

**Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+}
Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang
Keong Mas (*Pomacea canaliculata*)**

SKRIPSI

oleh

Irma Citra Rahayu
0810920040-92



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

**Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+}
Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang
Keong Mas (*Pomacea canaliculata*)**

SKRIPSI

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

oleh

Irma Citra Rahayu

0810920040-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+}
Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong
Mas (*Pomacea canaliculata*)**

oleh

**Irma Citra Rahayu
0810920040-92**

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

Pembimbing I

Pembimbing II

**Darjito, S.Si, M.Si.
NIP. 19700708 199503 1 001**

**Yuniar Ponco P., S.Si., M.Sc.
NIP. 19810620 200501 1 002**

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

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Irma Citra Rahayu
NIM : 0810920040-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

“Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+}
Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong
Mas (*Pomacea canaliculata*)”

Dengan ini menyatakan bahwa :

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

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,
Yang menyatakan,

(Irma Citra Rahayu)
NIM. 0810920040-92

Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+} Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata*)

ABSTRAK

Salah satu penyebab turunnya kualitas air adalah adanya Mg^{2+} yang dapat menyebabkan air menjadi sadah. Proses adsorpsi dengan adsorben kitin merupakan salah satu cara untuk mengurangi Mg^{2+} dalam air. Kitin dibuat melalui proses demineralisasi dan deproteinasi dari cangkang keong mas dan kitin yang diperoleh dianalisa menggunakan spektrofotometer FT-IR. Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor dan penelitian ini mengkaji tentang pengaruh lama kontak dan pH pada adsorpsi Mg^{2+} . Lama kontak divariasikan pada 20, 40, 60, 80, 100, dan 120 menit, sedangkan pH divariasikan pada pH 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 untuk mendapatkan kondisi optimum. Konsentrasi Mg^{2+} setelah proses adsorpsi dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Hasil penelitian menunjukkan bahwa lama kontak optimum pada proses adsorpsi oleh kitin adalah 100 menit dengan persen Mg^{2+} teradsorpsi sebesar $22,30 \pm 0,36\%$ dan pH optimum diperoleh pada pH 6 dengan persen Mg^{2+} teradsorpsi sebesar $14,09 \pm 1,71\%$.

Kata kunci : adsorpsi, kitin, cangkang keong mas, Mg^{2+} .

**The Influence of Interaction Time and pH toward the
Adsorption of Mg^{2+} Using Chitin Adsorbent Made of Snail
(*Pomacea canaliculata*) Shell Waste**

ABSTRACT

One reason of water quality decreasing is Mg^{2+} existence that can makes water become a hardwater. Adsorption process with chitin adsorbent is one of method to reduce Mg^{2+} in water. Chitin was made by demineralization and deproteination process of snail shell in which the obtained chitin was analyzed by FT-IR spectrophotometer. Adsorption process is influenced by some factors and this research investigate the influence of interaction time and pH toward adsorption of Mg^{2+} . The interaction time were varied at 20, 40, 60, 80, 100, and 120 minutes, whereas pH were varied at pH 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 to obtain optimum condition. The concentration of Mg^{2+} after adsorption was analyzed by Atomic Adsorption Spectrophotometer (AAS). The result of this experiment shows that the optimum interaction time of adsorption by chitin was 100 minutes with Mg^{2+} adsorption percentage of $22.30 \pm 0.31\%$ and the optimum pH was obtained at 6 with Mg^{2+} adsorption percentage of $14.09 \pm 1.71\%$.

Keywords : adsorption, chitin, snail shell, Mg^{2+} .

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas karunia-Nya dapat terselesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **Pengaruh Lama Kontak dan pH pada Adsorpsi Mg^{2+} Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata*)**. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Darjito, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing I segala pengarahan, perhatian, dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Yuniar Ponco P., S.Si., M.Sc selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan dukungan yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si selaku dosen penguji atas segala masukan dan saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas perhatian yang diberikan selama ini.
5. Staf Pengajaran atas semua bantuan yang diberikan.
6. Kedua orang tua serta keluarga yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian, kasih sayang, dan nasehat, serta dukungan hingga terselesaikannya tugas akhir ini.
7. Semua teman-teman di Jurusan Kimia Angkatan 2007, 2008, 2009, 2010, dan 2011 atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2012
Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
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
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Limbah Cangkang Keong Mas (<i>Pomacea canaliculata</i>) ..	5
2.2 Kitin	6
2.3 Air Sadah	8
2.4 Adsorpsi	9
2.5 Analisa Gugus Fungsi Kitin dengan Spektrofotometer <i>Infra Red</i> (IR).....	10
2.6 Analisa Kadar Mg ²⁺ dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	12
2.7 Hipotesis.....	14

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	15
3.2.1 Bahan – bahan Penelitian	15
3.2.2 Alat – alat Penelitian	15
3.3 Tahapan Penelitian	15
3.4 Prosedur Penelitian	16
3.4.1 Preparasi Adsorben Kitin	16
3.4.2 Pembuatan Kurva Baku Mg^{2+}	17
3.4.3 Penentuan Pengaruh Lama Kontak terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin	18
3.4.4 Penentuan Pengaruh pH terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin	18
3.4.5 Rumus Penentuan Persen Mg^{2+} teradsorpsi	19
3.4.6 Rumus Penentuan Jumlah Mg^{2+} teradsorpsi	19
3.5 Analisis Data	19
3.5.1 Uji F dengan Pola RAL pada Taraf Nyata 5%	20
3.5.2 Uji Beda Nyata Terkecil	21

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong Mas	22
4.2 Penentuan Pengaruh Lama Kontak terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin	25
4.3 Penentuan Pengaruh pH terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin	26

BAB V PENUTUP

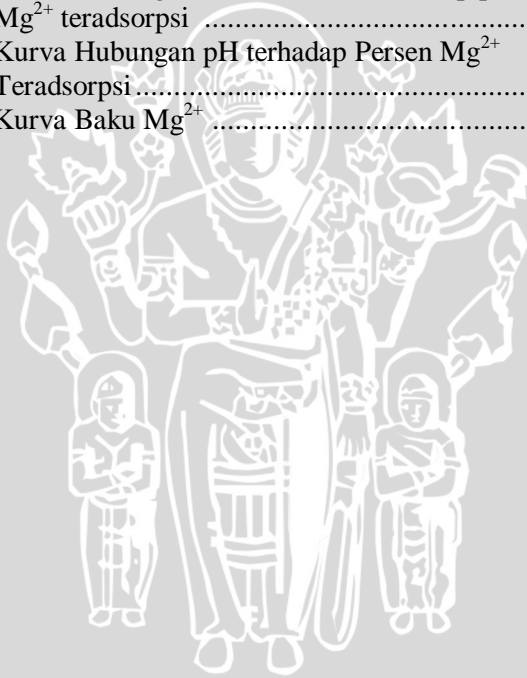
5.1. Kesimpulan	30
5.2. Saran	30

DAFTAR PUSTAKA	32
-----------------------------	----

LAMPIRAN	35
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Keong Mas (<i>Pomacea canaliculata</i>)	5
Gambar 2.2 Struktur Kitin	8
Gambar 2.3 Spektra IR Kitin	12
Gambar 2.4 Proses Serapan dan Pancaran Energi	13
Gambar 4.1 Spektra IR Kitin Hasil Penelitian	23
Gambar 4.2 Kurva Hubungan Lama Kontak terhadap persen Mg ²⁺ teradsorpsi	25
Gambar 4.3 Kurva Hubungan pH terhadap Persen Mg ²⁺ Teradsorpsi	27
Gambar B.1 Kurva Baku Mg ²⁺	38



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Penyebaran Keong Mas di Jawa Timur 6
Tabel 3.1	Analisis sidik ragam satu arah 21
Tabel 4.1	Perbandingan Karakteristik Gugus Fungsional Kitin dari Literatur dengan Hasil Pengukuran 24
Tabel B.1	Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Baku Mg^{2+} 38
Tabel D.1	Intensitas dari Puncak Spektra IR 42
Tabel E.1	Penentuan Lama Kontak Optimum 43
Tabel E.2	Penentuan pH Optimum 44
Tabel G.1	Data Variasi Lama Kontak 47
Tabel G.2	Analisa Ragam pada Penentuan Lama Kontak Optimum 48
Tabel G.3	Uji Beda Nyata Terkecil pada Variasi Lama Kontak 49
Tabel G.4	Data Variasi pH 50
Tabel G.5	Analisa Ragam pada Penentuan pH Optimum 51
Tabel G.6	Uji Beda Nyata Terkecil pada Variasi pH 52



DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A	Diagram Alir Tahapan Penelitian	35
Lampiran B	Preparasi Larutan	36
Lampiran C	Perhitungan Rendemen Hasil Penelitian	40
Lampiran D	Perhitungan Derajat Deasetilasi (DD)	41
Lampiran E	Data Hasil Penelitian	43
Lampiran F	Contoh Perhitungan Data	45
Lampiran G	Uji Statistik	47
Lampiran H	Hasil Identifikasi Keong Mas	53



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan salah satu kebutuhan pokok bagi manusia. Air harus tersedia dalam jumlah yang cukup dan memenuhi kualitas yang dibutuhkan. Dimana kualitas air dipengaruhi oleh beberapa parameter, yaitu parameter fisika, kimia dan biologis. Salah satu parameter kimia yang mempengaruhi kualitas air adalah tingkat kesadahan (*hardness*). Said [1] menyatakan bahwa adanya logam – logam atau kation – kation divalen seperti Fe, Sr, Mn, Ca dan Mg menyebabkan air menjadi sadah. Namun, kandungan Ca^{2+} dan Mg^{2+} yang paling menentukan tingkat kesadahan dari air. Adanya kation – kation ini akan menyebabkan sabun sukar berbuih dan menimbulkan kerak pada peralatan logam.

Tingkat kesadahan yang terlalu tinggi akan menjadi masalah pada proses pengolahan air. Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM) tidak akan menerima air dengan kadar Ca^{2+} atau Mg^{2+} yang terlalu tinggi karena kandungan logam tersebut dapat merusak alat maupun saluran PDAM. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses penghilangan Ca^{2+} atau Mg^{2+} terlebih dahulu.

Selama ini, proses penghilangan Mg^{2+} sebagai penyebab kesadahan biasa dilakukan dengan proses kapur soda atau penukar ion. Proses kapur soda dilakukan dengan cara menambahkan kapur dan soda ke dalam air, dimana kapur dan soda ini berfungsi sebagai koagulan sehingga dihasilkan endapan $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Proses kapur soda baik digunakan pada skala industri, tapi perlunya kontrol yang tepat menyebabkan proses ini kurang bisa diterapkan pada skala rumah tangga. Sedangkan pada proses penukar ion, Mg^{2+} dipisahkan dari air, sementara resin penukar ion melepaskan ion Na^+ untuk menggantikannya. Proses ini mudah pengoperasiannya, namun apabila air bakunya keruh dan kandungan zat organik atau kadar Fe^{3+} dan Mn^{2+} tinggi maka resin akan tertutup oleh kotoran sehingga daya tukar ion kurang maksimal [2].

Proses penghilangan Mg^{2+} dalam air sadah juga dapat dilakukan melalui proses adsorpsi. Rosetya [3] menyatakan bahwa

Mg²⁺ dapat dihilangkan dengan adsorben hasil modifikasi gel silika dari sekam padi. Metode ini cukup efektif mengadsorpsi Mg²⁺, namun proses pembuatannya cukup rumit sehingga kurang tepat diterapkan untuk skala rumah tangga. Cahyaningrum, dkk [4] menyatakan bahwa adsorpsi Mg²⁺ dapat dilakukan dengan adsorben kitosan dari cangkang udang windu. Bahtiar [5] menggunakan serbuk sekam padi dengan perlakuan NaOH. Metode ini cukup mudah, tapi Mg²⁺ yang teradsorpsi tidak terlalu besar yaitu sebesar 11,84 mg/g pada kondisi optimum.

