang mudah diperjelas.

Detektor yang digunakan dalam ultraviolet dan visible disebut *detector fotolistrik*.

Konsentrasi larutan berwarna diukur dengan melihat absorbansi sinar. Pada daerah tampak konsentrasi dapat ditentukan dengan tiga teknik, yaitu kolorimetri atau kolorimetri visual, fotometri, dan spektrofotometri. Metode spektrofotometri dapat digunakan untuk mengukur absorbansi dalam daerah tampak dan ultraviolet (Khopkar, 1985)

3.6 Hipotesis

Berdasarkan uraian pada tinjauan pustaka dan landasan teori, maka dalam penelitian ini dirumuskan beberapa hipotesis sebagai berikut:

Hipotesis 1 : Kitin dari cangkang udang dapat menyerap kation besi (II) karena mempunyai gugus aktif amida dan amina.

Hipotesis 2 : Kitin dari cangkang udang dapat menyerap kation besi (II) secara optimum pada waktu kontak berkisar antara 20 sampai 30 menit dengan konsentrasi 1 ppm.

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan Penelitian

4.1.1 Alat-alat Penelitian

1. Ayakan 100 mesh
2. Alat-alat gelas
3. Pengaduk magnetic (magnetic stirrer)
4. Stopwatch
5. Spektrofotometri UV-Vis Hitachi U2010

4.1.2 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia produk E-merck dengan kemurnian p.a:

1. Bahan adsorben:cangkang udang yang sudah dikeringkan sebanyak 3 kg
2. Aquadest
3. Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$ $6H_2O$
4. 1,10 Ortophenantrolin
5. HCl 1 N
6. NaOH 3,5 %

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Preparasi Bahan Baku Adsorben

Sebanyak 3 kg cangkang udang yang sudah dibersihkan dikeringkan di bawah sinar matahari, setelah kering dipanaskan dalam oven pada suhu ± 60 °C. Cangkang kering dihaluskan sehingga ukurannya lolos pada ayakan 50-100 mesh.

4.2.2 Penyiapan Adsorben A

Sebanyak 60 gram cangkang ditambahkan 900 mL HCl dalam Erlenmeyer, aduk dengan pengaduk magnet pada temperatur kamar selama 30 menit, cuci dengan aqubidest dan keringkan. Hasilnya adalah adsorben A.

4.2.3 Penyiapan Adsorben B

Proses deproteinasi : sebanyak 90 gram cangkang udang halus ditambahkan NaOH 3,5% sebanyak 900 mL (perbandingan 1:10) dalam erlenmeyer, panaskan pada temperatur 65 °C selama 2 jam sambil diaduk, cuci dengan aquabidest dan keringkan dalam oven pada temperatur 60 °C.

Proses dimineralisasi : hasil deproteinasi sebanyak 60 gram ditambahkan 900 mL HCl 1 N, aduk dengan magnetik stirer pada temperatur kamar selama 30 menit, cuci dan keringkan. Hasilnya berupa kitin selanjutnya disebut adsorben B.

4.2.4 Pembuatan Larutan Induk Besi (II) 500 ppm

Untuk mendapatkan larutan besi (II) 500 ppm, 1,75 gr kristal Fe (NH_4) $(SO_4)_2$ $6H_2O$ dilarutkan dengan aquadest 500 mL.

4.2.5 Pembuatan Larutan 1,1 Ortophenantrolin 500 ppm

Untuk mendapatkan larutan 1,1 ortophenantrolin 500 ppm, 0,25 gr kristal 1,1 ortophenantrolin dilarutkan dengan etanol 500 mL.

4.2.6 Penentuan λ Maksimum Kompleks Besi (II) dengan Ortophenantrolin

Diambil 10 mL dari larutan induk 500 ppm dimasukkan dalam botol gelap, kemudian dikomplekskan dengan 10 mL larutan 1,1 ortophenantrolin 500 ppm, selanjutnya dianalisa dengan spektrofotometer UV-vis.

4.2.7 Penentuan Kesetabilan Kompleks Besi (II)

Kesetabilan kompleks ditentukan dengan mengambil 10 mL dari larutan induk 500 ppm, kemudian ditambah 10 ml dari larutan 1,1 ortophenantrolin 500 ppm, dan langsung diukur dengan spektrofotometer UV-vis selama 1800 detik.

4.2.8 Penentuan Kurva Standart Kalibrasi

Untuk penentuan kurva standart kalibrasi, terlebih dahulu dibuat larutan standart besi (II) yang diambil dari larutan induk besi (II) 500 ppm sebanyak 0,1 ; 0,2 ; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL untuk 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm. Kemudian masing-masing diencerkan dengan aquadest sampai 50 mL. Dari 50 mL, diambil 10 mL dan

dikomplekskan dengan 10 mL 1,1 ortophenantrolin 500 ppm. Selanjutnya diukur dengan UV-vis.

