

**Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu
Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch***

SKRIPSI

oleh:
TRIANA NUR KHAYATI
0810923027



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2012

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu
Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch***

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:
TRIANA NUR KHAYATI
0810923027



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2012

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu
Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch***

oleh :

**Triana Nur Khayati
0810923027**

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

**Dr. Barlah Rumhayati, M.Si
NIP. 19740429 200003 2 001**

**Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si
NIP. 19770705 200312 2 001**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Triana Nur Khayati

NIM : 0810923027

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch*

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,

Yang menyatakan,

(Triana Nur Khayati)

NIM. 0810923027

Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch*

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dipelajari adsorpsi nitrat dengan sistem *batch* menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit. Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan karakteristik adsorben kitosan ferihidrit, pengaruh massa adsorben dan pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi nitrat. Karakteristik dari adsorben kitosan ferihidrit berbentuk serbuk dengan ukuran $< 250 \mu\text{m}$ dan berwarna merah kecoklatan. Hasil analisa dari XRD menunjukkan bahwa pasta yang digunakan sebagai adsorben ini benar ferihidrit bukan goetit dan hematit. Berdasarkan spektra IR menunjukkan bahwa adanya perbedaan intensitas serapan antara kitosan dengan kitosan ferihidrit berikatan silang dengan glutaraldehid. Massa adsorben yang diamati adalah 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,1 dan 0,2 gram. Pengaruh waktu kontak diamati pada variasi waktu 30, 60, 120, 1200 dan 1440 menit. Adsorpsi dilakukan dengan menggunakan larutan nitrat 30 mg NO_3^- /L pH 5. Konsentrasi larutan nitrat sebelum dan setelah adsorpsi ditentukan secara spektrofotometri dengan metode fenol sulfat pada panjang gelombang 410 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa massa adsorben optimum adalah 0,1 gram dengan persentase nitrat teradsorpsi adalah $90,8\% \pm 0$. Waktu kontak optimum diperoleh pada 120 menit dengan jumlah nitrat teradsorpsi $2,1 \text{ mg NO}_3^-/\text{g adsorben} \pm 0$.

Kata kunci: *adsorpsi, nitrat, kitosan-ferihidrit, massa adsorben, waktu kontak.*

The Effect of Chitosan-Ferrihidrit Adsorbent Mass and Contact Time to Nitrate Adsorption by Batch System

ABSTRACT

Nitrate adsorption has been investigated using chitosan ferrihydrite adsorbent by batch system. The objectives of this research were to determine the characteristic of the adsorbent chitosan ferrihidrit, effect of adsorbent mass and contact time to nitrate adsorption. Characteristics of chitosan adsorbent ferrihidrit powder with a size < 250 μm and maroon. The results of XRD analysis showed that the paste is used as an adsorbent is true ferrihidrit not goetit and haematit. Based on the IR spectra showed that the difference in absorption intensity between the chitosan with chitosan ferrihidrit crosslinking with glutaraldehyde. The effect of adsorbent mass was investigated at 0.005; 0.01; 0.03; 0.05; 0.1 and 0.2 grams. The contact time effect was determine various contact time of 30, 60, 120, 1200 and 1440 minutes. Adsorption experiment was carried out using nitrate solution 30 mg NO_3^-/L . Nitrate concentration in solution before and after adsorption was determined spectrophotometric using phenol sulphate method at 410 nm wavelength. Results showed that the optimum adsorbent mass was reached at 0,1 gram with percent of nitrate adsorbed was $90,8\% \pm 0$. The optimum contact time was 120 minutes with the amount of nitrate adsorbed was 2,1 mg NO_3^-/g adsorbent ± 0 .

Keywords: Adsorption, nitrate, chitosan-ferrihidrit, mass of adsorbent, contact time.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit dan Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Sistem *Batch*”**, sebagai salah satu persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini tidak lepas bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terma kasih atas semua bantuan, dorongan, dan bimbingan yang telah diberikan, baik secara langsung maupun tidak langsung, khususnya kepada:

1. Dr. Barlah Rumhayati, M.Si selaku dosen pembimbing atas bimbingan, pengarahan, dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama penyusunan skripsi ini.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.
4. Dosen Peninjau, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk menyempurnakan tugas akhir.
5. Drs Budi Kamulyan selaku dosen pembimbing akademik, serta seluruh dosen kimia, atas saran serta ilmu yang bermanfaat di bidang akademik.
6. Kedua orang tua tercinta dan keluarga penulis yang selalu memberikan doa, semangat, kasih sayang, dan dukungan hingga terselesainya skripsi ini.
7. Staf pengajar dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua bantuan yang diberikan.
8. Semua rekan – rekan di Jurusan Kimia, terutama angkatan 2008 yang telah memberikan semangat dan motivasi selama masa studi hingga terselesaikannya skripsi ini.

Semoga semua bantuan, dorongan dan bimbingan yang telah diberikan akan diterima sebagai amal sholeh dan mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT.

Penulis menyadari dengan segala keterbatasan pengetahuan, skripsi ini masih jauh dari sempurna. Dengan kerendahan hati penulis mengharapkan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan sebagai informasi bagi pihak yang memerlukannya.

Malang, Juni 2012

Penulis



DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Adsorpsi	5
2.2 Nitrat	6
2.3 Kitosan	7
2.4 Ferrihidrit	8
2.5 Metode Analisa Nitrat	10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	11
3.3 Tahapan Penelitian	11
3.4 Cara Kerja Penelitian	12
3.4.1 Preparasi Butiran Kitosan-Ferrihidrit berpengikat silang Glutaraldehid.....	12
3.4.1.1 Pembuatan Pasta Ferrihidrit	12
3.4.1.2 Pembuatan Larutan Kitosan	12

3.4.1.3	Pembentukan butiran kitosan-ferihidrit	12
3.4.1.4	Pembentukan serbuk kitosan-ferihidrit berpengikat silang glutaraldehid.....	13
3.4.1.5	Karakterisasi dengan IR	13
3.4.1.6	Karakterisasi dengan Difraksi sinar-X	13
3.4.2	Preparasi Analit.....	14
3.4.2.1	Larutan Induk.....	14
3.4.2.2	Pembuatan Kurva Baku	14
3.4.3	Adsorpsi Nitrat pada Kitosan-Ferihidrit dengan berbagai Variasi Massa Adsorben.....	14
3.4.4	Adsorpsi Nitrat pada Kitosan-Ferihidrit dengan berbagai variasi waktu kontak	15
3.4.5	Analisa Nitrat Sebelum dan Setelah Adsorpsi	15
3.4.6	Analisa Data.....	16
3.4.7	Analisa Statistik.....	17

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Karakteristik Adsorben Kitosan Ferihidrit.....	19
4.2	Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit terhadap Adsorpsi Nitrat.....	22
4.3	Pengaruh Waktu Kontak Kitosan-Ferihidrit terhadap Adsorpsi Nitrat.....	25

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan.....	27
5.2	Saran	27

DAFTAR PUSTAKA	28
-----------------------------	----

LAMPIRAN	31
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Kitosan..... 7
Gambar 2.2	Ilustrasi Ferrihidrit dalam Senyawa Besi Oksida..... 9
Gambar 4.1	Serbuk Kitosan-Ferrihidrit berpengikat silang Glutaraldehyd 19
Gambar 4.2	Hasil Spektra XRD Standar Ferrihidrit (Hitam) dan Pasta Ferrihidrit (Merah).....20
Gambar 4.3	Hasil Spektra IR Adsorben Kitosan (Hitam), Kitosan-Ferrihidrit (Hijau) dan Kitosan-Ferrihidrit Berikatan Silang Glutaraldehyd (Ungu).....22
Gambar 4.4	Kurva Pengaruh Massa Adsorben Kitosan Ferrihidrit terhadap % nitrat teradsorpsi.....23
Gambar 4.5	Ilustrasi Interaksi Elektrostatik antara gugus amina terprotonasi dan gugus kation hidroksida dengan nitrat 24
Gambar 4.6	Kurva Pengaruh Waktu Kontak terhadap Massa Teradsorpsi 25
Gambar B.1	Kurva Baku Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben..... 33
Gambar B.2	Kurva Pengaruh Massa Adsorben terhadap % Teradsorpsi 35
Gambar B.3	Kurva Pengaruh Waktu Kontak terhadap Massa Nitrat Teradsorpsi..... 37

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1	Analisis Sidik Ragam.....17
Tabel 4.1	Data Perbandingan nilai 20 pasta ferihidrit dengan nilai 20 data standar ferihidrit, goetit dan hematit.....21
Tabel B.1	Data Absorbansi Kurva Baku Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben 33
Tabel B.2	Data Absorbansi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben 34
Tabel B.3	Data Konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben 34
Tabel B.4	Data % Massa Nitrat Teradsorpsi untuk Pengaruh Massa Adsorben.. 35
Tabel B.5	Data Absorbansi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Waktu Kontak. 36
Tabel B.6	Data Konsentrasi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Waktu Kontak..... 36
Tabel B.7	Data Massa Nitrat Teradsorpsi (Q) untuk Pengaruh Waktu Kontak..... 37
Tabel C.1.1	Data Statistik Massa Adsorben Optimum..... 38
Tabel C.1.2	Analisis sidik ragam satu arah % NO ₃ ⁻ Teradsorpsi terhadap variasi massa adsorben..... 40
Tabel C.1.3	Pengaruh variasi massa adsorben terhadap uji BNT..... 41
Tabel C.2.1	Data Statistik Waktu Kontak Optimum. 41
Tabel C.2.2	Analisis sidik ragam satu arah massa NO ₃ ⁻ Teradsorpsi terhadap variasi waktu kontak.. 43
Tabel C.2.3	Pengaruh variasi waktu kontak terhadap uji BNT ... 44

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A	Perhitungan	31
Lampiran B	Data dan Hasil	33
Lampiran C	Analisis Statistik	38
Lampiran D	Skema Kerja	45



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam air minum terdapat banyak sekali kandungan ion-ion yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia [1], misalnya ion nitrat. Nitrat dalam air tanah dapat berasal dari buangan limbah domestik maupun sisa pupuk buatan. Kandungan nitrat dalam air minum tidak boleh lebih dari 10 mg NO_3/L [2]. Nitrat sangat berbahaya apabila masuk ke dalam tubuh makhluk hidup. Jumlah nitrat yang lebih besar dalam usus cenderung untuk berubah jadi nitrit yang dapat bereaksi langsung dengan hemoglobin dalam darah membentuk methaemoglobin yang dapat menghalangi perjalanan oksigen di dalam tubuh. Pada orang dewasa mungkin tidak menyebabkan toksik karena mempunyai toleransi yang tinggi untuk ion nitrat dalam air, tetapi untuk bayi ini akan bersifat toksik dan akan mengakibatkan penyakit jantung yang disebut dengan sindrom bayi biru [3].

