

**Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Larutan  
Kobal(II) dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan  
Biomassa *Azolla Microphylla*-Silika**

**SKRIPSI**

oleh:  
**SHABRINA ADANI PUTRI**  
**0810923079**



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

**Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Larutan  
Kobal(II) dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan  
Biomassa *Azolla Microphylla*-Silika**

**SKRIPSI**

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

oleh:  
**SHABRINA ADANI PUTRI**  
**0810923079**



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

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Larutan  
Kobal(II) dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa  
*Azolla microphylla*-silika**

oleh:  
**SHABRINA ADANI PUTRI**  
**0810923079**

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Dandar Purwonugroho, M.Si  
NIP.19600610 199203 1 002

Dr.rer.nat.Rahmat Triandi Tjahjanto,M.Si  
NIP.19720717 200003 1 002

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 : Shabrina Adani Putri  
NIM : 0810923079  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi berjudul :

Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Kobal(II) dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla*-silika

Dengan ini menyatakan bahwa :

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, .....  
Yang menyatakan,

(Shabrina Adani Putri)  
NIM. 0810923079

**Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Kobal(II)  
dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa  
*Azolla microphylla*-silika**

**ABSTRAK**

Pada penelitian ini telah dipelajari tentang pemekatan kobal(II) dengan metode ekstraksi fasa padat menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika sebelum dianalisa konsentrasinya menggunakan spektrofotometer serapan atom. Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi eluen HCl terhadap *recovery* kobal(II). Pada penentuan pH optimum adsorpsi digunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika dengan ukuran 80-100 mesh dengan metode *batch*. Pada proses ekstraksi fasa padat digunakan kolom mini (*catridge*) yang berisi biomassa *Azolla microphylla*-silika sebanyak 1 gram. Larutan kobal(II) 0,5 mg/L sebanyak 50 mL dialirkan dalam kolom dengan laju alir 0,5 mL/menit. Kobal(II) yang terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika dilakukan *recovery* menggunakan 5 mL HCl dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,8 M; 1 M; 1,2 M dan 1,4 M dialirkan melalui kolom dengan laju alir 0,5 mL/menit. Adsorpsi kobal(II) oleh *Azolla microphylla*-silika optimum pada pH 4. Pemekatan larutan kobal(II) optimum terjadi pada saat kobal(II) di kolom dielusi menggunakan HCl 1 M sebanyak 5 mL dengan laju alir 0,5 mL/menit dengan persentase *recovery* yang didapatkan sebesar 93,44%.

Kata kunci: ekstraksi fasa padat, *Azolla microphylla*, kobal(II), mini kolom

# **Effect of Eluent Concentration on Cobalt(II) Preconcentration by Solid Phase Extraction Using Biomass of *Azolla microphylla*-Silica**

## **ABSTRACT**

Preconcentration of cobalt(II) solution by solid phase extraction utilizing biomass of *Azolla microphylla*-silica before its determination using atomic absorption spectrophotometer had been investigated. The purpose of this research was to study the effect of eluent concentration toward the recovery of cobalt(II). Batch experiments were performed using biomass of *Azolla microphylla*-silica 80-100 mesh to find out the optimum pH of cobalt(II) adsorption. Column experiments were conducted using mini column (cartridge) loaded by 1.0 g biomass of *Azolla microphylla*-silica. Fifty milliliter of 0.50 mg/L cobalt(II) solution was added through the column at flow rate of 0.5 mL/min. Cobalt(II) bound by adsorbent in the column were recovered using 5.0 mL of various concentrations of HCl solution of 0.8 M; 1 M; 1.2 M and 1.4 M. Results of the research showed that the optimum pH of cobalt(II) adsorption by biomass of *Azolla microphylla*-silica was pH 4. Concentration of eluent affected the recovery of cobalt(II). It was found that the optimum preconcentration of cobalt(II) solution occurred when cobalt(II) bound in the column was desorbed using 5.0 mL of 1.0 M HCl solution at flow rate of 0.5 mL/minute with recovery percentage of 93.44 %.

*Keywords:* solid phase extraction, *Azolla microphylla*, cobalt(II), mini coulomn



## KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil alamin penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas rahmat dan kasih sayang-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul : **Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap Pemekatan Kobal(II) dengan Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla*-Silika.**

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku Pembimbing I atas bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan skripsi
2. Dr. rer. nat. Rachmat Triandi T., M.Si selaku dosen pembimbing II atas ilmu, bimbingan, dan pengarahan yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
3. Dra Anna Rosdiana, M.Si selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan masukan kepada penulis selama menempuh studi di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
4. Dosen Penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah tugas akhir.
5. Staf pengajar dan karyawan jurusan kimia yang telah memberikan ilmu dan bimbingan selama perkuliahan.
6. Kedua orang tua dan keluarga penulis yang selalu memberikan doa, semangat, kasih sayang, dan dukungan hingga terselesainya skripsi ini.
7. Teman seperjuangan penelitian Yudistia, Alan dan Rizki serta angkatan 2008 yang setia membantu selama 4 tahun ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang sangat membangun. Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Agustus 2012

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Adsorpsi Kobal(II) Menggunakan Biomassa Tumbuhan ....	5
2.2 Pengaruh pH terhadap Pengikatan Kobal(II) oleh Biomassa .....	6
2.3 Ekstraksi Fasa Padat Kobal(II) .....	7
2.4 Adsorpsi Ion Logam dengan <i>Azolla microphylla</i> .....	9
2.5 Amobilisasi <i>Azolla sp.</i> pada Matriks Polisilikat .....	10
2.6 Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap <i>Recovery</i> Kobal(II) .....	12
2.7 Hipotesis .....	13
<b>BAB III METODOLOGI.....</b>	<b>14</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	14
3.2 Bahan Penelitian.....	14
3.3 Alat Penelitian .....	14
3.4 Tahap Penelitian .....	14
3.5 Cara Kerja.....	15
3.5.1 Preparasi Adsorben Biomassa <i>Azolla microphylla</i> .....	15
3.5.2 Amobilisasi Biomassa pada Polisilikat.....	15



3.5.3	Penentuan pH Optimum Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika.....	15
35.4	Preparasi Kolom Ekstraksi Fasa Padat .....	16
3.5.5	Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika dalam Kolom .....	17
3.5.6	Pencucian Kolom Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika dari Kobal(II).....	17
3.5.7	Penentuan Konsentrasi Eluen Optimum pada Ekstraksi Fasa Padat Kobal(II) Menggunakan Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika .....	17
3.6	Analisis Data .....	18
3.6.1	Penentuan pH Optimum .....	18
3.6.2	Penentuan Kobal(II) yang Terikat pada Kolom.....	18
3.6.3	Penentuan Recovery Kobal(II) pada Kolom <i>Azolla microphylla</i> -silika .....	18
3.6.4	Uji Statistik .....	19
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>20</b>
4.1	Penentuan pH Optimum terhadap Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika .....	20
4.2	Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -silika dalam Kolom .....	23
4.3	Pencucian Kolom dari Kobal(II) yang Terikat oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika pada Kolom .....	24
4.4	Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl Optimum pada Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -silika .....	25
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>		<b>28</b>
5.1	Kesimpulan.....	28
5.2	Saran .....	28
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>29</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>35</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Proses ekstraksi fasa padat .....	9
<b>Gambar 2.2</b>	<i>Azolla microphylla</i> .....	9
<b>Gambar 3.1</b>	Rangkaian alat ekstraksi fasa padat .....	16
<b>Gambar 4.1</b>	Kurva pengaruh pH terhadap adsorpsi kobal(II) oleh <i>Azolla microphylla</i> -silika .....	20
<b>Gambar 4.2</b>	Kurva pengaruh konsentrasi eluen HCl terhadap persentase <i>recovery</i> Kobal(II) .....	26
<b>Gambar C.1</b>	Kurva baku larutan standar kobal(II) .....	43



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 3.1</b>	Uji statistik adsorpsi dan elusi kobal(II) oleh <i>Azolla microphylla</i> -silika .....	19
<b>Tabel 3.2</b>	Uji ANOVA .....	19
<b>Tabel 4.1</b>	Data adsorpsi kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -Silika .....	23
<b>Tabel 4.2</b>	Data pencucian kolom dari kobal(II) yang terikat pada biomassa <i>Azolla microphylla</i> -silika dalam kolom .....	24
<b>Tabel A.1</b>	Pembuatan larutan kobal(II) 100mg/L pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 .....	36
<b>Tabel A.2</b>	Larutan kobal(II) berbagai konsentrasi .....	37
<b>Tabel A.3</b>	Pembuatan HCl dengan berbagai konsentrasi .....	39
<b>Tabel C.1</b>	Data kurva baku kobal(II) .....	43
<b>Tabel D.1</b>	Data pengukuran pengaruh pH .....	44
<b>Tabel F.1</b>	Data adsorpsi kobal(II) dalam kolom .....	48
<b>Tabel G.1</b>	Data pencucian kolom dari kobal(II) menggunakan <i>Azolla microphylla</i> -silika .....	49
<b>Tabel H.1</b>	Data pengaruh konsentrasi eluen HCl terhadap persen <i>recovery</i> dengan laju alir 0,5 mL/menit .....	51
<b>Tabel I.1</b>	Data pengaruh pH .....	53
<b>Tabel I.2</b>	Analisa sidik ragam satu arah penentuan pH .....	54
<b>Tabel I.3</b>	Selisih rerata antar perlakuan pH .....	55
<b>Tabel J.1</b>	Data pengaruh konsentrasi eluen HCl .....	56
<b>Tabel J.2</b>	Analisa sidik ragam satu arah dalam penentuan konsentrasi eluen HCl .....	57
<b>Tabel J.3</b>	Selisih rerata antar perlakuan konsentrasi eluen HCl ...	58

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran A.</b>	Preparasi Larutan .....	35
A.1	Pembuatan Kobal(II) 1000 mg/L .....	35
A.2	Pembuatan Kobal(II) 0,5 mg/L .....	35
A.3	Pembuatan Larutan Kobal(II) 100 mg/L dengan pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 .....	36
A.4	Pembuatan Larutan Standar Kobal(II) 400 mg/L, 100 mg/L, 50 mg/L .....	36
A.5	Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M dan 0,01 M ....	37
A.6	Pembuatan Larutan HCl 0,1 M dan 0,01 M.....	38
A.7	Pembuatan Larutan HCl 1,4 M; 0,8 M; 1 M dan 1,2 M .....	38
A.8	Pembuatan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5% 100 mL.....	39
A.9	Pembuatan Larutan Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> 6% .....	39
A.10	Pembuatan Larutan BaCl <sub>2</sub> 0,1 M.....	39
A.11	Pembuatan Larutan CH <sub>3</sub> COOH 0,1 M.....	40
A.12	Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4 .....	40
<b>Lampiran B.</b>	Diagram Alir Penelitian .....	42
<b>Lampiran C.</b>	Kurva Baku Kobal(II) .....	43
<b>Lampiran D.</b>	Data Pengukuran Adsorpsi Kobal(II) terhadap Variasi pH .....	44
<b>Lampiran E.</b>	Perhitungan pH Kobal(II) Mulai Mengendap .....	46
<b>Lampiran F.</b>	Data Pengukuran Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa <i>Azolla microphylla</i> -silika dalam Kolom .....	48
<b>Lampiran G.</b>	Data Pengukuran Pencucian Kolom <i>Azolla microphylla</i> -Silika dari Kobal(II).....	49
<b>Lampiran H.</b>	Data Pengukuran Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl pada Ekstraksi Fasa Padat .....	51
<b>Lampiran I.</b>	Uji Statistik Pengaruh pH pada Adsorpsi Kobal(II) .....	53
<b>Lampiran J.</b>	Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl ...	56
<b>Lampiran K.</b>	Surat Identifikasi Biomassa <i>Azolla microphylla</i> .	57

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kontaminasi logam berat di lingkungan akan berdampak pada kesehatan manusia. Salah satu logam berat yang cukup berbahaya dan mencemari lingkungan adalah kobal. Kobal(II) memiliki kadar yang sangat rendah di lingkungan, meskipun kadarnya rendah tetapi kobal(II) dapat terakumulasi di dalam tubuh sehingga dapat membahayakan manusia. Badan Internasional Penelitian Kanker telah mengklasifikasikan kobal sebagai senyawa karsinogenik pada manusia [1]. Kobal digunakan dalam pabrik pengecoran logam sebagai bahan logam campuran [2]. Hal tersebut yang menyebabkan tercemarnya perairan oleh limbah logam kobal(II). Konsentrasi kobal dalam air yang diperbolehkan pada kisaran konsentrasi  $<1,5-15,1$  ng/mL untuk air laut,  $0,5-35,4$  ng/mL untuk air sungai,  $0,3-22,3$  ng/mL untuk air ledeng, dan  $2,0-2,3$  ng/mL untuk air mineral [3]. Konsentrasi kobal(II) di perairan sangat rendah, sehingga tidak bisa dilakukan analisa secara langsung menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Hal tersebut dikarenakan SSA hanya mampu menganalisa ion logam dengan baik pada rentang mg/L, maka diperlukan proses pemekatan terlebih dahulu sebelum dianalisa dengan SSA.

Pemekatan kobal(II) dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu ekstraksi cair-cair [4], membran filtrasi [5], elektrokimia dengan karbon aktif [6] dan ekstraksi fasa padat [7-11,3]. Diantara metode tersebut, ekstraksi fasa padat adalah yang paling efektif dalam pemekatan berbagai macam logam karena prosesnya stabil, mudah dalam pemisahannya, tidak memerlukan pelarut organik, simpel, cepat, murah karena menggunakan sedikit reagen dan faktor pemekatan yang didapatkan besar [12]. Penelitian tentang ekstraksi fasa padat kobal(II) yang telah dilakukan yaitu dengan menggunakan reagen pengkhelat [7,8], resin Amberlite XAD-7 [3], SDS-lapisan alumina [9], karbon aktif [10] dan resin modifikasi [11]. Kelemahan dari fasa padat tersebut yaitu tidak ramah lingkungan dan mahal, sehingga dibutuhkan fasa padat (adsorben) yang lebih efisien, tidak berbahaya dan dapat digunakan kembali.