4.2.9 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorbsi Besi (II)

Sebanyak 0,55 gram adsorben A diinteraksikan dengan 10 mL Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$ $6H_2O$ konsentrasi 1 ppm dengan memvariasikan waktu pengocokan dari 5, 10, 15, 20 dan 30 menit. Kemudian disaring untuk memisahkan filtratnya. Filtrat yang didapat sebanyak 9 mL kemudian ditambah aquadest sampai 10 mL dan dikomplekskan dengan 1,1 ortophenantrolin 10 mL yang kemudian dianalisis dengan spektrofotometer UV-vis. Langkah tersebut diulang untuk adsorben B.

4.2.10 Adsorbsi Besi (II) pada berbagai Konsentrasi

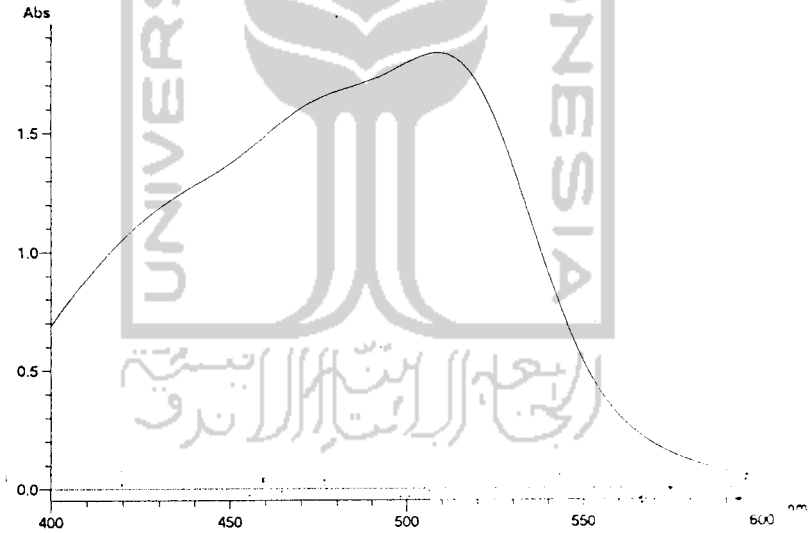
Sebanyak 0,55 gram adsorben A diinteraksikan dengan 10 mL Fe $(NH_4)_2$ $(SO_4)_2$ $6H_2O$ dalam erlenmeyer pada konsentrasi 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm dan dikocok selama 30 menit. Kemudian disaring untuk memisahkan filtratnya. Filtrat yang didapat sebanyak 9 mL kemudian ditambah aquadest sampai 10 mL dan dikomplekskan dengan 1,1 ortophenantrolin 10 mL yang kemudian dianalisis dengan spektrofotometer UV-vis. Langkah tersebut diulang untuk adsorben B.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Penentuan Optimasi Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II)

Sebelum dilakukan pengukuran lebih lanjut, tentu saja penting terlebih dahulu mengetahui panjang gelombang maksimum dari kation besi (II). Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang yang nantinya digunakan dalam semua pengukuran terhadap kompleks besi (II) ortophenantrolin. Kompleks besi (II) ortophenantrolina menyerap radiasi elektromagnetik pada daerah ultraviolet pada rentang panjang gelombang 400-600 nm.



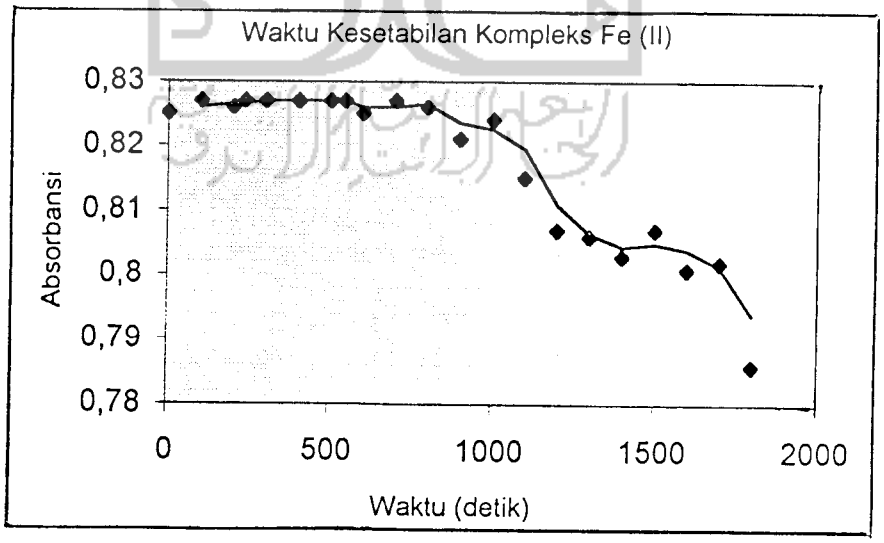
Gambar 4. Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin

Dari gambar 4 terlihat bahwa kompleks besi (II) ortophenatrolin mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 509 nm, dengan spektra kompleks yang berwarna merah. Pita serapan yang relatif tajam ini merupakan pita serapan konsentrasi transfer muatan dari logam ke ligan *(Metal to Ligan*

Carge Transfer). Hal ini menandakan bahwa larutan besi (II) telah membentuk kompleks dengan 1,10 ortophenantrolin secara sempurna pada panjang gelombang maksimal 509 nm.