Untuk menghilangkan nitrat dalam air minum dapat melalui proses secara biologi yaitu dengan metode denitrifikasi, metode ini menggunakan bantuan bakteri seperti *Thiomicrospira denitrificans* dan *Thiobacillus denitrificans*. Dengan bantuan bakteri tersebut metode ini tidak berbahaya, prosesnya lebih mudah, tetapi biaya untuk penanganan gas hidrogen yang dihasilkan pada proses tersebut cukup mahal. Selain itu terdapat metode- metode yang lain misalnya metode pertukaran ion, *reverse osmosis*, elektrodialisis, pengendapan [3]. Metode- metode tersebut masih mempunyai banyak kelemahan, misalnya pada elektrodialisis membutuhkan biaya yang mahal untuk elektroda, *reverse osmosis* efektif tetapi prosesnya kurang cepat karena membutuhkan tekanan yang cukup besar dan konsumsi listrik yang besar, metode pertukaran ion kelemahannya belum dikembangkan resin penukar ion yang selektif terhadap ion nitrat. Metode yang paling banyak digunakan untuk mengurangi nitrat dalam air minum yaitu adsorpsi karena aman, tidak memerlukan alat yang rumit, tidak memberikan efek samping bagi kesehatan dan mudah pengerjaannya serta adsorbennya dapat di daur ulang [4].

Adsorpsi merupakan salah satu cara yang digunakan untuk menghilangkan atau menurunkan konsentrasi nitrat. Proses adsorpsi

merupakan peristiwa penyerapan adsorbat pada permukaan adsorben. Adsorpsi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu luas permukaan, jenis dan sifat adsorben, sifat adsorbat, pH larutan, waktu kontak, konsentrasi adsorbat, dan suhu [5].

Salah satu adsorben yang digunakan untuk menghilangkan nitrat yaitu kitosan, kitosan merupakan turunan dari kitin yang dihasilkan dari deasetilasi basa dari molekul kitin. Kitin dapat diperoleh dari sumber daya alam yang cukup melimpah dan dapat diperbaharui [6]. Penggunaan kitosan untuk adsorben ini dikarenakan kitosan dapat mengurangi kadar nitrat dalam perairan [7], biaya produksinya rendah, adsorben yang ramah dengan lingkungan, efektif pada konsentrasi ionik rendah dan memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi. Kitosan mempunyai sifat yang mudah larut dalam asam, sehingga untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi perlu penambahan adsorben ferrihidrit. Ferrihidrit dapat dibuat melalui reaksi presipitasi dengan garam besi nitrat ditambahkan larutan basa NaOH [8] dan termasuk adsorben yang baik dalam sistem perairan karena memiliki luas area permukaan lebih besar dari 200 m²/gram [9]. Oleh karena itu kitosan dicampur dengan ferrihidrit untuk mengadsorpsi nitrat. Adsorpsi dimungkinkan terjadi karena adanya interaksi elektrostatis antara ion nitrat dengan adanya gugus aktif kation hidroksida pada pH di bawah 7,8.

Pada penelitian ini digunakan adsorpsi dengan sistem *batch* menggunakan adsorben kitosan ferrihidrit berikatan silang dengan glutaraldehid. Sistem *batch* merupakan metode adsorpsi yang paling efisien dan tidak membutuhkan biaya yang cukup mahal. Adsorben kitosan ferrihidrit akan berinteraksi secara maksimal dengan nitrat dibandingkan dengan sistem kontinyu. Pada sistem kontinyu adsorben kitosan ferrihidrit akan berinteraksi dengan adsorbat yang hanya mengalir melewati adsorben, dimungkinkan adsorben kitosan ferrihidrit tidak mampu berinteraksi secara maksimal dengan adsorbat.

Dalam adsorpsi sistem *batch* ini dilakukan variasi massa adsorben kitosan ferrihidrit dan variasi waktu kontak. Massa adsorben akan berpengaruh terhadap proses adsorpsi. Semakin meningkat massa adsorben maka persentase massa nitrat teradsorpsi juga semakin meningkat. Hal ini dikarenakan jumlah partikel yang teradsorpsi semakin banyak. Waktu kontak merupakan suatu

parameter fisik yang menunjukkan lama kontak antara adsorben dengan adsorbatnya. Hal ini akan mempengaruhi kemampuan adsorpsi, dengan lamanya waktu kontak dapat menentukan kapasitas maksimum suatu adsorben. Adsorpsi akan berjalan cepat di awal proses dan semakin lambat jika mendekati kesetimbangan.

Oleh karena itu untuk menentukan massa adsorben optimum dilakukan variasi massa adsorben dan menentukan tercapainya kesetimbangan adsorpsi dilakukan variasi waktu kontak.

1.2 PERUMUSAN MASALAH

Berdasarkan uraian dari latar belakang di atas maka masalah dalam penelitian ini ialah:

1. Bagaimana karakteristik adsorben kitosan-ferihidrit?
2. Bagaimana pengaruh variasi massa adsorben terhadap adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang glutaraldehid?
3. Bagaimana pengaruh waktu kontak selama proses adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang glutaraldehid?

1.3 BATASAN MASALAH

Batasan masalah dari penelitian ini ialah:

1. Larutan uji yang digunakan adalah larutan NaNO_3 dengan konsentrasi $30 \text{ mg NO}_3^-/\text{L}$.
2. Adsorben yang digunakan ialah kitosan ferihidrit berikatan silang dengan glutaraldehid berbentuk serbuk.
3. Massa ferihidrit yang digunakan ialah 2,5 gram.
4. Konsentrasi larutan glutaraldehid yang digunakan ialah $0,05 \text{ mg/L}$.
5. pH larutan nitrat yang diteliti adalah 5.
6. Variasi massa adsorben yang diteliti adalah 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,1 dan 0,2 gram.
7. Variasi waktu kontak yang diteliti adalah 30, 60, 120, 1200 dan 1440 menit.

1.4 TUJUAN

Tujuan dalam penelitian ini ialah:

1. Mempelajari karakteristik adsorben kitosan-ferihidrit.

2. Mempelajari pengaruh variasi massa adsorben terhadap adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang glutaraldehid.
3. Mempelajari pengaruh waktu kontak selama proses adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang glutaraldehid.

1.5 MANFAAT

Manfaat dari penelitian ini ialah diperoleh informasi massa adsorben dan waktu kontak optimum untuk adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang dengan glutaraldehid.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses fisik atau kimia dimana senyawa hanya berhubungan di permukaan (interface) antar dua fase. Interface merupakan suatu lapisan yang homogen antara dua permukaan yang saling berhubungan. Zat yang diserap disebut dengan fase terserap atau dapat disebut dengan adsorbat, sedangkan zat yang menyerap disebut dengan adsorben. Sesuai dengan jenis ikatan yang terdapat antara bahan yang diadsorpsi dan adsorbennya, maka dibedakan menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika disebabkan oleh interaksi antara adsorben dengan adsorbat karena adanya ikatan hidrogen dan gaya tarik Van Der Waals. Sedangkan adsorpsi kimia disebabkan oleh interaksi antara elektron- elektron pada permukaan adsorben dengan molekul- molekul adsorbat yang dapat membentuk ikatan lebih kuat dibandingkan dengan adsorpsi fisika [10].

Faktor yang mempengaruhi adsorpsi ialah:

- a. pH larutan
Pengaruh pH pada proses adsorpsi akan menyebabkan perubahan sifat permukaan adsorben, sifat molekul adsorbat serta perubahan komposisi larutan [10].
- b. Konsentrasi adsorbat
Semakin besar konsentrasi adsorbat maka akan semakin banyak adsorbat yang teradsorpsi. Adsorpsi akan konstan apabila terjadi kesetimbangan antara konsentrasi adsorbat yang terserap dan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan [11].
- c. Jenis dan sifat adsorben
Adsorben yang digunakan cenderung bersifat polar akan menyerap adsorben yang bersifat polar dan begitu juga sebaliknya [10].
- d. Kemurnian adsorben
Adsorben yang lebih murni akan lebih diinginkan karena kemampuan adsorpsinya lebih baik [10].

- e. Luas permukaan adsorben
Semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak adsorbat yang akan diserap, karena luas permukaan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi [11].
- f. Suhu
Pada saat adsorbat melekat pada permukaan adsorben akan terjadi peristiwa eksotermis (melepas panas). Adsorpsi akan naik pada suhu yang lebih rendah dan akan turun pada suhu yang lebih tinggi.
- g. Ukuran molekul adsorbat
Ukuran molekul yang sesuai untuk proses adsorpsi ialah molekul- molekul yang diameternya lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben, sehingga proses adsorpsi dapat terjadi dengan sempurna.
- h. Waktu kontak dan kecepatan pengocokan
Waktu kontak yang cukup dibutuhkan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi, dimana saat kesetimbangan tercapai akan diperoleh waktu optimum adsorben dalam mengadsorpsi adsorbat. Kecepatan pengocokan dapat mempercepat interaksi antara adsorben dan adsorbat [5].

2.2 Nitrat

Nitrat adalah senyawa yang mengandung atom nitrogen dan atom oksigen, nitrat mengandung tiga atom oksigen dengan rumus molekul NO_3^- dan massa molekul relatif 62,0049 g/mol. Nitrat merupakan anion atau ion yang bermuatan negatif, oleh karena itu nitrat cenderung berasosiasi dengan kation atau ion yang bermuatan positif untuk mencapai keseimbangan muatan netral. Secara alami nitrat terdapat dalam tanah, air dan makanan [12]. Aktivitas mikroba di tanah atau air menguraikan sampah yang mengandung nitrogen organik menjadi amonia, kemudian dioksidasi menjadi nitrit yang bakterinya dikenal sebagai Nitrosomonas. Nitrit dengan mudah dioksidasikan menjadi nitrat menggunakan bakteri Nitrobacter. Nitrat ialah senyawa yang paling sering ditemukan di dalam air bawah tanah maupun air yang terdapat di permukaan. Proses nitrifikasi oleh bakteri Nitrosomonas dan Nitrobacter terjadi pada pH optimum 7,5- 8,5 dan suhu ruang 20- 25 °C. Pada pH < 6 proses

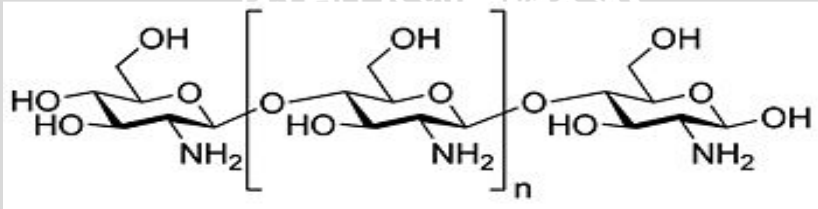
nitrifikasi akan berhenti dan bakteri nitrifikasi akan mengkonversi amonia menjadi nitrat [13].