Penggunaan biomassa sebagai fasa padat dianggap lebih efisien dibandingkan menggunakan fasa padat komersial seperti resin dan piringan pengkhelat. Hal tersebut karena biomassa lebih murah, banyak terdapat di alam, lebih efektif, dan lebih mudah terdegradasi sehingga ramah lingkungan. Biomassa yang sudah banyak digunakan menjadi biosorben ion logam berat adalah *Azolla sp* [13-19] karena memiliki kandungan protein total sebesar 25–30 % [20]. Kandungan protein yang tinggi pada biomassa *Azolla sp* menyebabkan biomassa ini berpotensi untuk mengikat ion logam di air [20,21], sehingga biomassa *Azolla sp* dapat digunakan menjadi fasa padat (adsorben) dalam proses pemekatan kobal(II) pada ekstraksi fasa padat.

Biomassa yang digunakan dalam bentuk serbuk sehingga jika biomassa langsung dikemas dalam kolom maka akan menggumpal sehingga menurunkan laju alir. Masalah ini dapat diselesaikan dengan cara mengamobilisasi biomassa dalam matriks polisilikat. Amobilisasi biomassa juga akan memperluas permukaan biomassa dan meningkatkan kekuatan mekanik biomassa. Penelitian yang telah menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika untuk mengadsorpsi ion logam yaitu tembaga(II) [13], kadmium(II) [14] dan timbal(II) [15] bahkan ekstraksi fasa padat tembaga(II) dengan mikrokolom juga telah diteliti [16]. Penggunaan biomassa *Azolla pinnata*-silika sebagai adsorben juga sudah banyak digunakan yaitu kromium(III) [17], kromium(IV) [18], campuran Cr(III) dan Cr(IV) [19].

Ekstraksi fasa padat memiliki dua proses penting yaitu adsorpsi dan desorpsi. Pada proses adsorpsi pH memiliki peranan yang penting dalam pengikatan kobal(II), sehingga dalam penelitian ini dikaji pengaruh pH terhadap proses adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika. Adsorpsi kobal(II) oleh biomassa yang telah dilakukan yaitu menggunakan biomassa lumut termodifikasi [22], daun rumput gajah [23], *Amaranthus hybridus* [24] dan menggunakan alga hijau *Cosmarium panamense* [25] dengan pH optimum adsorpsi berturut-turut yaitu 6, 5, 5 dan 4

Proses desorpsi bertujuan untuk melepas interaksi ion logam dengan fasa padat. Pelepasan ion logam dari fasa padat tersebut diperlukan larutan eluen yang sesuai, baik jenis dan konsentrasinya. Eluen yang biasa digunakan untuk mengelusi logam berat yaitu  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  dengan proses pengkompleksan, larutan sulfit dengan

proses pengendapan dan HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaOH dengan proses pertukaran ion. Pelepasan kembali kobal(II) yang telah terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom digunakan larutan asam karena interaksi elektrostatis gugus aktif *Azolla microphylla*-silika dengan logam menurun pada pH rendah [13]. HCl adalah eluen yang lebih baik untuk mengelusi ion logam dibandingkan dengan HNO<sub>3</sub> [11]. Konsentrasi eluen mempengaruhi pemekatan kobal(II) karena semakin tinggi konsentrasi eluen larutan HCl maka semakin tinggi persentase *recovery* yang didapatkan [16]. Penelitian yang telah dilakukan untuk *recovery* kobal(II) yaitu dengan 1 M HCl dan 2 M HNO<sub>3</sub> [11], 2 M HNO<sub>3</sub> [4], ethanol 5% [8], 1 M HNO<sub>3</sub> [7], sedangkan menurut Gardea-Torresdey HCl mampu melepas ion logam pada biomassa amobil dengan 0,1 M HCl [26].

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini mempelajari pengaruh konsentrasi eluen larutan HCl terhadap pemekatan kobal(II) menggunakan ekstraksi fasa padat dengan mini kolom (*cartridge*) dengan panjang 10 cm dan diameter 1 cm. Fasa padat yang digunakan adalah *Azolla microphylla* yang diamobilisasi matriks polisilikat (*Azolla microphylla*-silika) yang sebelumnya ditentukan terlebih dahulu pH optimum pengikatan kobal(II) menggunakan metode *batch* (pengocokan).

## 1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Berapa pH optimum adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla* yang diamobilisasi pada matriks polisilikat dengan metode *batch* ?
2. Berapa konsentrasi optimum eluen larutan HCl pada ekstraksi fasa padat kobal(II) menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika?

## 1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Biomassa *Azolla microphylla* yang digunakan dalam keadaan sudah dikeringkan.
2. Ukuran partikel biomassa *Azolla microphylla* yang digunakan adalah 120-150 mesh.

3. Penentuan pH optimum adsorpsi kobal(II) dilakukan dengan metode *batch* sedangkan konsentrasi eluen optimum dilakukan dengan menggunakan kolom ekstraksi fasa padat.
4. Ukuran biomassa *Azolla microphylla*-silika yang digunakan sebagai adsorben pada kolom ekstraksi fasa padat adalah 20-40 mesh dan 80-100 mesh pada metode *batch*.
5. Kolom yang digunakan berdiameter 1 cm dan panjangnya 10 cm.
6. Kolom *Azolla microphylla*-silika yang digunakan tetap.
7. Penelitian dilakukan pada temperatur ruang.

#### **1.4. Tujuan Penelitian**

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Menentukan pH optimum adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla* yang diamobilisasi pada matriks polisilikat dengan metode *batch*.
2. Menentukan konsentrasi eluen larutan HCl optimum pada ekstraksi fasa padat kobal(II) menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika.

#### **1.5. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah menyediakan informasi tentang pemekatan larutan kobal(II) dengan metode ekstraksi fasa padat menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika. Informasi yang diberikan oleh penelitian adalah pH optimum adsorpsi kobal(II) dan konsentrasi optimum larutan eluen.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Adsorpsi Kobal(II) Menggunakan Biomassa Tumbuhan

Penelitian yang sudah dilakukan dalam adsorpsi kobal(II) menggunakan biomassa tumbuhan yaitu menggunakan daun rumput gajah (*Medicago sativa*) dengan kobal(II) yang berhasil diadsorpsi sebesar 20,89 mg/g [23], tanaman lumut yang sudah dimodifikasi HNO<sub>3</sub> dan NaOH dengan kobal(II) yang berhasil diadsorpsi sebesar 240 mg/L [22]. Kobal(II) juga berhasil diadsorpsi oleh biomassa alga hijau *Cosmarium panamense* sebesar 16,69 mg/g [25] dan *Spyrogyra hyalina* sebesar 7,386 mg/g [27]. Begitu pula adsorpsi menggunakan biomassa *Musa paradisiaca* berhasil mengadsorpsi kobal(II) sebesar 50 mg/L [28].

Adsorpsi adalah proses suatu molekul berinteraksi pada suatu permukaan dan merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menghilangkan zat pencemar dari air limbah. Molekul yang diserap adalah adsorbat dan permukaan yang menyerap adalah adsorben [29]. Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang melibatkan gaya intermolekuler (gaya van der Waals, ikatan hidrogen, dll). Pada adsorpsi ini adsorbat tidak terikat kuat pada permukaan adsorben sehingga dapat bergerak dari satu bagian adsorben kebagian yang lain. Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang melibatkan ikatan valensi sebagai hasil pemakaian bersama elektron oleh adsorben dan adsorbat. Adsorpsi kimia berhubungan dengan pembentukan senyawa kimia yang melibatkan adsorben dan permukaan-permukaan zat yang diserap [29].

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain sifat adsorbat karena besarnya adsorpsi zat terlarut tergantung pada kelarutannya pada pelarut, konsentrasi adsorbat akan meningkatkan adsorpsi tetapi tidak berbanding lurus, adsorben yang memiliki luas permukaan yang besar akan meningkatkan adsorpsi karena akan semakin banyak adsorbat yang kontak dengan permukaan adsorben. Faktor lainnya yaitu temperatur rendah (eksotermis) akan meningkatkan adsorpsi, lama kontak dan pengocokan akan mempercepat proses adsorpsi pada saat kesetimbangan adsorpsinya



dan pH larutan akan meningkatkan adsorpsi pada saat senyawa yang penyerap dan diserap sudah terionisasi [30,31].

Pada daerah yang terkontaminasi logam berat terdapat beberapa jenis tumbuhan yang dapat bertahan hidup. *Gardea Torresdey* dkk [32] meneliti alfalfa (*Medicago sativa*) dapat tumbuh dalam logam yang terkontaminasi logam berat. Kemampuan tumbuhan yang dapat hidup di lahan yang terkontaminasi logam berat disebabkan adanya perubahan perkembangan gugus-gugus fungsional yang menghambat efek toksik dari logam berat. Tumbuhan mempunyai fitokelatin yang diproduksi dalam jumlah besar, fitokelatin digunakan sebagai pengikat logam berat dan mereduksi bahayanya sehingga dapat hidup dengan akumulasi logam berat konsentrasi rendah di dalam jaringannya sedangkan dalam lahan yang tingkat kontaminasi logam beratnya tinggi tumbuhan tersebut tidak dapat bertahan hidup [33]. Penggunaan biomassa tumbuhan yang telah mati memiliki komponen senyawa yang berpotensi sebagai pengikat logam lebih baik bila dibandingkan dengan penggunaan tumbuhan hidup karena lebih mudah mengontrolnya [32,33].

## **2.2 Pengaruh pH terhadap Pengikatan Kobal(II) oleh Biomassa**

Penelitian sebelumnya telah banyak meneliti tentang kemampuan tumbuhan dalam mengikat ion logam di air. Kondisi pH larutan merupakan faktor yang sangat penting karena pH berpengaruh terhadap gugus aktif biomassa dan sifat kimia logam berat. pH mempengaruhi interaksi dan gugus karboksil ( $\text{COO}^-$ ) yg berperan dalam ikatan ion logam. Gugus karboksil terprotonasi (bermuatan positif) pada pH di bawah  $\text{pK}_a$   $\text{COOH}$ , mengakibatkan terjadi tolakan antara kation-kation logam dengan biomassa tersebut. Pada pH tinggi atau diatas  $\text{pK}_a$   $\text{COOH}$ ,  $\text{COOH}$  akan terdeprotonisasi dan mempositifkan ion logam. Ion logam akan berikatan dengan gugus karboksil dengan mekanisme pertukaran ion [34]. Kondisi optimum pengikatan logam kationik oleh biomassa terjadi pada pH 4 sampai 6 [34,35].

Beberapa penelitian yang telah dilakukan untuk mengadsorpsi kobal(II) dari media air yaitu oleh Caramalau [22] menggunakan lumut yang dimodifikasi dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{NaOH}$  dengan metode *batch* didapatkan pH optimum pengikatan ion logam



pada pH 6. Pada penelitian Lestari [23] pengikatan ion kobal(II) oleh biomassa daun rumput gajah menunjukkan kondisi optimum pengikatan terjadi pada pH 5. Adsorpsi kobal(II) optimum menggunakan biomassa alga hijau *Cosmarium panamense* yang telah mati terjadi pada pH 4 [25]. Adsorpsi dengan *Musa parasitiaca* memiliki pH optimum pengikatan pada pH 6 [28]. Pengikatan kobal(II) oleh biomassa ini sesuai dengan pH optimum pengikatan logam kationik oleh biomassa pada umumnya yaitu pada pH 4 sampai pH 6 [34].

Pada pengikatan ion logam oleh biomassa tumbuhan terjadi mekanisme interaksi ion logam yang bermuatan positif dengan sisi aktif permukaan dinding sel adsorben yang bermuatan negatif [36]. Pada pengikatan tersebut pH sangat berperan karena pada pH rendah sisi aktif biosorben akan terprotonasi sehingga terjadi penolakan antara kation logam dengan biosorben yang bermuatan positif. Pada pH tinggi sisi aktif akan terdeprotonasi sehingga terjadi tarikan antara ion logam dengan biosorben yang bermuatan negatif [34].

### **2.3 Ekstraksi Fasa Padat Kobal(II)**

Ekstraksi fasa padat memiliki banyak macam fasa padat yang digunakan untuk memisahkan analit yang terkandung dalam fasa gerak. Penelitian tentang ekstraksi fasa padat kobal(II) yang telah dilakukan yaitu menggunakan reagen pengkhelat [7,8], resin Amberlite XAD-7 [5], SDS-alumina [9], karbon aktif [10] dan resin modifikasi [11].

Ekstraksi yaitu metode untuk memisahkan komponen zat terlarut dari campurannya atau dengan pelarutnya berdasarkan perbedaan kelarutan, menggunakan pelarut yang sesuai. Berdasarkan fase zat terlarut dan pelarut, ekstraksi dibedakan menjadi ekstraksi cair cair, ekstraksi padat-cair dan ekstraksi gas-cair. Ekstraksi fasa padat adalah pemisahan komponen zat terlarut/analit dalam suatu larutan dengan melewati larutan tersebut ke fasa diam agar zat terlarut yang diinginkan terjerap pada fasa padat. Zat terlarut yang terjerap pada fasa diam dilepas kembali menggunakan pelarut yang sesuai, proses ini disebut elusi [12]. Ekstraksi fasa padat adalah teknik preparasi sampel yang menggunakan kolom dan memiliki mekanisme interaksi seperti kromatografi. Tujuan dari ekstraksi fasa

padat adalah untuk pemekatan konsentrasi, pencucian dari pengotor dan pertukaran pelarut [12,37].

