

**Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan dan Penggunaannya
Untuk Adsorpsi Zn(II)**

SKRIPSI

Oleh:

ILHAM FATHA

165090207111012



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2021**





**Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan dan Penggunaannya
Untuk Adsorpsi Zn(II)**

SKRIPSI

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

Oleh:

ILHAM FATHA
165090207111012



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG

2021



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan dan Penggunaannya Untuk Adsorpsi Zn(II)

oleh:

ILHAM FATHA
165090207111012

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal 15 Juli 2021
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II



Drs. Danar Purwonugroho, M.Si
NIP. 196006101992031002

Darjito, S.Si., M.Si.
NIP. 197007081995031001

Mengetahui
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Dr. Yunkar Ponco Prananto, S.Si., M.Sc
NIP. 198106202005011002



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Ilham Fatha
NIM : 165090207111012
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan dan Penggunaannya Untuk Adsorpsi Zn(II)

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, 15 Juli 2021

Yang menyatakan,



(Ilham Fatha)

NIM. 165090207111012



Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan dan Penggunaannya Untuk Adsorpsi Zn(II)

ABSTRAK

Komposit kitosan dan zeolit dibuat untuk meningkatkan kestabilan kitosan pada pH rendah, sehingga dapat digunakan sebagai adsorben ion logam kationik seperti Zn^{2+} . Pembuatan komposit zeolit-kitosan diawali dengan mengaktivasi zeolit alam ukuran 150-200 mesh dengan larutan HCl 0,4 M. Suspensi homogen dari 0,18 g kitosan, 11 mL larutan asam asetat 2 %, dan 2 g zeolite aktif diteteskan menggunakan jarum suntik ke dalam larutan NaOH 1 M, untuk mendapatkan komposit zeolit-kitosan. Setelah dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C, komposit zeolit-kitosan ditumbuk dan diayak untuk memperoleh adsorben dengan ukuran 100-150 mesh. Adsorben zeolit-kitosan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Uji adsorpsi dilakukan dengan metode *batch* menggunakan 0,1 g adsorben zeolit-kitosan dan 25 mL larutan Zn^{2+} 100 mg/L, untuk mempelajari pengaruh pH dan lama kontak. Pengaruh pH terhadap adsorpsi Zn^{2+} oleh zeolit-kitosan dikaji pada rentang pH 3-7. Sementara itu, kajian pengaruh lama kontak dilakukan pada pH optimum dengan variasi lama kontak 45, 60, 75, 90, 105, dan 120 menit. Kemampuan zeolit-kitosan dalam mengadsorpsi Zn^{2+} ditentukan secara tidak langsung dengan cara menentukan konsentrasi Zn^{2+} sisa menggunakan spektrofotometer UV-vis. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH dan lama kontak berpengaruh terhadap adsorpsi Zn^{2+} oleh komposit zeolit-kitosan. Kondisi optimum adsorpsi Zn^{2+} oleh komposit zeolit-kitosan terjadi pada pH 5 dan lama kontak 60 menit dengan harga q sebesar $21,94 \pm 0,39$ mg/g.

Kata kunci: komposit, zeolit, kitosan, adsorpsi, Zn(II)



Preparation of Zeolite-Chitosan Composites and Its Use for Zn(II) Adsorption

ABSTRACT

Chitosan and zeolite composites were made to increase the stability of chitosan at low pH, so that it can be used as an adsorbent for cationic metal ions such as Zn^{2+} . The manufacture of zeolite-chitosan composites begins with activating natural zeolite with a size of 150-200 mesh with 0.4 M HCl solution. A homogeneous suspension of 0.18 g of chitosan, 11 mL of 2% acetic acid solution, and 2 g of active zeolite are dripped using a syringe into the in 1 M NaOH solution, to obtain a zeolite-chitosan composite. After drying in an oven at 70°C, the zeolite-chitosan composite was ground and sieved to obtain an adsorbent with a size of 100-150 mesh. Zeolite-chitosan adsorbent was characterized using FTIR . spectrophotometer. The adsorption test was carried out by batch method using 0.1 g of zeolite-chitosan adsorbent and 25 mL of Zn^{2+} solution of 100 mg/L, to study the effect of pH and contact time. The effect of pH on Zn^{2+} adsorption by zeolite-chitosan was studied in the pH range of 3-7. Meanwhile, the study of the effect of contact time was carried out at the optimum pH with variations in contact time of 45, 60, 75, 90, 105, and 120 minutes. The ability of zeolite-chitosan to adsorb Zn^{2+} was determined indirectly by determining the residual Zn^{2+} concentration using a UV-vis spectrophotometer. The results showed that pH and contact time had an effect on the adsorption of Zn^{2+} by zeolite-chitosan composites. The optimum condition for Zn^{2+} adsorption by the zeolite-chitosan composite occurred at pH 5 and a contact time of 60 minutes with a q value of 21.94 ± 0.39 mg/g.

Key words : composite, zeolite, chitosan, adsorption, Zn(II).



DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	ii
LEMBAR 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
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan.....	4
1.5 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Zeolit Alam.....	5
2.2 Zeolit aktivasi asam.....	6
2.3 Kitosan.....	6
2.4 Zeolit-Kitosan.....	7
2.5 Logam Seng (Zn).....	9
2.6 Adsorben	9
2.7. Penentuan larutan $ZnCl_2$ dengan spektrofotometer UV-Vis ...	10



2.8 FTIR	14
2.9 Adsorpsi.....	15
BAB III METODE PENELITIAN	18
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	18
3.3 Tahapan Penelitian	18
3.4 Prosedur Kerja.....	19
3.5 Analisis data dan hasil.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Aktivasi Zeolit Alam	26
4.2 Pembuat Komposit Zeolit-Kitosan.....	27
4.3 Analisis Spektrofotometri FTIR.....	27
4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Kalibrasi Zn(II) Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.....	30
4.5 Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Zn(II) pada Komposit.....	31
4.6 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi Zn(II) pada Komposit ZK	33
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	36
5.1 Kesimpulan.....	36
5.2 Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA.....	37
LAMPIRAN.....	41



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Zeolit	5
Gambar 2.2	Mekanisme pertukaran kation zeolit.....	6
Gambar 2.3	Struktur Kitosan	7
Gambar 2.4	Mekanisme pertukaran ion logam saat adsorpsi.....	8
Gambar 2.5	Mekanisme interaksi antara zeolit dan kitosan.....	9
Gambar 2.6	Spektra Adsorpsi ditizon dengan solvent aseton, aseton+propanol dan propanol	21
Gambar 2.7	Spektrum serapan kompleks Bi – HDz, Zn – HDz dan Bi – Zn – HDz.	23
Gambar 2.8	Spektrum Zn-Dithizone	23
Gambar 2.9	Kurva kalibrasi pada jumlah Zn dan Bi dar turunan pertama secara spektrofotometri.....	24
Gambar 2.10	Spektrum FTIR.....	25
Gambar 4.1	Overlay spektrum IR pada zeolit alam, zeolit aktif , kitosan dan komposit zeolit-kitosan.....	27
Gambar 4.2	Kurva baku larutan Zn (II) adsorpsi	29
Gambar 4.3	Grafik hubungan pH adsorpsi terhadap massa Zn(II) yang diserap per gram oleh adsorben komposit ZK.....	30
Gambar D.5.2	Perhitungan Konstanta Langmuir.....	
Gambar E.1	Panjang Gelombang maks Zn-Ditizon.....	72
Gambar E.2	Kurva Baku Zn-Ditizon	72
Gambar G.1	Spektra IR Zeolit Alam	81
Gambar G.2	Spektra IR Zeolit Aktif.....	82
Gambar G.3	Spektra IR Komposit ZK.....	83
Gambar G.4	Spektra IR Kitosan.....	84
Gambar H.1	Aktivasi Zeolit.....	84
Gambar H.2	Pembuatan larutan ditizon.....	85
Gambar H.3	Pembuatan Larutan Baku.....	85
Gambar H.4	Pembuatan Komposit ZK.....	86



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 komposisi zeolit.....	18
Tabel 2.2 Sifat fisik jenis adsorben	19
Tabel 3.1 Uji Statistik adsorpsi Zn(II).....	22
Tabel 3.2 Analisis sidik ragam satu arah.....	25
Tabel 4.1 Interpretasi Spektrum FTIR	28
Tabel D.1 Persen massa.....	36
Tabel D.2 Persen rendemen massa.....	42
Tabel D.3.1 Perhitungan massa Zn(II) yang teradsorpsi pada pengaruh pH	44
Tabel D.3.2 Perhitungan massa Zn(II) yang teradsorpsi pada pengaruh waktu optimum.....	46
Tabel D.3.3 Perhitungan massa Zn(II) yang teradsorpsi pada pengaruh konsentrasi optimum	48
Tabel E.1 Data panjang gelombang maksimum	62
Tabel E.2 Data Kurva baku kalibrasi	63
Tabel F.1 Data Uji Statistik Pengaruh pH Optimum	65
Tabel F.2 Data Uji Statistik Pengaruh Waktu Optimum.....	65



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Pembuatan Larutan	48
LAMPIRAN B. Tahapan Penelitian	53
LAMPIRAN C. Diagram Alir Percobaan	54
LAMPIRAN D. Hasil Data dan Perhitungan	59
LAMPIRAN E. Pembuatan Kurva Baku Zn-Ditizon	72
LAMPIRAN F. Uji Statistika Adsorpsi Zn(II).....	74
LAMPIRAN G. Data Karakterisasi FTIR.....	81
LAMPIRAN H. Dokumentasi	83





BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran logam berat pada berbagai sumber air telah mendapat perhatian besar karena menimbulkan efek toksik bagi manusia, hewan dan tumbuhan di lingkungan. Sumber utama polutan logam berat adalah industri, termasuk pertambangan, pelapisan logam, pembuatan perangkat listrik, dll. Logam Zn(II), yang melimpah di air limbah kota, merupakan salah satu logam berat yang berbahaya bagi kesehatan manusia, meskipun jumlah konsentrasi logam Zn(II) dalam jumlah mikro untuk tubuh manusia. Gejala keracunan seng terutama anemia, terhenti pertumbuhan dan kematian mendadak [1].

Untuk meminimalkan efek buruk Zn(II) terhadap lingkungan, perlu dicari cara untuk menangkapnya. Beberapa teknologi telah dikembangkan untuk menghilangkan Zn(II) dari air limbah industri, seperti presipitasi kimia, pertukaran ion, koagulasi, elektrolisis, proses osmosis balik dan adsorpsi [2]. Tetapi beberapa masalah teknis yang terjadi pada proses tersebut seperti jangka waktu lama, Tidak stabil dan sulit dipisahkan terutama metode yang diterapkan adalah larutan logam berat yang diencerkan [3]. Saat ini, Teknik adsorpsi menjadi rekomendasi pilihan secara teknis dan ekonomis sehingga banyak minat dalam penggunaan adsorben yang lain, terutama adsorben dengan biaya yang murah [4]. Pencarian adsorben alternatif telah berkembang dalam beberapa tahun terakhir. Sebagai contoh, bentonite alami[5], Kulit jeruk [6], Kitosan [7-10], dan lumpur granular anaerobik [11] yang telah diteliti dan diuji sebagai adsorben untuk penyerapan dan penghilangan logam berat. Namun, bahan-bahan ini memiliki daya serap yang rendah. Untuk meningkatkan kinerja dan efektivitas adsorben tersebut perlu dimodifikasi secara kimiawi.[12]

Zeolit merupakan mineral aluminosilikat hidrat yang memiliki struktur unik yaitu adanya gugus alumina (AlO_4) dan gugus silika (SiO_4) yang saling berhubungan oleh atom oksigen membentuk



kerangka tiga dimensi. Zeolit juga memiliki struktur kristal berpori, dan memiliki luas permukaan yang besar. Selain sebagai adsorben zeolit juga dapat digunakan sebagai katalis, filter molekuler dan pertukaran ion[13]. Kemampuan adsorpsi zeolit tidak hanya dipengaruhi oleh ukuran pori tetapi juga muatan positif dan negatif yang terkandung di dalam pori-pori zeolit tersebut. Muatan tersebut mampu mengikat ion molekul negatif dan positif dengan melibatkan gaya elektrostatik (adsorpsi kimiawi)[14].