Nitrat merupakan salah satu kontaminan air tanah yang paling umum di daerah pedesaan yang dapat menciptakan masalah yang sangat serius. Nitrat tidak beracun tetapi jika tertelan akan sangat berbahaya bagi kesehatan manusia. Nitrat yang berlebihan di dalam air akan mengkonversi hemoglobin menjadi methaemoglobin yang tidak dapat mengikat oksigen dan menurunkan kapasitas darah untuk mengangkut oksigen [3]. Pada orang dewasa yang sehat setelah menelan sekitar 5% nitrat akan diubah menjadi nitrit oleh bakteri dalam air liur dan akan diubah oleh bakteri di dalam saluran pencernaan. Nitrit akan membentuk N-nitroso di dalam perut yang bereaksi dengan protein makanan. N-nitroso merupakan senyawa karsinogenik yang dapat menyebabkan kanker pada manusia [12].

2.3 Kitosan

Kitosan [$\beta(1-4)$ -2 amino- 2-deoksi- β -D-glukosa] merupakan turunan dari kitin yang dihasilkan dari deasetilasi basa dari molekul kitin. Kitin dapat diperoleh dari sumber daya alam yang cukup melimpah dan dapat diperbaharui. Kitosan memiliki dua gugus aktif yaitu $-\text{NH}_2$ dan $-\text{OH}$ pada pH tertentu kedua gugus ini akan mengalami protonasi atau deprotonasi yang akan menghasilkan muatan yang berbeda. Struktur kitosan dapat dilihat pada Gambar 2.1 [6].



Gambar 2.1 Struktur Kitosan

Di dalam kitosan terdapat gugus amino yaitu gugus aktif utama untuk adsorpsi ion logam walaupun terdapat gugus hidroksil pada kitosan yang kemungkinan akan berikatan dengan ion- ion target. Sekitar 50% gugus amino dapat terprotonasi pada pH netral

sehingga dapat digunakan untuk adsorpsi anion logam dan digunakan untuk mengolah limbah [6]. Kitosan tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi, anti bakteri dan bersifat polielektrolitik [14].

Kitosan tidak dapat larut dalam air tetapi larut dalam suatu asam sehingga diperlukan protonasi gugus $-NH_2$ oleh suatu asam. Asam yang biasanya digunakan untuk melarutkan kitosan ialah asam mineral atau asam organik, contohnya asam hidroklorida atau asam asetat [15]. Kitosan yang dilarutkan dengan asam dapat merubah gugus $-NH_2$ menjadi NH_3^+ . Butiran kitosan yang terbentuk memiliki gugus $-NH_2$ dimana dalam air dengan sedikit asam pada $pK_a = 6,5$ dapat berubah menjadi ion amina $-NH_3^+$ [16].

Dengan pH kurang dari 6,5 dalam larutan asam, gugus amino kitosan terprotonasi. Diantara butiran-butiran kitosan terjadi swelling (pengembangan), untuk mengurangi terjadi swelling yaitu dengan meningkatkan distribusi ukuran pori-pori, stabilitas kimia dan ketahanan mekanis dapat dilakukan dengan membentuk tautan silang dengan agen pengikat silang. Kitosan dengan pengikat silang akan lebih stabil dan dapat mempertahankan kekuatannya dalam larutan asam atau basa. Pada umumnya reaksi ikatan silang dipengaruhi oleh ukuran dan jenis agen pengikat silang serta gugus fungsi kitosan. Salah satu agen pengikat silang yang digunakan ialah glutaraldehid. Gugus aldehid dari glutaraldehid akan membentuk ikatan imin kovalen dengan gugus amina dari kitosan. Ukuran glutaraldehid semakin kecil, maka reaksi ikatan silang akan berlangsung cepat yang akan membentuk suatu ikatan dengan gugus amina kitosan. Butiran-butiran kitosan direndam dalam glutaraldehid akan mempengaruhi pori-pori kitosan dan struktur kitosan. Dengan perendaman menggunakan glutaraldehid pori-pori kitosan akan membuka dan struktur kitosan menjadi lebih kuat [17]. Selain itu perendaman pada glutaraldehid dapat meningkatkan ketahanan kimiawi dan kekuatan mekanik [18].

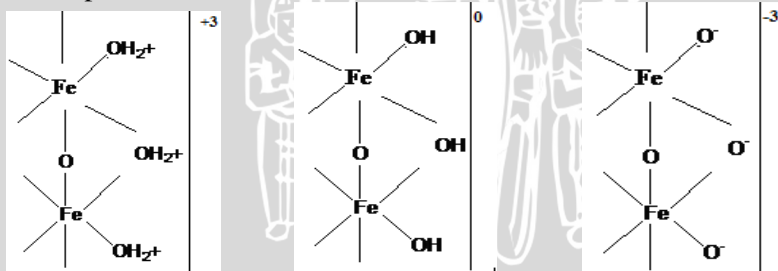
2.4 Ferihidrit

Ferihidrit merupakan material yang terjadi secara alami yang dapat disintesis dengan hidrolisis dari larutan Fe (III). Ferihidrit termasuk adsorben yang baik dalam sistem perairan karena memiliki luas area permukaan lebih besar dari $200 \text{ m}^2/\text{gram}$. Selain itu ukuran

partikel rata- rata ferihidrit umumnya kecil (30 \AA) sehingga dapat diasumsikan partikel ferihidrit ialah spheric dan ketebalan lapisan permukaan 2 \AA (setara dengan jarak ikatan $\text{Fe}^{3+}\text{-O}$). Sejumlah rumus molekul ferihidrit yang ditemukan ialah $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{FeOOH} \cdot 2.6\text{H}_2\text{O}$ [9].

Ferihidrit dapat dibuat melalui reaksi presipitasi dengan garam besi nitrat ditambahkan larutan basa NaOH. Larutan besi (III) akan menghasilkan endapan besi (III) hidroksida yang berwarna coklat kemerah- merahan dan akan mengendap pada pH 8. Dengan penambahan NaOH yang tidak terkontrol atau terlalu cepat akan menyebabkan campuran ferihidrit dengan senyawa besi oksida hidroksida lainnya seperti ($\alpha\text{-FeOOH}$) geotit dan ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) haematit. Untuk mencegah terjadinya reduksi Fe_3^+ menjadi Fe_2^+ , pasta ferihidrit dapat disimpan dalam botol kaca yang gelap [8].

Point of zero charge (pzc) merupakan pH dimana muatan total pada permukaan partikel dalam larutan berair adalah nol (jumlah muatan positif sama dengan jumlah muatan negatif). Ferihidrit memiliki nilai pzc sebesar 7,8- 7,9 sehingga apabila pzc berada dibawah pH 7,8 ferihidrit akan mempunyai gugus hidrokso kation yang aktif, sedangkan apabila pzc berada diatas 7,9 ferihidrit akan mempunyai gugus hidrokso anion yang aktif. Dengan keadaan tersebut maka pada pH yang berbeda ferihidrit dapat mengikat kation/ anion. Bentuk kationik dan anionik dari ferihidrit dapat dilihat pada Gambar 2.2 [19]:



(pH di bawah pzc)

(pH pada pzc)

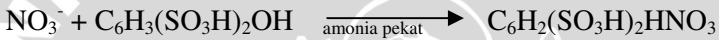
(pH di atas pzc)

Gambar 2.2 Ilustrasi muatan pzc Ferihidrit dalam Senyawa Besi Oksida.

2.5 Metode Analisa Nitrat

Metode analisa nitrat yang digunakan ialah metode spektrofotometri. Spektrofotometri berkaitan dengan hukum Lambert Beer yang menyatakan hubungan berbanding lurus antara intensitas sinar yang diteruskan dengan konsentrasi suatu zat yang diamati dalam larutan analit. Metode ini didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul [20].

Konsentrasi nitrat terlarut diukur dengan spektrofotometri dan terbentuk warna kuning yang disebabkan oleh pembentukan nitro fenol sulfat. Larutan nitro fenol sulfat yang berwarna kuning, absorbansinya diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 410 nm [21].



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Februari hingga Mei 2012. Untuk pengukuran pH dan karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini ialah alat-alat gelas yaitu spatula, gelas kimia 50 mL, gelas kimia 100 mL, pipet tetes, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, labu takar 25 mL, labu takar 100 mL, kaca arloji dan corong gelas. Selain itu digunakan neraca analitik (Ohaus AR 1230), botol semprot, *stirrer*, *shaker*, lemari pendingin, oven, ayakan 60 mesh, suntikan, mortar, tissue, pH meter (Orion model 420 A), Spektroskopik 20, Spektrofotometer IR (Shimadzu tipe 8400 S) dan XRD.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah padatan NaNO_3 , serbuk kitosan, larutan CH_3COOH 3%, padatan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, padatan NaOH , larutan glutaraldehid 25 %, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$, H_2SO_4 98%, NH_3 p.a 25% dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian dilaksanakan dalam beberapa tahap, yaitu:

1. Preparasi adsorben kitosan ferrihidrit
 - a. Pembuatan pasta ferrihidrit
 - b. Pembuatan gel kitosan
 - c. Pembentukan butiran kitosan
 - d. Pembentukan serbuk kitosan-ferrihidrit berpengikat silang glutaraldehid
2. Preparasi Analit (Larutan induk)
 - a. Larutan induk
 - b. Pembuatan Kurva Baku
3. Adsorpsi Nitrat dengan Kitosan-Ferrihidrit Pada Berbagai Variasi Massa Adsorben

4. Adsorpsi Nitrat dengan Kitosan-Ferihidrit Pada Berbagai Variasi Waktu Kontak
5. Analisa Nitrat Sebelum dan Setelah Adsorpsi
6. Analisa data

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi Butiran Kitosan-Ferihidrit berpengikat silang Glutaraldehid

3.4.1.1 Pembuatan pasta ferihidrit

Padatan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 2,7 g dan dilarutkan dengan akuades secukupnya. Larutan dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditandabatkan dengan akuades sehingga membentuk FeCl_3 0,2 M. Larutan dipindahkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian dititrasi dengan NaOH 1 M sambil diaduk dengan *stirrer* sampai membentuk endapan pada pH 8. Pasta yang terbentuk dicuci dengan akuades hingga pH netral, kelebihan air di pasta diserap dengan tissue. Pasta ferihidrit yang tersisa dapat disimpan dalam botol gelap pada lemari pendingin dengan temperatur 4 °C. Pasta ferihidrit yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD.