5.2 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Besi (II) Ortophenantrolin

Waktu kesetabilan kompleks perlu diketahui karena sebuah logam memerlukan rentang waktu tertentu untuk membentuk kompleks yang stabil. Kesetabilan kompleks dapat diketahui dengan mengamati absorbansi senyawa kompleks besi (II) ortophenantrolin yang terbentuk. Pengukuran waktu kesetabilan kompleks dicatat setiap selang waktu tertentu, dalam penelitian ini setiap 100 detik hingga waktu 1800 detik. Hasil pengamatan waktu kesetabilan kompleks dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



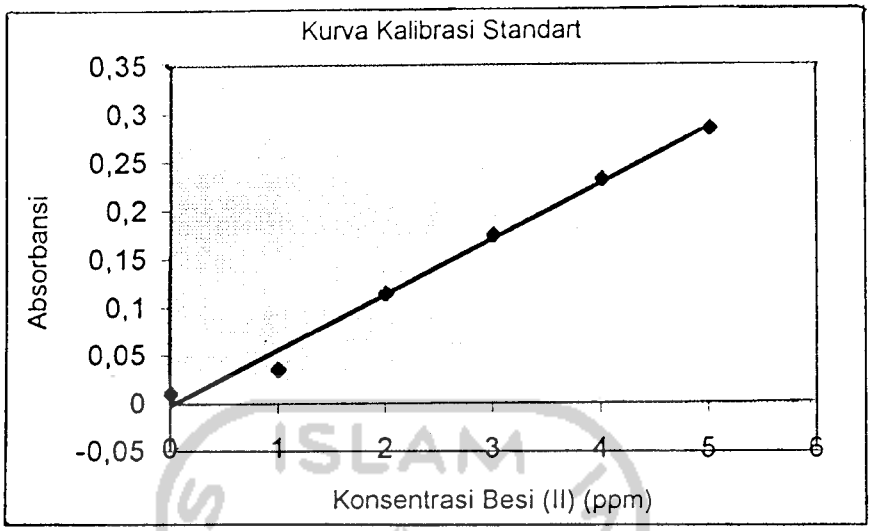
Gambar 5. Waktu Kesetabilan Kompleks Fe (II)

Dari gambar 5 terlihat bahwa pada saat larutan ditambah pengompleks (t=0) sampai dengan waktu 235 detik (t = 235) larutan tersebut masih belum stabil hal ini ditandai dengan naik turunnya absorbansi. Sampai dengan waktu 236 detik (t = 236) mulai tidak terlihat naik turunnya absorbansi secara signifikan dan cenderung untuk konstan, hal ini mulai menunjukkan adanya kesetabilan larutan kompleks tersebut yang terus berlanjut hingga detik ke 544 (t = 544). Pada saat t > 544 mulai terlihat kembali naik turunnya absorbansi dan terus berlangsung hingga detik ke 1800 (t=1800). Melihat hal tersebut dapat disimpulkan bahwa larutan kompleks besi (II) ortophenantrolin mempunyai waktu kesetabilan selama 5,13 menit. Jadi untuk pengukuran selanjutnya harus dilakukan pada waktu rentang 236 – 544 detik dari saat penambahan kompleks.

5.3 Penentuan Kurva Standar Kalibrasi Besi (II)

Untuk menentukan konsentrasi besi (II) dalam sampel diperlukan kurva kalibrasi. Untuk memperoleh kurva kalibrasi standar digunakan konsentrasi yang bervariasi dengan selang yang sama agar memperoleh grafik mendekati garis lurus atau harga koefisien korelasi mendekati 1. Untuk itu dibuat 6 buah larutan besi (II) dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm. Kurva kalibrasi standar besi(II) dapat dilihat pada gambar 6.