Salah satu alternatif adsorben yang bisa digunakan adalah kitin. Kitin biasa ditemukan di alam sebagai komponen struktural dinding sel fungi maupun eksoskeleton *arthropoda*, *nematoda* dan *mollusca* sebagaimana yang dilaporkan Apriani [6]. Rahayu dan Purvanita [7] menyatakan bahwa di alam, kitin yang berupa polimer amida bergabung dengan senyawa lain seperti protein, senyawa anorganik (CaCO₃) dan pigmen. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses demineralisasi dan deproteinasi untuk mengisolasi kitin.

Dalam penelitian kali ini, adsorben yang dipilih bukan kitosan, melainkan kitin. Kitin memiliki beberapa keunggulan dibanding kitosan. Proses pembuatan kitin lebih sederhana bila dibandingkan dengan kitosan, dimana hanya melalui proses demineralisasi dan deproteinasi sedangkan kitosan perlu melalui proses deasetilasi. Selain itu, bila ditinjau dari teori asam – basa keras – lunak maka proses adsorpsi oleh kitin akan lebih maksimal. Mg²⁺ yang merupakan asam keras akan lebih mudah berikatan dengan gugus amida pada kitin yang merupakan basa keras bila dibandingkan dengan gugus amina pada kitosan yang merupakan basa lunak. Interaksi antara Mg²⁺ dengan gugus amida pada kitin akan menghasilkan ikatan elektrostatik yang kuat.

Selama ini, sebagian besar penelitian tentang isolasi kitin menggunakan cangkang bekicot, cangkang udang windu atau cangkang rajungan sebagai bahan dasarnya. Belum banyak penelitian yang mengeksplorasi cangkang keong mas sebagai bahan dasar isolasi kitin. Keong mas (*Pomacea canaliculata*) merupakan salah satu hewan yang berasal dari *phylum mollusca*, sehingga cangkang keong mas juga tersusun dari kitin. Keong mas selama ini dianggap sebagai hama pertanian, tapi keong mas sendiri juga bisa dimanfaatkan. Pemanfaatan keong mas selama ini lebih tertuju pada

dagingnya, seperti untuk pakan ternak atau dikonsumsi oleh masyarakat, sehingga pemanfaatan cangkang keong mas kurang tereksplorasi. Oleh karena itu, cangkang keong mas yang mengandung kitin dapat dimanfaatkan untuk mengadsorpsi Mg^{2+} dalam air.

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu pH, lama kontak, luas permukaan, jenis dan sifat adsorben, sifat dan konsentrasi adsorbat seperti dikutip dalam Sawyer and Mc Carty [8]. Pada penelitian kali ini akan diangkat dua parameter, yaitu pH dan lama kontak. pH menjadi parameter penting karena tingkat keasaman dapat mempengaruhi muatan permukaan adsorben, sehingga mengubah kemampuannya untuk menyerap senyawa dalam bentuk ion. Sedangkan untuk lama kontak, proses adsorpsi akan konstan saat kesetimbangan adsorpsi telah tercapai.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan permasalahan yang akan diteliti adalah:

1. Bagaimana pengaruh lama kontak terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas pada Mg^{2+} ?
2. Bagaimana pengaruh pH terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas pada Mg^{2+} ?

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Cangkang keong mas yang digunakan berasal dari Desa Tengkur Kecamatan Rejotangan Kabupaten Tulungagung
2. Penentuan pengaruh lama kontak dilakukan dengan variasi lama kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit pada pH 7
3. Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 pada lama kontak optimum
4. Karakterisasi yang digunakan adalah spektrofotometri IR untuk menganalisis gugus fungsi dari kitin dan spektrofotometri serapan atom untuk menganalisis Mg^{2+} yang teradsorpsi

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh lama kontak terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas pada Mg^{2+}
2. Untuk mengetahui pengaruh pH terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas pada Mg^{2+}

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian yang dilakukan ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pemanfaatan cangkang keong mas untuk mengadsorpsi Mg^{2+} serta pengaruh pH dan lama kontak terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas tersebut.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata*)

Keong mas merupakan siput air tawar yang banyak ditemukan di sawah dan kolam. Hasil pengujian menunjukkan bahwa keong mas mengandung protein 57.76 %, lemak 14.62 %, karbohidrat 0,68 %, serat kasar 5,59 %, abu 15,3 % dan air 11,05 % seperti yang dikutip dalam Ghufran dan Kordi [9].

Suharto [10] menyatakan bahwa keong mas merupakan salah satu masalah hama utama dalam produksi padi. Keong mas biasa disebut siput murbai (*Pomacea canaliculata*). Dalam Samperante [11] disebutkan keong mas memiliki ciri – ciri cangkang berbentuk bulat mengerucut, berwarna kuning keemasan, diameter 1,2 – 1,9 cm, tinggi 2,2 – 3,6 cm dan berat 4,2 – 15,8 gr.



Photograph (c) 2000 by Srijn Ghosealere

Gambar 2.1 Keong mas (*Pomacea canaliculata*) [12]

Keong mas berkembang biak dengan telur. Seekor keong mas betina mampu bertelur 500 butir dalam seminggu. Telur keong mas akan menetas dalam waktu 7 – 14 hari. Keong mas menjadi dewasa dalam waktu 60 hari [13]. Penyebaran keong mas di Jawa Timur dapat dilihat pada Tabel 2.1 [14]:

Tabel 2.1 Penyebaran Keong Mas di Jawa Timur

Lokasi penyebaran (kabupaten)	Tempat ditemukan
Ngawi	Ditempat pembudidayaan
Pacitan	Ditempat pembudidayaan
Jombang	Ditempat pembudidayaan
Ngajuk	Ditempat pembudidayaan
Kediri	Ditempat pembudidayaan
Tulungagung	Makanan ikan hias
Trenggalek	Ditempat pembudidayaan
Blitar	Makanan ikan Untuk dikonsumsi
Malang	Ditempat pembudidayaan
Lumajang	Ditempat pembudidayaan

Klasifikasi keong mas (*Pomacea canaliculata*) adalah sebagai berikut [14,15]:

Phylum : *Mollusca*

Sub phylum : *Avertebrata*

Class : *Gastropoda*

Sub Class : *Prosobranchia*

Ordo : *Mesogastropoda*

Super Famili : *Vivivarioidea*

Family : *Ampullaridae*

Genus : *Pomacea*

Spesies : *Pomacea canaliculata*

2.2 Kitin

Tsigos, dkk (2000) dalam Rochima [16] menyatakan kitin terdapat berlimpah di alam setelah selulosa, berupa polimer berantai lurus yang tersusun atas residu N – asetilglukosamin melalui ikatan β - (1,4). Secara umum kitin banyak ditemukan pada eksoskeleton atau kutikula serangga, *crustaceae* dan jamur. Selain itu, Pujiastuti (2001) dalam Kusumaningsih, dkk [17] juga menyebutkan bahwa pada kitin, gugus hidroksil pada atom C – 2 dari selulosa digantikan oleh gugus asetamida sehingga senyawa kitin atau (α (1-4)-N-asetil-D-

glukosamin) dapat dipertimbangkan sebagai suatu senyawa turunan selulosa.

Patil dkk dan Gohel dkk dalam Apriani [6] menyatakan bahwa senyawa homopolisakarida tidak bercabang yang terdiri dari N – asetilglukosamin, dimana monomer – monomer N – asetilglukosamin dihubungkan oleh ikatan β - 1,4 glikosida disebut dengan kitin. Kitin terdistribusi luas di alam baik sebagai komponen struktural dinding sel fungi maupun eksoskeleton arthropoda, nematode dan mollusca. Kitin yang terdapat dalam organisme tertentu umumnya berikatan dengan polimer lainnya seperti glikan dan protein. Kitin mengalami biodegradasi melalui mekanisme dengan melibatkan kompleks enzim.

Berdasarkan susunan N-asetilglukosamin, kitin dapat dibedakan menjadi α -kitin (antiparalel), β -kitin (paralel), dan γ -kitin (antiparalel-paralel). α -kitin memiliki susunan N-asetilglukosamin yang lebih rapat dan lebih banyak dijumpai di alam. α -kitin terdapat pada kutikula arthropoda dan fungi tertentu. β -kitin memiliki susunan N-asetilglukosamin yang tidak rapat dan banyak dijumpai pada diatom. γ -kitin merupakan gabungan dari α -kitin dan β -kitin. γ -kitin tersusun dari N-asetilglukosamin yang rapat dan N-asetilglukosamin yang tidak rapat. γ -kitin dapat dijumpai pada kumbang *Ptinus tectus* dan *Rhynchaenus fagi* (Muzzarelli dan Svitil dkk dalam Apriani [6]).

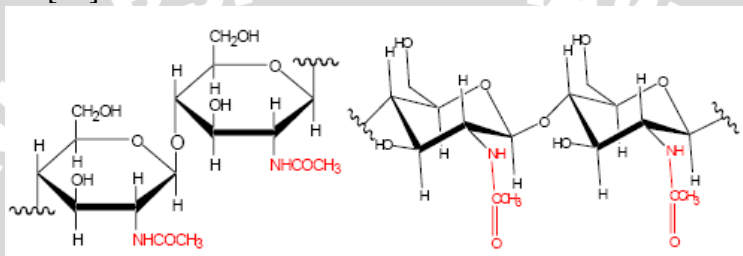
Kitin berbentuk kristal amorf berwarna putih, tidak berasa, tidak berbau dan tidak larut dalam air, pelarut organik pada umumnya, asam – asam organik serta basa encer. Sumber kitin yang sangat potensial adalah kerangka luar *crustacea*, serangga, dinding *yeast* dan jamur serta *mollusca* [18]. Kitin yang baik memiliki derajat deasetilasi antara 25-70% dengan perhitungan derajat deasetilasi sebagai berikut:

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1652,88}}{A_{3402,2}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right]$$

Hirano dan Choi dkk dalam Apriani [6] menyatakan bahwa kitin dan turunannya telah banyak diaplikasikan pada beberapa industri, antara lain pada industri pangan, farmasi, dan tekstil. Kitin dan turunannya dapat digunakan sebagai bahan tambahan atau

pengawet alami pada makanan. Kitin digunakan pula sebagai zat antikoagulasi darah, mempercepat penyembuhan luka, komponen kosmetik, dan pengecatan dalam industri tekstil. Salah satu turunan kitin yaitu oligosakarida kitosan diketahui mampu menunjukkan aktivitas biologi, yaitu dapat menghambat pertumbuhan bakteri dan fungi, sehingga oligomer kitosan banyak dimanfaatkan sebagai antimikroba.

Struktur kitin secara lengkap tersaji pada gambar 2.2 berikut [17]:



Gambar 2.2 Struktur Kitin

2.3 Air Sadah

Kesadahan (*hardness*) menggambarkan kation logam divalen (valensi dua). Kation – kation ini dapat bereaksi dengan sabun membentuk endapan, dan bila bereaksi dengan anion – anion dalam air akan membentuk endapan atau karat pada peralatan logam [19].

Pembentukan kerak oleh air sadah pada sistem perpipaan di industri maupun rumah tangga akan menimbulkan permasalahan teknis dan ekonomis. Hal ini disebabkan kerak dapat menutupi (menyumbat) air yang mengalir dalam pipa dan sekaligus menghambat proses perpindahan panas pada peralatan penukar panas [20].

Pada perairan tawar, kalsium dan magnesium merupakan kation divalen yang paling berlimpah sehingga jumlah kalsium dan magnesium menjadi dasar penentuan kesadahan. Perairan yang berada di wilayah yang memiliki lapisan tanah pucuk (*top soil*) tebal dan daerah batuan kapur memiliki nilai kesadahan yang tinggi [19].