3.4.1.2 Pembuatan larutan kitosan

Bubuk kitosan ditimbang sebanyak 2,5 g dan dilarutkan dengan 100 mL larutan asam asetat 3% (v/v). Kemudian diaduk dengan *stirrer* hingga serbuk kitosan larut secara homogen pada suhu kamar.

3.4.1.3 Pembentukan butiran kitosan-ferihidrit

Larutan kitosan ditimbang sebanyak 10 g dan dicampurkan dengan pasta ferihidrit sebanyak 2,5 g. Campuran tersebut diaduk dengan *stirrer* sampai homogen, kemudian campuran dimasukkan ke dalam suntikan dan ditekan sehingga campuran tersebut menetes membentuk butiran ke dalam wadah yang berisi NaOH 2 M. Butiran yang terbentuk dibiarkan terendam di dalam larutan NaOH 2 M selama 24 jam. Butiran dengan larutan NaOH dipisahkan, kemudian butiran tersebut dicuci dengan akuades hingga pH filtrat menjadi netral. Butiran yang akan dikarakterisasi dengan IR dikeringkan pada temperatur 30 °C selama 24 jam.

3.4.1.4 Pembentukan serbuk kitosan-ferihidrit berpegikat silang glutaraldehid

Butiran kitosan-ferihidrit dimasukkan kedalam larutan glutaraldehid 0,05 M, kemudian direndam selama 24 jam pada suhu ruang. Butiran dan larutan glutaraldehid dipisahkan, kemudian butiran dicuci dengan akuades hingga aroma glutaraldehid pada filtrat hilang. Butiran kitosan-ferihidrit dikeringkan dalam oven pada temperatur 30 °C selama 24 jam dan ditumbuk menjadi serbuk dengan mortar. Serbuk tersebut diayak dengan ukuran ayakan 60 mesh dan serbuk yang lolos dari ayakan ditimbang untuk memperoleh berat keringnya. Kitosan ferihidrit yang diperoleh dikarakterisasi dengan spektrofotometer IR.

3.4.1.5 Karakterisasi dengan IR

Karakterisasi dengan IR menggunakan metode pelet KBr dilakukan pada 4000-500 cm^{-1} , bertujuan untuk mengetahui dan mengidentifikasi keberadaan gugus fungsional spesifik dalam hidroksil (O-H), NH, Fe-O serta C=N. Langkah preparasinya yaitu masing-masing sampel kitosan, kitosan-ferihidrit, kitosan-ferihidrit berikatan silang glutaraldehid ditimbang sebanyak 0,01 g kemudian dicampur dengan 1 g KBr dengan ketebalan sekitar 0,01 mm. Padatan campuran dihaluskan dan ditekan, kemudian dilakukan pengukuran spektra pada daerah bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} .

3.4.1.6 Karakterisasi dengan Difraksi sinar-X

Karakterisasi dengan Difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui secara kualitatif struktur kristal yang diperoleh. Sampel dikenai sinar-X dengan sumber radiasi Cu dengan rentang sudut 2 θ mulai 5° hingga 90°, sehingga terjadi difraksi dengan pola tertentu yang ditunjukkan pada difraktogram. Identifikasi kristal dilakukan dengan membandingkan nilai sudut 2 θ dan nilai d dari data difraktogram sampel dengan difraktogram JCPDS (*Joint Comitte for Powder Diffraction Standard*).

3.4.2 Preparasi Analit

3.4.2.1 Larutan Induk

Padatan NaNO_3 ditimbang sebanyak 0,0137 gram, kemudian dilarutkan dalam gelas kimia ditambah akuades secukupnya. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan dengan akuades. Larutan induk 100 mL NaNO_3 100 mg NO_3^-/L disimpan dalam botol kaca.

3.4.2.2 Pembuatan Kurva Baku

Kurva baku nitrat dibuat dengan analisa larutan nitrat pada konsentrasi 0, 20, 40 dan 60 mg NO_3^-/L . Untuk membuat larutan NaNO_3 berkonsentrasi 0, 20, 40 dan 60 mg NO_3^-/L dengan cara dipipet larutan induk NaNO_3 100 mg NO_3^-/L sebanyak 5, 10 dan 15 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan standar diukur dengan pH meter. Masing-masing larutan dipipet 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL. Kemudian diuapkan di atas penangas air hingga kering dan ditambahkan 1 mL fenol sulfat sambil diaduk-aduk dan digosok-gosok dengan spatula agar sisa nitrat yang kering akan larut, didinginkan. Ditambahkan ammonia pekat sebanyak 3,5 mL, didinginkan dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan diukur absorbansinya dengan spektrometri 20 pada panjang gelombang 410 nm. Kurva baku dibuat dari data yang diperoleh dengan absorbansi pada sumbu Y dan konsentrasi pada sumbu X.

3.4.3 Adsorpsi Nitrat pada Kitosan-Ferihidrit dengan berbagai Variasi Massa Adsorben

Pada berbagai variasi massa adsorben ditimbang massa serbuk kitosan-ferihidrit sebanyak 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,1 dan 0,2 gram dan dimasukkan ke dalam botol plastik yang telah berisi larutan nitrat 10 mL dengan konsentrasi 30 mg NO_3^-/L pada pH 5. Larutan nitrat dan serbuk kitosan-ferihidrit dikocok dengan *shaker* selama 24 jam pada 150 rpm. Kemudian masing-masing larutan uji disaring dari adsorbennya menggunakan pompa vakum. pH filtrat yang diperoleh dari hasil adsorpsi dikondisikan sesuai dengan pH larutan standar. Filtrat dianalisis konsentrasi nitratnya dengan spektrometri 20 pada panjang gelombang 410 nm. Metode yang digunakan untuk

analisa nitrat setelah adsorpsi sama dengan metode analisa nitrat sebelum adsorpsi sesuai dengan prosedur 3.4.5.

3.4.4 Adsorpsi Nitrat pada Kitosan-Ferihidrit dengan berbagai Variasi Waktu Kontak

Pada berbagai variasi waktu kontak ditimbang massa adsorben kitosan-ferihidrit optimum yang diperoleh dari prosedur 3.4.3 dan dimasukkan ke dalam botol plastik yang telah berisi larutan nitrat 10 mL dengan konsentrasi 30 mg NO_3^-/L pada pH 5. Larutan nitrat dan serbuk kitosan-ferihidrit dikocok dengan *shaker* selama 30, 60, 120, 1200 dan 1440 menit pada 150 rpm. Kemudian masing-masing larutan uji disaring dari adsorbennya menggunakan pompa vakum. pH filtrat yang diperoleh dari hasil adsorpsi dikondisikan sesuai dengan pH larutan standar. Filtrat dianalisis konsentrasi nitratnya dengan spektrometri UV pada panjang gelombang 410 nm. Metode yang digunakan untuk analisa nitrat setelah adsorpsi sama dengan metode analisa nitrat sebelum adsorpsi sesuai dengan prosedur 3.4.5.

3.4.5 Analisa Nitrat Sebelum dan Setelah Adsorpsi

Analisa kadar nitrat diperlukan untuk mengetahui konsentrasi nitrat sebelum dan setelah adsorpsi. Untuk menganalisa kadar nitrat pada prosedur 3.4.3 dan 3.4.4 maka larutan uji dipipet sebanyak 2,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL. Dituangkan diatas penangas air hingga kering. Ditambahkan 1 mL fenol sulfat 1,6 M sambil diaduk dan digosok-gosok dengan spatula sehingga sisa nitrat yang kering akan larut, didinginkan. Ditambahkan ammonia pekat sebanyak 3,5 mL, kemudian didinginkan dan dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan uji diukur absorbansinya dengan spektrometri UV pada $\lambda=410$ nm. Didapatkan absorbansi kemudian dimasukkan ke dalam (persamaan 3.1) Lambert Beer, yaitu:

$$\begin{aligned} A &= a \cdot b \cdot c \\ y &= ax \end{aligned} \quad (3.1)$$

Dimana:

- A = absorbansi
- a = nilai absorptivitas ($\text{L}/\text{cm mg NO}_3^-$)
- b = tebal kuvet (cm)
- c = konsentrasi larutan NO_3^- (mg/L)

Setelah didapatkan nilai absorbansi dengan spektrometri UV-Vis, kemudian didapatkan konsentrasi dari masing-masing larutan uji dengan menggunakan persamaan pada kurva baku yang telah didapatkan. Kemudian masing-masing larutan uji didapatkan nilai % massa nitrat teradsorpsi, sehingga dapat diperoleh hubungan yang dinyatakan dengan kurva antara massa adsorben dengan % massa nitrat teradsorpsi dan hubungan antara lama waktu kontak dengan massa nitrat teradsorpsi (Q). Hubungan antara % massa nitrat teradsorpsi pada sumbu Y dengan massa adsorben pada sumbu X kemungkinan kurva yang dihasilkan ialah semakin besar massa adsorben maka massa nitrat yang teradsorpsi akan semakin sedikit. Hubungan antara massa nitrat teradsorpsi (Q) pada sumbu Y dengan waktu kontak pada sumbu X kemungkinan kurva yang dihasilkan ialah semakin lama waktu kontak maka massa nitrat yang teradsorpsi (Q) akan semakin stabil.

3.4.6 Analisa Data

Untuk mengetahui besarnya konsentrasi nitrat dapat ditentukan dari persamaan 3.2 kurva kalibrasi nitrat, yaitu:

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (3.2)$$

Dimana:

- A = absorbansi
- a = nilai absorptivitas (L/cm mg NO₃⁻)
- b = tebal kuvet (cm)
- c = konsentrasi larutan NO₃⁻ (mg/L)

Untuk mengetahui waktu kontak optimum dapat ditentukan dengan massa nitrat yang teradsorpsi menggunakan persamaan berikut [4]:

$$Q = \frac{(V_1 \cdot C_1) - (V_2 \cdot C_2)}{W} \quad (3.3)$$

Dimana:

- Q = massa analit yang teradsorpsi (mg NO₃⁻/g)
- V₁ = volume larutan ruah analit sebelum adsorpsi(L)
- V₂ = volume larutan ruah analit setelah adsorpsi (L)
- C₁ = konsentrasi analit sebelum adsorpsi (mg NO₃⁻/L)

C_2 = konsentrasi analit setelah adsorpsi (mg NO_3^-/L)
 W = massa adsorben (g)

Untuk mengetahui massa adsorben optimum dapat ditentukan dengan % massa nitrat teradsorpsi dengan persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ Adsorpsi} = \frac{\text{massa sebelum} - \text{massa setelah}}{\text{massa sebelum}} \times 100\% \quad (3.4)$$

Dimana massa sebelum diperoleh dari volume nitrat sebelum adsorpsi dikalikan dengan konsentrasi sebelum adsorpsi dan massa setelah diperoleh dari volume nitrat sebelum adsorpsi dikalikan dengan konsentrasi setelah adsorpsi.