Kitosan adalah sejenis poliaminosakarida alami yang disintesis dari deasetilasi kitin, yang sebagian besar terdiri dari rantai linier β -(1 \rightarrow 4)-2-acetoamido-2-deoxy-D-glucose . Kitin adalah polimer paling melimpah kedua di alam setelah selulosa dan dapat diekstraksi dari cangkang *crustacea* seperti udang, kepiting, jamur, dan serangga. Kitosan dapat digunakan sebagai adsorben untuk menghilangkan logam berat dan pewarna karena adanya gugus amino dan hidroksil, yang dapat berfungsi sebagai situs aktif. Gugus amino kitosan dapat dikationisasi, setelah itu mereka dapat menyerap pewarna anionik dengan kuat melalui tarikan elektrostatik dalam media asam [15].

Zeolit dan kitosan dapat digunakan sebagai adsorben yang baik karena sifat penyerapannya dan kemampuan modifikasi yang mudah. Zeolit dan kitosan dapat dimodifikasi membentuk komposit karena kitosan dapat melapisi bagian luar zeolit untuk meningkatkan kekuatan dalam asam. Hal tersebut terjadi adanya interaksi antara gugus amino pada kitosan dan gugus hidroksil pada zeolit. [16]

Namun, kitosan biasanya memiliki daya serap yang rendah mudah terdegradasi secara biologis, dan mudah larut dalam asam organik dengan pH rendah sehingga keefektifan sebagai adsorben kurang memadai. Untuk meningkatkan kinerja bahan tersebut ,bahan nonkonvensional seperti kitosan perlu dimodifikasi secara kimiawi dengan zeolit. Karena reaktivitas gugus silika, kitosan dapat difungsikan untuk meningkatkan sifat adsorpsinya. Modifikasi kimia kitosan dengan zeolit alam dengan ion logam yang dapat menghasilkan adsorben dengan sifat pengikatan logam yang sangat baik [17]



Berdasarkan latar belakang diatas, penelitian ini akan mengkaji pH, waktu kontak, dan konsentrasi optimum dalam adsorpsi logam Zn(II). Penelitian ini dilakukan melalui adsorpsi *batch* dengan adsorben berbentuk granul. Kemudian ditentukan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang diuraikan di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik adsorben zeolit-kitosan ?
2. Berapakah pH dan waktu kontak optimum adsorpsi Zn(II) oleh adsorben zeolit- kitosan ?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah maka batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Ukuran zeolit yang digunakan 150-200 mesh
2. Adsorpsi yang dilakukan adalah adsorpsi dengan system batch
3. Jenis adsorben yang digunakan adalah :
 - a. Zeolit alam yang berasal dari blitar
 - b. Kitosan pasar
4. Adsorben berbentuk serbuk dengan ukuran 100-150 mesh
5. Larutan yang digunakan untuk aktivasi asam adalah HCl 0,4 M
6. Adsorpsi dilakukan pada temperatur ruang (25°C)
7. Sumber Adsorbat Zn(II) yang digunakan adalah ZnCl₂
8. Penentuan kadar Zn(II) sisa secara spektrofotometer UV-Vis
9. Karakterisasi adsorben zeolit-kitosan menggunakan FTIR

1.4 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu :

1. Untuk mengetahui karakterisasi pada adsorben zeolit-kitosan.
2. Untuk menentukan pH dan waktu kontak optimum adsorpsi Zn(II) oleh adsorben zeolit- kitosan.

1.5 Manfaat

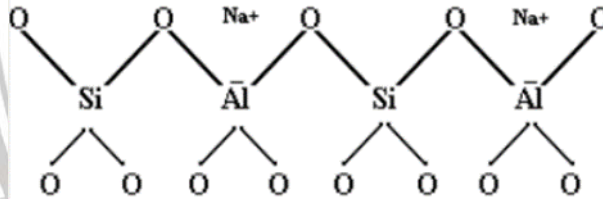
Manfaat dari penelitian ini adalah diharapkan dapat memberikan faktor efektivitas yang lebih tinggi sehingga dapat digunakan sebagai referensi dan alternatif dalam penanggulangan pencemaran lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit Alam

Zeolit merupakan alumino-silikat dengan struktur kerangka tiga dimensi yang mengandung gugus AlO_4 dan SiO_4 . Kedua gugus tersebut terhubung satu sama lain dengan berbagi elektron oksigen, membentuk sangkar dan saluran yang saling berhubungan.



Gambar 2.1. Struktur kimia zeolit

Kation yang dapat ditukar menghadirkan penyeimbang muatan negatif pada permukaan zeolit yang dihasilkan dari substitusi isomorf. Penggunaan zeolit alam saat ini banyak diminati dalam studi adsorpsi karena sifat serapannya yang baik dan kemampuan modifikasinya yang mudah[19]. Zeolit yang digunakan berjenis mordenit yang memiliki komposisi sebagai berikut:

Tabel 2.1 Komposisi

Unsur	Komposisi
SiO_2	75,95
Al_2O_3	12,45
Fe_2O_3	0,15
CaO	3,11
MgO	0,48
TiO_2	1,2
H_2O	5,46
K_2O	0,07

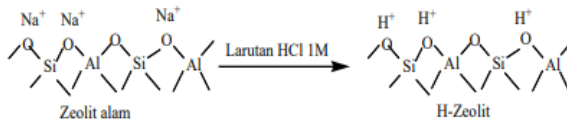
Zeolit alam dapat langsung diambil di alam sehingga harga pada zeolit alam lebih murah dibanding zeolit sintesis. Akan tetapi,



kandungan yang ada pada zeolit alam masih terdapat banyak pengotor sehingga dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Sehingga perlu dilakukan aktivasi untuk meningkatkan daya guna dari zeolit tersebut[20].

2.2 Zeolit aktivasi asam

Zeolit merupakan adsorben alami yang berpori dan sering digunakan karena kemampuannya sebagai penukar ion. Aktivasi zeolit sebagai adsorben dilakukan secara kimia dengan menambahkan asam, sehingga bisa memasukkan gugus H^+ yang akan menjadi sisi aktif zeolit sebagai penukar ion. Aktivasi secara kimia ini dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 1M yang bertujuan untuk membersihkan permukaan pori sehingga tidak ada lagi pengotor yang menutupi pori dan membuang senyawa pengotor. Aktivasi ini merubah zeolit alam menjadi H-zeolit (zeolit asam) melalui proses pertukaran kation. Mekanisme pertukaran kation pada zeolit terlihat pada gambar dibawah ini :



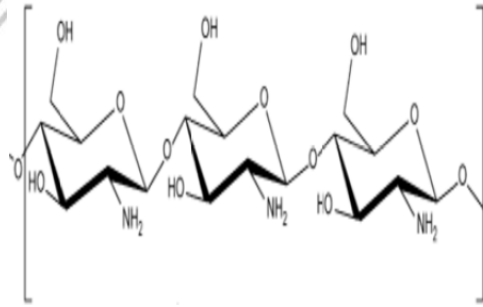
Gambar 2.2. Mekanisme pertukaran kation (H^+ dan Na^+) pada zeolit

Setelah proses aktivasi dilakukan, zeolit dicuci dengan aquades hingga mendekati pH netral. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan kelebihan asam dari ion H^+ saat penambahan larutan HCl. Adanya gugus H^+ dimaksudkan untuk meningkatkan kemampuan zeolit sebagai adsorben berkaitan dengan tersedianya pusat-pusat aktif dalam saluran antar struktur zeolit [21].

2.3 Kitosan

Kitosan adalah suatu polisakarida berbentuk linier yang terdiri dari monomer N-asetilglukosamin dan D-glukosamin. Turunan dari senyawa kitosan adalah kitin, kitin merupakan jenis polisakarida terbanyak kedua setelah selulosa yang terdapat di *crustaceae* atau

beberapa fungsi. Kitin terdiri dari 2000-3000 monomer N-asetil D-glukosamin dalam ikatan $\beta(1 \rightarrow 4)$ dengan rumus molekul $(C_8H_{13}NO_5)_n$. Kitin mudah terdegradasi secara biologis, tidak beracun, tidak larut dalam air, asam anorganik lemah dan aseton.



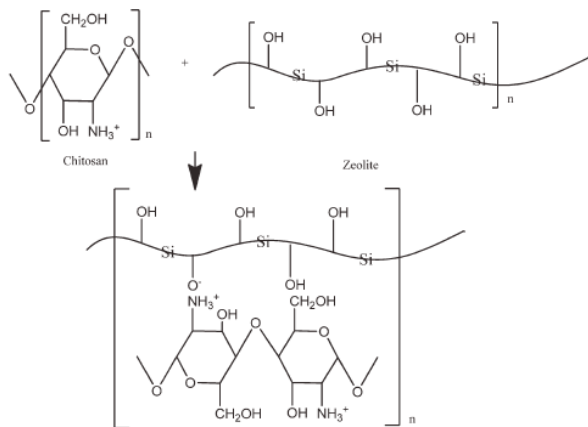
Gambar 2.3. Struktur kitosan

Proses produksi kitosan meliputi demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi. Demineralisasi dengan larutan asam HCl untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam kitin. Deproteinasi dilakukan dengan basa NaOH untuk menghilangkan sisa protein[22]. Untuk menangani sifat fisik dari kitosan, maka dapat dijadikan sebagai komposit dengan menggabungkan dengan bahan anorganik dikarenakan memiliki stabilitas tinggi dari gugus amina dan hidroksil sehingga dapat berfungsi dengan baik dalam keadaan asam[23].

2.4 Zeolit-Kitosan

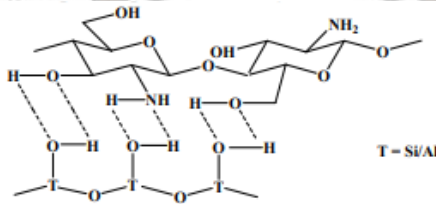
Dalam penelitian wan ngah (2011) bahwa kitosan yang sudah dimodifikasi dengan silika dapat berfungsi lebih baik didalam kondisi asam dibandingkan dengan kitosan tanpa modifikasi. Komposit kitosan-silika tersebut dalam bentuk *beads*. pada saat zeolit diinteraksikan dengan kitosan dapat mengurangi tingkat kelarutan pada bahan tersebut. Hal tersebut dibuktikan pada data TGA persentase pada gugus amina berkurang, kemudian adanya pergeseran spectra FTIR pada gugus amina yang awalnya menunjukkan angka 1651 cm^{-1} menjadi 1563 cm^{-1} . Kemudian pada

instrument CHNO analyzer , adanya pengurangan persentase pada gugus C, N dan gugus H pada struktur zeolit dan kitosan



Gambar 2.4. Interaksi zeolit-kitosan [25].

Menurut Yuan et al. (2008) , Kitosan dan zeolit memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi CO₂. Peningkatan potensi kitosan sebagai adsorben CO₂ dengan material pendukung zeolit dapat dimungkinkan dengan membuat komposit kitosan-zeolit. Kitosan merupakan poli-aminosakarida yang memiliki gugus aktif amina bebas, gugus hidroksi primer dan gugus hidroksi sekunder yang berturut-turut berada pada atom C2, C6, dan C3. Kitosan dapat berinteraksi dengan zeolit melalui ikatan hidrogen antara gugus amina dan hidroksi kitosan dengan gugus hidroksi aluminol dan silanol permukaan zeolit [26]. Interaksi antara kitosan dengan zeolit di ilustrasikan :



Gambar 2.5. Ilustrasi interaksi hydrogen antara kitosan dengan zeolit.

Dalam komposit kitosan-zeolit, penutupan zeolit oleh rantai polimer kitosan bergantung pada rasio masa zeolit dan kitosan yang digunakan. Bertambahnya rasio massa zeolit yang digunakan menjadikan permukaan komposit kasar, terjadi agregasi zeolit dan terbentuk celah atau rongga kosong. Agregasi zeolit mengindikasikan bahwa masa kitosan tidak dapat mendispersi dan menutup zeolit secara efektif. Sementara itu, bertambahnya rasio massa kitosan menjadikan morfologi komposit halus dan berkurangnya agregasi zeolit di permukaan komposit. Hal tersebut menyarankan bahwa rantai polimer kitosan mampu mendispersi dan melapisi zeolit lebih efektif. [27].

2.5 Logam Seng (Zn)

Logam Zn merupakan logam yang berwarna putih kebiruan, Kemudian logam ini mudah dibentuk pada suhu 110-150°C. Logam ini termasuk ke dalam unsur logam transisi dengan golongan II B dan periode 4 dengan nomor atom 30, Massa molekul relative sebesar 136,3 g/mol. Logam Zn mempunyai titik didih sebesar 906°C, titik lebur sebesar 419,5°C, dan massa jenis sebesar 7,14 g/mL[28]. Sifat dari logam ini mudah terbakar apabila berinteraksi dengan udara, dan menghasilkan api hijau terang.