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
F. MIPA



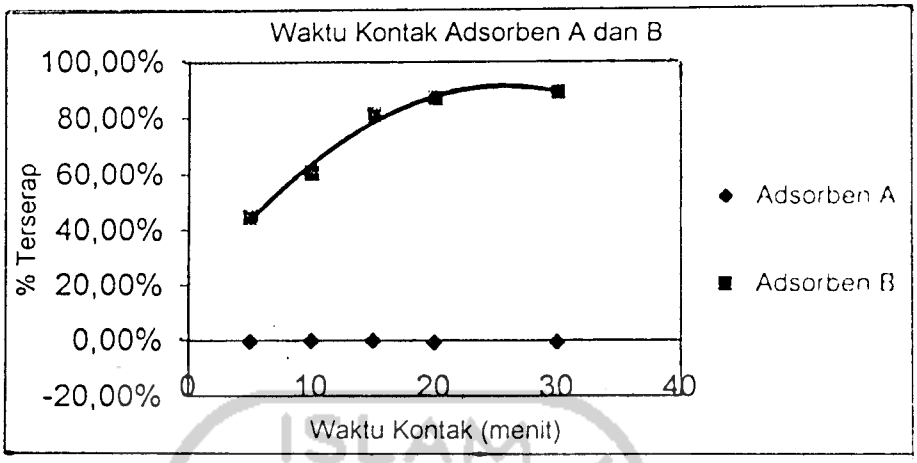
Gambar 6. Kurva Kalibrasi Standar pada λ 509 nm

Absorbansi hasil dari pengukuran tiap konsentrasi kemudian dihitung dan diplotkan. Dari hasil perhitungan diperoleh koefisien korelasi sebesar 0,9951, harga *slope* 0,0567 dan *intersep* 0,0016. Maka dengan menggunakan persamaan $y = bx + a$ dimana b adalah *slope* dan a adalah harga *intersep*, maka kita dapat menarik suatu persamaan regresi linier dari kurva di atas adalah:

$y = 0,0567x + 0,0016$

5.4 Adsorbsi Fe (II) pada Berbagai Variasi Waktu Kontak

Variasi waktu kontak diperlukan untuk menguji berapa lama waktu yang dibutuhkan adsorben kitin untuk menyerap secara maksimum logam Fe (II). Untuk pengujiannya divariasikan waktu pengadukan dari mulai 5, 15, 25, 20 dan 30 menit. Larutan yang diujikan adalah larutan Fe (II) dengan konsentrasi 1 ppm, dan menggunakan adsorben A dan B.



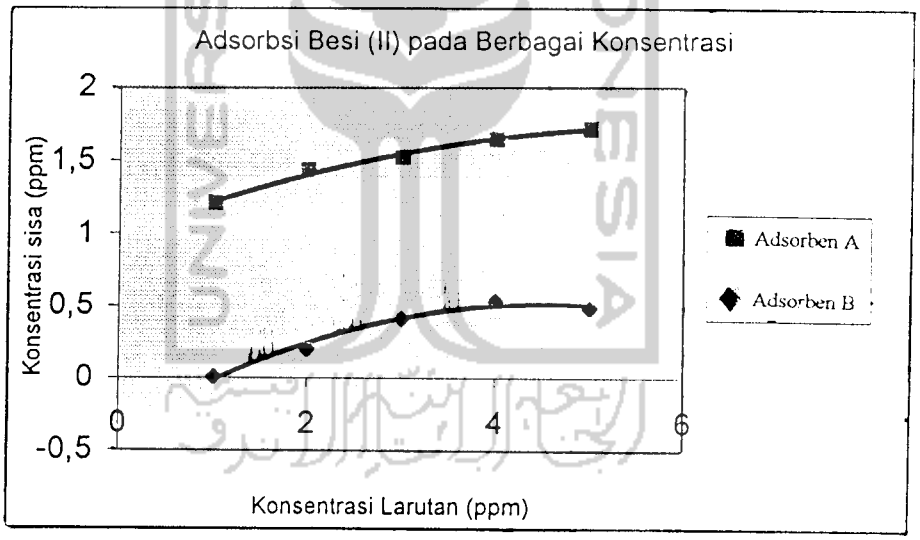
Gambar 7. Perbandingan serapan adsorben A dan B pada Variasi Waktu Kontak pada Konsentrasi (II) 1 ppm

Dari gambar 7 terlihat, pada adsorben A secara keseluruhan justru logam besi (II) mengalami penambahan, sehingga nilai % terserap adalah minus. Hal ini disebabkan karena dalam cangkang itu sendiri sudah banyak mengandung mineral besi.

Sedangkan pada adsorben B pada waktu kontak 5 menit jumlah besi (II) yang terserap hanya 44,63%. Hal ini terjadi karena pada waktu kontak antara 0 sampai 5 menit, jumlah besi (II) yang berinteraksi dengan gugus aktif adsorben masih sangat sedikit, sehingga konsentrasi besi (II) terlarut masih tinggi. Serapan besi (II) terhadap adsorben terus meningkat sampai waktu kontak antara 10-20 menit. Tetapi setelah ditingkatkan menjadi 30 menit, jumlah besi (II) yang terserap hanya mengalami peningkatan sedikit. Hal ini dimungkinkan karen semua gugus aktif amina pada adsorben telah tergantikan oleh besi (II), sehingga adanya penambahan waktu kontak tidak akan mempengaruhi jumlah besi (II) yang terserap.