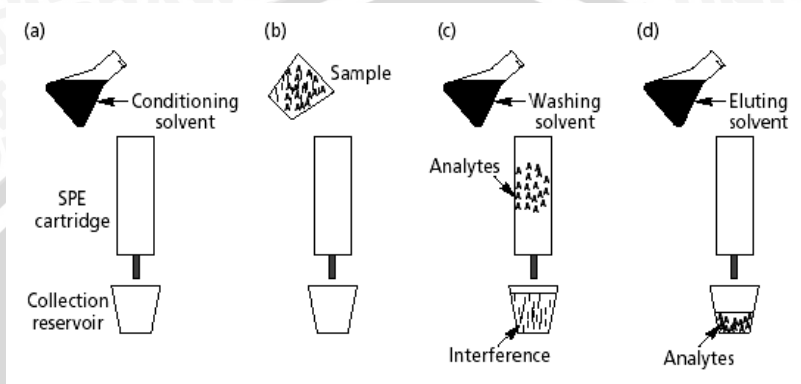
Koefisien distribusi merupakan koefisien untuk mengetahui seberapa besar analit dalam larutan sampel sebagai fasa gerak sudah teradsorpsi dalam fasa padat. Koefisien distribusi bernilai besar jika analit yang diinginkan seluruhnya terjebak dalam fasa padat. Koefisien distribusi dapat ditentukan menggunakan persamaan 2.1 [12].

$$K_D = \frac{[\text{analit}]_{\text{fasa padat}}}{[\text{analit}]_{\text{fasa gerak}}} \quad (2.1)$$

Ekstraksi fasa padat memiliki empat mekanisme interaksi antara suatu analit dan fasa padatnya yaitu fasa normal (*normal phase*) terjadi interaksi hidrofilik (seperti interaksi polar-polar,  $\pi$ - $\pi$ , dipol-dipol, ikatan hydrogen), kedua adalah fasa terbalik (*reversed phase*) terjadi interaksi hidrofobik (seperti interaksi nonpolar-nonpolar, gaya van der Waals atau gaya dispersi). Ketiga adalah penukar ion (*ion exchange*) terjadi penukar anion dan penukar kation dengan tahapan lepasnya ion dari fasa padat, reaksi pertukaran ion dari fasa padat dan larutan analit dan teradsorpsi ion dari larutan ke dalam permukaan fasa padat. Ikatan analit dengan permukaan terjadi karena adanya tarikan elektrostatik dari gugus bermuatan pada permukaan fasa padat. Larutan yang memiliki kekuatan ionic yang tinggi digunakan untuk menukarkan ion pada senyawa yang tertahan di fasa padat sehingga senyawa tersebut dapat dielusi [37].

Ada empat langkah dalam proses ekstraksi fasa padat seperti pada Gambar 2.1. Tahap pertama (a) yaitu pengkondisian (*conditioning*), merupakan tahapan yang dilakukan dengan penambahan pelarut yang mampu mengaktifkan penjerap serta mampu membasahi permukaan penjerap sehingga analit yang terdapat dalam larutan sampel dapat berinteraksi dengan penjerap. Tahap kedua (b) yaitu retensi (*retention/loading*) merupakan proses pemasukan larutan sampel, dimana pada proses ini analit yang diinginkan akan tertahan pada penjerap sementara komponen lain dari matriks yang tidak diinginkan akan keluar dari *cartridge*. Tahap ketiga (c) dilanjutkan dengan pembilasan (*washing*) yang dilakukan dengan penambahan larutan yang mampu menghilangkan sisa matriks yang tertinggal tetapi tidak mempengaruhi interaksi analit dengan penjerap. Tahap terakhir (d) yaitu pengelusan (*elutioning*)

yaitu penambahan larutan yang mampu memutuskan interaksi analit dengan penjerap [38].



**Gambar 2.1:** Proses ekstraksi fasa padat [38]

## 2.4 Adsorpsi Ion Logam dengan *Azolla microphylla*

*Azolla microphylla* memiliki kandunga protein yang tinggi. Protein memiliki peranan sangat penting terhadap pengikatan ion logam. Penelitian yang menggunakan *Azolla microphylla* untuk mengadsorpsi ion logam berat pada masing-masing pH optimumnya yaitu adsorpsi kadmium(II) didapatkan persentase adsorpsi sebesar 77,27% [14], adsorpsi tembaga(II) didapatkan persentase adsorpsi sebesar 88,23% [16], adsorpsi timbal(II) sebesar 99,49% [15]



**Gambar 2.2:** *Azolla microphylla* [38]

*Azolla* berasal dari bahasa latin, yaitu *Azo* yang berarti kering dan *Ollyo* yang berarti mati. Tanaman ini akan mati bila dalam keadaan kering. *Azolla* merupakan tanaman sejenis paku-pakuan air

yang hidupnya mengambang di atas permukaan air. *Azolla* adalah paku air mini yang biasa ditemukan di perairan tenang seperti danau, kolam, sungai, dan pesawahan. *Azolla microphylla* berukuran kecil, lunak bercabang-cabang dan tidak beraturan. Daunnya tebal, berwarna hijau muda dengan tepi hijau agak pucat. Pertumbuhannya tumpang tindih membentuk gugusan dengan ketebalan 1-3 cm dengan jumlah spora yang banyak [39]. *Azolla microphylla* ditunjukkan pada Gambar 2.2.

Klasifikasi tanaman *Azolla microphylla* yaitu [39]:

Kingdom : *Plantae*  
Divisio : *Pteridophyta*  
Kelas : *Filicopsidae*  
Ordo : *Salviniales*  
Famili : *Azollaceae*  
Genus : *Azolla*  
Species : *Azolla microphylla*

Bila dibandingkan dengan tanaman air lainnya, tanaman azolla mempunyai kandungan protein yang cukup tinggi [40]. Dalam 100 g *Azolla microphylla* kering mempunyai kandungan protein kasar sebesar 23,6 g; lemak 2,69 g; dan abu 28,71 g. Komposisi asam amino dalam *Azolla microphylla* sebagai persentase protein kasar adalah: treonin (4,70); valin (6,75); isoleusin (5,38); fenilalanin (5,64); triptofan (2,01); leusin (9,05), lisin (6,45); metionin (1,88); arginin (6,62); dan histidin (2,31) [41].

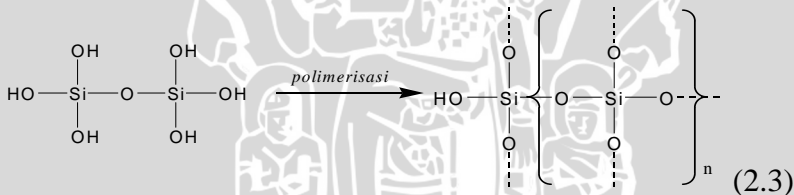
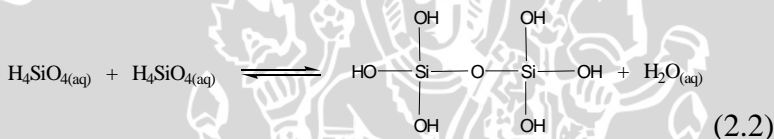
## 2.5 Amobilisasi *Azolla sp.* pada Matriks Polisilikat

Biomassa yang teramobilisasi matriks polisilikat akan memperbesar luas permukaan biomassa sehingga ion logam dapat terikat lebih banyak pada biomassa tersebut. Pengamobilisasian biomassa juga akan meningkatkan kekuatan mekanik biomassa dan meningkatkan ketahanan terhadap sifat kimia yang muncul dari sampel sehingga mempermudah desorpsi dan pemakaian kembali biomassa [26]. Amobilisasi biomassa menggunakan matriks polisilikat akan meningkatkan daya adsorpsi dari biomassa itu sendiri karena matriks polisilikat hanya sebagai pendukung dan memperluas permukaan adsorben [34]. Biomassa yang telah diamobilisasi dapat digunakan kembali, meningkatkan produk dan bisa digunakan secara terus menerus dalam jangka waktu yang lama [42].



Penelitian yang telah menggunakan *Azolla microphylla*-silika sebagai adsorben untuk ion logam yaitu adsorpsi tembaga(II) [13], kadmium(II) [14], timbal(II) [15], dan adsorpsi tembaga(II) dalam mikrokolom [16]. Spesies *Azolla* yang lain yaitu *Azolla pinnata* dan telah diamobilisasi dengan matriks polisilikat juga telah digunakan untuk mengadsorpsi ion logam seperti kromium(III) [17], kromium(IV) [18] dan campuran kromium(III) dan kromium(IV) [19]. Metode amobilisasi biomassa pada matriks polisilikat dapat diklasifikasikan dalam metode jebakan, yaitu biomassa ditempatkan di dalam kisi-kisi gel semipermeabel atau pada membran polimer semipermeabel. Keuntungan amobilisasi dengan cara penjebakan adalah bahwa fungsi katalitik dan struktur alami molekul biomassa relatif tidak mengalami perubahan [26].

Mekanisme reaksi polimerisasi ditunjukkan pada persamaan 2.2 sampai 2.4 [43].



Matriks polisilikat dibuat dari reaksi natrium metasilikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) dengan suatu asam sehingga menghasilkan asam monosilikat dan asam monosilikat tersebut mengalami polimerisasi membentuk gel polisilikat [43]. Reaksi tersebut dijelaskan pada reaksi 2.2, 2.3 dan 2.4 [43]. Reaksi tersebut akan terjadi terus menerus hingga terbentuk sistem tiga dimensi dari Si-O-Si. Apabila biomassa dicampur dengan gel polisilikat pada pH rendah (pH 2) dan dengan pengadukan maka diperoleh campuran biomassa-polisilikat yang homogen dan masih lembek. Peningkatan pH akan mengerasakan gel polisilikat, sehingga biomassa akan teramobilisasi pada matriks polisilikat [34].



## 2.6 Pengaruh Konsentrasi Eluen terhadap *Recovery* Kobal(II)

Proses desorpsi dilakukan untuk memperoleh kembali adsorbat yang teradsorpsi pada permukaan adsorben. Desorpsi dipengaruhi oleh perubahan pH, konsentrasi eluen, jenis eluen, temperatur, penurunan tekanan dan kehadiran adsorbat lain. Apabila proses yang terjadi antara ion logam dengan permukaan adsorben adalah proses pertukaran ion, maka eluen yang dibutuhkan harus mengandung suatu komponen yang dapat menggantikan adsorbat pada permukaan adsorben [43].

Eluen yang biasa digunakan untuk mengelusi logam berat yaitu  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  dengan proses pengkompleksan, larutan sulfit dengan proses pengendapan dan  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaOH}$  dengan proses pertukaran ion. Pelepasan kembali kobal(II) yang telah terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom menggunakan larutan asam karena interaksi elektrostatik gugus aktif biomassa *Azolla microphylla*-silika dengan ion logam menurun pada pH rendah [13].  $\text{HCl}$  adalah eluen yang lebih baik untuk mengelusi ion logam dibandingkan dengan  $\text{HNO}_3$  [11].

Konsentrasi eluen mempengaruhi pemekatan kobal(II) karena semakin tinggi konsentrasi eluen larutan  $\text{HCl}$  maka semakin tinggi persentase *recovery* yang didapatkan [16]. Penelitian yang telah dilakukan untuk melepas kobal(II) dari fasa padatnya yaitu dengan 1M  $\text{HCl}$  dan 2 M  $\text{HNO}_3$  [11], 2 M  $\text{HNO}_3$  [4], ethanol 5% [8], 1 M  $\text{HNO}_3$  [7], 3 M dengan fasa padat *Azolla microphylla*-silika pada mikrokolom secara *online* [16]. Menurut Gardea-Torresdey [26],  $\text{HCl}$  mampu melepas ion logam pada biomassa amobil dengan 0,1 M  $\text{HCl}$ . Persentase antara jumlah analit yang tertahan dalam kolom dengan analit yang berada terelusi dinamakan persentase *recovery* [12]. Pada proses pertukaran ion terjadi peningkatan persentase *recovery* seiring dengan peningkatan konsentrasi eluen karena semakin besar konsentrasi eluen maka interaksi antara eluen dengan adsorbat juga semakin besar. Semakin banyak jumlah  $\text{H}^+$  dari  $\text{HCl}$  menyebabkan semakin banyak logam yang lepas dari *Azolla microphylla*-silika dalam kolom [16].

## 2.7 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini adalah:

1. pH optimum adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika terjadi antara pH 4 sampai 6.
2. Konsentrasi eluen berpengaruh terhadap pemekatan larutan kobal(II). Konsentrasi optimum eluen larutan HCl pada ekstraksi fasa padat kobal(II) yaitu pada konsentrasi paling pekat karena semakin tinggi konsentrasi eluen larutan HCl maka semakin tinggi persentase *recovery* kobal(II) yang didapatkan.



## BAB III METODOLOGI

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Anorganik dan Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya selama empat bulan, mulai bulan Februari sampai dengan Juni 2012.

### 3.2 Bahan Penelitian

Tanaman *Azolla microphylla* yang digunakan berasal dari Laboratorium Bioteknologi Universitas Muhammadiyah Malang (UMM). Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan berderajat pro analisa (p.a), yaitu  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , HCl 37%,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , NaOH,  $\text{BaCl}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96%,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100% dan akuades

### 3.3 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: seperangkat alat gelas, kolom ukuran 20 x 5 cm, kolom 10 x 1 cm, selang infus, oven Fisher Scientific 655 F, ayakan 20, 40, 80, 100, 120, dan 150 mesh, pengocok listrik (*shaker*) Edmund SM 25, sentrifuge Hittech EBAIII, timbangan mettle AE 50, pH meter, pengaduk magnet, dan spektrofotometer serapan atom SHIMADZU AA 6800

### 3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan melalui beberapa tahap yaitu:

1. Preparasi adsorben *Azolla microphylla*
2. Amobilisasi *Azolla microphylla* dengan matriks polisilikat
3. Penentuan pH optimum adsorpsi dengan metode *batch*
4. Preparasi kolom ekstraksi fasa padat
5. Adsorpsi kobal(II) oleh biomassa dalam kolom
6. Penentuan kondisi optimum pencucian kolom
7. Penentuan konsentrasi eluen optimum HCl.
8. Analisis data

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Preparasi Adsorben Biomassa *Azolla microphylla* [33]**

*Azolla microphylla* dicuci sampai bersih, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C sampai diperoleh massa yang konstan. *Azolla microphylla* kering ditumbuk, kemudian diayak menggunakan ayakan berukuran 120 mesh. Partikel yang lolos dari ayakan 120 mesh diayak lagi menggunakan ayakan berukuran 150 mesh. Partikel biomassa yang tertahan pada 150 mesh adalah biomassa yang digunakan pada penelitian ini. Biomassa *Azolla microphylla* berukuran 120-150 mesh dicuci dua kali menggunakan HCl 0,01 M, kemudian dibilas dengan akuades hingga filtrat tidak membentuk endapan dengan larutan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M. Biomassa *Azolla microphylla* yang sudah bersih dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai massanya konstan.