Zn dapat diaplikasikan pada kegiatan industri seperti industri baja/besi, bahan tabung baterai, bahan alloy, pelapis cat, bahan dinding dan lantai, industri pigmen dan lampu pendar, penghalus plastik, dan bahan bakar. Bagi makhluk hidup, Zn merupakan unsur sangat penting untuk pertumbuhan. Dalam dosis tinggi Zn dapat berbahaya dan bersifat toksik. Keracunan Zn dapat menyebabkan gangguan pencernaan dan diare. Selain itu mengkonsumsi Zn berlebihan



akan mengganggu metabolisme mineral lain dalam tubuh. Ion Zn bebas dalam larutan bersifat sangat toksik bagi tanaman, hewan, invertebrata, dan ikan [29].

2.6 Adsorben

Adsorben merupakan bahan yang berpori yang dapat menyerap senyawa tertentu dalam suatu fasa fluida. Ukuran pori adsorben biasanya sangat kecil. Prinsip pemisahan pada adsorben berdasarkan perbedaan berat molekul atau perbedaan polaritas yang mengakibatkan sebagian molekul melekat pada permukaan adsorben lebih erat dibandingkan molekul lain.

Berdasarkan sifat adsorbennya dibedakan menjadi dua yaitu [22]:

1. Adsorben polar atau disebut juga adsorben hidrofilik. Yang termasuk jenis adsorben ini antara lain silica gel, alumina aktif dan zeolit.
2. Adsorben non polar atau disebut juga adsorben hidrofobik. Yang termasuk jenis adsorben ini antara lain polimer adsorben dan karbon aktif.

Sifat fisik beberapa jenis adsorben komersial yang sering digunakan diberikan pada Tabel 2.2 [23,24] :

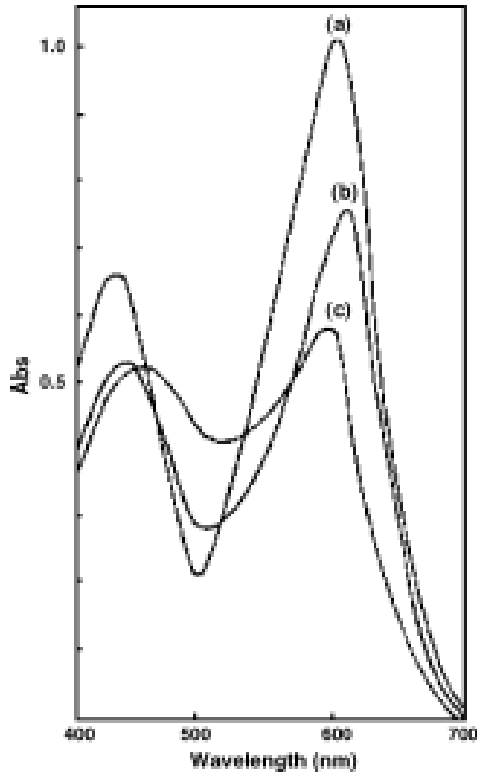
Tabel 2.2 Sifat fisik beberapa jenis adsorben komersial

Adsorben	Sifat	Diameter pori (A°)	Porositas partikel	Densitas partikel (g/cm ³)	Luas permukaan (m ² /g)
Alumina aktif	Hidrofilik, <i>amorphous</i>	10-75	0,5	1,25	320
Silika gel	Hidrofilik/hidrofobik, <i>amorphous</i>	22-26	0,47	1,09	750-850
Karbon aktif	Hidrofobik, <i>amorphous</i>	10-25	0,4-0,6	0,5-0,9	400-1200
Karbon <i>molecular-sieve</i>	Hidrofobik	2-10	0,35-0,5	0,98	400
Zeolit <i>molecular-sieve</i>	Hidrofilik, polar, Kristal	3-10	0,2-0,5	1,4	600-700
Adsorben polimer	Hidrofobik, <i>amorphous</i>	40-25	0,4-0,55	-	80-700

2.7. Penentuan larutan ZnCl₂ dengan spektrofotometer UV- Vis

2.7.1 Penentuan Larutan ZnCl₂ dengan Spektrofotometer UV- Vis

Penentuan spektrofotometer UV-Vis dapat ditentukan untuk menganalisis secara kuantitatif dan kualitatif. Data yang diperoleh pada zeolit-kitosan ditentukan berdasarkan panjang gelombang maksimal, intensitas, pH dan pengaruh pelarut[32].

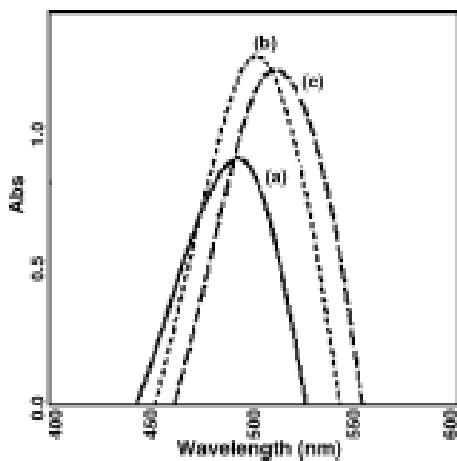


Gambar 2.6. Spektra Adsorpsi ditizon dengan solvent aseton, aseton+propanol dan propanol

Dalam penentuan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, ditizon dilarutkan dalam campuran aseton/n-propanol. Spektrum serapan untuk kompleks tersebut dalam kisaran panjang gelombang 400-600 nm menunjukkan bahwa ditizon dalam aseton memiliki absorbansi yang maksimum, kemudian pada ditizon dalam propanol menunjukkan nilai absorbansi minimum dan campuran aseton/n-propanol menghasilkan absorbansi pada panjang gelombang 493 dan 510 nm. Absorbansi kompleks ditizon dalam larutan campuran aseton/n-propanol dapat stabil setidaknya selama 2 jam. Kompleks logam dalam campuran aseton / n propanol dapat langsung dicampur dengan air, yang menghindari penggunaan ekstraksi kompleks dengan

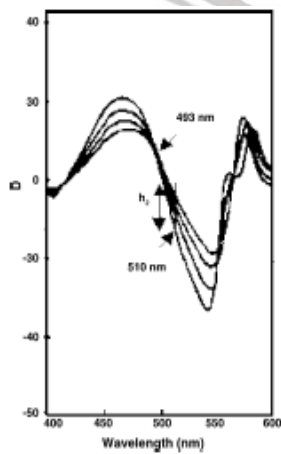
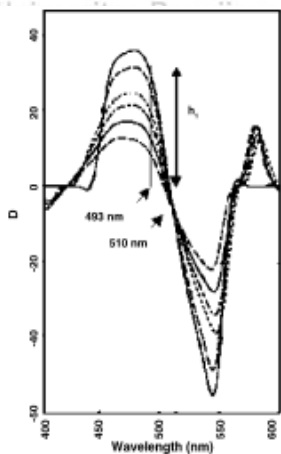


pelarut beracun, sehingga mengurangi potensi kesalahan yang mungkin terjadi karena perlu step yang panjang. Selain itu, aseton dan nopropanol jauh lebih tidak beracun dibandingkan pelarut lainnya. Dengan demikian, campuran aseton nopropanol (1/1, v/v) dipilih sebagai pelarut[33].



Gambar 2.7. Spektrum serapan kompleks Bi – HDz, Zn – HDz dan Bi – Zn – HDz.

Berdasarkan gambar ini, kompleks bismut dan seng memiliki serapan maksimum masing-masing pada 493 dan 510 nm. Pita spektrum ion logam saling tumpang tindih, sehingga penentuan ion logam ini secara simultan tidak mungkin dilakukan dengan pengukuran absorptansi UV-vis.



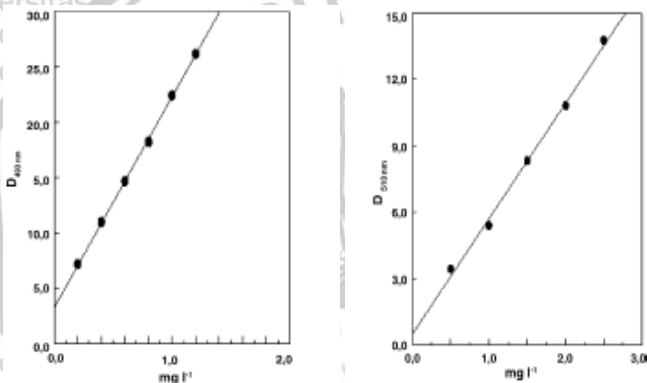
Gambar 2.8. Spektrum Zn-Ditizon

Gambar 2.8. menunjukkan spektrum absorpsi larutan zinc dithizon dalam mode turunan pertama, dengan adanya Bi yang mengganggu. Maksimum puncak untuk kompleks zinc dithizonate secara tepat diperoleh dengan menggunakan spektra turunan pertama sebesar 510 nm ($dA / d\lambda = 0$ pada peak maks). Gambar 6.4 menunjukkan spektrum absorpsi larutan bismut ditizonat dalam mode turunan pertama, dengan adanya Zn yang mengganggu. Maksimum puncak untuk kompleks bismuth dithizonate diperoleh sebesar 493 nm. Konsentrasi Bi dan Zn ditentukan dengan pengukuran amplitudo di D_{510} dan D_{493} , masing-masing[34].

2.7.2 Penentuan Kurva Kalibrasi

Konsentrasi seng dan bismut dapat diperkirakan dari kurva kalibrasi linier nilai absorbansi turunan pertama (D) versus konsentrasi (C). Untuk menyiapkan kurva kalibrasi, volume yang bervariasi (0,5-3,0 ml) larutan seng 10 mg L^{-1} dipindahkan ke dalam labu ukur 10 ml. Analisis dilakukan dalam waktu 10 menit dari persiapan kompleks. Seng dianalisis pada 510 nm, absorptivitas molar pada panjang gelombang ini ditemukan menjadi $55000 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ($R^2 = 0.9956$). Prosedur yang sama diterapkan untuk bismut pada 493

nm dan absorptivitas molar diperoleh sebagai $133.000 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ($R^2 = 0.977$).



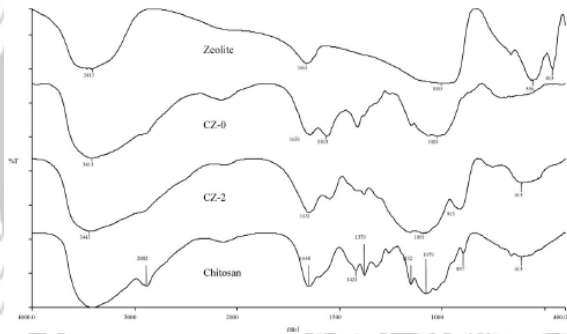
Gambar 2.9. Kurva kalibrasi pada jumlah Zn dan Bi dari turunan pertama secara spektrofotometri

Kurva kalibrasi untuk Zn yang menggunakan nilai turunan pertama memiliki persamaan berikut antara 0 dan 1.2 mg l^{-1} Zn yakni $D_{493} = 18.494 x + 3.3047 C_{Zn}$ ($R^2 = 0.9996$) Kurva kalibrasi untuk Bi yang menggunakan nilai turunan pertama memiliki persamaan berikut antara 0 dan 2.5 mg l^{-1} Bi yakni $D_{510} = 5.2084x + 0.535 C_{Bi}$ ($R^2 = 0.9959$). Presisi dan reprodusibilitas metode ditentukan untuk larutan seng + bismut. Batas deteksi untuk prosedur analitik adalah 0,05 dan $0,05 \text{ mg l}^{-1}$ untuk Bi dan Zn, masing-masing. Deviasi standar relatif untuk penentuan $0,5 \text{ mg l}^{-1}$ dari Bi dan Zn adalah 1,2 dan 1,1%, masing-masing, untuk enam penentuan berturut-turut.[34]

2.8 FTIR

Spektrofotometer FTIR digunakan untuk melihat gugus fungsi yang ada di sampel tersebut. Prinsip dari FTIR menggunakan interaksi radiasi elektromagnetik antara sampel dengan inframerah. Spektrum yang didapat berupa karakteristik puncak peak yang dihasilkan pada daerah sidik jari [35]. Bilangan gelombang yang digunakan pada spektrofotometer FT-IR berada pada kisaran 4000-

400 cm^{-1} . Pengujian menggunakan spektrofotometer FT-IR digunakan untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi yang ada pada suatu senyawa. Ikatan kimia tersebut akan tampak pada puncak-puncak yang berbeda pada setiap gugus fungsi[36].