5.5 Adsorbsi Besi (II) pada Berbagai Konsentrasi

Variasi konsentrasi dilakukan bertujuan untuk mengetahui kemampuan adsorben kitin untuk menyerap limbah dengan konsentrasi diatas ambang batas. Menurut Direktorat Penyelidikan Masalah Air, konsentrasi besi (II) dikatakan kurang baik bila dalam limbah terdapat lebih dari 1 ppm. Oleh karena itu untuk menguji kemampuan adsorben digunakan larutan besi (II) dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm. Hasil serapan adsorben kitin ditampilkan dalam gambar berikut:



Gambar 8. Perbandingan Serapan Adsorben A dan B pada Berbagai Konsentrasi

Dari gambar 8 terlihat, pada adsorben A secara keseluruhan justru kation besi (II) mengalami penambahan, sehingga nilai ppm-nya bertambah atau lebih besar dari 1. Hal ini disebabkan karena dalam cangkang itu sendiri sudah banyak mengandung mineral besi.

Sedangkan adsorben B menyerap kation besi (II) sangat baik dibandingkan dengan adsorben A, hal ini diperlihatkan dari konsentrasi sisa hasil penyerapan. Karena adsorben B mempunyai situs aktif adsorben yang spesifik dapat berikatan dengan logam maka kemampuan adsorben pada konsentrasi 5 ppm belum jenuh untuk mengikat katoin besi (II).

Pada adsorben B konsentrasi 1 ppm terjadi penyerapan yang cukup signifikan dengan sisa besi (II) 0,0070 ppm. Dan terus mengalami penurunan penyerapan oleh kitin terhadap kation besi (II), ditandai dengan sisa konsentrasi (ppm) yang besar pada konsentrasi 2 sampai 5 ppm. Hal ini disebabkan karena konsentrasi besi (II) yang terus ditingkatkan sampai 5 ppm, sedangkan jumlah adsorben B tetap. Pada saat kation besi (II) telah memenuhi rongga-rongga adsorben B dan tidak terjadi pertukaran ion sehingga setelah rongga-romgga pada adsorben telah penuh, maka kation besi (II) tidak akan terserap lagi.

Menurut keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup Kep-03/MENKLH/II/1991 menyebutkan bahwa batas maksimum keberadaan kation besi (II) dalam air limbah tidak boleh melebihi konsentrasi 1 ppm, oleh karena itu untuk penanganan air limbah dengan konsentrasi kation besi(II) lebih dari 1 ppm adsorben B layak digunakan sebagau penyerap kation tersebut..

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian mengenai pemanfaatan kitin dari cangkang udang sebagai adsorben besi (II) dapat disimpulkan bahwa:

1. Kitin dari cangkang udang dapat menjadi adsorben yang baik untuk kation Bei (II) apabila telah ditumbuk dan ukurannya menjadi 100 mesh dan telah melalui proses deproteinasi (penghilangan protein) dan demineralisasi (penghilangan mineral).
2. Penyerapan besi (II) optimum dengan mengatur waktu kontak 30 menit. Hal ini ditunjukkan dengan penyerapan sebanyak 90,48% oleh adsorben kitin, dan mampu menyerap konsentrasi 1 ppm ynag merupakan ambang batas yang diperbolehkan.

6.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang kemampuan penyerapan kitin dari cangkang udang tehadap logam-logam berat lainnya dan menggunakan metode yang lain.
2. Perlu dilakukan pencarian spesies udang sebagai adsorbennya.

DAFTAR PUSTAKA

Abdul Madjid, 2001, *Preparasi dan Karakterisasi Adsorben Selektif Tembaga (II) dan Kadmium (II) dari Cangkang Udang Windu (Phenaus monodon)*, Tesis S-2, UGM, Jogjakarta.

Austin. P.R., 1981, Chitin Solution and Purification of Chitin, Methods in Enzimology, vol. 161, *Biomass Partt* B.Ed.W.A., *Wood and* S.T. *Rellog,* Academic Press, San Diego.

Adamson, A.W., 1990, *Physical Chemistry of Surface*, Fourth Edition, John Wiley and Sons, NewYork.

Brine, C.J., 1984, *Chitin*, Accomplishment and Perspectives in Chitin, Chitosan and Related Enzymes, Academic Press Inc. Orlando, Florida.

Bastaman, S., 1989, *Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shells*, The Queen's University of Belfast, England.

Chen, H.M., and S.P. Meyers, 1982, Extration of Astaxantin Pigment from CrawfishWasting Using a Soy Oil Process, *J. Food Sci.*, 47, 892-896.

Cahyaningrum, S.E., 2001, *Karakteristik Adsorbsi Ni (II) dan Cd (II) pada Kitosan dan Kiton Sulfat dari Cangkang Udang Windu (Phenaus monodon)*, Tesis S-2, UGM, Jogjakarta.