Untuk menentukan jumlah kapur dan soda abu yang diperlukan dalam proses pelunakan air (*lime – soda ash softening*), nilai kesadahan dari kalsium dan magnesium perlu diketahui. Nilai kesadahan kalsium dapat digunakan untuk menentukan nilai kesadahan magnesium melalui persamaan [19]:

Kesadahan total – kesadahan kalsium = kesadahan magnesium

Keberadaan besi dan mangan dianggap sebagai pengganggu dalam menentukan nilai kesadahan, baik kesadahan total, kesadahan kalsium, maupun kesadahan magnesium. Oleh karena itu, kesadahan magnesium dianggap lebih besar dari kadar ion magnesium. Untuk mendapatkan kadar ion magnesium, digunakan persamaan [19]:

Kadar ion Mg^{2+} (mg / liter) = 0,243 x kesadahan magnesium

2.4 Adsorpsi

Mc. Cash dalam Laksono menyatakan bahwa adsorpsi merupakan suatu fenomena dimana sejumlah kuantitas gas menetap pada suatu permukaan, misalnya kontak yang terjadi dari gas atau larutan pada suatu logam [21]. Interaksi yang terjadi akan menyebabkan sifat – sifat logam mengalami modifikasi atau perubahan. Gas atau larutan yang tertarik pada permukaan logam disebut dengan adsorbat, sedangkan permukaan logam disebut sebagai adsorben.

Proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat interaksi kimia dan fisika menggambarkan suatu proses adsorpsi. Terdapat empat tahapan yang terjadi pada proses adsorpsi seperti yang diungkapkan oleh Reynolds, yaitu [22]:

1. Transfer molekul – molekul adsorbat menuju lapisan film yang mengelilingi adsorben
2. Difusi adsorbat melalui lapisan film
3. Difusi adsorbat melalui kapiler atau pori – pori dalam adsorben
4. Adsorpsi adsorbat pada dinding kapiler atau permukaan adsorben (proses adsorpsi sebenarnya)

Perrich menyatakan ada beberapa faktor yang mempengaruhi kapasitas adsorpsi, yaitu [23]:

1. Waktu kontak

Waktu kontak merupakan suatu hal yang sangat menentukan dalam proses adsorpsi. Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik. Konsentrasi zat – zat organik akan turun apabila waktu kontakanya cukup

2. pH

Jumlah adsorpsi dipengaruhi oleh pH larutan, sebab pH menentukan derajat disosiasi adsorbat. Selain itu, pH juga dapat mempengaruhi muatan permukaan adsorben sehingga mengubah kemampuannya untuk menyerap senyawa dalam bentuk ion [8]

3. Luas Permukaan adsorben

Semakin luas permukaan adsorben, semakin banyak adsorbat yang dapat diserap, sehingga proses adsorpsi dapat semakin efektif. Semakin kecil ukuran diameter partikel maka semakin luas permukaan adsorben.

4. Ukuran partikel

Makin kecil ukuran partikel yang digunakan maka semakin besar ukuran kecepatan adsorpsinya.

5. Distribusi ukuran pori

Distribusi pori akan mempengaruhi distribusi ukuran molekul adsorbat yang masuk ke dalam partikel adsorben

2.5 Analisa Gugus Fungsi Kitin dengan Spektrofotometer *Infra Red (IR)*

“ Pengukuran menggunakan radiasi inframerah didasarkan pada absorpsi panjang gelombang yang berada di antara 1 – 1000 μm . Spektra inframerah / infrared (IR) dibagi menjadi 3, yaitu IR dekat (1 – 2,5 μm), IR tengah (2,5 – 50 μm), dan IR jauh (di atas 50 μm).” Daerah IR tengah biasa digunakan untuk mengidentifikasi senyawa organik. Radiasi yang diserap oleh suatu senyawa bergantung pada interaksi antara sumber radiasi dengan ikatan yang ada pada senyawa tersebut. Dua buah atom yang berinteraksi membentuk suatu ikatan, akan membentuk dipol elektrik yang berosilasi dengan frekuensi yang spesifik apabila ditembakkan radiasi inframerah terhadapnya [24].

Prinsip Kerja dari Spektrofotometer inframerah adalah apabila sumber cahaya infra merah dilewatkan pada suatu sampel, maka sejumlah frekuensi akan diserap dan frekuensi yang lain akan diteruskan. Penyerapan radiasi IR yang dapat diserap oleh senyawa organik akan meningkatkan amplitudo gerakan vibrasi rentangan (stretching) dan vibrasi bengkokan atau bending, dimana vibrasi disebabkan oleh 2 molekul yang bergerak saling mendesak / menjauh. Dengan membandingkan energi serapan IR suatu ikatan dalam molekul spektra IR, maka dapat diinterpretasikan senyawa tersebut dengan mengidentifikasi gugus – gugus yang terkandung didalam senyawa tersebut [25].

Analisis menggunakan spektrofotometer IR memberikan informasi berupa spektrum. Spektrum IR menyatakan hubungan antara transmisi (biasanya digunakan %T) sebagai sumbu y dan panjang gelombang atau bilangan gelombang dengan satuan cm^{-1} sebagai sumbu x. apabila suatu molekul ditembak dengan radiasi IR, akan terjadi vibrasi pada molekul tersebut. Vibrasi inilah yang menghasilkan suatu spectrum. Vibrasi yang terjadi pada molekul tersebut adalah stretching dan bending. Stretching menyebabkan perubahan jarak pada inter – atom yang terjadi akibat perubahan panjang ikatan, sedangkan bending melibatkan perubahan pada sudut ikatan atau posisi atom yang berkaitan dengan Hukum Hooke [24]:

$$v = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{K}{\mu}}$$

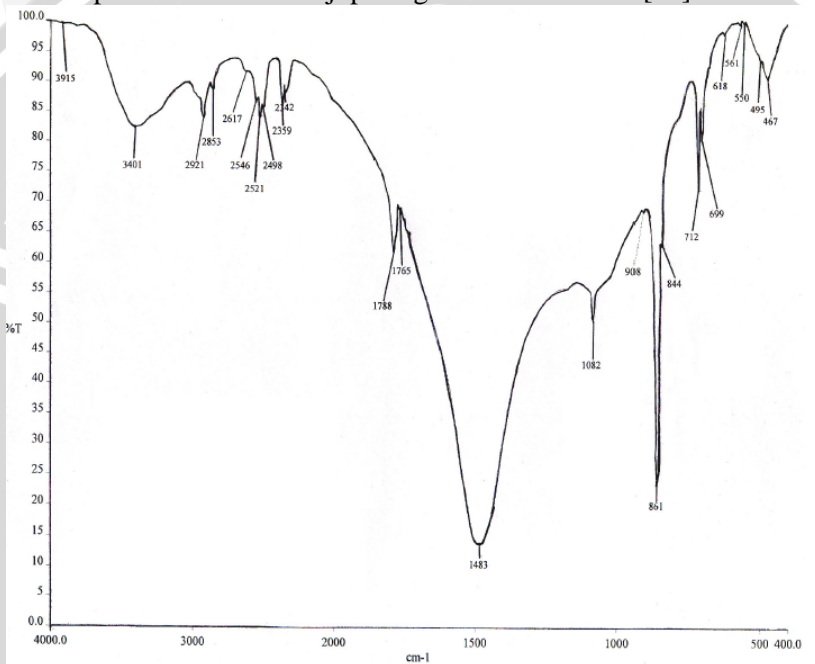
di mana v adalah bilangan gelombang, K adalah konstanta gaya, μ adalah massa tereduksi, dan c adalah kecepatan cahaya (3×10^8 m/s).

Untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa organik, baik cair maupun padat, dapat digunakan beberapa teknik, salah satunya adalah dengan spektrofotometri IR. Identifikasi dilakukan dengan cara meneteskan sampel cair pada sepasang plat NaCl atau KBr. Sampel yang akan diidentifikasi tidak boleh mengandung air karena baik NaCl maupun KBr merupakan garam yang larut dalam air. Sedangkan untuk mengidentifikasi sampel dalam bentuk padat, digunakan pelet KBr dan nujol mull. Untuk pelet KBr, sampel padat digerus bersama-sama dengan KBr dengan tekanan tinggi membentuk suatu matriks kemudian diidentifikasi. Sementara untuk nujol mull, sampel padat digerus bersama-sama dengan minyak

organik (Nujol) untuk membentuk suatu suspensi kemudian suspensi ini diletakkan di tengah-tengah plat garam lalu diidentifikasi [24].

Setelah didapatkan spektrum IR, gugus fungsi yang terkandung dalam sampel perlu dianalisis lebih lanjut. Oleh karena itu, diperlukan tabel korelasi yang berisi gugus fungsi dan daerah serapannya [24].

Spektra IR kitin tersaji pada gambar 2.3 berikut [26]:



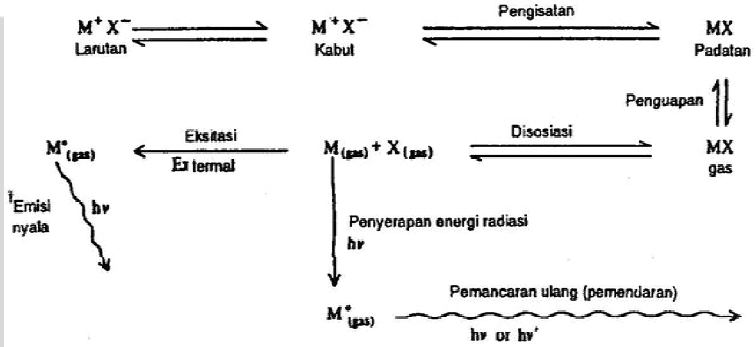
Gambar 2.3 Spektra IR Kitin

2.6 Analisa Kadar Mg^{2+} dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Metode pengukuran menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) didasarkan pada serapan cahaya oleh atom, dimana atom – atom tersebut menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu yang bergantung pada sifat unsurnya. Atom – atom memperoleh energi lebih banyak dengan menyerap energi sehingga dapat transisi elektronik dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi.

Transisi elektronik bersifat spesifik untuk masing – masing unsur. SSA memiliki beberapa kelebihan antara lain analisis yang cepat dan sebelum pengukuran tidak harus dilakukan pemisahan unsur yang akan dianalisis [27].

Prinsip kerja SSA didasarkan pada penguapan larutan sampel lalu logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom mengabsorpsi radiasi yang berasal dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Jumlah radiasi yang diserap diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai jenis logamnya [28]. Atomisasi merupakan tahap penting dalam penentuan secara SSA karena akan mempengaruhi hasil analisa [29]. Proses pengukuran menggunakan SSA ditunjukkan oleh gambar 2.4 berikut ini [30]:



Gambar 2.4 Proses serapan dan pancaran energi

Penyerapan cahaya oleh suatu atom terjadi pada panjang gelombang tertentu. Dengan menggunakan nyala gas asetilen dan udara kering, unsur Mg dapat menyerap cahaya maksimum pada panjang gelombang 285,2 nm. Lampu katoda yang digunakan bekerja secara spesifik sehingga lampu katoda yang dipilih harus sesuai dengan atom yang akan ditentukan. Sebagai contoh, dalam penentuan kadar Mg maka lampu katoda berongga yang digunakan adalah lampu katoda berongga Mg [31].

Pada saat melakukan pengukuran Ca/Mg yang berasal dari sampel alam menggunakan udara asetilen, akan ditemukan gangguan yang berasal dari Al, Ti, Be, Si, dll. Untuk mengatasi gangguan tersebut, bisa dilakukan penambahan La atau Sr pada larutan Ca/Mg

1000 mg/L. Konsentrasi yang digunakan harus tinggi karena pada konsentrasi rendah akan ditemukan gangguan yang berasal dari H_3SO_4 dan H_2SO_4 [32].

Pada SSA, hubungan antara absorpsi sinar dan konsentrasi dinyatakan oleh Hukum Lambert-Beer, yaitu [27]:

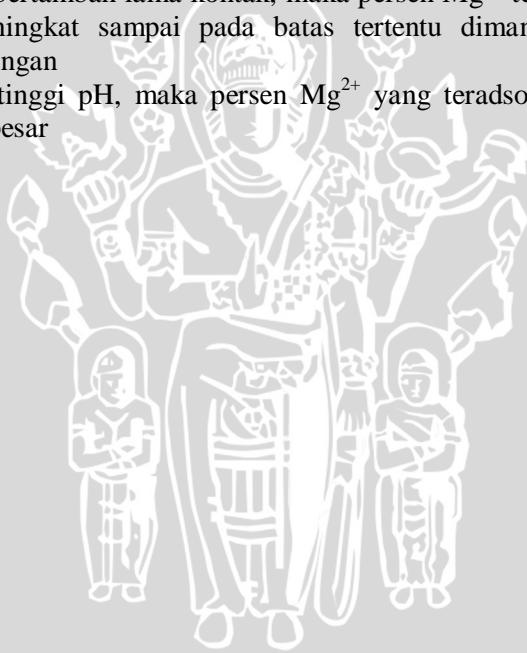
$$A = a \cdot b \cdot c \text{ g/L} \quad \text{atau} \quad A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ mol/L}$$

Dimana A adalah absorbansi, a adalah absorptivitas ($\text{L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$), b adalah tebal kuvet (cm), dan c adalah konsentrasi.