#### **3.5.2 Amobilisasi Biomassa pada Polisilikat [30]**

Asam sulfat 5% sebanyak 75 mL dicampur dengan larutan natrium metasilikat 6% pada gelas kimia 500 mL sampai pH 2. *Azolla microphylla* sebanyak 5 gram ditambahkan ke dalam larutan tersebut. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama 15 menit. Larutan natrium metasilikat 6% ditambahkan sedikit demi sedikit sampai pH 7 dan biomassa *Azolla microphylla* terdistribusi merata pada gel polimer. Gel polimer dicuci dengan akuades sampai filtrat tidak membentuk endapan dengan larutan BaCl<sub>2</sub> 0,1 M. *Azolla microphylla* yang telah teramobilisasi dengan matrik polisilikat dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai massa konstan. *Azolla microphylla*-silika ditumbuk dan diayak untuk memperoleh ukuran 80-100 mesh dan 20-40 mesh.

#### **3.5.3 Penentuan pH Optimum Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa *Azolla microphylla*-Silika**

Adsorben biomassa *Azolla microphylla*-silika sebanyak 0.1 g disiapkan dalam erlenmeyer 25 mL. Larutan kobal(II) 100 mg/L dengan pH 2 sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 25 mL yang berisi biomassa *Azolla microphylla*-silika. Larutan tersebut dikocok menggunakan pengocok listrik pada 125 rpm selama 60

menit, suspensi yang terbentuk disentrifugasi pada 3000 rpm selama 5 menit. Supernatan dipisahkan dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Konsentrasi kobal(II) dalam supernatan ditentukan dengan menggunakan SSA. Hal yang sama dilakukan untuk larutan kobal(II) pada pH 3, 4, 5, 6, dan 7. Percobaan dilakukan dengan dua kali perulangan.

### 3.5.4. Preparasi Kolom Ekstraksi Fasa Padat

Kolom ekstraksi yang digunakan memiliki dua bagian yaitu bagian atas merupakan kolom panjang 20 cm dan diameter 5 cm untuk fasa gerak (analit). Bagian bawah merupakan kolom mini (*catridge*) berukuran panjang 10 cm dan diameter 1 cm untuk fasa padat biomassa *Azolla microphylla*-silika. Masing-masing ujung kolom ditambahkan dengan selang infus untuk pengatur laju alirnya. Kolom ekstraksi disusun vertikal pada statif. Gelas kimia digunakan untuk penampung hasil ekstraksi. Rangkaian alat ekstraksi fasa padat tampak seperti pada Gambar 3.1. Kolom diisi dengan 1 gram biomassa *Azolla microphylla*-silika kemudian dialiri dengan larutan buffer pH 4 (pH optimum adsorpsi kobal(II) pada 3.5.3).



**Gambar 3.1:** Rangkaian alat ekstraksi fasa padat  
(A) Proses adsorpsi; (B) Proses elusi



### **3.5.5 Adsorpsi Kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam Kolom**

Larutan kobal(II) 0,5 mg/L sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam kolom yang telah dipreparasi sebelumnya (3.5.4) dengan laju alir 0,5 mL/menit. Filtrat ditampung dalam gelas kimia hingga volume yang dikeluarkan sama dengan volume awal yaitu 50 mL. Filtrat yang keluar merupakan kobal(II) sisa yang tidak tertahan oleh fasa padat *Azolla microphylla*-silika dalam kolom. Filtrat hasil adsorpsi kobal(II) pada kolom *Azolla microphylla*-silika pada perlakuan terakhir juga dianalisa. Konsentrasi kobal(II) dalam filtrat ditentukan dengan SSA.

### **3.5.6 Pencucian Kolom Biomassa *Azolla microphylla*-silika dari Kobal(II)**

Kolom yang berisi *Azolla microphylla*-silika dapat digunakan kembali dengan cara mengeluarkan seluruh kobal(II) yang tertahan dalam kolom. Oleh karena itu, perlu dilakukan pencucian kolom dengan tujuan untuk mengeluarkan semua kobal(II) yang tertahan dalam kolom. Percobaan pencucian kolom dilakukan dengan tiga kondisi percobaan. Kondisi percobaan pencucian kolom yang pertama menggunakan HCl 1 M dengan laju alir 0,5 mL/menit. Kondisi percobaan pencucian kolom yang kedua menggunakan HCl 1 M dengan laju alir 1 mL/menit dan dengan perendaman 10 menit. Metode ketiga menggunakan HCl 1 M dengan laju alir 0,5 mL/menit dan perendaman selama 25 menit. Eluat yang keluar dianalisa dengan SSA untuk mengetahui konsentrasi kobal(II).

### **3.5.7 Penentuan Konsentrasi Eluen Optimum Pada Ekstraksi Fasa Padat Kobal(II) Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla*-silika**

Larutan kobal(II) 0,5 mg/L sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam kolom dengan laju alir 0,5 mL/menit. Filtrat ditampung dalam gelas kimia hingga volume yang dikeluarkan sama dengan volume awal yaitu 50 mL. Filtrat yang keluar ditampung. Kobal(II) yang tertahan dalam kolom dielusi menggunakan variasi konsentrasi eluen HCl yaitu 0,8 M; 1 M; 1,2 M dan 1,4 M sebanyak 5 mL. Eluat

ditampung dengan gelas kimia hingga semua eluat keluar. Kolom yang telah digunakan dicuci menggunakan kondisi pencucian terbaik pada 3.5.6 yaitu dengan mengalirkan HCl 1 M dengan laju alir 0,5 mL/menit lalu direndam 25 menit. Kolom yang sudah bersih dinetralkan dengan mengalirkan akuades sampai filtrat yang keluar tidak terbentuk endapan putih dengan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M. Kolom yang sudah netral dikondisikan pada pH 4 kembali. Konsentrasi kobal(II) dalam eluat ditentukan menggunakan SSA. Percobaan dilakukan dengan dua kali perulangan.

### 3.6 Analisis Data

#### 3.6.1 Penentuan pH Optimum

Data yang telah diperoleh dapat dibuat kurva hubungan masing-masing variasi pH dengan persentase adsorpsi kobal(II). Persentase adsorpsi kobal(II) dapat ditentukan dengan rumus 3.3 berikut:

$$\frac{(C_0 - C_x)}{C_0} \times 100\% \quad (3.3)$$

Keterangan: C<sub>0</sub> = konsentrasi kobal(II) sebelum adsorpsi (mg/L)

C<sub>x</sub> = konsentrasi kobal(II) sesudah adsorpsi (mg/L)

#### 3.6.2 Penentuan Kobal(II) yang Terikat Pada Kolom

Dari data yang diperoleh dapat ditentukan jumlah persentase logam yang terikat dari 50 mL larutan kobal 0,5 mg/L, sehingga persentase kobal(II) yang terikat dengan *Azolla microphylla*-silika dalam kolom dapat ditentukan dengan rumus 3.4 berikut:

$$\frac{\text{massa kobal(II) awal (mg)} - \text{massa kobal(II) sisa (mg)}}{\text{massa kobal(II) awal (mg)}} \times 100\% \quad (3.4)$$

#### 3.6.3 Penentuan %Recovery Kobal(II) pada Kolom *Azolla microphylla*-silika

Dari data yang diperoleh dapat ditentukan jumlah massa *recovery* kobal(II), sehingga persentase *recovery* kobal(II) setelah proses pengikatan dapat ditentukan dengan rumus 3.5 berikut:

(3.5)

$$\frac{\text{massa kobal(II) terelusi (mg)}}{\text{massa kobal(II) teradsorpsi (mg)}} \times 100 \%$$

### 3.6.4 Uji Statistik

Data adsorpsi oleh variasi pH dan elusi oleh variasi konsentrasi eluen oleh *Azolla microphylla* yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan uji ANOVA. Respresentasi data adsorpsi dan elusi kobal(II) oleh *Azolla microphylla* disajikan pada Tabel 3.1 dan 3.2.

**Tabel 3.1:** Uji statistik adsorpsi dan elusi kobal(II) oleh *Azolla microphylla*-silika

Perlakuan	Ulangan			Total	Rata-rata
	1	2	3		
A	$Y_{11}$	$Y_{14}$	$Y_{13}$		
B					
C					
Total			$Y_{ij}$		

**Tabel 3.2.** Uji ANOVA

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	$F_{hit}$	$F_{tab}$
Perlakuan	n-1	JKP	$JKP/dB_p$	$KT_p/K_T_G$	$F(p-1); (n-1)$
Galat	$(p-1); (n-1)$	JKG	$JKG/dB_G$		
Total	$P_{n-1}$	JKT			

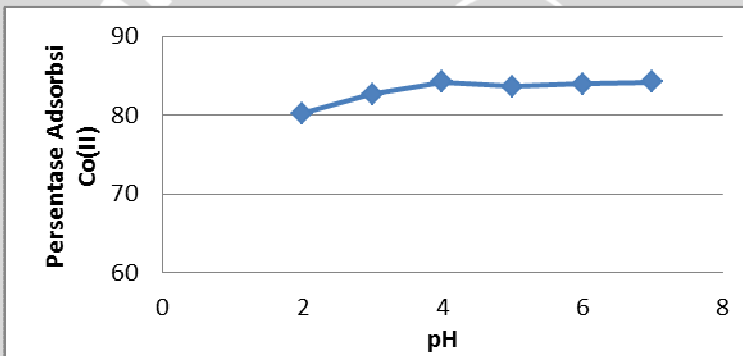
Apabila ada perbedaan hasil di antara perlakuan, diuji lebih lanjut dengan uji beda nyata terkecil (BNT).

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Penentuan pH Optimum terhadap Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa *Azolla microphylla*-Silika

Penentuan pH optimum adsorpsi larutan kobal(II) dengan konsentrasi awal 100 mg/L menggunakan biomassa *Azolla microphylla*-silika yang berukuran 80-100 mesh dilakukan pada variasi pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 dengan metode *batch*. Pengaruh pH terhadap persentase adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gam

bar 4.1 Kurva pengaruh pH terhadap adsorpsi kobal(II) oleh *Azolla microphylla*-silika

Berdasarkan uji statistik pada taraf nyata 5% didapatkan  $F_{hitung}$  (91,85) lebih besar dari  $F_{tabel}$  (4,39) yang berarti bahwa pH larutan kobal(II) berpengaruh terhadap persentase adsorpsi kobal(II) pada biomassa *Azolla microphylla*-silika (Gambar 4.1). Persentase adsorpsi meningkat dari pH 2 sampai dengan pH 4 kemudian relatif konstan sampai pH 7.

Hasil uji statistik menunjukkan bahwa pH berpengaruh nyata terhadap persentase pengikatan kobal(II) pada biomassa *Azolla microphylla*-silika sehingga dilakukan uji BNT untuk mengetahui perbedaan nyata terkecil dari persentase pengikatan kobal(II) dari pH 2 sampai pH 7. Berdasarkan uji tersebut didapatkan bahwa adsorpsi

pada pH 2 sampai dengan pH 4 berbeda nyata satu sama lain, pH 3 dan 5 tidak berbeda, sedangkan pH 4 sampai dengan pH 7 tidak berbeda nyata. Pada pH 4 diperoleh persentase adsorpsi paling tinggi, sehingga dapat disimpulkan bahwa optimum adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika terjadi pada pH 4. Data dan perhitungan dilampirkan pada Lampiran I.

Tetapan disosiasi ( $pK_a$ ) gugus karboksil berkisar antara 3 sampai 4. Pada pH 2 didapatkan nilai persentase adsorpsinya paling rendah yaitu 80,20%, sedangkan pada pH 3 didapatkan persentase adsorpsinya sebesar 82,70%. Rendahnya persentase adsorpsi tersebut dikarenakan gugus karboksil pada pH rendah (di bawah  $pK_a$ ) akan terprotonasi dan cenderung membentuk ammonium yang bermuatan positif ( $NH_3^+$ ) sehingga akan sulit menarik atau berinteraksi dengan kobal(II) yang bermuatan positif juga.

Namun persentase adsorpsi yang didapatkan pada pH 2 dan 3 tersebut masih tinggi (>50%), hal tersebut karena adanya basa Lewis lain pada biomassa *Azolla microphylla*-silika yang berikatan dengan kobal(II). Basa Lewis yang terdapat pada permukaan biomassa *Azolla microphylla*-silika sangat banyak jumlahnya tetapi tidak spesifik. Biomassa *Azolla microphylla*-silika tidak hanya terkandung protein melainkan juga terdapat karbohidrat dan lemak. Karbohidrat dan lemak memiliki O<sup>-</sup> yang tidak terprotonasi pada pH rendah sehingga diduga karbohidrat dan lemaklah yang berinteraksi dengan kobal(II).

Peningkatan nilai pH dari 3 ke 4 mengalami peningkatan persentase adsorpsi dikarenakan gugus karboksil mengalami deprotonasi (terbentuk  $COO^-$ ) sehingga dapat mengikat ion kobal(II) yang bermuatan positif. Pada pH 4 terjadi pengikatan kobal(II) terbesar yaitu 84,21%, hal ini karena pH 4 merupakan pH di atas  $pK_a$   $COO^-$  sehingga gugus karboksil dalam protein *Azolla microphylla*-silika tersebut terdeprotonasi dan bermuatan negatif yang mengakibatkan akan tarik menarik dengan kobal(II) yang bermuatan positif.