Gambar 2.10. Spektra FTIR

Pada spektrum zeolit menghasilkan bilangan gelombang 3413 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur gugus hidroksil, 1661 cm^{-1} vibrasi tekuk H-O-H, 1005 cm^{-1} vibrasi ulur Si-O, 556 cm^{-1} dan 463 cm^{-1} vibrasi ulur Al-O-Si dan Si-O-Si. Pada spektrum kitosan menghasilkan bilangan gelombang 3429 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur gugus hidroksil, 2882 cm^{-1} vibrasi ulur C-H dari O-CH-O, 1648 cm^{-1} adanya perubahan bentuk pada gugus NH_2 , 1421 cm^{-1} dan 1379 cm^{-1} vibrasi tekuk C-H, 1152 cm^{-1} vibrasi ulur asimetris pada C-O-C dari CH-O-CH, dan 1079 cm^{-1} adanya vibrasi ulur C-O dari CH-OH. Sedangkan pada spektrum zeolit-kitosan menghasilkan bilangan gelombang 1024 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari Si-O, 712 cm^{-1} vibrasi ulur Si-C yang menunjukkan adanya ikatan antara zeolit dan kitosan [3].

2.9 Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses penyerapan suatu zat pada permukaan karena akumulasi jumlah spesi pada batas permukaan padat-cair. Proses adsorpsi dapat terjadi apabila suatu permukaan padatan dan molekul-molekul gas dan cair berinteraksi dengan molekul-molekul sehingga terjadi gaya kohesi. Ada beberapa faktor

yang mempengaruhi adsorpsi adalah jenis adsorben, macam adsorbat, konsentrasi zat, luas permukaan, tekanan, daya larut, pengadukan.

Terdapat dua macam adsorpsi yaitu adsorpsi statis (batch) dan adsorpsi dinamis (kontinyu/kolom). Adsorpsi batch yaitu metode penyerapan dengan cara memasukkan adsorbat dengan jumlah yang tetap kedalam wadah yang berisi adsorben. Kemudian dilakukan pengadukan dalam waktu yang telah ditentukan dan perubahan kualitasnya diamati dalam selang waktu tertentu[31].

Derajat adsorpsi akan terjadi dan menghasilkan hubungan kesetimbangan dari Freundlier, dan turunan Langmuir dinyatakan :[36]

$$\frac{X}{M} = KC^{1/n} \quad \text{atau} \quad \%R = \frac{(C_o - C_e)}{C_o} \times 100$$

Dimana ,

X = berat unsur

M = berat adsorben

C_o dan C_e = konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi

k dan n = konstanta

Persamaan Langmuir dinyatakan sebagai berikut :

$$q_e = \frac{qK C_e}{K C_e + 1} \quad \text{atau} \quad q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{m}$$

Dimana, [37]

q_e = jumlah adsorbat terserap (mek/g)

q_o = kapasitas penyerapan maks pada permukaan (mek/g)

K = konstanta kesetimbangan (L/mek)

C_e = konsentrasi kesetimbangan/ sesudah adsorpsi (mek/L)

C_o = konsentrasi awal sebelum adsorpsi (mek/L)



$V = \text{Volume}$

$m = \text{massa adsorben}$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Biokimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya, Malang pada bulan Februari hingga Mei 2021.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ayakan 100, 150 mesh dan 200 mesh, labu ukur 100 mL, labu ukur 10 mL, gelas kimia 250 mL, erlenmeyer, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume 10 mL, Bola hisap, pengaduk magnetik, oven (*Memmert*), pH meter, corong gelas, gelas arloji, kertas saring, gelas pengaduk, syringe spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) 8400S Shimadzu, spektrofotometer UV-Vis 1601 (Simadzu), dan *rotary shaker*

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam, kitosan, akuades, HCl 37% Merck (p.a), NaOH Merck (p.a), asam asetat glasial Merck (p.a), ditizon, *isopropyl alcohol* (p.a), dan aseton (p.a).

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dari penelitian terdiri dari:

1. Preparasi zeolit alam
2. Aktivasi zeolit alam
3. Karakterisasi zeolit alam
4. Preparasi kitosan
5. Karakterisasi kitosan
6. Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan
7. Karakterisasi Komposit Zeolit-Kitosan
8. Penentuan Panjang gelombang maksimum dan pembuatan kurva kalibrasi logam Zn
9. Uji adsorpsi adsorben
10. Analisis data dan hasil



3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi dan aktivasi zeolit

Zeolit alam dihaluskan menggunakan ayakan 150 dan 200 mesh. Kemudian zeolit yang lolos pada ayakan 150 mesh dan tertahan pada ayakan 200 mesh dipisahkan sehingga didapatkan ukuran 150-200 mesh. Setelah itu zeolite ditimbang sebanyak 20 gram, dicuci dengan air suling 250 mL dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam. Setelah itu zeolit yang telah dicuci dipisahkan dengan cara dekantasi selama 60 menit dan dilakukan penyaringan. Setelah itu, zeolit dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C. Zeolit kering dicampur dengan HCl 0,4 M dengan perbandingan 1 g zeolit/10 mL HCl. Kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 4 jam. Zeolit aktif dipisahkan dari larutan HCl dengan dekantasi selama 60 menit dan dilakukan penyaringan. Setelah itu zeolit dibilas menggunakan aquades sampai pH zeolit mencapai pH 7 lalu dilakukan dekantasi dan disaring. Kemudian zeolit aktif dikeringkan di dalam oven dengan suhu 105°C. Zeolit aktif yang telah kering selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR.

3.4.2 Preparasi Komposit Zeolit-Kitosan

Kitosan ditimbang sebanyak 0,18 gram serta zeolit aktivasi asam ditimbang sebanyak 2 gram ditaruh didalam gelas kimia 100 mL. Kemudian larutan asam asetat 2% dipipet sebanyak 11 mL ke dalam gelas kimia dengan pipet ukur. Setelah itu, larutan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit. Setelah itu larutan komposit dimasukkan ke dalam syringe (ukuran 10 cc) dan diteteskan ke dalam larutan NaOH 1 M hingga berbentuk granul. Setelah itu granul dipisahkan dari larutan NaOH 1 M dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 70°C. Lalu, granul ditumbuk secara perlahan menjadi serbuk dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 dan 150 mesh. Serbuk yang lolos pada ayakan 100 mesh dan tertahan pada ayakan 150 mesh diambil dan ditaruh dalam botol sampel. Serbuk komposit ukuran 100-150 mesh dinetralkan dengan aquades hingga pH 7 dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 70°C. Serbuk halus ditimbang terus menerus hingga massa konstan. Serbuk komposit dianalisis dengan FTIR dan dibandingkan dengan kitosan yang dianalisis dengan FTIR.



3.4.3 Adsorpsi Batch

3.4.3.1 Penentuan pH Optimum

Larutan kerja Zn^{2+} 100 ppm pH 3 dipipet sebanyak 25 mL .kemudian dimasukkan masing masing kedalam 3 erlenmeyer berbeda.Setelah itu adsorben ditimbang masing masing sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Lalu dikocok dengan shaker selama 60 menit dengan kecepatan 125 rpm. Setelah dikocok, larutan di dekantasi dan disaring untuk memisahkan larutan Zn^{2+} setelah adsorpsi dan adsorben. Setelah itu disimpan adsorben setelah adsorpsi dalam botol sampel. Dilakukan percobaan yang sama diatas dengan pH 4, 5, 6 dan 7.

3.4.3.2.Penentuan Waktu Optimum

Larutan kerja Zn^{2+} 100 ppm pada pH optimum dipipet sebanyak 25 mL , .kemudian dimasukkan masing masing kedalam 3 erlenmeyer berbeda. Setelah itu adsorben ditimbang masing masing sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Lalu dikocok dengan shaker selama 30 menit dengan kecepatan 125 rpm. Setelah dikocok, Larutan didekantasi dan disaring untuk memisahkan larutan Zn^{2+} hasil adsorpsi dan adsorben. Setelah itu disimpan adsorben setelah adsorpsi dalam botol sampel. Dilakukan percobaan yang sama diatas dengan waktu 45, 60, 75, 105 dan 120 menit.

3.4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Zn(II)

Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Larutan kerja Zn^{2+} 10 ppm pada pH 5 dipipet sebanyak 1,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL. Setelah itu, ditambahkan 1,5 mL HCl pH 5, 3 mL pelarut aseton-isopropanol 1:1 dan 4 mL larutan ditizon 0,01% kedalam labu takar serta dihomogenkan dan didiamkan selama 10 menit. Setelah itu diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400-600 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan ditentukan besar absorbansi tertinggi, sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum larutan.

3.4.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan kerja Zn^{2+} 10 ppm diencerkan menjadi larutan baku 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm dengan larutan HCl pH 5.Setelah itu larutan baku Zn^{2+} 1 ppm diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL. Setelah itu ditambahkan 2 mL larutan HCl pH 5, 3 mL



pelarut aseton-isopropanol 1:1 dan larutan ditizon 0,01%. Setelah itu dihomogenkan dan didiamkan selama 10 menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam kuvet, diukur dan dicatat absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yakni Panjang gelombang 510 nm. Lakukan prosedur yang sama diatas pada larutan baku Zn^{2+} 2, 3, 4, 5 dan 6 ppm. Setelah itu dibuat kurva kalibrasi dengan persamaan garis lurus.

3.4.6 Penentuan Kadar Zn(II)

Larutan $ZnCl_2$ sisa diencerkan dengan cara dipipet sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan larutan HCl pH 5 hingga didapat larutan 10 mg/L. Setelah itu, larutan Zn^{2+} 10 mg/L dipipet sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan larutan HCl pH 5 hingga didapat larutan kerja Zn^{2+} 1 mg/L dengan pH 5. Lalu larutan kerja 1 mg/L pH 5 dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 2 mL larutan HCl pH 5, 3 mL pelarut aseton-isopropanol 1:1 dan 4 mL larutan ditizon 0,01 %. Dikocok sampai homogen lalu dibiarkan selama 10 menit untuk membentuk Zn(II)-kompleks. Setelah itu, diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dan dibandingkan dengan kurva kalibrasi.

3.5 Analisis data dan hasil

3.5.1 Penentuan Konsentrasi Zn(II) setelah Adsorpsi

Penentuan kadar Zn(II) sisa dilakukan dengan cara spektrofotometer UV-Vis, sehingga didapatkan data berupa absorbansi. Melalui data tersebut, dilakukan perhitungan dengan memasukkan data ke dalam persamaan garis lurusnya dan dikalikan factor pengenceran sehingga dapat diketahui konsentrasi sisa adsorpsi. Selanjutnya, untuk persentase penghilangan dan jumlah adsorbat yang diadsorpsi oleh zeolit-kitosan dapat ditentukan dari persamaan berikut:

$$\% \text{Removal} = \frac{C_0 - C_s}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

$$q = \frac{(C_0 - C_s)V}{m} \quad (2)$$



Keterangan:

C_0 : konsentrasi sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e : konsentrasi ion logam sesudah adsorpsi (mg/L)

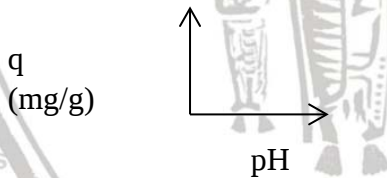
q : jumlah adsorbat yang terserap (mg/g)

V : volume larutan yang digunakan (L)

m : massa adsorben yang digunakan (g)

Sedangkan penentuan konisi optimum dibuat grafik seperti berikut:

a. Hubungan pH Vs kapasitas adsorpsi (q).



b. Hubungan waktu kontak (menit) Vs kapasitas adsorpsi (q).



3.5.3 Uji Statistik

Data yang diperoleh dianalisa, untuk mengetahui pengaruh dari tiap perlakuan dengan uji F pada taraf nyata 5%. Apabila ada perbedaan dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) untuk mengetahui perlakuan mana yang memberikan nilai optimum, dengan pola analisis yang disajikan pada Tabel 3.1.