3.4.7 Analisa Statistik

Data yang telah diperoleh dalam penelitian ini yaitu perhitungan persentase nitrat teradsorpsi pada variasi massa adsorben kitosan ferihidrit dan jumlah massa nitrat teradsorpsi pada variasi waktu kontak, selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan metode analisis ragam pola rancangan acak lengkap sederhana, dengan derajat $\alpha = 5\%$. Apabila terdapat perbedaan di antara perlakuan, diuji lebih lanjut dengan uji beda nyata terkecil.

Tabel 3.1 Analisis Sidik Ragam

SK	dB	JK	KT	F hitung	F tabel
Perlakuan	$(p - 1)$	JK_P	KT_P	KT_P/KT_G	
Galat	$p(n - 1)$	JK_G	KT_G		
Total	$(pn - 1)$	JK_T			

Keterangan :

p = jumlah perlakuan JK_G = jumlah kuadrat galat
 n = jumlah ulangan JK_T = jumlah kuadrat total
 dB = derajat bebas KT_P = kuadrat tengah perlakuan
 JK_P = jumlah kuadrat perlakuan KT_G = kuadrat tengah galat

Dari perhitungan di atas maka dapat disimpulkan :

- Bila F-hitung < F-tabel 5%, berarti perlakuan tidak beda nyata
- Bila F-hitung > F-tabel 5%, berarti perlakuan berbeda nyata

- **Faktor Koreksi (FK)**

$$\frac{\left[\sum_{i=1}^p \sum_{j=i}^n Y_{ij} \right]^2}{p \times n} \quad (3.5)$$

- **Jumlah Kuadrat Total (JKT)**

$$\sum_{i=1}^p \sum_{j=i}^n Y_{ij}^2 - FK \quad (3.6)$$

- **Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)**

$$\frac{\sum_{i=1}^p \left[\sum_{j=i}^n Y_{ij} \right]^2}{n} - FK \quad (3.7)$$

- **Jumlah Kuadrat Galat (JKG)**

$$JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}} \quad (3.8)$$

- **Kuadrat Total Perlakuan (KTP)**

$$KT_p = JK_p / dB_p \quad (3.9)$$

- **Kuadrat Total Galat (KTG)**

$$KT_G = JK_G / dB_G \quad (3.10)$$

Jika pada kesimpulan diperoleh hasil berbeda nyata, maka dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil). Uji ini digunakan untuk mengetahui apakah pengaruh perlakuan tersebut signifikan terhadap adsorpsi nitrat.

$$BNT_{(0.05)} = (t, dBG) \times \sqrt{\frac{2 KTG}{n}} \quad (3.11)$$

Jika $(X_a - X_b) > BNT$: beda nyata

$(X_a - X_b) < BNT$: tidak beda nyata

BAB IV PEMBAHASAN

4.1. Karakteristik Adsorben Kitosan Ferrihidrit

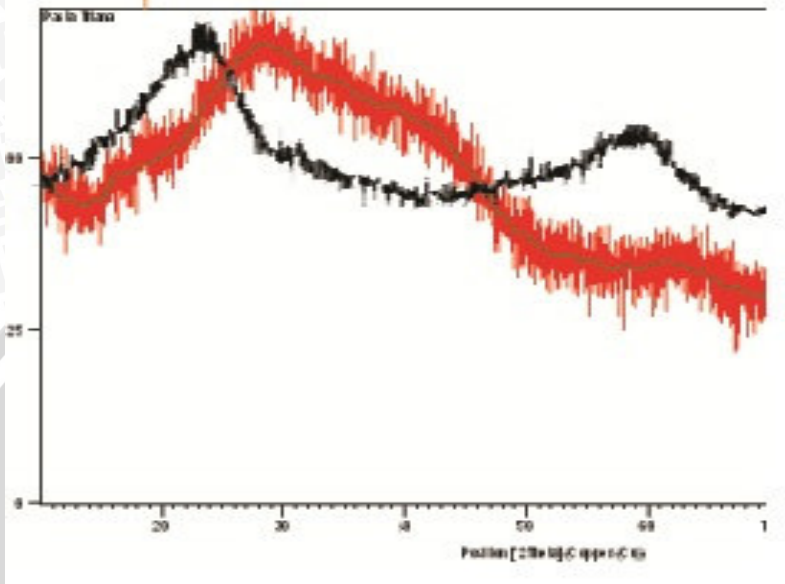
Pada penelitian ini menggunakan metode adsorpsi nitrat dengan sistem *batch* (pengocokan larutan campuran antara adsorbat dengan adsorben menggunakan shaker), dimana adsorbatnya larutan nitrat dan adsorbennya menggunakan biopolimer yang berupa kitosan dan dicampur dengan pasta ferrihidrit kemudian ditautkan silang dengan glutaraldehid dibentuk serbuk dengan ukuran < 250 μm dan berwarna merah kecoklatan. Gambar serbuk kitosan-ferrihidrit berikatan silang glutaraldehid dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Serbuk Kitosan-Ferrihidrit Berpengikat Silang Glutaraldehid

Adsorben yang digunakan ialah kitosan ditambah dengan ferrihidrit. Ferrihidrit mempunyai luas area permukaan >200 m^2/gram , oleh karena itu ferrihidrit termasuk adsorben yang baik [11]. Adsorben kitosan ferrihidrit dibuat dengan mencampurkan pasta ferrihidrit sebanyak 2,5 g dan kitosan sebanyak 10 g (4:1) kemudian ditautkan silang glutaraldehid dengan konsentrasi 0,05 M dan direndam selama 24 jam. Perendaman selama 24 jam ini dilakukan agar gugus aldehida dari glutaraldehid membentuk ikatan imin kovalen dengan gugus amina dari kitosan serta pori-pori kitosan akan membuka dan struktur kitosan menjadi lebih kuat.

Dalam penelitian ini menggunakan pasta ferrihidrit bukan goetit dan hematit, hal ini ditunjukkan dengan hasil analisa XRD dapat dilihat pada Gambar 4.2.



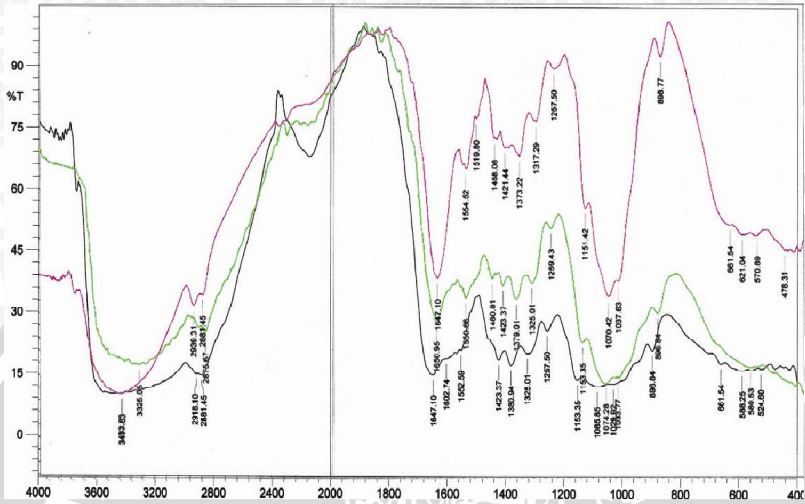
Gambar 4.2 Hasil Spektra XRD Standar Ferrihidrit (Hitam) dan Pasta Ferrihidrit (Merah)

Pada hasil analisa XRD dapat dibandingkan data dari nilai 2θ pasta ferrihidrit dengan data standar ferrihidrit, goetit dan hematit, diperoleh nilai 2θ pasta ferrihidrit 18,5962 dengan nilai 2θ data standar ferrihidrit yang hampir mendekati yaitu 19,4450. Dibandingkan dengan data standar goetit dan hematit mempunyai nilai 2θ data standar yang cukup jauh dengan nilai 2θ pasta ferrihidrit, sehingga dimungkinkan pasta yang digunakan dalam penelitian ini ialah pasta ferrihidrit. Data perbandingan nilai 2θ pasta ferrihidrit dengan nilai 2θ data standar ferrihidrit, goetit dan hematit, disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Data Perbandingan nilai 20 pasta ferihidrit dengan nilai 20 data standar ferihidrit, goetit dan hematit.

	Data Standar		Data Sampel	
	20	D	20	d
Ferihidrit	19,4450	4,56000	18,5962	4,76756
Goetit	21,2064	4,18964	18,5962	4,76756
	33,2498	2,69454		
	36,6530	2,45179		
Hematit	24,2091	3,67636	18,5962	4,76756
	33,2333	2,69584		
	35,7305	2,51295		

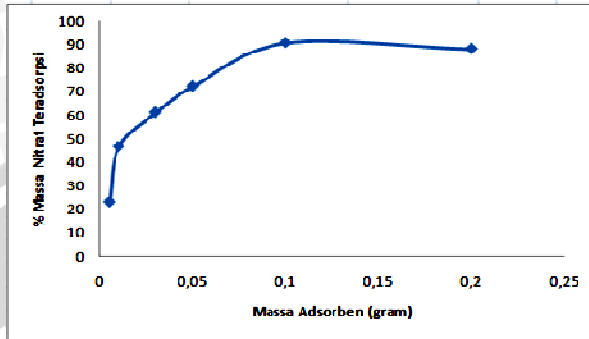
Berdasarkan spektrum IR pada Gambar 4.3 dapat disimpulkan bahwa pada spektra IR kitosan yang berwarna hitam terdapat serapan pada daerah 3433.06 cm^{-1} menunjukkan serapan dari gugus aktif kitosan yaitu OH dan serapan pada daerah 1552.59 cm^{-1} menunjukkan serapan NH dari amina. Pada spektra IR kitosan ferihidrit yang berwarna hijau serapan pada daerah $550-600 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan dari Fe-O yang tidak bereaksi dengan gugus amino kitosan, dan spektra IR yang telah bertautan silang dengan glutaraldehid ditunjukkan dengan spektra berwarna ungu terdapat serapan pada daerah 1647.10 menunjukkan serapan dari C=N. Dari hasil spektra IR yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 bahwa gugus amina telah berikatan silang dengan glutaraldehid, tetapi ada juga gugus amina yang terprotonasi sehingga pada proses adsorpsi dapat mengikat nitrat.