2.7 Hipotesis

Hipotesis yang dapat diambil untuk penelitian ini adalah:

1. Semakin bertambah lama kontak, maka persen Mg^{2+} teradsorpsi akan meningkat sampai pada batas tertentu dimana terjadi kesetimbangan
2. Semakin tinggi pH, maka persen Mg^{2+} yang teradsorpsi akan semakin besar



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Oktober sampai Desember 2011.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk cangkang keong mas, HCl pekat (37%, $b_j = 1,19$ g/mL), HNO_3 65% ($b_j = 1,42$ g/mL), NaOH, $\text{MgCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, padatan lantan $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kertas saring dan akuades.

3.2.2 Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian antara lain meliputi Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA 6200, oven Fisher Scientific 655 F, Spektrofotometer *FTIR* JASCO FT/IR – 5300, mortar, desikator, neraca analitis Mettler, neraca teknis, pemanas listrik dan pengaduk magnet (IKAMAG[®]RH), pH-meter InoLab, botol semprot, bola hisap, *shaker* rotator type H-SR-200, ayakan 120 - 150 mesh, peralatan gelas seperti labu ukur 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 500 mL dan 1000 mL, gelas kimia 250 mL dan 1000 mL, gelas ukur 100 mL, pipet tetes 10 mL, pipet ukur 2 mL dan 10 mL, gelas arloji.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap:

1. Preparasi adsorben kitin dari limbah cangkang keong mas
2. Pembuatan kurva baku Mg^{2+}
3. Penentuan pengaruh lama kontak terhadap daya adsorpsi adsorben kitin

4. Penentuan pengaruh pH terhadap daya adsorpsi adsorben kitin
5. Analisis Data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Adsorben Kitin

Cangkang keong mas sebanyak 1 kg dicuci hingga bersih dan dikeringkan pada temperatur ruang. Cangkang ini ditumbuk menggunakan mortar sampai halus. Serbuk yang dihasilkan diayak menggunakan ayakan 120 mesh, lalu serbuk yang lolos diayak kembali menggunakan ayakan 150 mesh dan diambil serbuk yang tertahan untuk digunakan pada proses selanjutnya.

Serbuk yang diperoleh ditimbang sebanyak 150 gram lalu dilakukan proses demineralisasi dengan menambahkan HCl 1 M dengan perbandingan 1:15 b/v. Setelah itu dilakukan pemanasan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik pada temperatur 60°C selama 1 jam. Setelah itu didinginkan pada temperatur kamar lalu disaring. Endapan hasil penyaringan dinetralkan menggunakan akuades lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C sampai kering kemudian dimasukkan desikator dan ditimbang sampai massa konstan.

Serbuk hasil demineralisasi ini ditimbang sebanyak 32 gram lalu ditambah NaOH 3,5% dengan perbandingan 1:10 b/v untuk dilakukan proses deproteinasi. Serbuk yang sudah ditambah NaOH ini dipanaskan pada 65°C menggunakan pemanas listrik sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 2 jam. Setelah itu didinginkan pada temperatur kamar lalu disaring. Setelah itu dinetralkan. Endapan hasil proses deproteinasi ini dikeringkan dalam oven pada 60°C sampai kering lalu dimasukkan dalam desikator dan ditimbang sampai massa konstan. Serbuk yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer *FT-IR* untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki dan untuk memastikan bahwa serbuk tersebut adalah kitin.

Penentuan derajat deasetilasi dihitung berdasarkan spektra IR yang dihasilkan. Perhitungan dilakukan dengan membandingkan absorbansi gugus amida dan gugus hidroksil yang diperoleh dari persen transmitan spektra IR dengan persamaan:

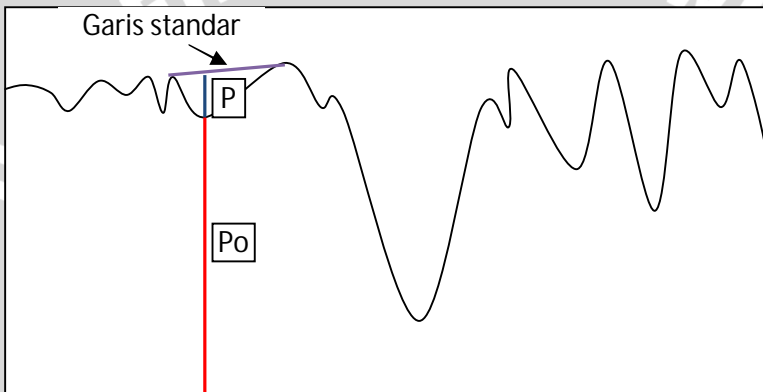
$$A = \log \frac{P_0}{P}$$

dengan A: absorptansi

P_0 : intensitas awal

P : intensitas akhir

Pada spektra IR P_0 diperoleh dengan mengukur *base line* hingga puncak spectra, sedangkan P diukur dari puncak hingga garis standar seperti yang ditunjukkan pada sketsa spectra IR berikut:



Sedangkan persen derajat deasetilasi dihitung dengan persamaan berikut:

$$\%DD = 100 - \left(\frac{A_{\text{amida}}}{A_{\text{hidroksil}}} \times \frac{100}{1,33} \right)$$

3.4.2 Pembuatan Kurva Baku Mg^{2+}

Larutan Mg^{2+} 100 mg/L dipipet sebanyak 10 mL lalu diencerkan pada labu ukur 100 mL sehingga diperoleh larutan Mg^{2+} 10 mg/L. Setelah itu larutan dipipet masing-masing 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; 5 mL, dan masing-masing dimasukkan dalam 6 buah labu ukur 25 mL. Lalu ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat dan 5 tetes larutan lantan pada masing-masing larutan. Setelah itu ditambah akuades sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen. Masing-masing larutan Mg^{2+} yang dihasilkan memiliki konsentrasi 1; 1,2; 1,4; 1,6;

1,8; 2 mg/L. Lalu dilakukan pengukuran absorbansi larutan Mg^{2+} menggunakan spektrometer serapan atom pada panjang gelombang 285,2 nm. Kurva ini digunakan untuk menentukan konsentrasi Mg^{2+} setelah proses adsorpsi.

3.4.3 Penentuan Pengaruh Lama Kontak terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin

Larutan Mg^{2+} 100 mg/L sebanyak 10 mL dimasukkan botol sampel dan diatur menjadi pH 7 dengan penambahan HCl 0,1 M atau NaOH 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades pH 7. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 gram adsorben kitin. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 20 menit lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 25 mL dan ditambah 1 mL HNO_3 pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditandabatkan dengan akuades. Larutan dimasukkan ke dalam botol sampel dan diukur konsentrasi Mg^{2+} sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

Perlakuan di atas diulang dengan variasi lama kontak 40, 60, 80, 100, dan 120 menit dan masing – masing variasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

3.4.4 Penentuan Pengaruh pH terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin

Larutan Mg^{2+} 100 mg/L sebanyak 10 mL dimasukkan botol sampel dan diatur menjadi pH 3 dengan penambahan HCl 0,1 M atau NaOH 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades pH 3. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 gram adsorben kitin. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 100 menit yang diperoleh dari lama kontak optimum (perlakuan 3.4.3) lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 25 mL dan ditambah 1 mL HNO_3 pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditandabatkan dengan akuades. Larutan

dimasukkan ke dalam botol sampel dan diukur konsentrasi Mg^{2+} sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

Pelakuan di atas diulang dengan variasi pH 4, 5, 6, 7, dan 8 dan masing – masing variasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

3.4.5 Rumus penentuan Persen Mg^{2+} teradsorpsi

Penentuan kondisi optimum adsorpsi Mg^{2+} disajikan dalam dua grafik, yaitu:

- Variasi lama kontak terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi
- Variasi pH terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi

Persen Mg^{2+} teradsorpsi dapat dihitung melalui persamaan:

$$\text{persen } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\%$$

dimana:

C_o = konsentrasi Mg^{2+} sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi Mg^{2+} setelah adsorpsi (mg/L)

3.4.6 Rumus penentuan jumlah Mg^{2+} teradsorpsi

Jumlah Mg^{2+} yang teradsorpsi oleh adsorben kitin dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\text{jumlah } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

dimana:

C_o = konsentrasi Mg^{2+} sebelum adsorpsi (mg/L)

C_s = konsentrasi Mg^{2+} setelah adsorpsi (mg/L)

V = volume larutan total Mg^{2+} (L)

W = berat adsorben (kitin) (g)

3.5 Analisis Data

Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara lama kontak terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi dan pH terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi. Dari grafik yang diperoleh, dapat diketahui pengaruh lama kontak dan pH terhadap persen adsorpsi Mg^{2+} serta kondisi optimum untuk proses adsorpsi Mg^{2+} . Data yang diperoleh

dianalisis dengan uji F menggunakan pola Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan taraf nyata 5% untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan. Apabila terdapat perbedaan, analisis dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan beda nyata dan tidak beda nyata.

3.5.1 Uji F dengan pola RAL pada taraf nyata 5%

Ada beberapa langkah yang perlu dilakukan untuk melakukan uji F, yaitu:

1. Menghitung faktor koreksi (FK)

$$FK = \frac{(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{p \times n}$$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

- a. JK total (JKT)

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

- b. JK perlakuan (JKP)

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

- c. JK galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP$$

3. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

- a. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1}$$

- b. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)}$$

4. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG}$$

Setelah semua selesai dihitung, dapat dibuat tabel analisis seperti yang tampak pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Analisis sidik ragam satu arah

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	p-1	JKP	KTP	KTP/KTG	Tabel F
Galat	p (n-1)	JKG	KTG		
Total					

Keterangan :

p = banyak perlakuan

n = banyaknya ulangan

dB = derajat bebas

3.5.2 Uji Beda Nyata Terkecil

Untuk mengetahui beda nyata dari tiap perlakuan, perlu dibuat hipotesis nol (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1) terlebih dahulu. H_0 dan H_1 dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

H_0 = perlakuan tidak mempengaruhi persen adsorpsi Mg^{2+}

H_1 = minimal satu pasang perlakuan menunjukkan perbedaan

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak sehingga uji BNT dapat dilakukan. Langkah untuk melakukan uji BNT adalah sebagai berikut:

- a. Menentukan BNT

$$BNT_{(\alpha)} = t_{tabel(\alpha/2, dB_{galat})} \times \sqrt{\frac{2KTG}{n}}$$

- b. Menghitung beda rata – rata antarperlakuan
- c. Menarik kesimpulan

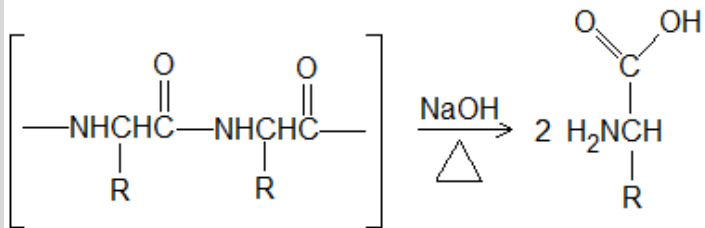
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Keong Mas

Kitin yang dihasilkan berasal dari serbuk cangkang keong mas yang telah mengalami demineralisasi dan deproteinasi. Proses demineralisasi dilakukan dengan penambahan HCl 1M dengan perbandingan 1:15 b/v. Proses demineralisasi menghasilkan rendemen sebesar 21,33% yaitu dari 150 gram serbuk cangkang keong mas diperoleh 32 gram hasil demineralisasi. Setelah itu dilakukan proses deproteinasi dengan penambahan NaOH 3,5% dengan perbandingan 1:10 b/v. Proses deproteinasi menghasilkan rendemen sebesar 92,75% yaitu dari 32 gram serbuk hasil demineralisasi diperoleh serbuk kitin sebesar 29,68 gram. Pada proses demineralisasi terjadi reaksi sebagai berikut :