Tabel 3.1 Uji statistik adsorpsi Zn(II) oleh adsorben

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

Untuk uji ada tidaknya pengaruh variasi konsentrasi maka dilakukan uji F dengan cara sebagai berikut:

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)

$$JK_{\text{total}} = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK$$

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

$$JK_{\text{galat}} = JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}}$$

3. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman

$$KT_{\text{perlakuan}} = \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}}$$



$$KT_{\text{galat}} = \frac{JK_{\text{galat}}}{dB_{\text{galat}}}$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT_{\text{perlakuan}}}{KT_{\text{galat}}}$$

Jumlah kuadrat total perlakuan dan galat yang telah diketahui, dibuat tabel analisis variasi seperti yang diperlihatkan pada **Tabel 3.2**

Tabel 3.2. Tabel analisis sidik ragam satu arah

Sumber keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}
Perlakuan	P-1	JK _p	KT _p	
Galat	P(n-1)	JK _g	KT _g	KT _p /KT _g
Total	Pn-1			

Keterangan : p = banyaknya perlakuan
 n = banyaknya ulangan
 dB = derajat bebas

Untuk menghitung beda nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1) sebagai berikut :

H_0 = tidak ada pengaruh perlakuan

H_1 = minimal 1 pasang perlakuan menunjukkan perbedaan

Jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ maka H_0 ditolak, berarti ada perbedaan nyata perlakuan dan dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

1. Menentukan BNT

$$BNT(\alpha) = t_{\text{tabel}}\left(\frac{\alpha}{2}, dB_g\right) \sqrt{\frac{2KT_g}{n}}$$

2. Menghitung beda rata-rata antar perlakuan

3. Menarik kesimpulan



- a. Jika $BNT(\alpha) > (X_A - X_B)$ berarti ada beda nyata.
- b. Jika $BNT(\alpha) < (X_A - X_B)$ berarti tidak ada beda nyata



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam yang dihaluskan dan disaring dengan menggunakan ayakan 150 dan 200 mesh. Setelah itu didapatkan serbuk yang lolos pada ayakan 150 mesh dan tertahan pada ayakan 200 mesh, kemudian dimasukkan ke dalam botol sampel. Pada zeolit yang masih tertahan pada ayakan 150 mesh dilakukan penghalusan dengan cara ditumbuk dengan menggunakan mortar dan disaring kembali dengan ayakan 150 dan 200 mesh hingga serbuk yang didapatkan adalah serbuk yang lolos pada ayakan 150 mesh dan tertahan pada ayakan 200 mesh sehingga didapatkan ukuran 150-200 mesh. Pengayakan dilakukan agar didapatkan zeolit alam yang seragam dan memperbesar luas permukaan. Kemudian zeolit dilakukan pencucian dengan aquades. Pencucian dengan menggunakan aquades dilakukan untuk menghilangkan dari pengotor berupa oksida logam serta senyawa senyawa yang larut dalam air pada zeolit. Lalu zeolite didekantasi dan disaring untuk memisahkan zeolit dari aquades. Setelah itu dilakukan pengeringan di dalam oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan kadar air di dalam zeolit alam sehingga didapat zeolit yang telah kering.

Proses aktivasi dilakukan dengan menggunakan HCl 0,4 M dengan perbandingan 1 g zeolit/10 mL HCl dan diaduk selama 4 jam. Aktivasi dilakukan dengan asam berfungsi untuk menukar kation Na^+ yang ada menjadi ion H^+ dan menghilangkan pengotor yang larut oleh asam seperti senyawa oksida logam. Oksida-oksida logam tersebut yaitu Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , K_2O dan TiO_2 . Setelah itu dilakukan penetralan hingga pH 7 untuk menghilangkan sisa ion H^+ dan Cl^- yang bebas tidak terikat pada zeolit. Setelah itu zeolit didekantasi dan disaring untuk memisahkan serbuk zeolit dengan larutan. Zeolite aktif dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C untuk menghilangkan kadar air di dalam zeolit sehingga didapat zeolit aktif sebanyak $89,40 \pm 6,1$ gram. Kemudian zeolit aktif yang didapat dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR untuk diketahui gugus fungsinya.



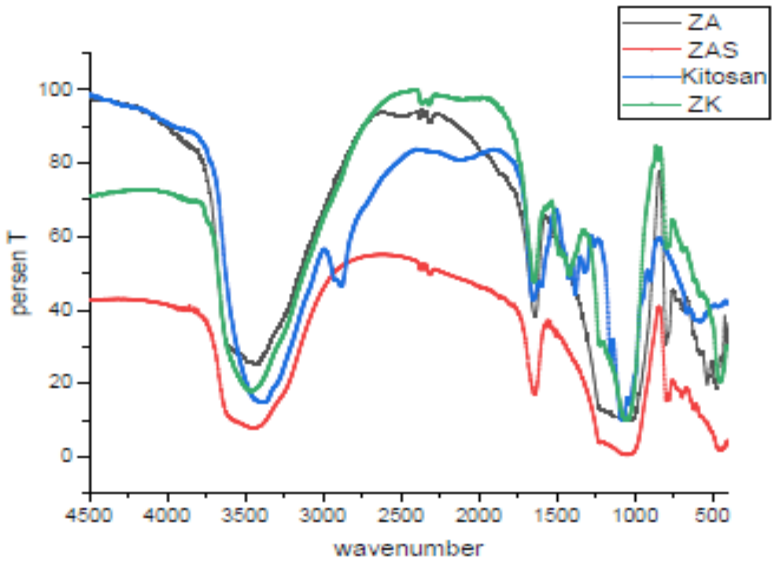
4.2 Pembuatan Komposit Zeolit-Kitosan

Zeolit sebanyak 2 gram dan kitosan sebanyak 0,18 gram dilarutkan dalam 11 mL asam asetat 2% dalam gelas kimia 250 mL, kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit hingga homogen. Campuran kemudian dimasukkan dalam jarum syringe dan dibiarkan menetes secara manual pada larutan NaOH 1 M dan didiamkan selama 30 menit. Perlakuan ini dilakukan untuk memperbesar ukuran adsorben dan menstabilkan bentuk agregat sehingga dapat dilakukan dengan berkala. Pada penelitian ini, kitosan didispersikan dalam medium yang mengandung kation Na^+ dan OH^- yang menyebabkan terjadinya proses pertukaran gugus fungsi pada zeolit dan kitosan. Interaksi antara gugus silanol dan aluminol pada zeolit serta gugus hidroksil dan amina pada kitosan. Gugus amina pada kitosan akan berubah menjadi NH_3^+ dan berinteraksi dengan gugus hidroksil pada zeolit sehingga kitosan dapat melapisi zeolite membentuk gel. Hal tersebut terjadi karena berkurangnya gugus amina pada kitosan sehingga kelarutan dalam asam berkurang dan tahan dalam asam pH rendah. Komposit didiamkan selama 30 menit bertujuan untuk memaksimalkan proses interaksi pada zeolit dan kitosan sehingga didapatkan komposit yang lebih stabil dan tidak mudah rusak. Setelah itu dilakukan pencucian dengan akuades untuk menghilangkan ion-ion yang bebas disekitar komposit. Setelah itu, komposit dikeringkan di dalam oven pada suhu 70°C selama 2 jam untuk menghilangkan kadar air yang berada didalam komposit Zeolit-kitosan. Lalu dilakukan penumbukan secara perlahan dan diayak dengan ayakan 100,150 dan 200 mesh untuk mendapatkan adsorben yang lolos pada ayakan 100 mesh dan tertahan pada ayakan 150 mesh. Sehingga diperoleh komposit zeolit-kitosan sebanyak, $6,98 \pm 0,93$ gram berukuran 100-150 mesh. Tujuan dilakukan amobilisasi ini adalah untuk meningkatkan stabilitas adsorben, meningkatkan kekuatan mekanik, meningkatkan kapasitas adsorpsi dan dapat digunakan secara berkelanjutan.

4.3 Analisis Spektrofotometri FTIR

Analisis secara spektrofotometri FTIR dilakukan untuk mengetahui pola vibrasi suatu senyawa, pada penelitian ini analisis dilakukan untuk zeolit alam, zeolit aktif, kitosan, dan komposit zeolit-kitosan. Spektrum FTIR untuk kedua senyawa diberikan pada gambar

Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Overlay spektrum IR pada zeolit alam, zeolit aktif , kitosan dan komposit zeolit-kitosan

4.3.1 Interpretasi Spektra IR pada Zeolit Alam, Zeolit aktif dan kitosan

Tabel 4.1 Interpretasi spektrum FTIR

Gugus Fungsional	Bilangan gelombang cm^{-1}		
	Zeolit Alam	Zeolit aktif	Kitosan
O-H vibrasi ulur	3478,53	3440,05	3370,14
O-H vibrasi tekuk	1640,14	1640,14	2894,95
Si-O-Si vibrasi ulur	1009,76	-	-
Si-O vibrasi tekuk	476,35	-	-
	581,89 dan	-	-
Al-O-Si vibrasi ulur	534,83	-	-
O-Al-O / O-Si-O simetri internal	691,71	693,14	-
O-Al-O / O-Si-O simetri eksternal	797,25	797,83	-
N-H vibrasi tekuk	-	-	1648,70
C-H vibrasi ulur	-	-	2880,95
C-H vibrasi tekuk	-	-	1420,51
C-O vibrasi ulur	-	-	1152,38

Pada zeolit alam menghasilkan serapan pada bilangan gelombang 3478,53 dan 1640,14 cm^{-1} yang merupakan vibrasi dari O-H air. Serapan muncul pada bilangan gelombang 1009,76 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si. Selain itu, muncul pada bilangan gelombang 476,35 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O. Pada bilangan gelombang 581,89 dan 534,83 menunjukkan adanya vibrasi ulur pada Al-O-Si. Serapan pada bilangan gelombang 691,71 dan 797,25 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan simetris internal maupun eksternal pada O-Al-O atau O-Si-O.

Pada zeolit aktif menghasilkan serapan pada bilangan gelombang 3440,05 dan 1640,14 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi pada O-H. Serapan yang muncul pada bilangan gelombang 693,14 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris pada O-Si-O atau O-Al-O.

Pada kitosan menghasilkan serapan pada bilangan gelombang 3370,14 dan 2894,95 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi pada O-H dan



tumpang tindih dengan N-H. Serapan muncul pada bilangan gelombang $2880,95\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dari O-CH. Pada puncak $1648,70\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk N-H dari $-\text{NH}_2$. Bilangan gelombang $1420,51\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi tekuk C-H dan bilangan gelombang $1152,38\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur C-O.

4.3.3 Interpretasi Spektra IR pada Komposit Zeolit-Kitosan

pada spektrum zeolit-kitosan terdapat peak yang muncul bilangan gelombang 1049 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari Si-O, 795 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-C yang dapat dikatakan adanya ikatan antara zeolit dan kitosan. Pada bilangan $3464,27\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi pada O-H. Kemudian pada bilangan gelombang $1644,42\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk N-H. pada bilangan $1481,83\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi NH_3^+ . Pada bilangan gelombang $1416,23\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi tekuk C-H dari $-\text{CH}_2$ dan pada serapan $450,68\text{ cm}^{-1}$ adanya vibrasi ulur C-O. Gugus $-\text{NH}_2$, $-\text{NH}_3^+$, $-\text{OH}$ dan Si-O bertindak sebagai situs pengikat logam pada komposit zeolit kitosan. Elektron N pada gugus amino berikatan dengan logam dan gugus hidroksil bertindak sebagai pendonor elektron.

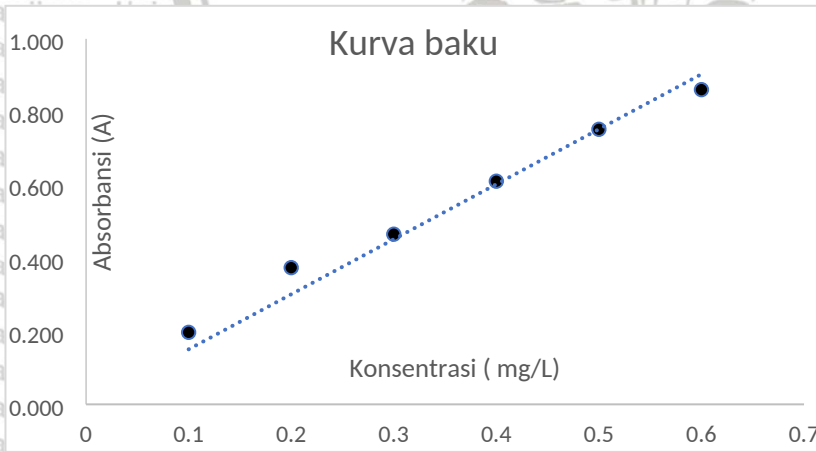
4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan Kurva Kalibrasi Zn(II) Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Penentuan panjang gelombang maksimum Zn(II) (pada lampiran E) menggunakan ditizon sebagai pengompleks. Pada larutan Zn(II) jika ditambahkan dengan ditizon maka larutan membentuk warna merah. Panjang gelombang yang didapat adalah 510 nm dengan nilai absorbansi tertinggi sebesar $1,425\text{ A}$.