Gambar 4.3 Hasil Spektra IR Adsorben Kitosan (Hitam), Kitosan-Ferihidrit (Hijau) dan Kitosan-Ferihidrit Berikatan Silang Glutaraldehid (Ungu)

4.2. Pengaruh Massa Adsorben Kitosan-Ferihidrit terhadap Adsorpsi Nitrat

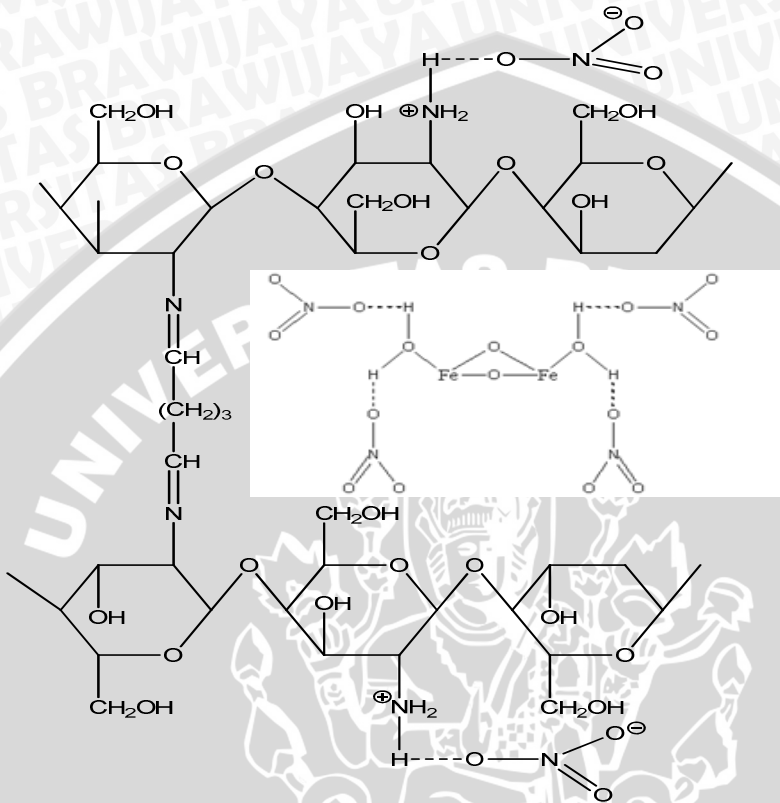
Penentuan pengaruh massa adsorben kitosan-ferihidrit terhadap adsorpsi nitrat dilakukan dengan variasi massa adsorben yaitu 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,1 dan 0,2 gram yang diinteraksikan dengan larutan nitrat 30 mg/NO₃L pada pH 5 sebanyak 10 mL selama 1440 menit. Dilakukan pada konsentrasi 30 mg/NO₃L karena kadar nitrat yang berada dalam air minum melebihi dari 30 mg/NO₃L akan menyebabkan methaemoglobin yang tidak dapat mengikat oksigen dan menurunkan kapasitas darah untuk mengangkut oksigen [3]. Hasil penelitian ini dapat dibuat kurva pengaruh massa adsorben terhadap % nitrat teradsorpsi sesuai Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kurva Pengaruh Massa Adsorben Kitosan Ferihidrit terhadap % nitrat teradsorpsi

Berdasarkan Gambar 4.4 terlihat bahwa nitrat yang teradsorpsi meningkat seiring dengan bertambahnya massa adsorben karena gugus amina terprotonasi pada kitosan dan gugus aktif pada ferihidrit juga meningkat. Namun pada massa adsorben 0,2 g terjadi penurunan tetapi tidak terlalu jauh dengan massa adsorben optimum yaitu pada 0,1 g, karena pada massa adsorben tersebut memberikan nilai % nitrat teradsorpsi yang paling tinggi yaitu sebesar $90,8\% \pm 0$.

Salah satu faktor yang mempengaruhi adsorpsi menurut Weber [10] ialah pH larutan. Pada penelitian ini pH larutan yang digunakan ialah pH 5, dimana pada pH 5 ini kitosan akan mengalami protonasi sehingga gugus amina bermuatan positif. Protonasi mungkin terjadi karena pKa kitosan ialah 6,5 sehingga dengan pH larutan 5 maka akan memungkinkan kitosan menjadi bermuatan. Pada pH 5 gugus kation hidroksido ferihidrit akan aktif karena larutan yang digunakan dalam penelitian ini di bawah pzc (7,8). Nitrat teradsorpsi pada gugus amina terprotonasi dan gugus kation hidroksido melalui interaksi elektrostatis. Ilustrasi interaksi elektrostatis antara gugus amina terprotonasi dan gugus kation hidroksido dengan nitrat dapat ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Ilustrasi Interaksi Elektrostatis antara gugus amina terprotonasi dan gugus kation hidroksida dengan nitrat.

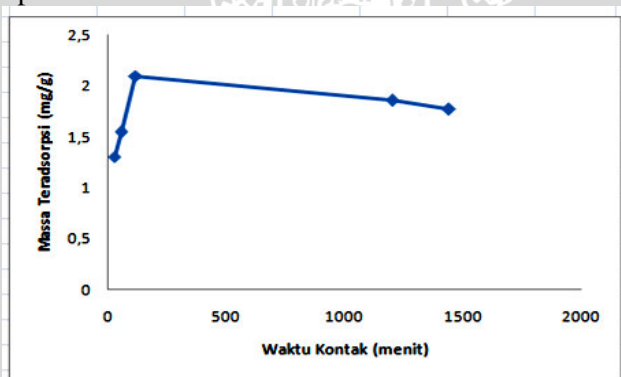
Pada massa adsorben 0,2 g diperoleh % nitrat teradsorpsi sebesar $88,2 \% \pm 0,1$. Persentase nitrat teradsorpsi pada variasi massa adsorben 0,1g dan 0,2 g tidak berbeda jauh diakibatkan karena kurang maksimalnya interaksi antara nitrat dengan kitosan-ferihidrit. Berdasarkan Uji Beda Nyata (BNT) pada massa adsorben 0,1 g dan 0,2 g mengalami sedikit penurunan akan tetapi tidak berbeda nyata.

Massa adsorben 0,1 g mampu mengadsorpsi nitrat sebesar 90,8 %. Semakin besar variasi massa adsorben maka persentase nitrat teradsorpsi juga semakin meningkat. Hal ini dapat dibuktikan

dengan Uji Beda Nyata Terkecil (BNT) yaitu pada BNT (5%) = 9,665 (Lampiran C.1) dari beda rata-rata antar perlakuan ($X_a - X_b$) > BNT, sehingga dapat disimpulkan setiap variasi massa adsorben memberikan pengaruh terhadap persentase massa nitrat teradsorpsi.

4.3. Pengaruh Waktu Kontak Kitosan-Ferihidrit terhadap Adsorpsi Nitrat

Penentuan pengaruh waktu kontak kitosan-ferihidrit terhadap adsorpsi nitrat dilakukan dengan variasi waktu yaitu 30; 60; 120; 1200 dan 1440 menit yang diinteraksikan dengan larutan nitrat 30 mg/NO₃L pada pH 5 sebanyak 10 mL. Waktu kontak merupakan waktu yang dibutuhkan oleh kitosan-ferihidrit sebagai adsorben untuk berinteraksi dengan adsorbatnya yaitu nitrat. Hasil penelitian ini dapat dibuat kurva pengaruh waktu kontak terhadap massa teradsorpsi nitrat sesuai Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Kurva Pengaruh Waktu Kontak terhadap Massa Teradsorpsi

Berdasarkan Gambar 4.6 terlihat bahwa jumlah nitrat teradsorpsi meningkat seiring dengan bertambahnya waktu yang telah digunakan dari 30, 60 dan 120 menit. Namun pada waktu 1200 menit terjadi penurunan dengan waktu kontak optimum yaitu pada 120 menit, karena pada waktu kontak tersebut memberikan nilai massa teradsorpsi yang paling tinggi yaitu sebesar 2,1 mg NO₃/g adsorben ± 0.

Peningkatan waktu kontak dari 30 sampai 120 menit menyebabkan peningkatan jumlah nitrat teradsorpsi, karena semakin

lama waktu kontak interaksi antara adsorben kitosan-ferihidrit dengan adsorbat nitrat akan semakin besar. Dapat dilihat dari kurva Gambar 4.6 pada waktu 1200 dan 1440 menit jumlah nitrat yang teradsorpsi mengalami penurunan, karena kitosan-ferihidrit telah mencapai kondisi jenuh sehingga waktu kontak yang dilakukan lebih lama lagi akan menyebabkan nitrat terlepas kembali. Proses tersebut terjadi karena adanya gaya van der Waals yang ikatan fisiknya cukup lemah sehingga akan mengakibatkan nitrat akan terlepas kembali ke larutan.

Berdasarkan hasil analisa sidik ragam dengan taraf 5% menunjukkan nilai $F_{hitung} > F_{tabel}$, sehingga perlu dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil). Hasil dari uji BNT menunjukkan bahwa perlakuan antara menit ke-30 sampai menit ke-1440 berbeda nyata. Hal ini dapat dibuktikan dengan Uji Beda Nyata Terkecil (BNT) yaitu pada $BNT(5\%) = 0,1327$ (Lampiran C.2) dari beda rata-rata antar pelakuan $(X_a - X_b) > BNT$, sehingga dapat disimpulkan setiap variasi waktu kontak memberikan pengaruh terhadap jumlah nitrat teradsorpsi. Semakin lama waktu kontak maka kapasitas adsorpsi terhadap nitrat semakin menurun.

BAB V KESIMPULAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Karakteristik dari adsorben kitosan ferihidrit berbentuk serbuk dengan ukuran $< 250 \mu\text{m}$ dan berwarna merah kecoklatan. Hasil analisa dari XRD menunjukkan bahwa pasta yang digunakan sebagai adsorben ini benar ferihidrit bukan goetit dan hematit. Berdasarkan spektra IR terdapat serapan pada daerah $550\text{-}600 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan dari Fe-O yang tidak bereaksi dengan gugus amino kitosan dan pada daerah 1647.10 cm^{-1} menunjukkan serapan dari C=N dimana gugus amina telah berikatan silang dengan glutaraldehid.
2. Massa adsorben berpengaruh pada adsorpsi nitrat konsentrasi $30 \text{ mg NO}_3/\text{L}$ pH 5 dengan kitosan-ferihidrit. Nitrat teradsorpsi paling banyak pada massa adsorben $0,1 \text{ gram}$ yaitu sebesar $90,8 \%\pm 0$.
3. Lamanya waktu kontak dapat tercapainya kesetimbangan adsorpsi, saat kesetimbangan tercapai akan diperoleh waktu optimum adsorben dalam mengadsorpsi adsorbat. Waktu kontak optimum pada 120 menit dengan massa teradsorpsi sebanyak $2,1 \text{ mg/g}\pm 0$.