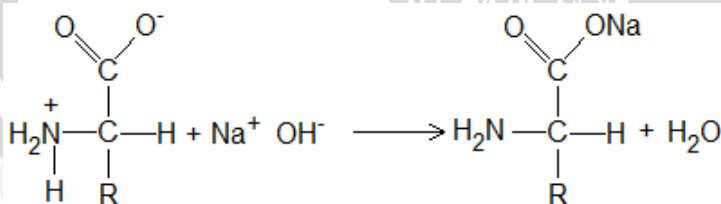


Sedangkan pada proses deproteinasi terjadi reaksi sebagai berikut :



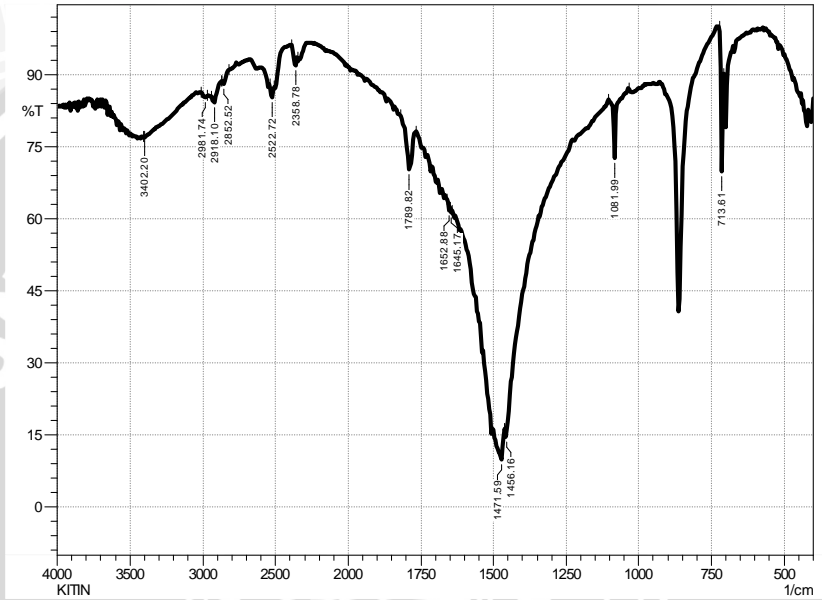
Protein yang terikat pada matrik kitin

Asam amino



Garam amino/Na-proteinat

Serbuk yang dihasilkan dari proses deproteinasi dianalisis menggunakan spektrofotometer *FTIR* untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki. Spektra IR kitin yang dihasilkan ditunjukkan oleh Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Spektra IR Kitin Hasil Penelitian

Perbandingan gugus fungsional kitin hasil penelitian dan literatur disajikan pada Tabel 4.1 berikut ini:

Tabel 4.1. Perbandingan Karakteristik Gugus Fungsional Kitin dari Literatur dengan Hasil Pengukuran

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Keterangan
Kitin Literatur*	Kitin Hasil Penelitian	
3401	3402,20	Vibrasi ulur gugus – OH
1082,0	1081,99	Vibrasi ulur gugus – C – O –
2921 dan 2853	2918,1 dan 2852,52	Vibrasi ulur gugus – CH ₃ dan – CH ₂ –
1483	1471,59	Gugus – CH ₃ yang terikat pada amida (-NHCOCH ₃)
1788	1652,88	Gugus C = O suatu amida

*Gambar 2.3 halaman 12 [26]

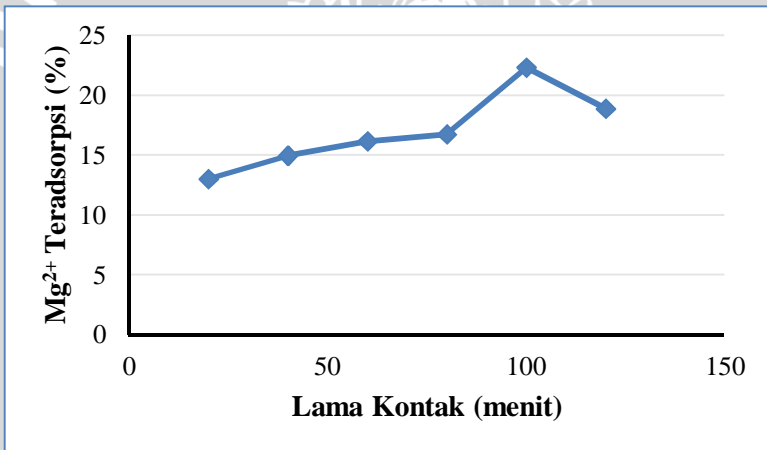
Berdasarkan perbandingan gugus fungsi penting dari data pada Tabel 4.1 di atas, terlihat bahwa kemiripan antara gugus fungsi hasil penelitian dengan gugus fungsi kitin dari literatur mendekati 100% sehingga dapat disimpulkan bahwa serbuk hasil demineralisasi dan deproteinasi tersebut merupakan kitin. Hal ini dapat dilihat dari puncak pada bilangan gelombang 1471,59 cm⁻¹ yang merupakan gugus dari –CH₃ yang terikat pada amida (-NHCOCH₃) dan puncak pada bilangan gelombang 1652,88 cm⁻¹ dan 1645,17 cm⁻¹ yang merupakan bilangan gelombang dari gugus C=O suatu amida. Hal ini juga diperkuat oleh adanya serapan pada daerah 1081,99 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi ulur gugus –C–O– yang terdapat pada kitin.

Berdasarkan perhitungan pada Lampiran D, diperoleh nilai derajat deasetilasi (DD) sebesar 48,95%. Nilai DD ini juga mendukung pernyataan di atas, dimana suatu kitin memiliki nilai DD lebih besar dari 25% dan kurang dari 70%, sehingga dari spektra IR dan nilai DD dapat disimpulkan bahwa serbuk yang dihasilkan dari penelitian ini adalah serbuk kitin.

4.2 Penentuan Pengaruh Lama Kontak terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin

Lama kontak antara suatu adsorben dengan larutan dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Penentuan pengaruh lama kontak terhadap daya adsorpsi adsorben kitin pada Mg^{2+} dilakukan pada pH 7 dengan variasi lama kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120. Pada penelitian ini, pemilihan pH 7 dipilih karena pada pH ini suasana larutan adalah netral. Pada pH netral, konsentrasi H^+ relatif sama dengan konsentrasi OH^- sehingga situs aktif amida akan lebih optimum berikatan dengan Mg^{2+} .

Pengaruh lama kontak terhadap jumlah % Mg^{2+} teradsorpsi dapat dilihat pada tabel E.1 (Lampiran E). Hubungan antara lama kontak dengan persen Mg^{2+} teradsorpsi dapat dilihat pada gambar 4.2 berikut ini:



Gambar 4.2 Kurva Hubungan Lama Kontak terhadap Persen Mg^{2+} Teradsorpsi

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.2 di atas terlihat bahwa persen Mg^{2+} teradsorpsi terus meningkat dari 20 menit sampai 100 menit. Namun, setelah 100 menit persen Mg^{2+} teradsorpsi sudah tidak mengalami peningkatan lagi bahkan pada lama kontak 120 menit mengalami penurunan. Berdasarkan data uji statistik pada taraf nyata 0,05 (Lampiran G), diperoleh nilai F_{hitung} (42,1918) lebih besar dari F_{tabel} (2,91). Hal ini berarti bahwa lama kontak memiliki

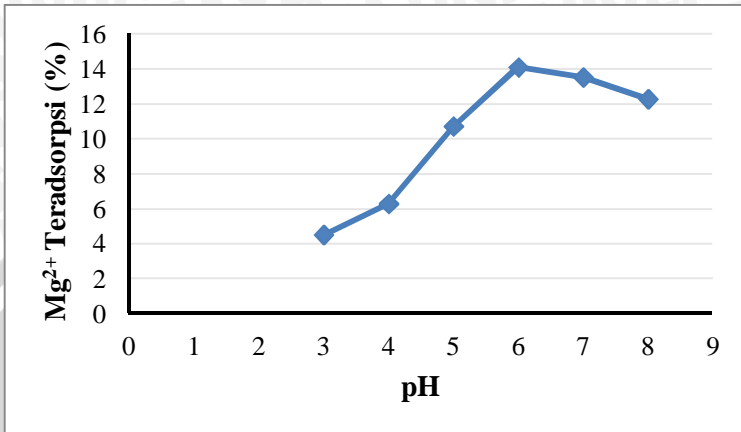
pengaruh yang nyata terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi. Dari uji BNT diperoleh hasil bahwa pada lama kontak 20 dan 40 menit serta 80, 100, dan 120 menit terdapat perlakuan yang berbeda nyata. Namun pada lama kontak 40, 60, dan 80 tidak menunjukkan perlakuan yang berbeda nyata. Dari uji statistik ini dapat disimpulkan bahwa lama kontak optimum dari proses adsorpsi Mg^{2+} adalah 100 menit dengan persen Mg^{2+} teradsorpsi sebesar $22,30 \pm 0,36\%$.

Adsorpsi terus mengalami peningkatan sebelum lama kontak 100 menit dikarenakan belum terjadinya kesetimbangan antara Mg^{2+} yang diserap oleh adsorben kitin dengan jumlah Mg^{2+} yang tersisa dalam larutan. Setelah tercapai kesetimbangan adsorpsi, persen Mg^{2+} teradsorpsi akan menunjukkan kestabilan. Hal ini disebabkan sudah terpenuhinya gugus aktif pada permukaan adsorben sehingga kemungkinan terjadinya ikatan antara Mg^{2+} dengan gugus aktif adsorben semakin berkurang.

Pada lama kontak 120 menit, terjadi penurunan persen Mg^{2+} teradsorpsi. Hal ini disebabkan seluruh gugus aktif yang terdapat pada permukaan adsorben sudah terpenuhi. Selain itu, jika waktu kesetimbangan sudah terlewati ikatan elektrostatik yang terjadi antara Mg^{2+} dengan gugus amida sebagai gugus aktif dari kitin akan terganggu. Hal ini yang menyebabkan persen Mg^{2+} teradsorpsi menurun.

4.3 Penentuan Pengaruh pH terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin

pH merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi. Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 dengan lama kontak 100 menit yang diperoleh dari lama kontak optimum. Pada penelitian ini pH 7 dilakukan kembali untuk memperoleh hasil yang lebih akurat karena perbedaan kondisi saat perlakuan dapat memberikan hasil yang berbeda. Data pengaruh pH terhadap daya adsorpsi adsorben kitin dapat dilihat pada Tabel E.2 (Lampiran E). Hubungan antara variasi pH terhadap persen Mg^{2+} teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.3.