Tabel 4.2. Absorbansi Larutan Standar

CO (mg/L)	Absorbansi (A)
0	0
0,1	0,197
0,2	0,374
0,3	0,466
0,4	0,611
0,5	0,753
0,6	0,861



Gambar 4.2 Grafik Persamaan Kurva Baku Zn(II)

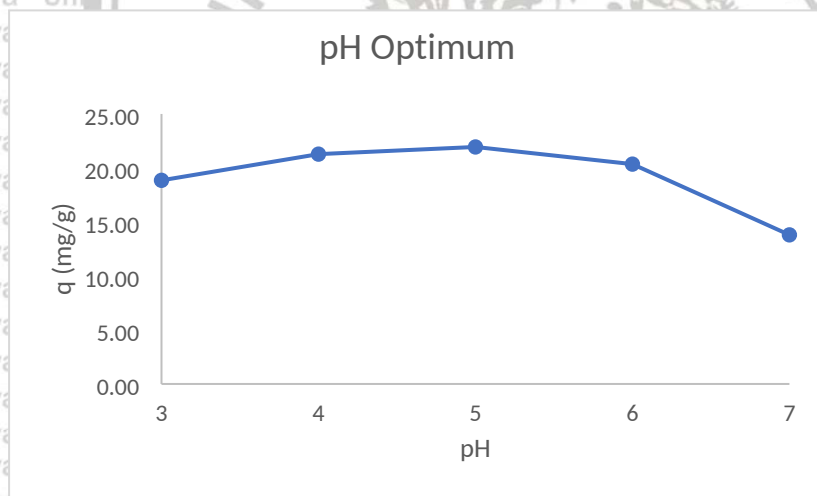
Berdasarkan gambar diatas diperoleh nilai korelasi sebesar $R^2=0,9954$ (mendekati 1) yang menunjukkan bahwa persamaan $y=1,5068x$ memenuhi persamaan regresi linear dengan $R^2= 0,9954$.

4.5 Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Zn(II) pada Komposit

Pada penelitian ini dilakukan uji adsorpsi pengaruh pH dengan menambahkan adsorben sebanyak 0,1 g ke dalam 25 mL larutan Zn(II) 100 mg/L yang telah dikondisikan pada pH 5 dan



dilakukan pengocokan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 125 rpm selama 60 menit. Variasi pH yang digunakan yaitu 3, 4, 5, 6, dan 7. Jumlah Zn(II) yang teradsorpsi ditentukan secara tidak langsung, yaitu dengan menentukan konsentrasi Zn(II) sisa dengan metode spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 510 nm sehingga diperoleh data massa adsorbat yang diserap per gram adsorben Komposit ZK seperti pada **Gambar 4.3**.



Gambar 4.3 Grafik hubungan pH adsorpsi terhadap massa Zn(II) yang diserap per gram adsorben komposit ZK (q).

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pH optimum pada proses adsorpsi terjadi pada pH 5 dengan massa ion Zn(II) yang diserap per gram adsorben (q) yaitu sebesar $21,94 \pm 0,39$ mg/g. q mengalami peningkatan dari pH 3 ke pH 4 dengan q masing-masing secara berurutan adalah $18,85 \pm 0,05$ dan $21,28 \pm 0,70$ mg/g. Sedangkan untuk pH 6 hingga 7, q mengalami penurunan secara berurutan yaitu $20,36 \pm 0,42$ dan $13,80 \pm 1,11$ mg/g.

Kondisi pH sistem mengakibatkan perubahan distribusi muatan pada adsorben ZK dan logam Zn(II) sebagai akibat terjadinya reaksi protonasi dan deprotonasi gugus-gugus fungsional. Zn(II) memiliki pKa 5,2(25°C) maka apabila kondisi pH berada dibawah pKa Zn(II) banyak dalam bentuk molekul karena banyak spesi H^+ yang bebas di permukaan adsorben sehingga sisi aktif pada adsorben

tertutup oleh H^+ , sedangkan apabila pH berada diatas pK_a maka $Zn(II)$ banyak dalam bentuk anionnya dikarenakan banyak spesi ion logam yang terhidrolisis. Begitupula dengan adsorben ZK yang terprotonisasi dan bermuatan semakin positif pada pH rendah, dan bermuatan negatif pada pH tinggi karena terdeprotonisasi gugus hidroksil permukaan.

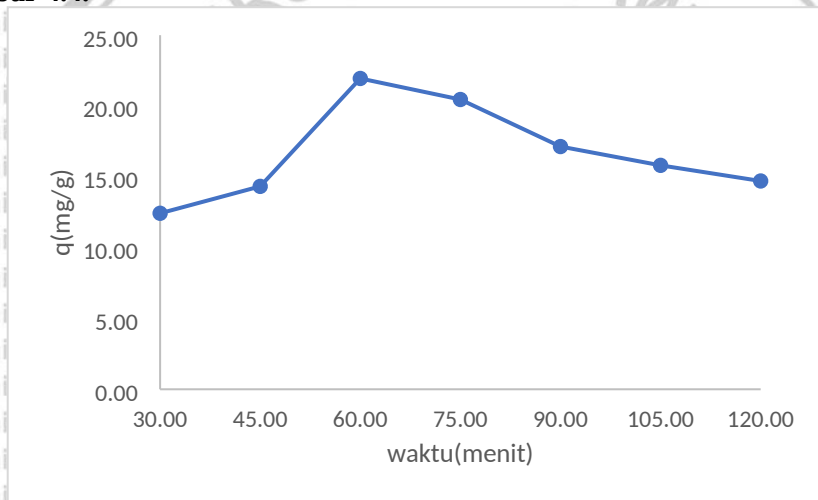
Meningkatnya q pada pH 3 hingga 4 karena larutan $Zn(II)$ masih banyak dalam bentuk molekul dan spesi H^+ yang banyak yang mengakibatkan sisi aktif komposit tertutup oleh H^+ sehingga adsorpsi dengan ZK masih belum terjadi secara optimal. Pada kondisi optimum yakni pada pH 5 spesi H^+ mulai berkurang di sekitar permukaan adsorben. Pada kondisi tersebut spesi positif pada ion $Zn(II)$ lebih banyak yakni pada bentuk spesi Zn^{2+} dan $Zn(OH^+)$. Sedangkan pada pH diatas 5, terjadi penurunan q karena dengan meningkatnya pH maka disaat bersamaan konsentrasi OH^- meningkat dan menghidrolisis ion logam Zn membentuk spesi $Zn(OH^+)$ dan $Zn(OH)_2$ sehingga menghambat adsorpsi pada ZK. Selain itu, pada pH yang tinggi juga akan mengakibatkan komposit ZK terdeprotonisasi yang menyebabkan semakin berkurangnya situs positif pada adsorben. Hal ini lebih ditegaskan dengan hasil uji statistik terhadap data variasi pH. Berdasarkan uji statistik (**Lampiran F.1**) didapatkan F_{hitung} (38,93) lebih besar daripada F_{tabel} 5% (3,48), karena $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 tidak diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan variasi pH sehingga dapat diketahui bahwa pH berpengaruh terhadap adsorpsi $Zn(II)$ oleh ZK, kemudian dilanjutkan dengan menggunakan uji BNT (Beda Nyata Terkecil). Uji BNT digunakan untuk mengetahui selisih dari perlakuan setiap variasi pH yang berbeda. Nilai dari uji BNT pada variasi pH adalah 1,64. Berdasarkan uji BNT, variasi pH 5 berbeda nyata dengan pH 3 dan 4 sehingga dengan memperhatikan nilai q terbesar, uji annova, serta uji BNT dapat disimpulkan bahwa pH 5 berpengaruh pada proses adsorpsi serta merupakan pH optimum untuk adsorpsi Zn menggunakan ZK.

4.6 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Adsorpsi $Zn(II)$ pada Komposit ZK

Pada penelitian ini dilakukan uji adsorpsi pengaruh variasi waktu kontak dengan menambahkan ZK sebanyak 0,1 g ke dalam 25 mL larutan $Zn(II)$ 100 mg/L pH 5 dan dilakukan pengocokan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 125 rpm. Jumlah $Zn(II)$ yang



teradsorpsi ditentukan secara tidak langsung, yaitu dengan menentukan konsentrasi Zn(II) sisa dengan metode spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 510 nm sehingga diperoleh data massa adsorbat yang diserap pergram adsorben ZK seperti pada **Gambar 4.4**.



Gambar 4.4 Grafik hubungan antara waktu terhadap massa Zn(II) yang teradsorpsi oleh komposit ZK

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa waktu optimum pada proses adsorpsi terjadi pada 60 menit dengan massa ion Zn(II) yang diserap per gram adsorben (q) yaitu sebesar $21,94 \pm 0,32$ mg/g. q mengalami peningkatan dari waktu kontak 30 hingga 45 menit dengan q adalah $12,43 \pm 0,13$ mg/g, dan $14,33 \pm 0,35$ mg/g. Sedangkan untuk waktu kontak 75 menit sampai 120 menit, q mengalami penurunan secara berurutan yaitu sebesar $20,46 \pm 0,16$; $17,14 \pm 0,12$; $15,81 \pm 0,18$; dan $14,71 \pm 0,20$ mg/g.

Pada adsorpsi ini, Meningkatnya q dikarenakan pada awal proses adsorpsi ketersediaan situs positif/sisi aktif dan ruang pada pori-pori adsorben ZK yang besar serta perbedaan konsentrasi Zn(II) antara adsorbat dan adsorben yang besar. Hal tersebut menyebabkan proses perpindahan massa Zn(II) dari adsorbat ke adsorben ZK berjalan dengan cepat.

Penurunan massa Zn(II) yang teradsorpsi terjadi karena situs positif/sisi aktif pada adsorben ZK sudah terisi penuh oleh Zn(II)



sehingga adsorben mengalami kejenuhan dan menyebabkan terjadinya proses desorpsi/ terlepasnya Zn(II) dari adsorben kembali ke adsorbat. Sesuai dengan teori bahwa pada waktu tertentu massa Zn(II) yang teradsorpsi akan meningkat kemudian mengalami penurunan saat setelah konsentrasi Zn(II) mengalami kesetimbangan di dalam adsorben dan adsorbat.

Hal ini lebih ditegaskan dengan hasil uji statistik terhadap data waktu kontak. Berdasarkan uji statistik (**Lampiran F.2**) didapatkan F_{hitung} (229,05) lebih besar daripada F_{tabel} 5% (2,85), karena $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 tidak diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan waktu kontak sehingga dapat diketahui bahwa waktu kontak berpengaruh terhadap adsorpsi Zn(II) oleh ZK, kemudian dilanjutkan dengan menggunakan uji BNT (Beda Nyata Terkecil). Uji BNT digunakan untuk mengetahui selisih dari perlakuan setiap waktu kontak yang berbeda. Nilai dari uji BNT pada variasi waktu kontak senilai 0,69. Berdasarkan uji BNT, variasi waktu kontak 60 menit berbeda nyata dengan waktu kontak 30, 45, 75, 90, 105, dan 120 menit sehingga dengan memperhatikan nilai q terbesar, uji annova, serta uji BNT dapat disimpulkan bahwa waktu kontak 60 menit berpengaruh pada proses adsorpsi serta merupakan waktu kontak optimum untuk adsorpsi Zn(II) menggunakan ZK.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat ditarik kesimpulan bahwa :

1. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan keberhasilan modifikasi zeolit dengan kitosan yang dibuktikan dengan muncul gugus baru serapan tetrahedral NH_3^+ , munculnya ikatan Si-C , serta dikuatkan dengan adanya pergeseran bilangan gelombang ke daerah yang lebih rendah dari serapan tetrahedral SiO_4 , AlO_4 dan NH_2 sesuai dengan hukum Hooke.
2. pH optimum dan waktu optimum berpengaruh pada peningkatan massa Zn(II) yang teradsorpsi per gram adsorben. Kondisi optimum adsorpsi tercapai pada pH 5 dan waktu kontak 60 menit dengan nilai q sebesar $21,94 \pm 0,39$ mg/g

5.2 Saran

Untuk mendapatkan hasil adsorpsi yang optimal, perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang adsorpsi Zn(II) dengan penambahan titik pada variabel untuk mendapatkan data yang maksimal, serta perlu dikaji pengaruh variasi lain seperti pengaruh konsentrasi dan kapasitas adsorpsi sehingga zeolit dan kitosan dapat mengadsorpsi lebih maksimal.



DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fan, L., Luo, C., Lv, Z., Lu, F., Qiu, H., 2011. **Preparation of magnetic modified chitosan and adsorption of Zn²⁺ from aqueous solutions.** *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 88, 574–581. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2011.07.038>
- [2] Q.Q. Peng, Y.Q. Liu, G.M. Zeng, W.H. Xu, C.Q. Yang, J. Zhang, **Biosorption of copper (II) by immobilizing *Saccharomyces cerevisiae* on the surface of chitosan coated magnetic nanoparticles from aqueous solution,** *J. Hazard. Mater.* 177 (2010) 676–682.
- [3] W.S. Ngah, S.A. Ghani, A. Kamari, **Adsorption behaviour of Fe (II) and Fe (III) ion in aqueous solution on chitosan and cross-linked chitosan beads,** *Bioresour. Technol.* 96 (2005) 443–450.
- [4] D. Pérez-Quintanilla, I. Hierro, M. Fajardo, I. Sierra, **2-Mercaptothiazoline modified mesoporous silica for mercury removal from aqueous media,** *J. Hazard. Mater.* 134 (2006) 245–256.
- [5] D.M. Manohar, B.F. Noeline, T.S. Anirudhan, **Adsorption performance of Alpillared bentonite clay for the removal of cobalt(II) from aqueous phase,** *Appl. Clay Sci.* 31 (2006) 194–206.
- [6] M. Ajmal, R.A.K. Rao, R. Ahmad, J. Ahmad, **Adsorption studies on *Citrus reticulata* (fruit peel of orange): removal and recovery of Ni(II) from electroplating wastewater,** *J. Hazard. Mater.* 79 (2000) 117–131.
- [7] A. Bhatnagar, M. Sillanpää, **Applications of chitin- and chitosan-derivatives for the detoxification of water and wastewater—a short review,** *Adv. Colloid Interface Sci.* 152 (2009) 26–38.
- [8] E. Guibal, **Interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: a review,** *Sep. Purif. Technol.* 38 (2004) 43–74.
- [9] M.N.V. Ravi Kumar, **A review of chitin and chitosan applications,** *React. Funct. Polym.* 46 (2000) 1–27.



- [10] A.J. Varma, S.V. Deshpande, J.F. Kennedy, **Metal complexation by chitosan and its derivatives: a review**, Carbohydr. Polym. 55 (2004) 77–93.
- [11] E.D. van Hullebusch, A. Peerbolte, M.H. Zandvoort, P.N.L. Lens, **Sorption of cobalt and nickel on anaerobic granular sludges: isotherms and sequential extraction**, Chemosphere 58 (2005) 493–505.
- [12] J. Virkutyte, E. Hullebusch, M. Sillanpää, P. Lens, **Copper and trace element fractionation in electrokinetically treated anaerobic granular sludge**, Environ. Pollut. 138 (2005) 518–529.
- [13] Lemoine, G. **Comparison of Different Types of Zeolites Used As Solid Acid Catalysis in The Transesterificatin Reaction of Jatropa-type Oil for Biodiesel Production**, M.Sc. Thesis, Worcester Polytechnic Institute, 2013, pp. 75-80.
- [14] Wirawan, S. K., Sudiby, H. and Setiaji, M. F., **JESTEC**, 2015, 3, 87–95.
- [15] Wan Ngah, W. S.; Isa, I. M. **J Appl Polym Sci** 1998, 67, 1067.
- [16] Płaza, A., Kołodyńska, D., Hałas, P., Gęca, M., Franus, M., Hubicki, Z., 2017. **The zeolit modified by chitosan as an adsorbent for environmental applications**. Adsorption Science & Technology 35, 834–844. <https://doi.org/10.1177/0263617417716367>
- [17] K. Inoue, K. Ohto, K. Yoshizuka, T. Yamaguchi, T. Tanaka, **Adsorption of lead(II) ion on complexane types of chemically modified chitosan**, Bull. Chem. Soc. Jpn. 70 (1997) 2443–2447.
- [18] Hadisoewignyo, L. dan Fudholi, A. (2013), **Sediaan solida**, Yogyakarta, Pustaka Pelajar
- [19] Cincotti, A.; Mameli, A.; Locci, A. M.; Orru, R.; Cao, G. **Ind Eng Chem Res** 2005, 45, 1074.
- [20] Lestari, D. Y. (n.d.). **Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara**, 6.
- [21] Dong, H., Cheng, L., Tan, J., Zheng, K., Jiang, Y. (2003). **Effect of chitosan coating on quality and shelf life of peeled litchi fruit**. Journal of Food Engineering, 64, 355- 358.

- [22] Sari, D. P., & Abdiani, I. M. (2015). **Pemafaatan Kulit Udang dan Cangkang Kepiting sebagai Bahan Baku Kitosan**. Jurnal Harpodon Borneo, 8(2).
- [23] Repo, E., Warchol, J.K., Kurniawan, T.A., Sillanpää, M.E.T., 2010. **Adsorption of Co(II) and Ni(II) by EDTA- and/or DTPA-modified chitosan: Kinetic and equilibrium modeling**. Chemical Engineering Journal 161, 73–82. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.04.030>
- [24] Wan Ngah, W.S., Teong, L.C., Wong, C.S., Hanafiah, M.A.K.M., 2012. **Preparation and characterization of chitosan-zeolit composites**. J. Appl. Polym. Sci. 125, 2417–2425. <https://doi.org/10.1002/app.36503>
- [25] Yuan, W., Wu, H., Zheng, B., Zheng, X., Jiang, Z., Hao, X., & Wang, B. (2007). **Sorbitol- Plasticized Chitosan/Zeilit Hybrid Membrane for direct Methanol Fuel Cell**. Journal of Power Sources, 172(2), 604-612.
- [26] Sun, H., Lu, L., Chen, X., & Jiang, Z. (2008). **Surface-Modified Zeolit-Filled Chitosan Membranes for Pervaporation Dehydration of Ethanol**. Applied Surface Science, 254(17), 5367–5374. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.02.056>
- [27] Kustiawan, U. R., & Pratiwi, R. (n.d.). **Dithizon: Agen Pengkompleks Untuk Analisis Logam Menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis**, 14, 10.
- [28] Elwis, W., Nasra, E., Sanjaya, H., & Putra, A. (n.d.). **Optimasi Ph Dan Konsentrasi Untuk Biosorpsi Ion Logam Cu (Ii) Dan Zn (Ii) Dengan Biosorben Kulit Pisang**. ISSN, 1(2), 9.
- [29] Wardhani, S., Endrayana, R.S., Purwonugroho, D., 2017. **The Effect of Phosphatation and Granulation Zeolit in the Adsorption of Cr(VI)**. J. Pure App. Chem. Res. 6, 207–220. <https://doi.org/10.21776/ub.jpacr.2017.006.03.345>
- [30] Gumus, G., Filik, H., & Demirata, B. (2005). **Determination of bismuth and zinc in pharmaceuticals by first derivative UV-Visible**

- spectrophotometry.** *Analytica Chimica Acta*, 547(1), 138–143. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2005.03.028>
- [31] Lin, J., & Zhan, Y. (2012). **Adsorption of Humic Acid from Aqueous Solution onto Unmodified and Surfactant-Modified Chitosan/Zeolit Composites.** *Chemical Engineering Journal*, 200–202, 202–213. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.06.039>
- [32] H.M. Irwing, *Dithizone: Analytical Science Monographs*, The Chemical Society, London, 1977.
- [33] Pambudi, A., Farid, M., & Hakim, J. A. R. (2017). **Analisis Morfologi dan Spektroskopi Infra Merah Serat Bambu Betung (*Dendrocalamus Asper*) Hasil Proses Alkalisasi Sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara**, 6(2), 4.
- [34] Putri, S. A., Asnawati, A., & Indarti, D. (2019). **Optimalisasi Adsorpsi Zat Warna Rhodamin B Pada Hemiselulosa Dalam Sistem Dinamis.** *BERKALA SAINSTEK*, 7(1), 1. <https://doi.org/10.19184/bst.v7i1.9681>
- [35] Li, H., Bi, S., Liu, L., Dong, W., Wang, X., 2011. **Separation and accumulation of Cu(II), Zn(II) and Cr(VI) from aqueous solution by magnetic chitosan modified with diethylenetriamine.** *Desalination* 278, 397–404. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2011.05.056>
- [36] Shavandi, M. A., Haddadian, Z., Ismail, M. H. S., Abdullah, N., & Abidin, Z. Z. (2012). **Removal of Fe(III), Mn(II) and Zn(II) from palm oil mill effluent (POME) by natural zeolit.** *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 43(5), 750–759. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2012.02.014>
- [37] Robinson, S.M., Arnold, W.D. and Byers, C.H., 1994, **“Mass Transfer Mechanism for Zeolith Ion Exchanger in Wastewater Treatment”**, *A.I.Ch.E. Jurnal*, pp.40,12,2045-2054

LAMPIRAN

A. Preparasi Larutan

A.1. Pembuatan larutan HCl

A.1.1. Pembuatan Larutan HCl 0,4 M dari HCl 37%

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 g/mol

Massa jenis HCl pekat = 1,19 g/mL

Konsentrasi HCl Pekat:

$$[\text{HCl}] = \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,461 \text{ g/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 12,07 \text{ M}$$

Larutan HCl 0,4 M dalam 1000 mL dibuat dengan menggunakan HCl pekat sebanyak:

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

$$12,07 \text{ M} \times V_1 = 0,4 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = 33,14 \text{ mL}$$

A.1.2 Pembuatan Larutan HCl 1 M dari HCl 37%

Kadar HCl pekat = 37 %

Mr HCl = 36,461 g/mol

Massa jenis HCl pekat = 1,19 g/mL

Konsentrasi HCl Pekat:

$$[\text{HCl}] = \frac{1,19 \text{ g/mL}}{36,461 \text{ g/mol}} \times \frac{37}{100} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 12,07 \text{ M}$$

Larutan HCl 1 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl pekat sebanyak:

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

$$12,07 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 16,57 \text{ mL}$$

A.1.3 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M dari Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 0,1 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl pekat sebanyak:

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

$$1 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$



A.1.4 Pembuatan Larutan HCl 0,01 M dari Larutan HCl 0,1 M

Larutan HCl 0,01 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl 0,1 M sebanyak:

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

$$0,1 \text{ M} \times V_1 = 0,01 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

A.1.5 Pembuatan Larutan HCl 0,001 M dari Larutan HCl 0,01 M

Larutan HCl 0,001 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl 0,01 M sebanyak:

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

$$0,01 \text{ M} \times V_1 = 0,001 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

A.1.6 Pembuatan Larutan HCl 0,0001 M dari Larutan HCl 0,001 M

Larutan HCl 0,0001 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl 0,001 M sebanyak:

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

$$0,001 \text{ M} \times V_1 = 0,0001 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

A.1.7 Pembuatan Larutan HCl 0,00001 M dari Larutan HCl 0,0001 M

Larutan HCl 0,00001 M dalam 200 mL dibuat dengan menggunakan HCl 0,0001 M sebanyak:

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

$$0,0001 \text{ M} \times V_1 = 0,00001 \text{ M} \times 200 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

A. 2 Pembuatan NaOH 1 M

Sebanyak 0,4 g padatan NaOH dilarutkan ke dalam gelas kimia dengan akuades secukupnya. Kemudian dituangkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$



$$\begin{aligned}
 1 \text{ M NaOH} &= 1 \text{ mol/L} \\
 \text{Massa NaOH yang dibutuhkan} &= 1 \text{ mol/L} \times 40 \text{ g/mol} \\
 &= 40 \text{ g/L} \\
 &= 40 \text{ g/1000 mL} \\
 &= 4 \text{ g/100 mL}
 \end{aligned}$$

A.3 Pembuatan Asam Asetat 2%

Sebanyak 2 mL asam asetat glasial diencerkan dalam labu ukur 100 mL. Dimasukkan akuades sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen.

A.4 Pembuatan larutan stok Zn 1000 mg/L sebanyak 1 L dari padatan ZnCl₂

$$\begin{aligned}
 \text{Massa} &= \frac{136,3 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{65,4 \text{ g/mol}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times 1 \text{ L} \\
 &= 2084,10 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} = 2,08 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Sebanyak 2,08 g padatan ZnCl₂ dilarutkan ke dalam gelas kimia dengan akuades secukupnya, kemudian dituangkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas.

A.5 Pembuatan larutan Zn 100 mg/L pH 5 dari larutan stok

Larutan Zn 100 mg/L dalam 100 mL dibuat dengan menggunakan larutan Zn 1000 mg/L sebanyak:

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 1000 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\
 V_1 &= 10 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Sebanyak 10 mL larutan stok dilarutkan ke dalam gelas kimia dengan larutan HCl 10⁻⁵ M secukupnya, kemudian dituangkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan larutan HCl 10⁻⁵ M hingga tanda batas.