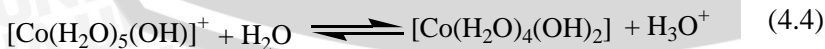
Mekanisme reaksi yang dapat diduga dari hasil tersebut adalah mekanisme pertukaran kationik yang melibatkan interaksi elektrostatik antara gugus bermuatan negatif pada dinding sel biomassa *Azolla microphylla*-silika dengan kobal(II) yang bermuatan positif. Gugus bermuatan negatif tersebut merupakan gugus



karboksil yang terdapat pada salah satu penyusun dinding sel biomassa *Azolla microphylla*-silika yaitu protein. Reaksi 4.1 menunjukkan bahwa gugus karboksil pada *Azolla microphylla*-silika mengalami deprotonasi akibat pH pada kondisi diatas pKa COOH yaitu 3 sampai 4, sehingga terbentuk gugus aktif bermuatan negatif. Reaksi 4.1 adalah reaksi kesetimbangan, dimana pada kondisi pH di bawah pKa COO<sup>-</sup> reaksi akan bergeser ke kiri begitu pula sebaliknya. Gugus aktif yang telah bermuatan negatif tersebut akan berinteraksi secara elektrostatis dengan kobal(II) yang bermuatan positif. Mekanisme interaksi tersebut disajikan pada reaksi 4.2



Persentase adsorpsi tidak mengalami perubahan (pada uji BNT tidak berbeda nyata) pada pH 5 sampai dengan pH 7. Hal tersebut tidak sesuai karena seharusnya kenaikan pH menghasilkan lebih banyak COO<sup>-</sup> dan akan meningkatkan persentase adsorpsi. Persentase adsorpsi yang didapatkan berturut-turut yaitu 83,67%, 84% dan 84,23%. Perubahan pH larutan kobal(II) tidak saja mempengaruhi gugus aktif biomassa, tetapi juga mempengaruhi reaksi hidrolisis dari kobal(II) sehingga akan mempengaruhi kemampuan logam untuk diadsorpsi. Hidrolisis kobal(II) tersebut menyebabkan perubahan muatan dari +2 menjadi +1 atau netral, sehingga penurunan muatan tersebut menyebabkan penurunan interaksi elektrostatis antara kobal(II) dengan gugus aktif *Azolla microphylla*-silika. Reaksi hidrolisis kobal(II) ini ditunjukkan oleh reaksi 4.3 dan 4.4.



Penelitian tentang pengaruh pH tidak dilakukan pada pH yang lebih tinggi dari pH 7 karena pada perhitungan Ksp pada Lampiran E menunjukkan bahwa kobal(II) mulai jenuh pada pH 7,59 dan mengendap pada pH di atas 7,59. Pengendapan kobal(II) mempengaruhi proses adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika, dimana kobal(II) yang telah mengendap akan sulit diadsorpsi oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika.

#### 4.2 Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam Kolom.

Penelitian tentang adsorpsi kobal(II) perlu dilakukan terlebih dahulu untuk mengetahui kemampuan adsorben biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom untuk mengadsorpsi kobal(II). Jumlah kobal(II) yang teradsorpsi dapat diketahui dengan menganalisa filtrat yang berisi kobal(II) sisa atau yang tidak teradsorpsi oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika. Pada penelitian ini hanya dilakukan analisa kobal(II) pada dua filtrat (larutan sisa adsorpsi) pada percobaan adsorpsi pertama dan kedua. Tujuan percobaan ini adalah untuk mengetahui kemampuan biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam mengadsorpsi kobal(II) tanpa mengukur seluruh filtrat hasil adsorpsi pada percobaan ekstraksi fasa padat.

Penelitian ini dilakukan dengan mengalirkan larutan kobal(II) 0,5 mg/L sebanyak 50 mL dengan laju alir 0,5 mL/menit ke dalam kolom yang berisi biomassa *Azolla microphylla*-silika yang telah dikondisikan dengan pH 4. Filtrat yang keluar ditampung dan dianalisa dengan SSA. Data pada penelitian ini disajikan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1:** Data adsorpsi kobal(II) oleh Biomassa *Azolla microphylla*-silika

Percobaan ke-	Massa Kobal Awal (mg)	Massa Kobal(II) sisa(mg)	Massa Kobal(II) terikat (mg)	%Adsorpsi	Rata-rata % Adsorpsi
1	0,025	0,0002	0,0248	99,2	99,6
2	0,025	0,0000	0,025	100	

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa persentase adsorpsi kobal(II) oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika pada percobaan adsorpsi yang pertama yaitu sebesar 99,2% dan percobaan kedua sebesar 100%. Persentase adsorpsi kobal(II) rata-rata didapatkan sebesar 99,6% yang dapat diasumsikan bahwa 100% kobal(II) berhasil diadsorpsi oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom. Hasil penelitian adsorpsi tersebut dapat digunakan sebagai acuan pada percobaan proses adsorpsi selanjutnya tanpa perlu mengukur semua filtrat hasil adsorpsi pada percobaan ekstraksi fasa padat. Hal tersebut didukung oleh perolehan prosentase adsorpsi kobal(II) pada proses adsorpsi percobaan ekstraksi fasa padat kedelapan (terakhir) sebesar 100%. Perhitungan pada Lampiran F.

### 4.3 Pencucian Kolom dari Kobal(II) yang Terikat oleh Biomassa *Azolla microphylla*-silika pada Kolom

Penentuan kondisi optimum pencucian kolom yang berisi *Azolla microphylla*-silika bertujuan agar biomassa *Azolla microphylla*-silika dapat melepaskan kobal(II) sisa setelah proses desorpsi pada ekstraksi fasa padat secara keseluruhan. Hal tersebut mengakibatkan kolom dapat digunakan kembali. Data setiap kondisi pencucian kolom tersebut disajikan dalam Tabel 4.2.

**Tabel 4.2:** Data pencucian kolom dari kobal(II) yang terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom

No	Kondisi Pencucian	Massa Kobal(II) Adsorpsi (mg)	Massa Kobal(II) Akhir (mg)	%Recovery
1	HCl 1 M; laju alir 0,5 mL/menit; tanpa perendaman	0,025	0,0231	92,28
2	HCl 1 M; laju alir 1 mL/menit; perendaman 10 menit	0,025	0,0228	91,32
3	HCl 1 M; Laju alir 0.5 mL/menit; perendaman 25 menit	0,025	0,0249	99,58

Penelitian ini dilakukan dengan tiga kondisi pencucian kolom. Kondisi pencucian kolom yang pertama yaitu dengan mengatur laju alir sebesar 0,5 mL/menit dan tanpa proses perendaman, didapatkan persentase *recovery* sebesar 92,28%. Hasil yang didapatkan belum maksimal sehingga perlu memperlambat laju alir karena laju alir yang diperlambat dapat memperbesar waktu kontak antara kobal(II) dengan biomassa *Azolla microphylla*-silika. Laju alir 0,5 mL/menit dianggap sudah lambat (keterbatasan kemampuan alat) maka dilakukan proses perendaman sebelum dialirkan keluar kolom. Kondisi pencucian kolom kedua yaitu dengan mengatur laju alir sebesar 1 mL/menit kemudian dilakukan perendaman selama 10 menit sehingga didapatkan persentase *recovery* sebesar 91,32%. Hasil tersebut dinilai belum maksimal, maka dilakukan perlambatan laju alir dan memperlama waktu perendaman sehingga dilakukan kondisi pencucian kolom ketiga yaitu dengan laju alir 0,5 mL/menit dan perendaman selama 25 menit. Didapatkan persentase *recovery* yang didapatkan sebesar yaitu 99,58% dan diasumsikan 100% kobal(II) dapat dilepas dari kolom. Data dan perhitungan lebih lengkap terlampir pada Lampiran G.

Berdasarkan hasil ketiga kondisi pencucian kolom tersebut, pencucian kolom dengan kondisi laju alir 0,5 mL/menit dan perendaman selama 25 menit menghasilkan persentase *recovery* yang paling besar (~100%). Oleh karena itu, kondisi tersebut dapat digunakan sebagai kondisi pencucian kolom dan dapat dilakukan setiap selesai melakukan percobaan ekstraksi fasa padat, sehingga adsorben dalam kolom dapat digunakan secara berulang-ulang tanpa menggantinya.

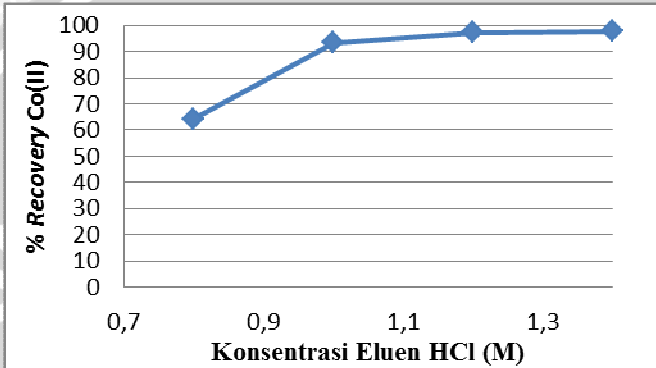
#### **4.4 Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl Optimum pada Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla*-silika**

Setelah metode pencucian kolom ditentukan, maka dapat dilanjutkan dengan penentuan konsentrasi eluen HCl optimum. Kobal(II) yang telah terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika pada proses adsorpsi menggunakan kolom dalam ekstraksi fasa padat, diharapkan dapat dilepas kembali (elusi) secara keseluruhan dengan persentase *recovery* yang besar. Hasil persentase *recovery* dapat menentukan kemampuan fasa padat biomassa *Azolla microphylla*-



silika untuk mengadsorpsi kobal(II), sehingga keefektifan fasa padat tersebut dapat ditentukan apabila jumlah kobal(II) yang diadsorpsi sama dengan jumlah kobal(II) yang dielusi.

Hubungan antara variasi konsentrasi eluen HCl 0,8 M; 1 M; 1,2 M dan 1,4 M dengan persentase *recovery* yang didapatkan ditunjukkan oleh Gambar 4.2.



**Gambar 4.2:** Kurva pengaruh konsentrasi eluen HCl terhadap persentase *recovery* kobal(II).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada konsentrasi kobal(II) 0,5 mg/L dengan volume 50 mL didapatkan rata-rata konsentrasi kobal(II) akhir hasil pemekatan berturut-turut dengan eluen HCl 0,8 M; 1 M; 1,2 M; 1,4 M dengan volume 5 mL yaitu 3,211 mg/L; 4,672 mg/L; 4,880 mg/L dan 4,884 mg/L. Persentase *recovery* yang didapatkan berturut-turut yaitu 64,23%; 93,45%; 97,23% dan 97,76% (Perhitungan ada di Lampiran H). Persentase *recovery* yang didapatkan tersebut meningkat (Gambar 4.2), hal ini sesuai dengan penelitian Majdi [16] yang menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi eluen larutan HCl maka semakin tinggi persentase *recovery* yang didapatkan.

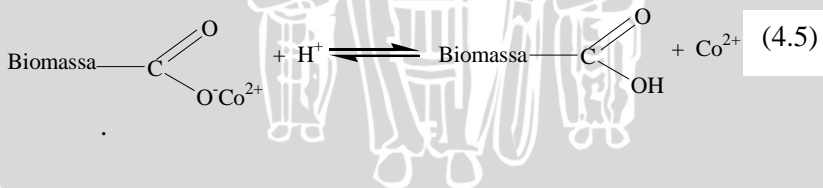
Persentase *recovery* didapatkan dari perbandingan massa kobal(II) setelah pemekatan dengan massa kobal(II) awal sebelum pemekatan. Pada hasil uji ANOVA yang dilakukan (Lampiran H) pada taraf nyata 0,05 didapatkan  $F_{hitung}$  sebesar 35,55 lebih besar dari  $F_{tabel}$  6,59. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi eluen HCl berpengaruh terhadap persentase *recovery*. Kemudian dilakukan uji



BNT dan didapatkan bahwa persentase *recovery* pada konsentrasi eluen 0,8 M berbeda nyata, sedangkan pada konsentrasi eluen HCl 1; 1,2 dan 1,4 tidak berbeda nyata sehingga dapat disimpulkan konsentrasi eluen HCl 1 M adalah kondisi optimum untuk *recovery* kobal(II) yang terikat pada biomassa *Azolla microphylla*-silika. Perhitungan uji statistik tersebut disajikan pada Lampiran J.

Larutan pengelusi yang digunakan adalah larutan asam karena pada proses adsorpsi di pH rendah didapatkan persentase adsorpsi paling rendah, sehingga untuk melepas kembali kobal(II) bisa menggunakan larutan ber-pH rendah. Hasil persentase *recovery* setelah pemekatan dengan eluen HCl 0,8 M didapatkan nilai persentase *recovery* yang rendah, hal ini kemungkinan disebabkan karena pada konsentrasi eluen yang lebih rendah interaksi elektrostatis antara kobal(II) dengan biomassa menjadi lebih lemah. Tetapi semakin tinggi konsentrasi eluen larutan HCl semakin tinggi persentase *recovery* yang didapatkan. Hal ini disebabkan karena semakin banyak jumlah H<sup>+</sup> dari HCl yang akan melepas kobal(II) dari biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam kolom.