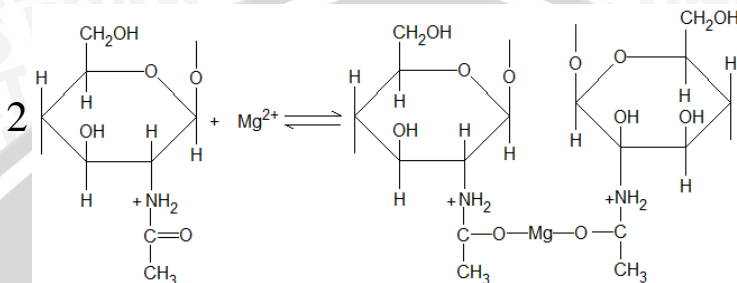


Gambar 4.3 Kurva Hubungan pH terhadap persen Mg²⁺ teradsorpsi

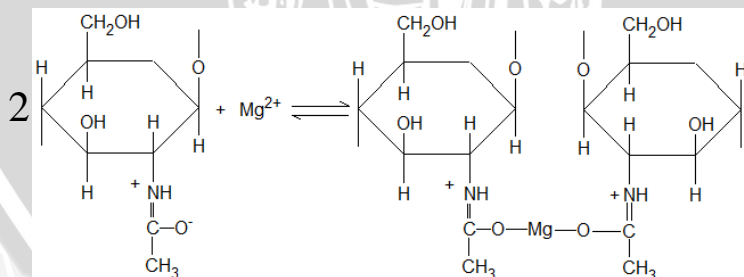
Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa persen Mg²⁺ teradsorpsi terus mengalami peningkatan dari pH 3 sampai pH 6. Setelah itu, pada pH 7 dan 8 persen Mg²⁺ teradsorpsi mulai menurun. Berdasarkan uji statistik yang telah dilakukan (Lampiran G), diperoleh hasil bahwa pada taraf nyata 0,05 nilai F_{hitung} (113,4372) lebih besar dari F_{tabel} (2,91). Hal ini dapat diartikan bahwa pH memberikan pengaruh yang nyata pada persen Mg²⁺ teradsorpsi. Selanjutnya hasil uji BNT menunjukkan bahwa antara pH 3 dan 4 tidak terdapat beda nyata, selain itu pH 6, 7 dan 8 juga tidak memberikan beda yang nyata pada persen Mg²⁺ teradsorpsi. Beda nyata ditunjukkan oleh pH 4, 5, dan 6. Berdasarkan uji statistik ini dapat disimpulkan bahwa pH optimum dari proses adsorpsi Mg²⁺ oleh kitin adalah pada pH 6 dengan persen Mg²⁺ teradsorpsi sebesar $14,09 \pm 1,71\%$.

Pada pH 3, larutan HCl yang ditambahkan pada larutan Mg²⁺ relatif besar sehingga menyebabkan jumlah H⁺ pada larutan relatif besar juga. Hal ini menyebabkan terjadinya kompetisi antara Mg²⁺ dengan H⁺ untuk berikatan dengan pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh kitin yaitu elektron bebas dari = O pada gugus amida (-NHCOCH₃). Selain itu pada pH asam, gugus -NH yang dimiliki kitin akan bermuatan positif sehingga kemampuan Mg²⁺ untuk berikatan dengan gugus amida yang dimiliki kitin juga akan

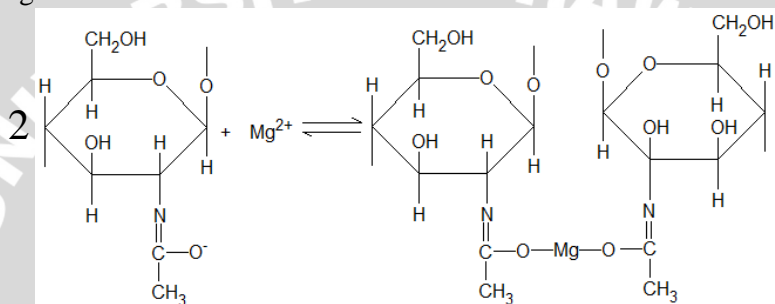
menurun. Reaksi antara kitin dengan Mg^{2+} dalam suasana asam adalah sebagai berikut:



Peningkatan pH akan mengurangi jumlah H^+ yang terdapat dalam larutan sehingga kompetisi antara Mg^{2+} dengan H^+ juga semakin menurun. Hal ini meningkatkan kemampuan situs aktif kitin untuk mengikat Mg^{2+} sehingga % Mg^{2+} teradsorpsi meningkat pada pH di atas 3. Pada pH 6, persen Mg^{2+} teradsorpsi menunjukkan nilai yang paling besar. Pada pH ini, konsentrasi H^+ dan OH^- hampir sama sehingga H^+ dapat distabilkan oleh OH^- . Situs aktif dari kitin akan lebih optimum berikatan dengan Mg^{2+} pada pH ini. Selain itu pada pH netral, protonasi yang terjadi pada gugus amida dari kitin semakin berkurang dan menyebabkan terjadinya delokalisasi elektron. Delokalisasi elektron ini menyebabkan gugus $=O$ pada amida akan bermuatan negatif dan memungkinkan terjadinya ikatan antara Mg^{2+} dengan kitin. Kondisi ini akan menyebabkan terjadinya kesetimbangan antara jumlah adsorbat yang diserap oleh adsorben kitin dengan jumlah adsorbat yang tersisa dalam larutan. Reaksi antara kitin dengan Mg^{2+} dalam suasana netral adalah sebagai berikut:



Pada pH 7 dan 8 terjadi penurunan persen Mg^{2+} teradsorpsi bila dibandingkan persen Mg^{2+} teradsorpsi pada pH 6. Semakin tinggi pH, maka konsentrasi OH^- yang terdapat dalam larutan juga semakin besar sehingga meningkatkan jumlah basa lewis yang terdapat dalam adsorben. Pada pH basa ini, Mg^{2+} cenderung berikatan dengan OH^- membentuk $Mg(OH)^+$. Hal ini yang menyebabkan jumlah Mg^{2+} yang teradsorpsi berkurang. Reaksi antara adsorben kitin dengan Mg^{2+} dalam suasana basa adalah sebagai berikut:



Berdasarkan hasil penelitian ini, terlihat bahwa persen Mg^{2+} yang teradsorpsi belum terlalu besar. Hal ini bisa disebabkan adanya faktor lain yang belum dikaji dalam penelitian ini, misalnya temperatur dan konsentrasi. Selain itu, kecilnya persen adsorpsi juga bisa disebabkan adsorben yang kurang murni sehingga menyebabkan situs aktif dari kitin tertutupi oleh zat lain atau pengotor tersebut. Rendahnya nilai DD diperkirakan juga mempengaruhi kemampuan adsorpsi Mg^{2+} oleh kitin dari cangkang keong mas. Oleh karena itu, perlu dikaji lebih lanjut mengenai pemurnian kitin dan peningkatan nilai DD dari kitin tersebut.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Semakin lama kontak antara adsorben kitin dengan adsorbat, maka persen Mg^{2+} teradsorpsi semakin besar sampai pada waktu kesetimbangan. Lama kontak optimum yang diperoleh pada penelitian ini adalah pada lama kontak 100 menit dengan persen Mg^{2+} teradsorpsi sebesar $22,30 \pm 0,36\%$.
2. Semakin tinggi pH maka jumlah Mg^{2+} yang teradsorpsi akan semakin besar sampai dicapainya pH optimum. pH optimum yang diperoleh dari penelitian ini adalah pH 6 dimana persen Mg^{2+} teradsorpsi sebesar $14,09 \pm 1,71\%$.

5.2 Saran

Untuk memperoleh hasil yang lebih maksimal, perlu dilakukan pemurnian pada adsorben kitin. Selain itu, modifikasi pada adsorben kitin dapat dijadikan alternatif untuk meningkatkan daya adsorpsi dari adsorben tersebut. Penelitian selanjutnya juga sebaiknya mengkaji faktor lain yang mempengaruhi proses adsorpsi selain lama kontak dan pH.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Said, N.I., 2008, **Teknologi Pengolahan Air Minum “ Teori dan Pengalaman Praktis “**, Pusat Teknologi Pengembangan Deputi Bidang Teknologi Pengembangan Sumber Daya Alam BPPT, Jakarta
- [2] Anonim, 2009, **Buku Petunjuk Pelaksanaan Laboratorium Operasi Teknik Kimia II - Penyisihan Kesadahan dengan Metode Penukar Ion**, Jurusan Teknik Kimia – Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Serang
- [3] Rosetya, M.I., 2009, **Modifikasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Gugus Sulfonat Melalui Senyawa Epoksi untuk Adsorpsi Ion Logam Magnesium dan Besi**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, Universitas Diponegoro, Semarang
- [4] Cahyaningrum, S.E., Agustini, R. dan Herdyastuti, N., 2007, **Pemakaian Kitosan Limbah Udang Windu sebagai Matriks Pendukung pada Imobilisasi Papain**, *Jurnal Aktakimindo Volume 2, Nomer 2, Halaman 93-98*
- [5] Bahtiar, A.R., 2008, **Penurunan Kesadahan Air Menggunakan Serbuk Sekam Padi Perlakuan dengan NaOH**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Diponegoro, Semarang
- [6] Apriani, L., 2008, **Seleksi Bakteri Penghasil Enzim Kitinolitik serta Pengujian Beberapa Variasi Suhu dan pH untuk Produksi Enzim**, *Skripsi*, Fakultas MIPA – Universitas Indonesia, Jakarta
- [7] Rahayu, L. H., dan S. Purnavita, 2007, **Optimasi Pembuatan Kitosan dari Kitin Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) untuk Adsorben Ion Logam Merkuri**, *Jurnal Reaktor Vol.11 No.1 Halaman 45-49*

- [8] Sawyer, C.N dan P.L Mc Carty, 1987, **Chemistry of Engineering, Third Ed.**, Mc Graw Hill, Kogakusha Ltd., Tokyo
- [9] Ghufran H, M. dan Kordi K., 2010, **Panduan Lengkapp Memelihara Ikan Air Tawar di Kolam Terpal**, Lily Publisher, Yogyakarta
- [10] Suharto, H., 2001, **Opsi – opsi Pengendalian Siput Murbai**, http://pestalert.applesnail.net/management_guide/pest_management_indonesia.php, Diakses tanggal 23 September 2011
- [11] Samperante, E.M, P. Nilasari dan W. Yudha, 2001, **Upaya Pemanfaatan Ekstrak Tumbuhan Patik Emas untuk Memberantas Hama Keong Mas**, Jurnal Sains, Fakultas Sains dan Matematika, UKSW, Salatiga
- [12] Ghesquiere, S., 2010, **Pomacea Can Sutures XI**, http://www.applesnail.net/content/details/pomacea_can_suture_s_xl.jpg, Diakses tanggal 23 September 2011
- [13] Tarigan, S.J.BR, 2008, **Pemanfaatan Tepung Keong Mas sebagai Substitusi Tepung Ikan dalam Ransum terhadap Performans Kelinci Jantan Lepas Sapih**, Skripsi, Fakultas Pertanian, Universitas Sumatera Utara, Medan
- [14] Sutanto, H., 1995, **Siput Murbei Pengendalian dan Pemanfaatannya**, Kanisius, Yogyakarta
- [15] Van Damme, D., 1984, **The Freshwater Mollusca of North Africa (Distribution, Biogeography and Palaecology)**, DRW Publisher, Boston
- [16] Rochima, E., 2010, **Pemurnian dan Karakterisasi Kitin Deasetilasi Termotabil dari *Bacillus papandayan* Asal Kawah Kamojang Jawa Barat**, Publikasi Dosen, Fakultas

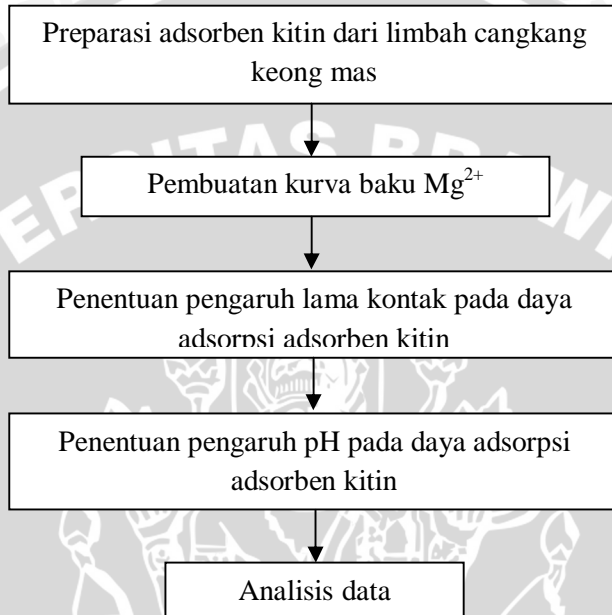
- [17] Kusumaningsih, T., Maskyur, A. dan Arief, U., 2004, **Pembuatan Kitosan dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)**, Jurnal Farmasi Volume 2, Nomer 2, Halaman 64-68
- [18] Mekawati, Fachriyah, E. dan Sumardjo, D., 2000, **Aplikasi Kitosan Hasil Transformasi Kitin Limbah Udang (*Penaeus merguensis*) untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal**, Jurnal Sains dan Matematika FMIPA Undip, Semarang, Volume 8 No 2, Hal. 51 – 54
- [19] Effendi, H., 2003, **Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan**, Kanisius, Yogyakarta
- [20] Saksono, N., 2003, **Magnetisasi Air Sadah untuk Pencegahan Pembentukan Kerak**, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok
- [21] Laksono, E.W., 2002, **Analisis Daya Adsorpsi Suatu Adsorben**, Makalah PPM, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta
- [22] Reynolds, T.D., 1982, **Unit Operation and Process in Environmental Engineering**, Texas A&M University, California
- [23] Perrich, J.R., 1981, **Activated Carbon Adsorption for Waste Water Treatment**, CRC Press Inc. Boca Raton, Florida
- [24] Pavia, D.I., Lampman, G.M., dan Kriz, G.S., 1996, **Introduction to Spectroscopy a Guide for Students of**