Cotton, Wilkinson, 1989, *Kimia Anorganik dasar*, Penerbit UI- Press, Jakarta.

Day, R.A., Underwood, A.L., 1980, *Quantitative Analysis*, Emory University.

Darmono, 1995, *Logam dalam Sistem Biologi Mahluk Hidup*, UI press, Jakarta.

Darjito, 2001, *Karakteristik Adsorbsi Co (II) dan Cu (II) pada Adsorben Kitosan Sulfat*, Tesis S-2, UGm, Jogjakarta.

Endang S., 1997, *Analisis Kandungan Kitin dalam Limbah Kulit Udang*, Laporan Penelitian, UNS, Semarang.

Erny, D.T., 1999, *Penghilangan Kadmium (Cd) dengan Menggunakan Kitosan*, Proceding Seminar Nasional Kimia V, Yogyakarta.

Hancock, I.C.D.R., 1996, *Mechanism of Passive Sorption of Heavy Metals By Biomass and Biological Products In Symposium and Workshop on*

Heavy Metal Bioaccumulation, IUC Biotechnology, Gadjah Mada University, Yogyakarta.

Harris, P.O.dan G.J. Ramellow, 1990, Binding of Metal Ion by Particulate Biomass Derived from Chlorella Vulgrais and Deenesdesmus guandricanda,*Environ, Sci. Tecnol, 24, 220-227.*

Hughes, M.N., and Poole, R.K., 1989, *Metals and Microorganisms*, Chapman and Hall, London.

Jin, X., and Bailey, G.W., 1996, Kinetics of Singleand Multiple Metal Ion Sorption Processes on Humic Substances, *Soil Seince*, 161, 509-520.

Khopkar, S.M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik, Penerbit UI-Press, Jakarta.

Lynam, M. M., J.E. Kliduff., and W.J., Weber Jr., 1995, Adsorption of p-Nitrophenol from Dilute Aqueous Solution, *J. of Chem. Educ.*, 72, 80-84.

Mahatmanti, F.W., 2001, *Studi Adsorbsi Ion Logam Seng (II) dan Timbal (II) pada Kitosan dan Kitosan Sulfat dari Cangkang Udang Windu (Phenaus monodon)*, Tesis S-2, UGM, Jogjakarta.

Manahan, S.E.,1994, *Enviromental Chemistry*, Sixth Edition, Lewis Publishers,London.

Muzzarelli, R.A.A., 1997, *Chitin*, Pergamon Press.

Muzzarelli, R.A.A., 1985, *Chitin in the Polysaccharides*, Vol. 3, 147, Academic Press Inc, Orlando, San Diego.

Muzzarelli, R.A.A., and O. Tubertini,1970, Separation of Trace Elements of Sea Water, Brine and Sodium and Magnesium Salt Solution by Chromatography on Chitosan, *J. Chromatography*, 56, 414-420.

Muzzarelli, R.A.A., 1971, Selective Collection of Trace Metal Ions by Percipitation of Chitosan and New Derivatesof Chitosan, *Anal.Chim Acta.*, 54, 133-142.

Mitani, T., Fukomoro, N., Yoshimoto, C., and Ishii, H., 1991, Effect of Counter Ion (SO_4^{2-} and Cl^-) on the Adsorption of Copper and Nickel Ions by Swolleb Chitosan Beads, *Agric. Biol. Chem*, 55, 2419.

Mitani, T., Okumuro, C., Yamashita, T., and Ishii, H., 1995, Adsorption of Benzoic Acid and Its Derivates to Swollen Chitosan Beads, *Biosci. Biotech. Biochem.* 59, 927-928.

Modrzejewska, Z., and Kaminski, W., 1999, Separation of Cr(IV) On Chitosan Membranes, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38, 4946-4950.

Maludzinska, G., 1990, *Dictionary of Analytical Chemistry*, Elsevier, New York.

No, H.K., Meyer, S.P., Lee, K.S., 1989, Isolation and Caracterization of Chitin from Crawfish Shell Waste, *J. Agric. Food. Chem*,37, 575-579.

Oscik, J., 1982, *Adsorption*, John Wiley, Chicester.

Petruci, 1987, *Kimia Dasar Prinsip dan Terapan Modern*, Alih bahasa: Suminar edisi 3, Penerbit Erlangga, Jakarta.

Pinoti, A., Bevilaacqua, A., and Naritzky, H., 1997, Optimization of Flocculation Stage in a Model System of a Food Emulsion Waste Using Chitosan as Plyelectrolite, *J. Food. Engineering*, 32, 69-81.

Shaw, D.J., 1983, *Introduction to Colloid an Surface Chemistry*. Butterworth and Co. Ltd, New York.

Stevenson, F.J., 1994, *Humus Chemistry, Genesis, Composition, Reaction*, Second Edition, John Wiley and Sons, New York.