Interaksi yang terjadi antara kobal(II) dengan gugus aktif *Azolla microphylla*-silika adalah interaksi elektrostatis, maka reaksi yang terjadi ketika eluen HCl ditambahkan adalah reaksi pertukaran ion. Kobal(II) yang bermuatan positif dan terikat pada gugus aktif *Azolla microphylla*-silika yang bermuatan negatif ditukar posisinya dengan H<sup>+</sup> sehingga kobal(II) lepas dan H<sup>+</sup> berikatan dengan gugus aktif *Azolla microphylla*-silika (-COO<sup>-</sup>). Mekanisme reaksi tersebut dijelaskan pada reaksi 4.5.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan:

1. pH optimum adsorpsi kobal(II) dari larutannya oleh biomassa *Azolla microphylla*-silika dengan metode *batch* adalah pH 4
2. Konsentrasi eluen HCl optimum dalam mengelusi kobal(II) yang terikat pada *Azolla microphylla*-silika dengan ekstraksi fasa padat adalah 1 M dengan laju alir 0,5 mL/menit dan persentase *recovery* sebesar 93,45%.

#### 5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pencucian kolom yang paling efisien sebelum digunakan kembali agar tidak memerlukan waktu yang cukup lama dalam proses perolehan kembali kobal(II) dalam kolom biomassa *Azolla microphylla*-silika.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] International Agency for Research on Cancer IARC, 1991, **Monographs On The Evaluation Of Carcinogenic Risks To Humans**, vol 52. International Agency for Research on Cancer, Lyon, p 363
- [2] Darmono, 1995, **Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup**, UI Press, Jakarta
- [3] Ince, M., Kaya, G. dan Yaman, M, 2010, **Solid Phase Extraction and Preconcentration of Cobalt in Mineral Waters With PAR-Loaded Amberlite XAD-7 and Flame Atomic Absorption Spectrometry**, *Environ Chem Letf*, vol.8
- [4] Khadem, M., F. Golbabaee, R.F. Abbas, J.S Seyed, 2010, **Optimization of Solid Phase Extraction for Trace Determination of Kobal(II) Using Chromosorb 102 in Biological Monitoring**, *International Journal of Occupational Hygiene*, Iran
- [5] Soyлак, M., U.Divrikli, L. Elci, M. Dogan, 2001, **Preconcentration of Cr(III), Kobal(II), Cu(II), Fe(III) and Pb(II) as Calmagite Chelates on Cellulose Nitrate Membrane Filter Prior to Their Flame Atomic Adsorption Spectrometric Determinations**, *Journal Elsevier Talanta*, 56 (2002) 565-570
- [6] Mohadesi, A., E.Teimoori, M. Ali Taher, H.Beitollah, 2010, **Adsorptive Stripping Voltametric Determination of Cobalt(II) on the Carbon Paste Electrode**, *International Journal Electrochemical Science*, 6 (2011) 301 – 308
- [7] Moghimi, A, S. Ghammamy, R. Ghiasi, 2011, **A Study On The Solid Phase Extraction of Kobal(II)-IIDE with C18 Disk**

**and it's Application to Determination of Trace Cobalt,**  
African Journal of Pure and Applied Chemistry

- [8] HU,Q, G. Yang, J. Yin, 2004, **Study on The Solid Phase Extraction and Spectrophotometric Determination of Cobalt with 2-(2-Quinolylazo)-5-Diethylaminoaniline,** Turk J Chem
- [9] Hossein, M, N.Dalali, A. Karami, K. Dastanra, 2010, **Solid Phase Extraction of Copper, Nickel and Cobalt in Water Sample using Surfactant Coated Alumina Modified with Indane-1,2,3-trione 1,2-dioxime and Determination by Flame Atomic Absorbtion Spectrometry,** Turk J Chem pp 805-814
- [10] Ghaedi, M, A. Shokrollahi, A. Kianfar, A.S. Mirsadeghi, M. Soylak, 2008, **The Determination of Some Heavy Metal in Food Sample by Flame Atomic Absorbtion Spectrometry After Their Separation-Preconcentration on Bis Salicyl Aldehyde, 1-3 Propan Diimine (BSPDI) Loaded on Actived Carbon,** Journal of Hazardous Material pp:128-134
- [11] Hamed, M.A, 2005, **Preconcentration and Separation of Fe(III), Kobal(II), Ni(II), and Zn(II) by Solid Phase Extraction Using Silica Modified with N-Propylsalicylaldimine,** Egyptian Journalof Aquatic Research Vol 31.1.2005
- [12] Simpson, N.J.K. dan M.J.M. Wells, 2000, **Introduction to Solid Phase Extraction,** Taylor & Francis Group LLC, USA
- [13] Failani, F, 2009, **Penggunaan Biomassa yang Diamobilisasi Pada Matriks Polisilikat Untuk Pengikatan Tembaga(II) Dengan Metode Kolom, Skripsi,** Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang

- [14] Ari, D.S., 2007, **Penggunaan *Azolla microphylla* yang Diamobilisasi Pada Matriks Polisilikat Pada Pemisahan Kadmium(II) Dari Larutan**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [15] Chan, D., 2007, **Pemisahan Timbal(II) dari Media Air Menggunakan Biomassa *Azolla microphylla* yang diamobilisasi pada Matriks Polisilikat**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [16] Majdi, M.K., 2010, **Pemekatan Tembaga(II) Secara On-Line Menggunakan Fasa Padat Biomassa *Azolla microphylla*-Silika**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [17] Suryati, L., 2007, **Pemisahan Kromium(III) Dari Media Air Menggunakan Biomassa *Azolla pinnata* yang Diamobilisasi Pada Matriks Polisilikat**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [18] Puspaninrum, 2007, **Studi Kemampuan Pengikatan Biomassa *Azolla pinnata* yang Diamobilisasi Pada Matriks Polisilikat Terhadap Kromium(IV)**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [19] Nurmayanti, D., 2007, **Adsorpsi Campuran Cr(III) dan Cr(IV) Menggunakan Biomassa *Azolla pinnata* yang Diamobilisasi Pada Matriks Polisilikat**, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [20] Basak, B., M.A.B. Pramanik, M.S. Rahman, S.U. taraf, dan B.C.Roy, 2002, (*Azolla pinnata*) **asa a Feed Ingredient in Broiler Ration**, *International Journal of Poultry Science*, 1(1), pp. 29-34
- [21] Djojosuwito, S., 2000, ***Azolla* Pertanian Organik dan Multiguna**, Kanisius, Yogyakarta



- [22] Caramalau, C., L.Bulgariu, dan M. Macoveanu, 2009, **Kobal(II) Removal From Aqueous Solutions by Adsorption on Modified Peat Moss**, *Chem Bull Politehnica*, volume 54(68) Univ Timisoara, Romania
- [23] Lestari, D., 2006, **Adsorpsi Kobal(II) Menggunakan Biomassa Daun Rumput Gajah (*Pennisetum purpureum* SCHUMACH)**, *Skripsi* Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, Malang
- [24] J.N, E, Dauda, T, Jimoh, 2010, **Biosorptive Removal of Cobalt(II) Ions From Aqueous Solutions by *Amaranthus hybridus* L. Stalk Waste**, *African Journal of Biotechnology* Vol 9(48)
- [25] J.C, Onwuka, V.Ajibola, J.A. Kagbu and A.J. Manji, 2011, **Biosorption of Cr(VI) and Co(II) Ion from Synthetic Wastewater using Dead Biomass of Fresh Water Green Algae *Cosmarium panamense***, *Scholar Research Library*
- [26] Gardea-Torresdey, J.L., K.J., Tiemann, J.H. Gonzales, J.A. Jenning, and M.S. Townsend, 1996, **“Ability of Silica-Immobilized *Medicago sativa* (Alfalfa) to Remove Copper Ions from Solution”**, *J. of Hazardous Materials*, 48, pp.181-190
- [27] Kumar, J.I.N, C.Oomen, 2012, **Removal of Heavy Metals by Biosorption Using Freshwater Alga *Spirogyra hyaline***, *Journal Environment Biology*
- [28] Shibi, I.G and T.S. Anirudhan, 2006, **Kinetic and Equilibrium Modeling of Adsorption of Cobalt(II) from Aqueous Solutions onto Surface Modified Lignocellulosics (*Musa parasisiaca*)**, *Journal of Chemical Technology*
- [29] Oscik, J., 1991, **Adsorbtion**, Edition Kobal, I.L., John Wiley and Sons, New York. pp. 128 – 129, 152 – 154.

- [30] Sawyer, C.N., and Mc Charty, P.L., 1987, **Chemistry for Engineering**. Third Edition, McGraw-Hill Book Company, New York, pp. 89
- [31] Weber, Jr., W.J., 1972, **Physics Chemical Process for Water Quality Control**, John Wiley Interscience, New York, pp 199, 229-296
- [32] Gardea-Torresdey, J.L., J.H. Gonzales, K.J. Tiemann, O. Rodriguez, and G. Gamez, 1998, **Phytofiltration of Hazardous Cadmium, Chromium, Lead, and Zinc by Biomass of Medicago sativa (Alfalfa)**, *J. of Hazardous Materials*, 57, pp.29-39
- [33] Mofa, A.S., 1985, **Plants Proving their Worth in Toxic Metal Cleanup**, *Science*, 269, pp.302-305
- [34] Gardea-Torresdey, J.L., G. De la Rosa, nad J.R Peralta-Videa, 2004, **Use of Phytofiltration Technologies in The Removal of Heavy Metals: a Review\***, 76, pp.801-813
- [35] Baig, T.H., A.E. Gracia, K.J. Tiemann, dan J.L. Gardea Torresdey, 1999, **Adsorption of Heavy Metal Ions by The Biomass of *Solanum elaeagnifolium* (Silverleaf night shade)**, *Proceceding Conference on Hazardous Waste Research*, pp.131-142
- [36] Das, N., R. Vimala and P.Karthika, 2007, **Biosorption of Heavy Metal-An Overview**, *Indian Journal of Biotechnology*, Vol 7, April 2008, pp 159-169
- [37] Supelco, 1998, **Guide to Solid Phase Extraction**, Bulletin 910 Sigma-Alderic Co, Bellefonte, USA
- [38] Thurman , E.M., and M.S. Mills, 1998, **Solid-Phase Extraction Principles and Practice**, John Wiley & Sons, Inc.

- [39] Lumpkin, T.A. dan D.L. Plucnet, 1980, ***Azolla Botany Physiology and Use Green Manure***, *Economic Botany West Vilae Tropical Agricultural*.
- [40] Supurwaningdyah, E., 1999, **Kecernaan In – Vitro Azolla (*Azolla Mycrophylla*, *Kaulfuss*) Pada Berbagai Tingkat Pemupukan Phospor dan Umur Pemanenan Yang Berbeda**, *Skripsi*, Fakultas Peternakan, Universitas Brawijaya, Malang
- [41] Khan, M.M, 1988, **A Primer on Azolla Production on China**, Nitrogen and Rice, IRRI
- [42] Payne,G., Bringi,V., Prince.C., Shuler,M., 1992, **Plant Cell and Tissue Culture in Liquid Systems**, 177-223, Hanser Publishers, Munich-Vienna. Rathore,A.K. & Khanna,P., 1979, Steroidal Constituents of *Costus speciosus* (Koen) Sm. Callus Cultures, *Planta Med.*, 35: 289-290
- [43] Henisch, H.K., 1988, **Crystals in Gels and Lisegang Rings**, Press Syndicate of The University Cambridge, Melbourne
- [43] Lewis, R.J., 1993, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Tweleft Ed., Van Nostrand Reinhold, New York.

## Lampiran A. Preparasi Larutan

### A.1 Pembuatan Larutan Kobal(II) 1000 mg/L

$$\begin{aligned}\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 129,93 + (6 \times 18) \\ &= 237,3 \text{ gr/mol}\end{aligned}$$

$$1000 \text{ mg/L Co (II)} = x \text{ mg/1L}$$

$$x \text{ (mg)} = 1000 \text{ mg/L } 1 \text{ L}$$

$$x = 1000 \text{ mg}$$

Sehingga  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  yang ditimbang adalah:

$$\text{Massa Co (II)} = \frac{\text{BA. Co}}{\text{BM CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \text{massa CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$1000 \text{ mg} = \frac{58,93 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{237,3 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times \text{massa CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{1000 \text{ mg}}{0,248} = 4.032,25 \text{ mg} = 4,032 \text{ gr}$$

Sebanyak 4,032 gram padatan  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ditimbang dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 100 mL, ditambah kemudian dimasukkan ke labu ukur 1000 mL, ditambah 1,5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan ditandabatkan dengan akuades.

### A.2 Pembuatan Larutan Kobal(II) 0,5 mg/L

Larutan kobal(II) 1000 mg/L sebelumnya diencerkan menjadi 100 mg/L terlebih dahulu agar rentang pengenceran tidak terlalu jauh.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 100 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = (100 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}) / 1000 \text{ mg/L}$$

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

Jadi kobal(II) 1000 mg/L yang harus dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan labu ukur 50 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas.

Larutan kobal(II) 0,5mg/L dibuat dengan mengencerkan larutan 100mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = (0,5 \text{ mg/L} \times 1000 \text{ mL}) / 100 \text{ mg/L}$$

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

Jadi kobal(II) 100 mg/L yang harus dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan labu ukur 1000 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas.

### A.3 Pembuatan Larutan Kobal(II) 100 mg/L dengan pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7

**Table A.1:** Pembuatan larutan kobal(II) 100 mg/L pH 2, 3, 4, 5, 6, 7

[Co(II)] awal (mg/L)	Volume awal (mL)	Diatur pH	[Co(II)] akhir (mg/L)	Volume akhir (mL)	Keterangan
400	25	2	100	100	100 mg/L pH 2
400	25	3	100	100	100 mg/L pH 3
400	25	4	100	100	100 mg/L pH 4
400	25	5	100	100	100 mg/L pH 5
400	25	6	100	100	100 mg/L pH 6
400	25	7	100	100	100 mg/L pH 7

Pembuatan larutan kobal(II) 100 mg/L pH 2 yaitu di pipet 25 mL larutan Kobal(II) 400 mg/L dan dimasukkan ke dalam gelas beaker. Kemudian diatur pH sampai diperoleh pH 2 (pengaturan pH dilakukan dengan menggunakan HCl dan NaOH dengan berbagai konsentrasi). Selanjutnya larutan dimasukkan labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan larutan pH 2 sampai tanda batas. Untuk pembuatan larutan kobal(II) 100 mg/L pH 3, 4, 5, 6, dan 7 dilakukan seperti pembuatan larutan kobal(II) mg/L pH 2.