Organic Chemistry, second edition, Sounders Golden Sunburst Series, New York

- [25] Jeffery, G.H, Bassett J, Denney, R.C and Mendham, J, 1997, **Vogel's Text Book of Quantitative Chemical Analysis**, John Wiley and sons Inc, New York
- [26] Palpandi, C., Shanmugam, V., and Shanmugam, A., 2009, **Extraction of Chitin and Chitosan from Shell and Operculum of Mangrove Gastropod *Nerita (Dostia) crepidularia lamarck***, International Journal of Medicine and Medical Science, Volume 1 No. 5 Halaman 198 – 205
- [27] Khopkar, S. M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UI Press, Jakarta, hal. 274-275
- [28] Darmono, 1995, **Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup**, UI Press, Jakarta
- [29] Skoog, D.A., D.M. West, and F.J. Holler, 1998, **Analytical Chemistry**, Saunders College Publishing, Philadelphia
- [30] Basset, 1994, **Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik**, Edisi Keempat, Alih Bahasa : L. Setiono dan A. H. Pudjaatmaka, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta, hal.472
- [31] Hendayana, S., 1994, **Kimia Analitik Instrumen**, Edisi ke-1, IKIP Semarang Press, Semarang, hal 143-148
- [32] Perkin, E., 1996, **Analytical Methods For Atomic Absorption Spectroscopy**, The Perkin Elmer Corporation : United States of America

LAMPIRAN

Lampiran A. Diagram Alir Tahapan Penelitian



Lampiran B. Preparasi Larutan

B.1. Pembuatan Larutan HCl 1 M sebanyak 1000 mL

Pembuatan larutan HCl 4,0 M dilakukan dengan membuat dari larutan induk yang diencerkan. Larutan induk berupa HCl 37%, d: 1,19 g/mL, dan Mr: 36,4609 g/mol dengan perhitungan sebagai berikut:

$$M \text{ HCl} = \frac{37 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,4609 \text{ g/mol}}$$

$$M \text{ HCl} = 1,208 \text{ mol/100 mL}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{1,208 \text{ mol}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}}$$

$$M \text{ HCl} = 12,08 \text{ M}$$

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

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 1 \text{ M}}{12,08 \text{ M}} = 82,78 \text{ mL}$$

Volume HCl 37% yang diperlukan untuk membuat HCl 1,0 M sebanyak 1000 mL adalah 82,78 mL.

B.2. Pembuatan Larutan NaOH 3,5 % sebanyak 500 mL

Pembuatan NaOH 4,0 M dibuat dari padatan NaOH (Mr: 39,9969 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

NaOH 3,5 % = 3,5 gram NaOH dalam 100 mL akuades

Massa NaOH dalam 500 mL pelarut :

massa = Volume larutan x % NaOH

$$\text{massa} = 500 \text{ mL} \times \frac{3,5 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}$$

$$= 17,5 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang diperlukan untuk membuat NaOH 3,5 % sebanyak 500 mL adalah 17,5 gram.

B.3. Pembuatan Larutan Induk Mg 100 mg/L

Pembuatan larutan Mg 100 mg/L sebanyak 1000 mL dibuat dari padatan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mr: 203,2998 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

$$\text{Massa Mg dalam 1000 mL} = 100 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1000 \text{ mL} \times \frac{1}{1000} \frac{\text{L}}{\text{mL}} = 0,1 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \frac{\text{mol Mg}}{\text{massa Mg}} &= \frac{\text{Mol MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{\text{Ar Mg}}{\text{massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \text{massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa Mg}}{\text{Ar Mg}} \times \text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= \frac{0,1 \text{ g}}{24,305 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 203,2998 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\ &= 0,8365 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk membuat 100 mL Mg 1000 mg/L adalah 0,8365 g.

B.4. Pembuatan Kurva Baku Mg^{2+}

B.4.1 Pembuatan Larutan Mg 10 mg/L

Pembuatan larutan Mg 10 mg/L sebanyak 100 mL dibuat dari larutan Mg 1000 mg/L berdasarkan perhitungan berikut:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 100 \text{ mg/L} &= 100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L} \\ V_1 &= 10 \text{ mL} \end{aligned}$$

Larutan Mg 100 mg/L yang dibutuhkan untuk membuat 100 mL Mg 10 mg/L adalah 10 mL.

B.4.2 Pembuatan Larutan Baku 1; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; dan 2 mg/L

Pembuatan Larutan Mg 1 mg/L sebanyak 25 mL dibuat dari larutan Mg 10 mg/L berdasarkan perhitungan berikut:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 25 \text{ mL} \times 1 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

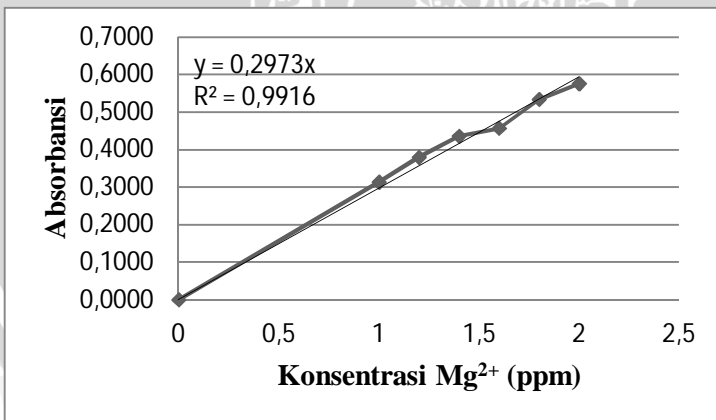
$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Volume Larutan Mg 10 mg/L yang diperlukan untuk membuat Mg 1 mg/L adalah 2,5 mL. Sedangkan untuk perhitungan volume Mg 10 mg/L yang digunakan untuk membuat Mg 1,2 mg/L, 1,4 mg/L, 1,6 mg/L, 1,8 mg/L dan 2 mg/L dihitung dengan rumus yang sama seperti penentuan volume Mg 10 mg/L untuk membuat larutan Mg 1 mg/L (untuk pembuatan Mg 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; dan 2 mg/L membutuhkan Mg 10 mg/L berturut – turut sebanyak 3; 3,5; 4; 4,5; dan 5 mL).

Larutan yang dihasilkan diukur absorbansinya dengan AAS, sehingga diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel B.1 Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Baku Mg^{2+}

Konsentrasi / mg/L	Absorbansi
0	0,0000
1	0,3134
1,2	0,3793
1,4	0,4357
1,6	0,4568
1,8	0,5337
2	0,5760



Gambar B.1 Kurva Baku Mg^{2+}

B.5. Pembuatan Larutan HCl 25% sebanyak 10 mL

HCl 25% sebanyak 10 mL dibuat dengan mengambil larutan HCl 37% berdasarkan perhitungan berikut:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 &= \frac{V_2 \times M_2}{M_1} \\V_1 &= \frac{10 \text{ mL} \times 25\%}{37\%} \\V_1 &= 6,76 \text{ mL}\end{aligned}$$

Volume HCl 37% yang diperlukan untuk membuat HCl 25% sebanyak 10 mL adalah 6,76 mL.

B.6. Pembuatan Larutan Lantan 2,5% sebanyak 25 mL

Pembuatan larutan lantan 2,5% sebanyak 25 mL dibuat dari $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mr: 353,3578 g/mol) berdasarkan perhitungan berikut:

Lantan 2,5% = 0,625 g La dalam 25 mL

Massa $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan, yaitu:

$$\begin{aligned}\frac{\text{massa La}}{\text{Ar La}} \times \text{Mr LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{0,625 \text{ g}}{138,91 \text{ g/mol}} \times 353,3578 \text{ g/mol} \\&= 1,5899 \text{ g}\end{aligned}$$

Lampiran C. Perhitungan Rendemen Hasil Penelitian

$$\text{rendemen} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100\%$$

Tahap demineralisasi

$$\begin{aligned} \text{rendemen} &= \frac{32 \text{ g}}{150 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 21,33\% \end{aligned}$$

Tahap deproteinasi

$$\begin{aligned} \text{rendemen} &= \frac{29,68 \text{ g}}{32 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 92,75\% \end{aligned}$$



Tabel D.1. Intensitas dari Puncak Spektra IR

Puncak	Intensitas
713,61	69,746
1081,99	72,514
1456,16	14,606
1471,59	10
1645,17	61,242
1652,88	61,653
1789,82	70,24
2358,78	91,774
2522,72	85,215
2852,52	87,967
2918,1	84,167
2981,74	85,239
3402,2	77,016

$$A_{1652,88} = \log \frac{P_o}{P} = \log \frac{1,47}{6,52} = -0,647$$

$$A_{3402,2} = \log \frac{P_o}{P} = \log \frac{0,86}{7,72} = -0,953$$

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1652,88}}{A_{3402,2}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right]$$

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{-0,647}{-0,953} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] = 48,95\%$$

Lampiran E. Data Hasil Penelitian

E.1. Penentuan Pengaruh Lama Kontak terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitiin

Tabel E.1. Penentuan Lama Kontak Optimum

lama kontak / menit	% Mg ²⁺ teradsorpsi	Rata – rata Mg ²⁺ teradsorpsi (%)	Jumlah Mg ²⁺ teradsorpsi (mg/g)
20	13,2997	12,9977 ± 0,7712	1,3300
	13,5723		1,3573
	12,1212		1,2121
40	15,0884	14,9551 ± 1,4671	1,5088
	16,3510		1,6351
	13,4259		1,3426
60	16,3300	16,1546 ± 0,1551	1,6330
	16,0354		1,6035
	16,0985		1,6098
80	16,6456	16,7298 ± 0,6773	1,6646
	16,0985		1,6098
	17,4453		1,7445
100	22,4116	22,3064 ± 0,3589	2,2412
	21,9066		2,1907
	22,6010		2,2601
120	18,0135	18,8622 ± 1,0631	1,8013
	18,5185		1,8519
	20,0547		2,0055

E.2. Penentuan Pengaruh pH terhadap Daya Adsorpsi Adsorben Kitin

Tabel E.2. Penentuan pH optimum

pH	% Mg ²⁺ teradsorpsi	Rata – rata Mg ²⁺ teradsorpsi (%)	Jumlah Mg ²⁺ teradsorpsi (mg/g)
3	4,6789	4,5127 ± 0,4657	1,4226
	3,9867		1,2121
	4,8727		1,4815
4	5,8140	6,2846 ± 0,7444	1,7677
	5,8970		1,7929
	7,1429		2,1717
5	10,5759	10,7143 ± 0,2641	3,2155
	11,0189		3,3502
	10,5482		3,2071
6	16,0576	14,0919 ± 1,7118	4,8822
	12,9292		3,9310
	13,2891		4,0404
7	13,4275	13,5197 ± 0,4229	4,0825
	13,1506		3,9983
	13,9812		4,2509
8	11,5449	12,2739 ± 1,0106	3,5101
	13,4275		4,0825
	11,8494		3,6027

Lampiran F. Contoh Perhitungan Data

F.1. Penentuan Pengaruh Lama Kontak

1. Konsentrasi Mg^{2+} sebelum adsorpsi

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

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

$$C_o = 40 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi Mg^{2+} setelah adsorpsi

- Persamaan regresi linear

$$y = 0,297x$$

- Faktor pengenceran larutan Mg^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 25x$$