5.2 SARAN

Untuk mengoptimalkan adsorpsi nitrat menggunakan adsorben kitosan-ferihidrit berikatan silang dengan glutaraldehid disarankan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan massa adsorben.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Lubis, R F, & Sakura, Y., 2007. **Human Impact on Groundwater Environment in the Jakarta Groundwater Basin, Indonesia**, RIHN, Kyoto.
- [2] Nursyamsi, Dedi, dkk, 2001, **Kandungan Beberapa Ion di Dalam Sumber Air di Sub DAS Citarik dan Gas Kaligarang**, Prosiding Seminar Nasional Multifungsi Lahan Sawah, Bogor.
- [3] Chaterjee, S, Dae L, and Min L, 2009, **Nitrate Removal from Aqueous Solution by Cross-Linked Chitosan Beads Conditioned with Sodium Bisulfate**, Journal of Hazardous Material, 166 : 508-513, Elsevier, Republik Korea.
- [4] Wiyarsi, A, & Priyambodo, E., 2008, **Pengaruh Konsentrasi Kitosan dari Cangkang Udang terhadap Efisiensi Penjerapan Logam Berat**, Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY, Yogyakarta.
- [5] Yamada, K., H. Kensaku, C.G. Carmel, p.w. Bussakaron, adn L.P. Mary, 2003, **Removal of Dyes from Aqueous Solution by Sorption with Coal Fly Ash, Internasional Ash Utilization Symposium**, Center for Applied Energy Research, University of Kentucky, 116.
- [6] Endang, W. Laksono., Jaslin Ikhsan dan AK. Prodjosantoso, 2006, **Efek pH terhadap kemampuan Adsorpsi Kitosan dengan Logam**, Proseding Seminar Nasional Kimia: 243-247.
- [7] Endang, W. Laksono., Jaslin Ikhsan dan AK. Prodjosantoso, 2006, **Adsorpsi Kitosan terhadap ion Ni (II) dan Mn (II) pada berbagai pH**, Jurdik Kimia, FMIPA, UNY, Yogyakarta.
- [8] Mohapatra, M., and Anand, S., 2010, **Synthesis and Application of Nano-Structured Iron Oxides/Hydroxides- a review**, Science and Technology 2 (8):127-146, Presently Murdoch University, Western Australia.
- [9] Zhao, J, Frank E.H, and Zhen F, 1994, **Ferrihydrite : Surface Structure and Its Effects on Phase**

- Transformation**, Clays and Clay Mineral, 42 (6):737-746, University of Kentucky, USA.
- [10] Weber, Jr., W.J., 1972, **Phisycs Chemical Process fo Water Quality Control**, John Wiley & Sons, New York, 2-3; 198.
- [11] Swantomo, D., A. K. Noor, dan L. P. Satriawan, 2009, **Adsorpsi Fenol Dalam Limbah dengan Zeolit Alam Terkalsinasi**, Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir- Badan Tenaga Nuklir Nasional, Yogyakarta.
- [12] Anonim, 2005, **Nitrate and Nitrite**, Human health Fact Sheet, Argonne National Laboratory, USA.
- [13] Anonim, 2010, **Nitrification and Denitrification**, The Water Planet Company, London.
- [14] Wang, T., Turhan, M., dan Ganasekaran, S., 2004, **Selected Propersties of pH-Sensitive, Biodegradable Chitosan-Poly(Vinyl Alcohol) Hidrogel**, polimer internasional, 53: 911-918
- [15] Maghsoodi, V., J. Razavi, S. Yaghmaei, 2009, **Production of Chitosan by Submerged Fermentation from Aspergillus niger**, Scientia Iranica, 16:145-148.
- [16] Krajewska, Barbara, 2003, **Application of Chitin and Chitosan-Based Materials for Enzyme Immobilizations: A Review**, Enzyme and Microbial Technology 35 (2004), 126-139
- [17] Goncalves, Vanessa L, M. C. M. Laranjeira, and V. T. Favere, 2005, **Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled Release of Diclofenac Sodium**, Polímeros: Ciência e Tecnologia (2005) 15, 6–12.
- [18] Sabarudin, A., Lenghor, N., Oshima, M., Hakim, L., Takayanagi, T., Yun-Hua, G., dan Motomizu, S., 2007, **Sequential-Injection On-line Preconcentration Using Chitosan Resin Functionalized with 2-amino-5-hydroxy benzoic acid for The Determination of Trace Elements in Enviromental Water Samples by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry**, Talanta, 72: 1609-1617.
- [19] Lahan, R.W., 1976, **Surface Charge Variation In Aging Ferric Hydroxide**, *Clays and Clay Minerals*, 24 : 320-326.

- [20] Pecsok et al, 1976, **Modern Methods of Chemical Analysis**, 2nd edition, John Willey and Sons Inc, New York.
- [21] Jagessar, R.C. dan Odessa A, 2011, **Determination of Nitrate Anions Concentrations in Wastewater from Selected Areas of Coastal Guyana Via a Spectrophotometric Method**, *International Journal of Academic Research*, 3 (1) : II, University of Guyana, Georgetown.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LAMPIRAN

LAMPIRAN A

Perhitungan

A.1 Larutan NaNO_3 100 mg/L

$$\text{BM NO}_3 = 62 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM NaNO}_3 = 85 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Konsentrasi NO}_3 = 100 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{massa NO}_3 &= C \text{ (mg/L)} \times \text{vol larutan} \\ &= 100 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} = 10 \text{ mg} = 0,01 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa NaNO}_3 &= 0,01 \text{ gram} \times \frac{85 \text{ g/mol}}{62 \text{ g/mol}} = 0,0137 \text{ gram} \end{aligned}$$

A.2 Larutan Standar Nitrat dengan berbagai konsentrasi

1. $C = 10 \text{ mg/L}$

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

2. $C = 20 \text{ mg/L}$

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 20 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

3. $C = 30 \text{ mg/L}$

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 30 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

4. C = 40 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 40 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

5. C = 50 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 50 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 12,5 \text{ mL}$$

A.3 Larutan Glutaraldehid dengan konsentrasi 0.05 M

$$\text{Kadar Glutaraldehid} = 25 \%$$

$$\text{Densitas} = 1,06 \times 10^3 \text{ g/L}$$

$$\text{BM Glutaraldehid} = 100,12 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi glutaraldehid } 25\% &= \frac{25}{100} \times 1,06 \times 10^3 \text{ g/L} = 265 \text{ g/L} \\ &= \frac{265 \text{ g/L}}{100,12 \text{ g/mol}} \\ &= 2,64 \text{ mol/L} \end{aligned}$$

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

$$2,64 \text{ mol/L} \times V_1 = 0,05 \text{ mol/L} \times 100 \text{ mL}$$

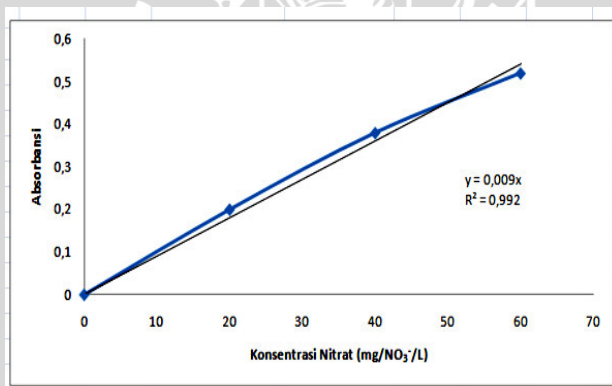
$$V_1 = 1,89 \text{ mL}$$

LAMPIRAN B

Data dan Hasil

TABEL B.1 Data Absorbansi Kurva Baku Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben

Konsentrasi Nitrat (mg NO ₃ ⁻ /L)	Absorbansi pada λ 410 nm			Absorbansi rata-rata
	1	2	3	
0	0	0	0	0
20	0,2	0,2	0,2	0,2
40	0,39	0,38	0,38	0,38
60	0,5	0,53	0,53	0,52



Gambar B.1 Kurva Baku Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben

Tabel B.2 Data Absorbansi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben

Massa Adsorben (gram)	Absorbansi Sebelum Adsorpsi		Absorbansi Setelah Adsorpsi	
	0,005	0.28	0.28	0,24
0,01	0.28	0.28	0,17	0,18
0,03	0.28	0.28	0,13	0,12
0,05	0.28	0.28	0,07	0,11
0,1	0.28	0.28	0,03	0,03
0,2	0,28	0,28	0,04	0,04

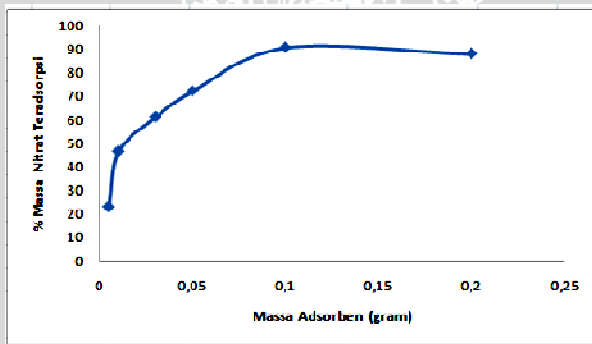
Tabel B.3 Data Konsentrasi Sebelum dan Sesudah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Massa Adsorben

Massa Adsorben (gram)	Konsentrasi Sebelum Adsorpsi (mg/NO ₃ ⁻ /L)		Konsentrasi Setelah Adsorpsi (mg/NO ₃ ⁻ /L)	
	0,005	31,1	31,1	26,6
0,01	31,1	31,1	18,8	20
0,03	31,1	31,1	14,4	13,3
0,05	31,1	31,1	7,77	12,2
0,1	31,1	31,1	3,33	3,33
0,2	31,1	31,1	4,44	4,44

Tabel B.4

Data % Massa Nitrat Teradsorpsi untuk Pengaruh Massa Adsorben

Massa Adsorben (gram)	% Massa Nitrat Teradsorpsi		Rata-rata % Massa Nitrat Teradsorpsi	SD
	1	2		
0,005	23	23	23	0
0,01	48,6	44,7	46,65	2,77
0,03	60,9	62,4	61,65	1,54
0,05	78,8	65,9	72,35	9,12
0,1	90,8	90,8	90,8	0
0,2	88,3	88,2	88,25	0,1

**Gambar B.2** Kurva Pengaruh Massa Adsorben terhadap % Teradsorpsi

Tabel B.5 Data Absorbansi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Waktu Kontak