Suhardi, 1993, *Khitin dan Khitosan*, PAU Pangan dan Gizi, Universitas Gadjah Mada, Yogayakarta.

Seichi, M., M. Miya, R. Iwamoto, and S. Yoshikawa, 1983, Highly Deacetylated Chitosan and Its Properties, *J. Appl. Polymer Sci.*, 12.

Svehla, G., 1985, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, Bagian Ke dua, Edisi ke lima, Penerbit PT. Kalman Media Pusaka, Jakarta.

Sastrohamidjojo, H., 2002, *Spektroskopi*, Penerbit Liberty, Yogyakarta.

Stum, W., and J.J. Morgan, 1981, *Aquatic Chemistry*, John Wiley and Sons, New York.

Windolz, 1983, *The Merck Index : An Encyclopediaof Chemicals, Drugs and Biologicals*, 10th ed, Merck and Co, Inc., USA.

Zikakis, J.P., 1984, *Chitin, Chitosan, and Related Enzymes*, Academic Press, Inc., Toronto.

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan Standart

1. Untuk membuat larutan standart besi (II) terlebih dahulu kita buat larutan induk 500 ppm yang nantinya diencerkan sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan. Untuk membuatnya dengan menggunakan 1,75 gram kristal Fe (NH_4) $(SO_4)_2$ $6H_2O$ yang dilarutkan dengan menggunakan aquadest hingga 500 mL menggunakan labu ukur 500 mL.
2. Pembuatan larutan standart besi (II) dengan mengencerkan larutan induk 500 ppm.

   - Konsentrasi 1 ppm dalam labu ukur 50 mL

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

   $$V_1 \times 500 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 1 \text{ ppm}$$

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

   0,1 mL diencerkan menggunakan aquadest sampai 50 mL

   - Konsentrasi 2 ppm dalam labu ukur 50 mL

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

   $$V_1 \times 500 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 2 \text{ ppm}$$

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

   0,2 mL diencerkan menggunakan aquadest sampai 50 mL

- Konsentrasi 3 ppm dalam labu ukur 50 mL

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

$$V_1 \times 500 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 2 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0{,}3 \text{ mL}$$

0,3 mL diencerkan menggunakan aquadest sampai 50 mL

- Konsentrasi 4 ppm dalam labu ukur 50 mL

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

$$V_1 \times 500 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 3 \text{ ppm}$$

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

0,4 mL diencerkan menggunakan aquadest sampai 50 mL

- Konsentrasi 5 ppm dalam labu ukur 50 mL

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

$$V_1 \times 500 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 4 \text{ ppm}$$

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

0,5 mL diencerkan menggunakan aquadest sampai 50 mL

Lampiran 2. Penentuan Kesetabilan Kompleks

Kesetabilan kompleks diuji dengan menggunakan larutan besi (II) dengan konsentrasi 500 ppm sebanyak 10 mL dan dikomplekskan menggunakan 1,1 ortophenantrolin 500 ppm sebanyak 10 mL. Waktu pengujian selama 30 menit dan dihitung setiap 100 detik. Hasil absorbansi ditampilkan pada tabel berikut:

No.	Waktu (detik)	Absorbansi
1	0	0,825
2	100	0,827
3	200	0,826
4	300	0,827
5	400	0,827
6	500	0,827
7	600	0,825
8	700	0,827
9	800	0,826
10	900	0,821
11	1000	0,824
12	1100	0,815
13	1200	0,807
14	1300	0,806
15	1400	0,803
16	1500	0,807
17	1600	0,801
18	1700	0,802
19	1800	0,786

Lampiran 3. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standart

Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah metode standart kalibrasi sehingga untuk menghitung sampel yang ingin diketahui maka harus terlebih dahulu mengetahui persamaan kurva kalibrasi tersebut.

Untuk membuat kurva kalibrasi digunakan 6 larutan dengan konsentrasi yang berbeda yaitu 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm sebanyak 10 mL yang dikomplekskan dengan 1,1 ortophenantrolin. Hasil pengukuran ditampilkan pada tabel berikut:

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0	0,010
2	1	0,035
3	2	0,115
4	3	0,175
5	4	0,233
6	5	0,285

Dengan menggunakan persamaan regresi linier: $y = bx + a$, dimana b adalah *slope dan* a adalah *intersep*, didapat nilai sebagai berikut:

$r = 0{,}9951$ $b = 0{,}0567$ $a = 0{,}0016$

Sehingga dapat ditarik persamaan:

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA PERPUSTAKAAN FMIPA

Lampiran 4. Perhitungan Konsentrasi pada Variasi Waktu Kontak

Dengan menggunakan kurva persamaan kalibrasi maka kita dapat menghitung konsentrasi larutan tersebut setelah kita mengukur absorbansinya.