- $y = 0,297x$

$$A = (0,297 \times [Mg^{2+}])$$

$$0,4120 = (0,297 \times C_s)$$

$$C_s = \frac{0,4120}{0,297} \times 25$$

$$C_s = 34,6801 \text{ mg/L}$$

3. Persen Mg^{2+} teradsorpsi

$$\% Mg = \frac{(C_o - C_s)}{C_o} \times 100\%$$

$$= \frac{(40 - 34,6801)}{40} \times 100\%$$

$$= 13,2997\%$$

4. Jumlah Mg^{2+} teradsorpsi

$$\text{jumlah } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(C_o - C_s) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

$$\text{jumlah } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(40 - 34,6801) \times 0,025}{0,1} \text{ mg/g}$$

$$= 1,3300 \text{ mg/g}$$

F.2. Penentuan Pengaruh pH

1. Konsentrasi Mg^{2+} sebelum adsorpsi

Persamaan regresi linear

$$y = 0,297x$$

Faktor pengenceran larutan Mg^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 50x$$

$$y = 0,297x$$

$$A = (0,297 \times [Mg^{2+}])$$

$$0,3612 = (0,297 \times Co)$$

$$Cs = \frac{0,3612}{0,297} \times 50$$

$$Co = 60,8080 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi Mg^{2+} setelah adsorpsi

- Persamaan regresi linear

$$y = 0,297x$$

- Faktor pengenceran larutan Mg^{2+} setelah adsorpsi

$$FP = \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$$

$$FP = 50x$$

- $y = 0,297x$

$$A = (0,297 \times [Mg^{2+}])$$

$$0,3443 = (0,297 \times Cs)$$

$$Cs = \frac{0,3443}{0,297} \times 50$$

$$Cs = 57,9630 \text{ mg/L}$$

3. Persen Mg^{2+} teradsorpsi

$$\begin{aligned} \% \text{ teradsorpsi} &= \frac{(Co - Cs)}{Co} \times 100\% \\ &= \frac{(60,8081 - 57,9630)}{60,8081} \times 100\% \\ &= 4,6789 \end{aligned}$$

4. Jumlah Mg^{2+} teradsorpsi

$$\text{jumlah } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} = \frac{(Co - Cs) \times V}{W} \text{ mg/g}$$

$$\begin{aligned} \text{jumlah } Mg^{2+} \text{ teradsorpsi} &= \frac{(60,8081 - 57,9630) \times 0,050}{0,1} \text{ mg/g} \\ &= 1,4226 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Lampiran G. Uji Statistik

G.1. Penentuan Lama Kontak Optimum

Tabel G.1 Data variasi lama kontak

lama kontak / menit	% Mg^{2+} teradsorpsi	Rata – rata (%)
20	13,2997	$12,9977 \pm 0,7712$
	13,5723	
	12,1212	
40	15,0884	$14,9551 \pm 1,4671$
	16,3510	
	13,4259	
60	16,3300	$16,1546 \pm 0,1551$
	16,0354	
	16,0985	
80	16,6456	$16,7298 \pm 0,6773$
	16,0985	
	17,4453	
100	22,4116	$22,3064 \pm 0,3589$
	21,9066	
	22,6010	
120	18,0135	$18,8622 \pm 1,0631$
	18,5185	
	20,0547	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh lama kontak terhadap persen adsorpsi Mg^{2+} , perlu dilakukan analisis menggunakan uji F dengan pola RAL sebagai berikut:

a. Menghitung FK

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{n \times p}$$
$$FK = \frac{(306,0177)^2}{3 \times 6} = 5202,6018$$

b. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

a. Jumlah kuadrat total (JKT)

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

$$JKT = [(13,2997)^2 + \dots + (20,0547)^2] - 5202,6018 = 166,8178$$

b. Jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

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

$$JKP = \frac{[(38,9932)^2 + \dots + (56,5867)^2]}{3} - 5202,6018$$

$$JKP = 157,8396$$

c. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP$$

$$JKG = 166,8178 - 157,8396$$

$$JKG = 8,9782$$

c. Menghitung kuadrat tengah (KT)

a. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1} = \frac{157,8396}{5} = 31,5679$$

b. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)} = \frac{8,9782}{12} = 0,7482$$

c. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{31,5679}{0,7482}$$

$$F \text{ hitung perlakuan} = 42,1918$$

$$F \text{ tabel } 5\% = 2,91$$

Analisa sidik ragam satu arah pada penentuan lama kontak optimum oleh adsorben kitin tersaji pada tabel L.G.1.2.

Tabel G.2 Analisa ragam pada penentuan lama kontak optimum

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	157,8396	31,5679	42,1918	2,91
Galat	12	8,9782	0,7482		
Total	17				

Karena $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel } 5\%}$ maka H_0 ditolak. Hal ini berarti lama kontak memiliki pengaruh nyata pada persen Mg^{2+} teradsorpsi.

Untuk mengetahui lama kontak mana yang berpengaruh, maka perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 5\%$.

$$t_{(\alpha/2, \text{dBgalat})} = 2,179$$

$$\text{BNT}_{(\alpha)} = t_{\text{tabel}(\alpha/2, \text{dBgalat})} \times \sqrt{\frac{2\text{KTG}}{n}}$$

$$\text{BNT}_{(0,05)} = t_{\text{tabel}(0,05/2, 12)} \times \sqrt{\frac{2\text{KTG}}{n}}$$

$$\text{BNT}_{(0,05)} = t_{\text{tabel}(0,025, 12)} \times \sqrt{\frac{2 \times 0,7482}{3}} = 1,5389$$

Dari nilai BNT di atas, perlu dilakukan perhitungan selisih nilai tengah untuk mengetahui variasi mana yang memberikan beda nyata. Selisih nilai tengah tersaji dalam Tabel L.G.1.3.

Tabel G.3 Uji Beda Nyata Terkecil pada Variasi Lama Kontak

	Lama Kontak (menit)	20	40	60	80	120	100
Lama Kontak	Rata - rata	13,00	14,96	16,15	16,73	18,86	22,31
20	13,00	0					
40	14,96	1,96*	0				
60	16,15	3,16*	1,20	0			
80	16,73	3,73*	1,77*	0,58	0		
120	18,86	5,86*	3,91*	2,71*	2,13*	0	
100	22,31	9,31*	7,35*	6,15*	5,58*	3,44*	0

Keterangan : * = berbeda nyata pada taraf kesalahan 5%

Kesimpulan : persen Mg^{2+} teradsorpsi menunjukkan perbedaan nyata pada semua lama kontak kecuali pada 40 dan 60.

G.2. Penentuan pH optimum

Tabel G.4 Data variasi pH

Ph	% Mg ²⁺ teradsorpsi	Rata – rata (%)
3	4,6789	4,5127 ± 0,4657
	3,9867	
	4,8727	
4	5,8140	6,2846 ± 0,7444
	5,8970	
	7,1429	
5	10,5759	10,7143 ± 0,2641
	11,0189	
	10,5482	
6	16,0576	14,0919 ± 1,7118
	12,9292	
	13,2891	
7	13,4275	13,5197 ± 0,4229
	13,1506	
	13,9812	
8	11,5449	12,2739 ± 1,0106
	13,4275	
	11,8494	

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh lama kontak terhadap persen adsorpsi Mg²⁺, perlu dilakukan analisis menggunakan uji F dengan pola RAL sebagai berikut:

- a. Menghitung FK

$$FK = \frac{[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}]^2}{n \times p}$$

$$FK = \frac{(172,3428)^2}{3 \times 6} = 1650,1134$$

- b. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

- a. Jumlah kuadrat total (JKT)

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

$$JKT = [(4,6789)^2 + \dots + (11,8494)^2] - 1650,1134$$

$$= 479,8559$$

b. Jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

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

$$JKP = \frac{[(13,5383)^2 + \dots + (36,8218)^2]}{3} - 1650,1134$$

$$JKP = 469,9136$$

c. Jumlah kuadrat galat (JKG)

$$JKG = JKT - JKP$$

$$JKG = 479,8559 - 469,9136$$

$$JKG = 9,9423$$

c. Menghitung kuadrat tengah (KT)

d. KT perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{p-1} = \frac{469,9136}{5} = 93,9827$$

e. KT galat (KTG)

$$KTg = \frac{JKG}{p(n-1)} = \frac{9,9423}{12} = 0,8285$$

f. Menghitung nilai F

$$F \text{ hitung perlakuan} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{93,9827}{0,8285}$$

$$F \text{ hitung perlakuan} = 113,4372$$

$$F \text{ tabel } 5\% = 2,91$$

Analisa sidik ragam satu arah pada penentuan lama kontak optimum oleh adsorben kitin tersaji pada tabel L.G.2.2.

Tabel G.4 Analisa Ragam pada Penentuan pH Optimum

Sumber Keragaman	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	5	469,9136	93,9827	113,4372	2,91
Galat	12	9,9423	0,8285		
Total	17				

Karena $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel } 5\%}$ maka H_0 ditolak. Hal ini berarti lama kontak memiliki pengaruh nyata pada persen Mg^{2+} teradsorpsi.

Untuk mengetahui lama kontak mana yang berpengaruh, maka perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 5\%$.

$$t_{(\alpha/2, \text{dBgalat})} = 2,179$$

$$\text{BNT}_{(\alpha)} = t_{\text{tabel}(\alpha/2, \text{dBgalat})} \times \sqrt{\frac{2\text{KTG}}{n}}$$

$$\text{BNT}_{(0,05)} = t_{\text{tabel}(0,05/2, 12)} \times \sqrt{\frac{2\text{KTG}}{n}}$$

$$\text{BNT}_{(0,05)} = t_{\text{tabel}(0,025, 12)} \times \sqrt{\frac{2 \times 0,8285}{3}} = 2,8049$$

Dari nilai BNT di atas, perlu dilakukan perhitungan selisih nilai tengah untuk mengetahui variasi mana yang memberikan beda nyata. Selisih nilai tengah tersaji dalam Tabel L.G.2.3.

Tabel G.6 Uji Beda Nyata Terkecil pada Penentuan pH Optimum

pH	pH	3	4	5	8	7	6
	Rata - rata	4,51	6,28	10,71	12,27	13,52	14,09
3	4,51	0					
4	6,28	1,77	0				
5	10,71	6,20*	4,43*	0			
8	12,27	7,76*	5,99*	1,56	0		
7	13,52	9,01*	7,24*	2,81*	1,25	0	
6	14,09	9,58*	7,81*	3,38*	1,82	0,57	0

Keterangan : * = berbeda nyata pada taraf kesalahan 5%

Kesimpulan : persen Mg^{2+} teradsorpsi menunjukkan perbedaan nyata pada pH 4, 5, dan 6. Sedangkan untuk pH 3 dan 4 serta 6, 7 dan 8 tidak berbeda nyata.

Lampiran H. Hasil Identifikasi Keong Mas

HASIL ANALISIS DAN IDENTIFIKASI

KODE SAMPEL : 005/2011
SAMPEL BERUPA : MOLLUSCA, 31 SAMPEL
YANG MENYERAHKAN :
INSTANSI : JURUSAN KIMIA, FMIPA UB
JASA LAYANAN : IDENTIFIKASI SAMPEL
TENAGA AHLI : AMIN S. LEKSONO, PH.D
ASISTEN : PURNOMO, SSI

Kode	Klasifikasi	Jumlah	Deskripsi
Keong 1	Filum: Mollusca Kelas: Gastropoda Ordo: Mesogastropoda Famili: Ampullariidae Genus: Pomacea Spesies: <i>Pomacea canaliculata</i> Klasifikasi menurut Saanin (1984)	6	Ampullariidae , atau keong apel merupakan kelompok keong perairan tawar. Keong ini memiliki paru-paru dan insang. Rongga matelnya dibagi menjadi dua untuk memisahkan struktur pernapasannya. Keong ini bersifat amfibus. Cangkang bersifat globose (membulat) dan relatif berat/tebal. Memiliki 5 – 6 putaran yang dipisahkan oleh suture yang bersudut kecil. bukaan cangkang berbentuk oval sampai bundar. Umbilikus besar dan dalam. Ukuran lebar 4 -6 cm dan tinggi 4,5 s/d 7 cm. Warna cangkang kuning keemasan polos.



Koordinator tim identifikasi

Amin S. Leksono, Ph.D