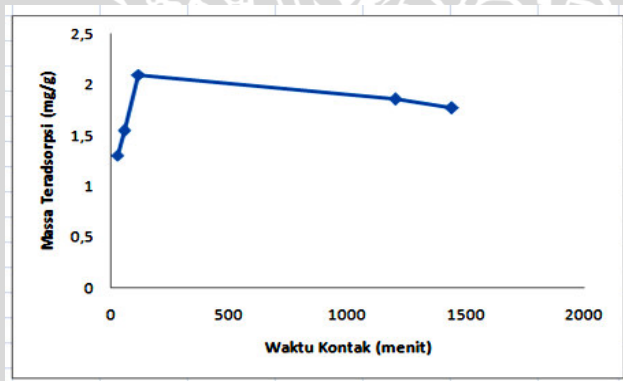
Waktu Kontak (menit)	Absorbansi Sebelum Adsorpsi		Absorbansi Setelah Adsorpsi	
	30	0,35	0,35	0,28
60	0,35	0,35	0,26	0,24
120	0,35	0,35	0,18	0,18
1200	0,35	0,35	0,22	0,21
1440	0,35	0,35	0,22	0,22

Tabel B.6 Data Konsentrasi Sebelum dan Setelah Adsorpsi Nitrat untuk Pengaruh Waktu Kontak

Waktu Kontak (menit)	Konsentrasi Sebelum Adsorpsi (mg NO ₃ ⁻ /L)		Konsentrasi Setelah Adsorpsi (mg NO ₃ ⁻ /L)	
	30	38,8	38,8	31,1
60	38,8	38,8	28,8	26,6
120	38,8	38,8	20	20
1200	38,8	38,8	24,4	23,3
1440	38,8	38,8	24,4	24,4

Tabel B.7 Data Massa Nitrat Teradsorpsi (Q) untuk Pengaruh Waktu Kontak

Waktu Kontak (menit)	Q ₁ (mgNO ₃ ⁻ / g adsorben)	Q ₂ (mgNO ₃ ⁻ / g adsorben)	Q _{rata-rata} (mgNO ₃ ⁻ / g adsorben)	SD
30	1,23	1,37	1,3	0,097
60	1,54	1,53	1,535	0,005
120	2,1	2,1	2,1	0
1200	1,83	1,87	1,85	0,032
1440	1,8	1,73	1,765	0,052



Gambar B.3 Kurva Pengaruh Waktu kontak terhadap Massa Nitrat Teradsorpsi

Lampiran C

Analisis Statistik

C.1 Pengaruh Variasi Massa Adsorben terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Kitosan-Ferihidrit

Tabel C.1.1 Data Statistik Massa Adsorben Optimum

Massa Adsorben (gram)	% NO ₃ ⁻ Teradsorpsi		Jumlah	Rataan
	Ulangan			
	1	2		
0,005	23	23	46	23
0,01	48,6	44,7	93,3	46,65
0,03	60,9	62,4	123,3	61,65
0,05	78,8	65,9	144,7	72,35
0,1	90,8	90,8	181,6	90,8
0,2	88,3	88,2	176,5	88,25
Total			765,4	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh variasi massa adsorben terhadap persentase NO₃⁻ teradsorpsi, maka dilakukan analisis menggunakan uji F dengan cara sebagai berikut:

1. Menghitung Faktor Korelasi (FK) :

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{np} = \frac{(765,4)^2}{12} = 48819,76$$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

$$\begin{aligned} \text{a. JK total} &= [\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (Y_{ij})^2] - FK \\ &= [(23)^2 + \dots + (88,2)^2] - 48819,76 \\ &= 6817,043 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. JK}_{\text{perlakuan}} &= \frac{\left[\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2 \right]}{n_1} - \text{FK} \\
 &= \frac{[(46,044)^2 + \dots + (176,462)^2] - 48819,76}{2} \\
 &= 6723,655
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. JK}_{\text{galat percobaan}} (\text{JK}_G) &= \text{JK}_{\text{total}} - \text{JK}_{\text{perlakuan}} \\
 &= 6817,043 - 6723,655 \\
 &= 93,388
 \end{aligned}$$

2. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

$$\begin{aligned}
 \text{a. Kuadrat Tengah}_{\text{perlakuan}} (\text{KT}_p) &= \frac{\text{JK}_p}{\text{db}_{\text{perlakuan}}} \\
 &= \frac{6723,655}{5}
 \end{aligned}$$

$$= 1344,731$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. Kuadrat Tengah}_{\text{galat percobaan}} (\text{KT}_G) &= \frac{\text{JK}_G}{\text{db}_{\text{percobaan}}} \\
 &= \frac{93,388}{6}
 \end{aligned}$$

$$= 15,5646$$

3. Menghitung nilai F

$$\begin{aligned}
 F_{\text{hitung}} &= \frac{\text{KT}_p}{\text{KT}_G} \\
 &= \frac{1344,731}{15,5646} = 86,396
 \end{aligned}$$

$$F_{\text{Tabel } 5\%} = 4,39$$

Tabel C.1.2 Analisis sidik ragam satu arah % NO₃⁻teradsorpsi terhadap variasi massa adsorben

Sumber Keragaman (SK)	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	6723,655	1344,731	86,3966	4,39
Galat Percobaan	6	93,38778	15,56463		
Total	11	6817,043			

Karena F hitung > F tabel maka H1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan variasi massa adsorben terhadap % NO₃⁻ teradsorpsi yang diperoleh, sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

4. Menghitung nilai BNT 5%

$$\text{BNT (5\%)} = t_{dbg}^{\alpha/2} \sqrt{\frac{2KT_{galat}}{n}}$$

$$\text{BNT (5\%)} = t_6^{0,025} \sqrt{\frac{2 \times 15,5646}{2}}$$

$$\text{BNT (5\%)} = 2,45 \times 3,945$$

$$\text{BNT (5\%)} = 9,6657$$

Tabel C.1.3 Pengaruh variasi massa adsorben terhadap uji BNT

Massa Adsorben (gram)	Rerata % NO ₃ ⁻ ter Adsorpsi	Massa Adsorben (gram)					
		0,005	0,01	0,03	0,05	0,1	0,2
		Rerata % NO ₃ ⁻ teradsorpsi					
		23	46,65	61,65	72,35	90,8	88,25
0,005	23	-					
0,01	46,65	23,65*	-				
0,03	61,65	38,65*	15*	-			
0,05	72,35	49,35*	25,7*	10,7*	-		
0,1	90,8	67,8*	44,15*	29,15*	18,45*	-	
0,2	88,25	65,25*	41,6*	26,6*	15,9*	2,55	-

Keterangan = * beda nyata taraf uji 5%
 Jika (Xa-Xb) > BNT : beda nyata
 (Xa-Xb) < BNT : tidak beda nyata

C.2 Pengaruh Variasi Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Nitrat dengan Kitosan-Ferihidrit

Tabel C.2.1 Data Statistik Waktu Kontak Optimum

Waktu Kontak (menit)	Massa NO ₃ ⁻ Teradsorpsi (mg/g)		Jumlah	Rataan
	Ulangan			
	1	2		
30	1,23	1,37	2,6	1,3
60	1,54	1,53	3,07	1,535
120	2,1	2,1	4,2	2,1
1200	1,83	1,87	3,7	1,85
1440	1,8	1,73	3,53	1,765
Total			17,1	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh variasi waktu kontak terhadap massa NO_3^- teradsorpsi, maka dilakukan analisis menggunakan uji F dengan cara sebagai berikut:

3. Menghitung Faktor Korelasi (FK) :

$$\text{FK} = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{np} = \frac{(17,1)^2}{10} = 29,241$$

4. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

$$\begin{aligned} \text{a. JK total} &= [\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (Y_{ij})^2] - \text{FK} \\ &= [(1,23)^2 + \dots + (1,73)^2] - 29,241 \\ &= 0,748192 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b. JK perlakuan} &= \frac{[\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2]}{n_1} - \text{FK} \\ &= \frac{[(2,6)^2 + \dots + (3,53)^2] - 29,241}{2} \\ &= 0,734855 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{c. JK galat percobaan (JK}_G) &= \text{JK}_{\text{total}} - \text{JK}_{\text{perlakuan}} \\ &= 0,748192 - 0,734855 \\ &= 0,013337 \end{aligned}$$

5. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

$$\begin{aligned} \text{a. Kuadrat Tengah perlakuan (KT}_p) &= \frac{JK_p}{db_{\text{perlakuan}}} \\ &= \frac{0,734855}{4} \end{aligned}$$

$$= 0,183713$$

$$\begin{aligned} \text{b. Kuadrat Tengah galat percobaan (KT}_G) &= \frac{JK_{GP}}{db_{percobaan}} \\ &= \frac{0,013337}{5} \\ &= 0,002667 \end{aligned}$$

6. Menghitung nilai F

$$\begin{aligned} F_{\text{hitung}} &= \frac{KT_P}{KT_G} \\ &= \frac{0,183713}{0,002667} = 68,883 \end{aligned}$$

$$F_{\text{Tabel } 5\%} = 5,19$$

Tabel C.2.2 Analisis sidik ragam satu arah massa NO_3^- teradsorpsi terhadap variasi waktu kontak

Sumber Keragaman (SK)	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	0,734855	0,183714	68,883	5,19
Galat Percobaan	5	0,013336	0,002667		
Total	9	0,748191			

Karena $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ maka H_1 diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan variasi waktu kontak terhadap massa NO_3^- teradsorpsi yang diperoleh, sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

7. Menghitung nilai BNT 5%

$$\text{BNT (5\%)} = t_{dbg}^{\alpha/2} \sqrt{\frac{2KT_{galat}}{n}}$$

$$\text{BNT (5\%)} = t_5^{0,025} \sqrt{\frac{2 \times 0,002667}{2}}$$

$$\text{BNT (5\%)} = 2,57 \times 0,05164$$

$$\text{BNT (5\%)} = 0,1327$$

Tabel C.2.3 Pengaruh variasi waktu kontak terhadap uji BNT

Waktu Kontak (menit)	Rerata massa NO ₃ ⁻ teradsorpsi	Waktu Kontak (menit)				
		30	60	120	1200	1440
		Rerata massa NO ₃ ⁻ teradsorpsi				
		1,3	1,535	2,1	1,85	1,765
30	1,3	-				
60	1,535	0,24*	-			
120	2,1	0,8*	0,55*	-		
1200	1,85	0,55*	0,34*	0,25*	-	
1440	1,765	0,46*	0,22*	0,33*	0,08	-

Keterangan
Jika

= * beda nyata taraf uji 5%

(Xa-Xb) > BNT : beda nyata

(Xa-Xb) < BNT : tidak beda nyata

Lampiran D

Skema Kerja

D.1 Diagram Alir Penelitian