Persamaan kurva kalibrasinya adalah:

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

Dengan menggunakan larutan dengan konsentrasi 1 ppm kemudian diinteraksikan dengan adsorben A dengan mengatur waktu pengadukan dari 5, 10, 15, 20 dan 30 menit, hasil pengukuran dengan Spektrofotometri UV-Vis ditampilkan dalam tabel berikut:

No.	Waktu Kontak (menit)	Absorbansi	% Terserap
1	5	0,080	~0
2	10	0,087	~0
3	15	0,087	~0
4	20	0,093	~0
5	30	0,078	~0

1. Untuk waktu 5 menit (y = 0,080)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}080 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}080 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 1{,}3827$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\%\ \text{terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1\ \text{ppm} - 1{,}3827}{1\ \text{ppm}} \times 100\ \%$$

$$= -0{,}3827\%$$

2. Untuk waktu 10 menit (y = 0,087)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}087 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}087 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 1{,}5061$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 1{,}5061}{1 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= -0{,}05061\%$$

3. Untuk waktu 10 menit (y = 0,087)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}087 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}087 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 1{,}5061$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 1{,}5061}{1 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= -0{,}05061\%$$

4. Untuk waktu 20 menit (y = 0,093)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}093 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}093 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 1{,}6119$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 1{,}6119}{1 \text{ ppm}} \times 100\ \%$$

$$= -0{,}6119\%$$

5. Untuk waktu 30 menit (y = 0,078)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}078 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}078 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 1{,}3474$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 1{,}3474}{1 \text{ ppm}} \times 100\ \%$$

$$= -0{,}3474\%$$

Dengan menggunakan kurva persamaan kalibrasi maka kita dapat menghitung konsentrasi larutan tersebut setelah kita mengukur absorbansinya.

Persamaan kurva kalibrasinya adalah:

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

Dengan menggunakan larutan dengan konsentrasi 1 ppm kemudian diinteraksikan dengan adsorben B dengan mengatur waktu pengadukan dari 5, 10, 15, 20 dan 30 menit, hasil pengukuran dengan Spektrofotometri UV-Vis ditampilkan dalam tabel berikut:

No.	Waktu Kontak (menit)	Absorbansi	% Terserap
1	5	0,033	44,63%
2	10	0,024	60,50%
3	15	0,012	81,27%
4	20	0,0088	87,31%
5	30	0,0077	89,11%

1. Untuk waktu 5 menit (y = 0,033)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}033 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}033 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 0{,}5537$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\%\ \text{terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1\ \text{ppm} - 0{,}5537}{1\ \text{ppm}} \times 100\ \%$$

$$= 44{,}63\%$$

2. Untuk waktu 10 menit (y = 0,024)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}024 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}024 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 0{,}3950$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 0{,}3950}{1 \text{ ppm}} \times 100\ \%$$

$$= 60{,}50\%$$

3. Untuk waktu 15 menit (y = 0,012)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}012 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = \frac{0{,}012 - 0{,}0016}{0{,}0567}$$

$$x = 0{,}1873$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 0{,}1873}{1 \text{ ppm}} \times 100\ \%$$

$$= 81{,}27\%$$

4. Untuk waktu 20 menit (y = 0,0088)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0088 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = 0{,}0088 - 0{,}0016$$

$$x = \frac{0{,}0567}{0{,}1269}$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 0{,}1269}{1 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 87{,}31\%$$

5. Untuk waktu 30 menit (y = 0,0077)

$$y = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0077 = 0{,}0567x + 0{,}0016$$

$$0{,}0567x = 0{,}0077 - 0{,}0016$$

$$x = \frac{0{,}0567}{0{,}1089}$$

Jadi jumlah persen Fe (II) yang terserap adalah:

$$\% \text{ terserap} = \frac{\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir}}{\text{konsentrasi awal}}$$

$$= \frac{1 \text{ ppm} - 0{,}1089}{1 \text{ ppm}}$$

$$= 89{,}11\%$$

Lampiran 5. Perhitungan pada Variasi Konsentrasi

Dengan menggunakan kurva persamaan kalibrasi maka kita dapat menghitung konsentrasi larutan tersebut setelah kita mengukur absorbansinya

Persamaan kurva kalibrasinya adalah:

$$y = 0.0567x + 0.0016$$

Maka dari persaman tersebut kita dapat menghitung konsentrasi sisa yang telah terserap oleh adsorben, disajikan dalam tabel berikut ini:

Untuk adsorben A:

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (y)	Konsentrasi sisa (x)
1	1	0.070	1,2063
2	2	0,0083	1,4356
3	3	0,088	1,5238
4	4	0,095	1,6472
5	5	0,099	1,7178

Untuk adsorben B:

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (y)	Konsentrasi sisa (x)
1	1	0.002	0,00705
2	2	0,013	0,2010
3	3	0,025	0,4126
4	4	0,032	0,5361
5	5	0,029	0,4832