### A.4 Pembuatan Larutan Standar Kobal(II) 400 mg/L dan 50 mg/L

Larutan Kobal(II) 400 mg/L dibuat dari larutan stok 1000 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$



$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 400 \text{ mg/L} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{400 \text{ mg/L} \times 250 \text{ mL}}{1000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 100 \text{ mL}$$

Keterangan:  $C_1$  = konsentrasi larutan kobal(II) awal

$C_2$  = konsentrasi larutan kobal(II) akhir

$V_1$  = volume awal larutan kobal(II)

$V_2$  = volume akhir larutan kobal(II)

**Table A.2:** Larutan kobal(II) berbagai konsentrasi

[Kobal(II)]awal (mg/L)	Volume awal (mL)	Volume akhir (mL)	[Kobal(II)] akhir (mg/L)
400	25	100	100
100	25	50	50

#### A.5 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M dan 0,01 M

$$\text{mol NaOH} = M \times V$$

$$= 0,1 \text{ M} \times 0,5 \text{ L}$$

$$= 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaOH} = \text{mol} \times M_r$$

$$= 0,05 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 2,000 \text{ g}$$

Sebanyak 2,000 gram NaOH dilarutkan dengan akuades dalam gelas beaker 100 mL, kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan NaOH 0,01 M dibuat dengan mengencerkan larutan NaOH 0,1 M

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

$$0,1 \text{ M} \times V_1 = 0,01 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,01 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{0,1 \text{ M}}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

Keterangan:  $M_1$  = konsentrasi larutan NaOH awal

$M_2$  = konsentrasi larutan NaOH akhir

$V_1$  = volume awal larutan NaOH

$V_2$  = volume akhir larutan NaOH

#### A.6 Pembuatan HCl 0,1 M dan 0,01 M

$$\begin{aligned}
 \text{Mol HCl} &= M \times V \\
 &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,5 \text{ L} \\
 &= 0,05 \text{ mol} \\
 \text{Massa HCl} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,05 \text{ mol} \times 36,46 \text{ g/mol} \\
 &= 1,823 \text{ gram} \\
 \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massa}}{\rho \times b_j} \\
 &= \frac{1,823 \text{ gram}}{0,37 \times 1,19 \text{ g/mL}} = 4,14 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Untuk pembuatan HCl 0,1 M 500 mL, maka di pipet HCl 37% sebanyak 4,14 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang sudah berisi sedikit akuades. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Pembuatan HCl 0,01 M 500 mL, maka dilakukan pengenceran dari larutan HCl 0,1 M:

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 0,1 \text{ M} \times V_1 &= 0,01 \text{ M} \times 500 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,01 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{0,1 \text{ M}} \\
 V_1 &= 50 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Sebanyak 50 mL HCl 0,1 M dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### A.7 Pembuatan Larutan HCl 1,4 M; 0,8 M; 1 M; 1,2 M

$$\begin{aligned}
 \text{Mol HCl} &= M \times V \\
 &= 1,4 \text{ mol/L} \times 0,5 \text{ L} \\
 &= 0,7 \text{ mol} \\
 \text{Massa HCl} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,7 \text{ mol} \times 36,46 \text{ g/mol} \\
 &= 25,52 \text{ gram} \\
 \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massa}}{\rho \times b_j} \\
 &= \frac{25,52 \text{ gram}}{0,37 \times 1,19 \text{ gram/mL}} = 58 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Untuk pembuatan HCl 1 M 500 mL, maka di pipet HCl 37% sebanyak 58 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang

sudah berisi sedikit akuades. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Sedangkan untuk pembuatan HCl 0,8 M; 1 M; 1,2 dapat dilihat pada Tabel A.3.

**Tabel A.3:** Pembuatan HCl dengan berbagai konsentrasi

[HCl] awal (M)	Volume yang dipipet (mL)	[HCl] akhir (M)	Volume akhir (mL)
1,4	28,5	0,8	50
1,4	71,4	1	100
1,4	42,8	1,2	50

#### A.8 Pembuatan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 % 100 mL

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 96\% \times V_1 &= 5\% \times 100 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{5\% \times 100 \text{ mL}}{96\%} = 5,2 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Untuk pembuatan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 % 100 mL, maka di pipet larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96% sebanyak 5,2 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang sudah berisi sedikit akuades, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

#### A.9 Pembuatan Larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 6%

Pembuatan larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 6% dilakukan dengan melarutkan 6 g padatan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> dengan akuades, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

#### A.10 Pembuatan Larutan BaCl<sub>2</sub> 0,1 M

$$\begin{aligned}
 \text{Mol BaCl}_2 &= M \times V \\
 &= 0,1 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mol} \\
 \text{Massa BaCl}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 0,01 \text{ mol} \times 208,2 \text{ g/mol} \\
 &= 2,082 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Sebanyak 2,082 g padatan BaCl<sub>2</sub> dilarutkan dengan sedikit akuades dalam gelas beaker dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

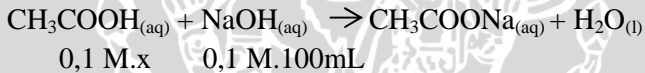
### A.11 Pembuatan CH<sub>3</sub>COOH 0,1 M

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COOH} &= M \times V \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \\ &= 0,1 \text{ mol} \\ \text{Massa CH}_3\text{COOH} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 60,05 \text{ g/mol} \\ &= 6,005 \text{ gram} \\ \text{Volume CH}_3\text{COOH} &= \frac{\text{massa}}{\% \times \text{bj}} \\ &= \frac{6,005 \text{ gram}}{100\% \times 1,05 \text{ g/mL}} = 5,72 \text{ mL}\end{aligned}$$

Sebanyak 5,72 mL CH<sub>3</sub>COOH 100% dipipet ke dalam labu takar 1000 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### A.12 Pembuatan Larutan buffer asetat pH 4

Larutan buffer pH = 4 dibuat dari campuran larutan CH<sub>3</sub>COOH 0,1 M dengan larutan NaOH 0,1 M, reaksinya sebagai berikut:



Awal (mmol)	0,1x	10	
Reaksi (mmol)	10	10	10
Setimbang (mmol)	0,1x-10	-	10

Rumus perhitungan larutan buffer pH = 4

$$\text{pH} = \text{pKa CH}_3\text{COOH} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = \text{pH} - \text{pKa CH}_3\text{COOH}$$

$$= 4 - 4,74 = -0,74$$

$$\frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 10^{-0,74} = 0,182$$

Jadi larutan CH<sub>3</sub>COOH yang dibutuhkan sebanyak:

$$0,182 = \frac{10}{(0,1x-10)}$$

$$0,0182x - 1,82 = 10$$

$$x = \frac{11,82}{0,0182} = 649,45 \text{ mL}$$

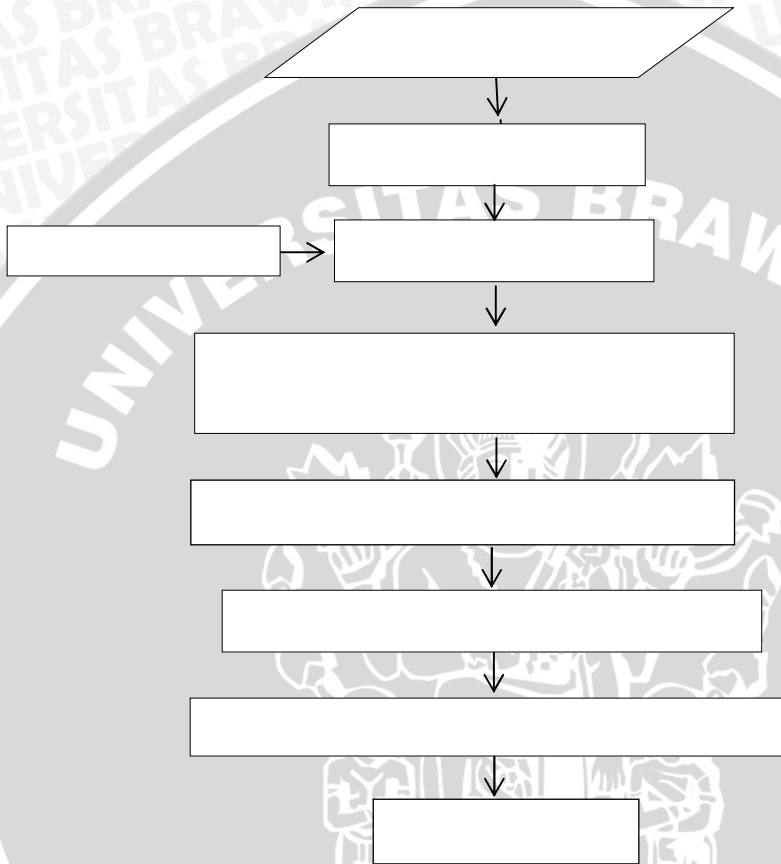
Sehingga buffer pH 4 dibuat dari 649,45 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0,1 M dan NaOH 0,1 M sebanyak 100 mL.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





**Lampiran B**  
**Diagram Alir Penelitian**

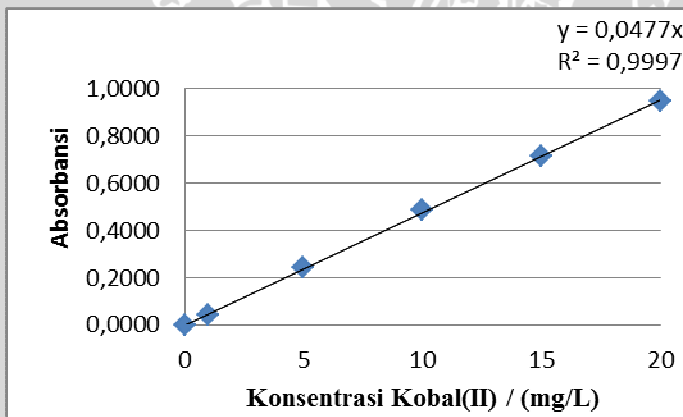


### Lampiran C. Kurva Baku Kobal(II)

Kurva baku kobal(II) dibuat dengan konsentrasi kobal(II) sebagai sumbu X sedangkan absorbansi yang terukur dalam spektrofotometer serapan atom SHIMADZU AA 6800 sebagai sumbu Y. Kurva baku dibuat untuk menghitung konsentrasi kobal(II) dengan memplotkan hasil adsorbansi ke persamaan kurva baku kobal(II) yang didapatkan.

**Tabel C.1:** Data kurva baku kobal(II)

Konsentrasi Kobal(II) (X)	Absorbansi (Y)
0	0,0000
1	0,0409
5	0,2402
10	0,4876
15	0,7149
20	0,9481



**Gambar C.1:** Kurva baku larutan standar kobal(II)

**Lampiran D**  
**Data Pengukuran Adsorpsi Kobal(II) terhadap Variasi pH**

**Tabel D.1:** Data pengukuran pengaruh pH

pH	Volum Awal (mL)	Lama Pengocokan (menit)	[Co]awal (mg/L)	Asorbansi	Volum akhir (mL)	fp	[Co]sesudah Adsorpsi (mg/L)	% Co yang terikat	% Co terikat rerata
2	25	60	100	0,9444	50	2	19,80	80,20	80,20
	25	60	100	0,9450	50	2	19,81	80,19	
3	25	60	100	0,8264	25	-	17,32	82,68	82,70
	25	60	100	0,8246	25	-	17,29	82,71	
4	25	60	100	0,7370	25	-	15,45	84,55	84,21
	25	60	100	0,7697	25	-	16,13	83,87	
5	25	60	100	0,7721	25	-	16,18	83,82	83,67
	25	60	100	0,7868	25	-	16,49	83,51	
6	25	60	100	0,7628	25	-	15,99	84,01	84,00
	25	60	100	0,7637	25	-	16,01	83,99	
7	25	60	100	0,7456	25	-	15,63	84,37	84,23
	25	60	100	0,7590	25	-	15,91	84,09	

Contoh Perhitungan:

pH 4:

Persamaan Kurva Baku kobal(II):  $y = 0,0477x$

Dimana:

Y = Absorbansi

X = Konsentrasi Terukur

Maka:

$$\begin{aligned} [\text{Kobal(II)}] \text{ sesudah adsorpsi (mg/L)} &= \frac{y}{0,0477} \\ &= \frac{0,7697}{0,0477} = 16,13 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\text{Persentase(\%)} \text{ adsorpsi } \text{Co}^{2+} (2) = \frac{(C_0 - C_s)}{C_0} \times 100\%$$

$$= \frac{(100 \text{ mg/L} - 16,13 \text{ mg/L})}{100 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$= 83,87\%$$

## Lampiran E

### Perhitungan pH Kobal(II) Mulai Mengendap

$$K_{sp} \text{Co(OH)}_2 = 2,5 \cdot 10^{-16}$$

$$[\text{Co}^{2+}] = \frac{0,1 \text{ g/L}}{58,93 \text{ g/mol}}$$

$$= 1,697 \cdot 10^{-3} \text{ mol/L}$$

$$K_{sp} = [\text{Co}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$$

$$[\text{OH}^-]^2 = \frac{2,5 \cdot 10^{-16} \text{ M}}{1,697 \cdot 10^{-3} \text{ M}}$$

$$= 1,473 \cdot 10^{-13} \text{ M}$$

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{1,473 \cdot 10^{-13}}$$

$$= 3,838 \cdot 10^{-7} \text{ M}$$

$$\text{pOH} = -\log(3,838 \cdot 10^{-7})$$

$$= 6,41$$

$$\text{pH} = 7,59$$

Sehingga larutan kobal(II) jenuh pada pH 7,59 dan mulai mengendap diatas pH 7,59



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## Lampiran F. Data Pengukuran Adsorpsi Kobal(II) oleh Biomassa *Azolla microphylla*-silika dalam Kolom

Filtrat kobal(II) pada proses adsorpsi dengan laju alir 0,5 mL/menit. Pengukuran konsentrasi didapatkan dari memplotkan nilai absorpsi yang terukur ke dalam persamaan kurva baku kobal(II):  $y = 0,0477x$

**Tabel F.1:** Data adsorpsi kobal(II) dalam kolom ekstraksi fasa padat

Percobaan ke -	Volume Awal (mL)	Konsentrasi Awal (mg/L)	Massa Kobal(II) Awal(mg)	Absorbansi	Volum Akhir (mL)	Konsentrasi Kobal(II) sisa (mg/L)	Massa Kobal(II) sisa(mg)	Massa Kobal(II) yang terikat(mg)	%Adsorpsi
1	50	0,5	0,025	0,0002	50	0,0042	0,0002	0,0248	99.2
2	50	0,5	0,025	0,0000	50	0,0000	0,0000	0,025	100
8	50	0,5	0,025	0,0000	50	0,0000	0,0000	0,025	1000

Contoh Perhitungan:

Massa kobal(II) awal dalam 50 mL larutan kobal(II) =  $0,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} = 0,025 \text{ mg}$

Konsentrasi kobal(II) sisa dalam filtrat 50 mL =  $0,0002: 0,0477 = 0,0042 \text{ mg/L}$

Massa kobal(II) sisa dalam filtrat 50 mL =  $0,0042 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} = 0,0002 \text{ mg}$

Massa kobal(II) yang terikat dalam kolom *Azolla microphylla*-silika = massa kobal(II) awal – massa kobal(II) sisa  
 $= 0,025 \text{ mg} - 0,0002 \text{ mg} = 0,0248 \text{ mg}$

Persentase adsorpsi =  $\frac{\text{massa kobal(II) terikat dalam kolom}}{\text{massa kobal(II) awal}} \times 100\% = \frac{0,0248 \text{ mg}}{0,025 \text{ mg}} \times 100\% = 99,2\%$

## Lampiran G. Data Pengukuran Pencucian Kolom dari Kobal(II)

Kobal(II) dielusi dari kolom *Azolla microphylla*-silika 1 gram. Pengukuran Konsentrasi didapatkan dari memplotkan nilai absorpsi yang terukur ke dalam persamaan kurva baku kobal(II):  $y = 0,0477x$

**Tabel G.1:** Data pencucian kolom dari kobal(II) menggunakan *Azolla microphylla*-silika

No	Kondisi Pencucian	Volum Awal (mL)	Konsentrasi Awal (mg/L)	Massa Kobal(II) Awal (mg)	Abs Recovery	Volum akhir (mL)	Konsentrasi Sesudah Elusi(mg/L)	Massa Kobal(II) Akhir (mg)	%Recovery
1	HCl 1M; laju alir 0,5mL/menit; tanpa perendaman	50	0,5	0,025	0,2201	5	4,614	0,0231	92,28
2	HCl 1M; laju alir 1mL/menit; perendaman 10 menit	50	0,5	0,025	0,2178	5	4,566	0,0228	91,32
3	HCl 1M; Laju alir 0.5 mL/menit; perendaman 25 menit	50	0,5	0,025	0,2397	5	4,979	0,0249	99,58

Contoh Perhitungan:

$$\text{Massa Kobal Awal (mg)} = 0,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} = 0,025 \text{ mg}$$

$$\text{Konsentrasi Kobal(II) dalam eluat} = 0,2201 : 0,0477 = 4,614 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Kobal Akhir dalam eluat } 5 \text{ mL} &= 4,614 \text{ mg/L} \times 0,005 \text{ L} \\ &= 0,0231 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persentase } recovery &= \frac{\text{massa kobal(II) elusi}}{\text{massa kobal(II)awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0231 \text{ mg}}{0,025 \text{ mg}} \times 100 \% = 92,28\% \end{aligned}$$



## Lampiran H. Data Pengukuran Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl pada Ekstraksi Fasa Padat

Kobal(II) dielusi dari kolom *Azolla microphylla*-Silika 1 gram. Pengukuran Konsentrasi didapatkan dari memplotkan nilai absorpsi yang terukur ke dalam persamaan kurva baku kobal(II):  $y = 0,0477x$

**Tabel H.1:** Data pengaruh konsentrasi eluen HCl terhadap persentase *recovery* dengan laju alir 0,5 mL/menit

No	Jumlah Kobal Awal			Variasi Konsentrasi Eluen (M)	Absorbansi	Jumlah Kobal Akhir			% <i>Recovery</i>
	Volum Awal(mL)	Konsentrasi Awal(mg/L)	Massa Kobal Awal (mg)			Konsentrasi Akhir(mg/L)	Volum Akhir (mL)	Massa Kobal Akhir (mg)	
1	50	0,5	0,025	0,8	0,1409	2,9538	5	0,0147	59,076
	50	0,5	0,025		0,1655	3,469	5	0,0173	69,38
2	50	0,5	0,025	1	0,2201	4,6142	5	0,02307	92,28
	50	0,5	0,025		0,2256	4,73	5	0,0236	94,61
3	50	0,5	0,025	1,2	0,2346	4,931	5	0,0246	97,84
	50	0,5	0,025		0,2304	4,831	5	0,0241	96,62
4	50	0,5	0,025	1,4	0,2306	4,835	5	0,0242	96,87
	50	0,5	0,025		0,2353	4,933	5	0,0246	98,66



Contoh Perhitungan:

$$\text{Massa Kobal Awal (mg)} = 0,5 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} = 0,025 \text{ mg}$$

$$\text{Konsentrasi Kobal(II) dalam eluat} = 0,1409 : 0,0477 = 2,9538 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Kobal Akhir dalam eluat } 5 \text{ mL} &= 2,9538 \text{ mg/L} \times 0,005 \text{ L} \\ &= 0,0147 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persentase } recovery &= \frac{\text{massa kobal(II) elusi}}{\text{massa kobal(II) awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0147 \text{ mg}}{0,025 \text{ mg}} \times 100 \% = 59,076\% \end{aligned}$$



## Lampiran I.

### Uji Statistik Pengaruh pH pada Adsorpsi Kobal(II)

**Tabel I.1:** Data pengaruh pH

pH	Ulangan % Kobal(II) yang Terikat		Total	Rata-rata
	1	2		
2	80,20	80,19	160,39	80,20
3	82,68	82,71	165,39	82,70
4	84,55	83,87	168,42	84,21
5	83,82	83,51	167,33	83,67
6	84,01	83,99	168	84,00
7	84,37	84,09	168,46	84,23
			997,99	

$$\begin{aligned} \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total Ulangan})^2}{\text{jumlah seluruh observasi}} \\ &= \frac{(997,99)^2}{12} \\ &= 82998,67 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Total} &= \sum \sum Y_i^2 - FK \\ &= (80,20)^2 + (80,19)^2 + (82,68)^2 + \dots + \\ &\quad (84,09)^2 - 82998,67 \\ &= 24,7497 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Perlakuan} &= \frac{\sum (\text{Hasil Perlakuan})^2}{n} - FK \\ &= \frac{(160,39)^2 + (165,39)^2 + \dots + (168,46)^2}{2} - 82998,67 \\ &= 24,4305 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Galat} &= \text{JKT} - \text{JKP} \\ &= 24,7497 - 24,4305 = 0,3191 \end{aligned}$$

$$\text{Kuadrat Total Perlakuan (KTP)} = \frac{\text{JKP}}{\text{db Perlakuan}}$$

$$= \frac{24,4301}{5} = 4,8861$$

$$\begin{aligned} \text{Kuadrat Total Galat} &= \frac{\text{JKG}}{\text{db Galat}} \\ &= \frac{0,3191}{6} \\ &= 0,0532 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F_{\text{Hitung}} &= \frac{\text{KTP}}{\text{KTG}} \\ &= \frac{4,8861}{0,0532} \\ &= 91,8585 \end{aligned}$$

$F_{\text{tabel}}(f_1, f_2) = (5, 6)$  pada taraf nyata 5% = 4,39

**Tabel I.2:** Analisa sidik ragam satu arah penentuan pH

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	24,4305	4,8861	91,8585	4,39
Galat	11	0,3191	0,0532		
Total	6	24,7497			

$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5 = P_6$


$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5 \neq P_6$

$F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$  maka  $H_1$  diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan pH sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$\begin{aligned} \text{BNT}(0,05) &= t_{(0,005/2; \text{dBG})} \sqrt{\frac{2 \text{KTG}}{n}} \\ &= 2,447 \sqrt{\frac{2(0,0532)}{2}} = 1,0384 \end{aligned}$$

**Tabel I.3:** Selisih rerata antar perlakuan pH

pH	adsorpsi Kopal(II)	pH					
		2	3	4	5	6	7
		Rata-rata % Kopal(II) Yang Terikat					
	<b>80,2</b>	<b>80,2</b>	<b>82,70</b>	<b>84,21</b>	<b>83,67</b>	<b>84</b>	<b>84,23</b>
2	80,2	-					
3	82,70	2,50	-				
4	84,21	4,01	1,51	-			
5	83,67	3,47	0,97	0,54	-		
6	84	3,80	1,30	0,21	0,33	-	
7	84,23	4,03	1,53	0,02	0,56	0,23	-

 = Berbeda nyata pada taraf 5%

**Lampiran J**  
**Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Eluen HCl**

**Tabel J.1:** Data Pengaruh konsentrasi eluen HCl

Variasi Konsentrasi Eluen HCl (M)	%recovery		total	Rata-rata
	1	2		
0,8	59,08	69,38	128,456	64,228
1	92,28	94,61	186,89	93,445
1,2	97,84	96,62	194,46	97,23
1,4	96,87	98,66	195,53	97,765
			705,336	

$$\begin{aligned} \text{Faktor Koreksi (FK)} &= \frac{(\text{Total Ulangan})^2}{\text{jumlah seluruh observasi}} \\ &= \frac{(705,336)^2}{8} \\ &= 62187,359 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Total} &= \sum \sum Y_i^2 - FK \\ &= (59,08)^2 + (69,38)^2 + (92,28)^2 + \dots + (98,66)^2 - 62187,359 \\ &= 1608,532 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Perlakuan} &= \frac{\sum (\text{Hasil Perlakuan})^2}{n} - FK \\ &= \frac{(128,456)^2 + (186,89)^2 + \dots + (195,53)^2}{2} - 62187,359 \\ &= 1550,385 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Galat} &= \text{JKT} - \text{JKP} \\ &= 1608,532 - 1550,385 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kuadrat Total Perlakuan (KTP)} &= \frac{\text{JKP}}{\text{db Perlakuan}} \\ &= \frac{1550,385}{3} \end{aligned}$$



$$= 516,795$$

$$\begin{aligned} \text{Kuadrat Total Galat} &= \frac{\text{JKG}}{\text{db Galat}} \\ &= \frac{58,147}{4} \\ &= 14,537 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} F_{\text{Hitung}} &= \frac{\text{KTP}}{\text{KTG}} \\ &= \frac{516,795}{14,537} \\ &= 35,551 \end{aligned}$$

$F_{\text{tabel}}(f_1, f_2) = (3, 4)$  pada taraf nyata 5% adalah 6,59

**Tabel J.2:** Analisa sidik ragam satu arah dalam penentuan konsentrasi eluen HCl

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	Nilai F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	3	1550,385	516,795	35,551	6,59
Galat	4	58,147	14,537		
Total	7	1608,532			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5 = P_6$$


$$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5 \neq P_6$$

$F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$  maka  $H_1$  diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan perbedaan konsentrasi eluen HCl saat mengelusi sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$\begin{aligned} \text{BNT}(0,05) &= t_{(0,005/2; \text{dBG})} \sqrt{\frac{2 \text{KTG}}{n}} \\ &= 2,776 \sqrt{\frac{2(14,537)}{2}} = 10,58 \end{aligned}$$

**Tabel J.3:** Selisih rerata antar perlakuan konsentrasi eluen HCl

Konsentrasi HCl eluen (M)	Rerata % <i>Recovery</i> Kobal(II)	Konsentrasi Eluen HCl (M)			
		0,8	1	1,2	1,4
		Rata-rata % <i>Recovery</i> Kobal(II)			
		64,228	93,445	97,23	97,76
0,8	64,228	-			
1	93,445	29,217	-		
1,2	97,23	33,002	3,785	-	
1,4	97,76	33,537	4,32	0,535	-

 = Berbeda nyata pada taraf nyata 5%

# Lampiran K

## Surat Identifikasi Biomassa *Azolla microphylla*



LABORATORIUM TAKSONOMI DAN STRUKTUR TUMBUHAN  
JURUSAN BIOLOGI, FAKULTAS MIPA  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
JALAN VETERAN , MALANG 65145  
Telepon/faks: 0341-575841

### KETERANGAN IDENTIFIKASI

No. 0054/Takso.Identifikasi/03/2012

Kepala laboratorium Taksonomi dan Struktur Tumbuhan, Jurusan Biologi, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, menerangkan bahwa spesimen yang dibawa oleh :

Nama : Shabrina A.P (NIM, 0810923079)  
Yudistia Lingga (NIM, 0810920069)  
Caesar Maulana (NIM, 0810923037)  
Rizky Achmad Maulana (NIM, 0810923075)

Instansi : Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya

Berdasarkan deskripsi karakter dan kunci identifikasi pada Vascular Cryptogams (Pteridophyta) (P.C. Vashishta, 1984), volume IV, halaman 486-495, diidentifikasi sebagai:

**Family** : Salviniaaceae  
**Genus** : *Azolla*  
**Spesies** : *Azolla microphylla*

Demikian surat keterangan identifikasi ini dibuat untuk digunakan seperlunya.

Malang, 13 April 2012

Kepala Laboratorium  
Taksonomi dan Struktur Tumbuhan,  
  
Dr. Anwar Mah Indriyani, M.Si.  
NIP. 19630909 198802 2 001