A.6 Pembuatan larutan Ditzon 0,01 % sebanyak 25 mL dengan pelarut aseton-isopropanol 1:1

$$\% \left(\frac{W}{V} \right) = \frac{\text{massa}}{\text{volume}} \times 100$$

$$0,01\% = \frac{\text{massa}}{25 \text{ mL}} \times 100$$

$$= 0,0025 \text{ g}$$

A.7 Pembuatan larutan Zn 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225 dan 250 mg/L sebanyak 100 mL dari larutan stok

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 75 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 7,5 \text{ mL (1)}$$

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

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

$$V_1 = 10 \text{ mL (2)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 125 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 12,5 \text{ mL (3)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 150 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 15 \text{ mL (4)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 175 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 17,5 \text{ mL (5)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 200 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 20 \text{ mL (6)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 225 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 22,5 \text{ mL (7)}$$

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 250 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL (8)}$$

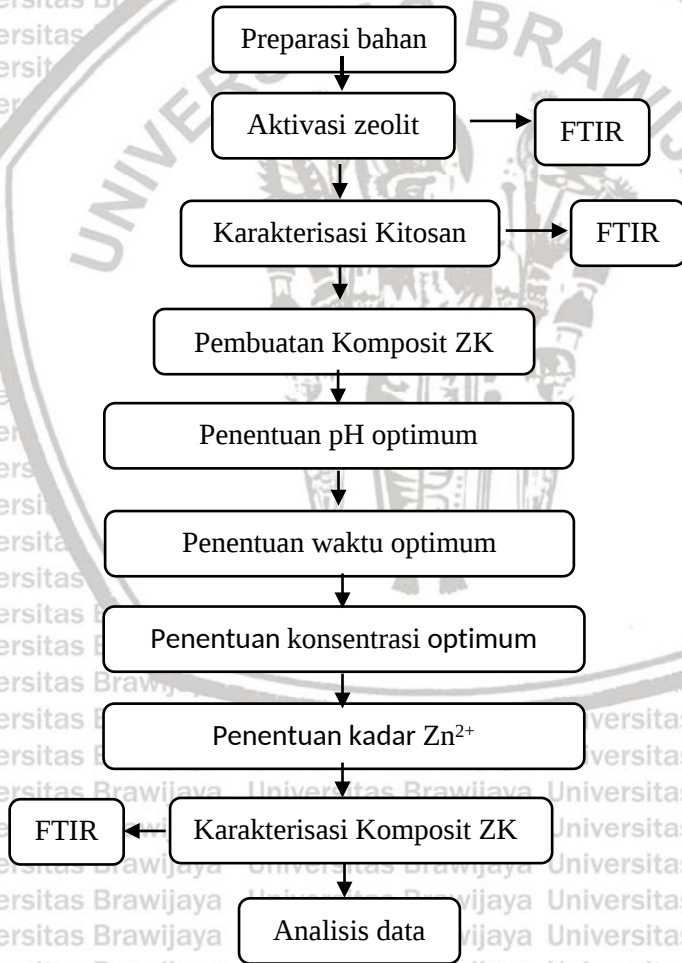


Larutan stok Zn^{2+} 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Lalu diencerkan sampai tanda batas dengan larutan HCl pH optimum sehingga diperoleh konsentrasi Zn^{2+} sebesar 100 mg/L. Perlakuan diatas diulangi untuk Zn 75, 125, 150, 175, 200, 225, dan 250 mg/L dengan memipet berturut-turut sebanyak 7,5; 12,5; 15;17,5;20;22,5; dan 25 mL

A.8 Pembuatan larutan baku Zn 1; 2; 3; 4; 5; dan 6 mg/L.

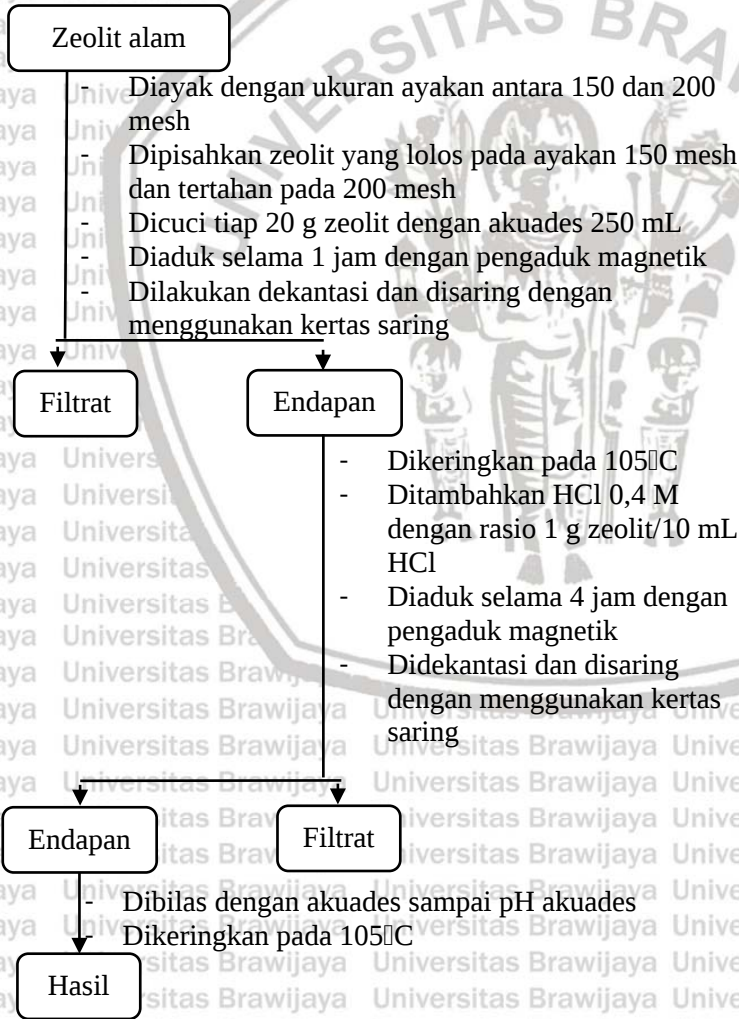
Larutan Zn^{2+} pH 5 100 mg/L dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Lalu diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pH 5 sehingga diperoleh konsentrasi sebesar 10 mg/L. Kemudian dipipet 1 mL larutan Zn^{2+} 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan larutan pH optimum hingga tanda batas. Diperoleh larutan baku 1 mg/L. Perlakuan diatas diulangi untuk larutan 2, 3, 4, 5 dan 6 mg/L dengan menggunakan larutan Zn^{2+} 10 mg/L

Lampiran B. Diagram Alir Penelitian



Lampiran C. Diagram Alir

C.1 Aktivasi Zeolit



C.2 Pembuatan Komposit ZK

2 g Zeolit ; 0,18 g Kitosan

- Dilarutkan dalam 11 mL asam asetat 2%

- Diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit
- Dimasukkan dalam jarum *syringe*
- Diteteskan dalam larutan 200 mL NaOH 1 M dan diaduk dengan pengaduk magnetik dengan rpm rendah

Granul ZK

- Didiamkan 1 jam dan dipisahkan
- Dicuci dengan akuades hingga pH akuades
- Dikeringkan pada 70°C selama 3 jam
- Dihaluskan secara perlahan dengan mortar
- Diayak dengan ayakan 100,150, dan 200 mesh
- Dipisahkan serbuk dengan ukuran 100-150 mesh dan ditimbang
- Dikarakterisasi dengan FTIR

Hasil

C.3 Pembuatan Kurva Baku Zn²⁺

C.3.1 Penentuan panjang gelombang maksimum Zn(II)

Larutan Zn²⁺ 1,5 mg/L

- Diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400-600 nm menggunakan spektrofotometer Uv-Vis

Hasil

C.3.2 Pembuatan kurva baku Zn²⁺ dengan ditizon

Larutan Zn²⁺ 10 mg/L

- Dibuat larutan baku 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 mg/L pada pH 5
- Diambil 1 mL larutan Zn^{2+} 1 mg/L, ditaruh dalam labu takar 10 mL.
- Ditambah 2 mL HCl pH 5, 3 mL pelarut aseton-isopropanol 1:1 dan 4 mL larutan ditizon 0,01%
- Dikocok hingga homogen dan didiamkan selama 10 menit
- Diukur pada panjang gelombang maksimum
- Dilakukan perlakuan yang sama larutan baku 2, 3, 4, 5, dan 6 mg/L
- Dibuat kurva baku hubungan absorbansi terhadap konsentrasi
- Diperoleh persamaan regresi linear

Hasil

C.3.3 Pengukuran kadar Zn^{2+} setelah adsorpsi

Larutan Zn^{2+} hasil adsorpsi

- Dipipet sebanyak 1 mL
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan dengan akuades pH 5 sampai tanda batas
- Diambil 1 mL, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- Ditambah 2 mL HCl pH 5, 3 mL pelarut aseton-isopropanol 1: 1 dan 4 mL larutan ditizon 0,01%
- Didiamkan selama 10 menit
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis
- Absorbansinya diplotkan ke dalam persamaan baku dan diperoleh konsentrasi Zn^{2+} sisa

Hasil



C.4 Penentuan pH Optimum Adsorpsi Komposit ZK terhadap Zn^{2+}

25 mL larutan Zn^{2+} 100 mg/L pH 3

- Dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 0,1 gram adsorben
- Dikocok dengan kecepatan 125 rpm dengan waktu 60 menit
- Didekantasi dan disaring

Filtrat

ZK

- Dilakukan penentuan konsentrasi Zn^{2+} hasil adsorpsi dengan metode spektrofotometri sinar tampak

Hasil

Catatan:

- Prosedur sama diulangi untuk pH 4,5,6, dan 7
- Setiap variasi pH dilakukan triplo

C.5 Penentuan Waktu Optimum Adsorpsi Komposit ZK terhadap Zn^{2+}

25 mL larutan Zn^{2+} 100 mg/L pH Optimum

- Dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 0,1 gram adsorben
- Dikocok dengan kecepatan 125 rpm dengan waktu 30 menit
- Didekantasi

Filtrat

ZK



- Dilakukan penentuan konsentrasi Zn^{2+} hasil adsorpsi dengan metode spektrofotometri sinar tampak

Hasil

Catatan:

- Prosedur sama diulangi untuk waktu 45,60,75, 90, 105 dan 120 menit
- Setiap variasi waktu dilakukan triplo

C.6 Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorpsi Komposit ZK terhadap Zn^{2+}

25 mL larutan Zn^{2+} 75 mg/L pH Optimum

- Dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 0,1 gram adsorben
- Dikocok dengan kecepatan 125 rpm dengan waktu optimum
- Didekantasi

Filtrat

ZK

- Dilakukan penentuan konsentrasi Zn^{2+} hasil adsorpsi dengan metode spektrofotometri sinar tampak

Hasil

Catatan:

- Prosedur sama diulangi untuk konsentrasi 100,125,150, 175, 200, 225, dan 250 mg/L
- Setiap variasi konsentrasi dilakukan triplo

Lampiran D. Perolehan Data dan Perhitungan

D.1 Perolehan Massa Zeolit Aktivasi Asam

Pencucian dan aktivasi ke-1

Massa zeolit awal	= 20 g
Massa zeolite akhir	= 17,03 g
Temperatur	= 105°C

Pencucian dan aktivasi ke-2

Massa zeolit awal	= 20 g
Massa zeolit akhir	= 16,83 g
Temperatur	= 105°C

Pencucian dan aktivasi ke-3

Massa zeolit awal	= 20 g
Massa zeolit akhir	= 18,21 g
Temperatur	= 105°C

Pencucian dan aktivasi ke-4

Massa zeolit awal	= 20 g
Massa zeolit akhir	= 19,47 g
Temperatur	= 105°C

Asumsi : Pengotor dari zeolit sudah hilang

Perhitungan :

$$\% = \left(\frac{\text{massa akhir}}{\text{massa awal}} \right) \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum ((\%R) - (\%R)r)^2}{n - 1}}$$

$$\begin{aligned} &= \sqrt{\frac{((85,15 - 89,43)^2 + (84,15 - 89,43)^2 + (91,05 - 89,43)^2 + (97,35 - 89,43)^2)}{4 - 1}} \\ &= \sqrt{\frac{18,32 + 27,88 + 2,62 + 62,73}{3}} \\ &= 6,1 \end{aligned}$$



Tabel D.1 Persen massa zeolit aktif

Sebelum aktivasi	Setelah aktivasi	% Massa
m_1 (g)	m_2 (g)	
20	17,03	85,15± 6,1
20	16,83	84,15± 6,1
20	18,21	91,05± 6,1
20	19,47	97,35± 6,1
Total		Rata-rata
80	71,54	89,43± 6,1

D.2 Massa Komposit Zeolit-Kitosan

Pembuatan komposit ke-1

Massa zeolit aktivasi asam	= 3 g
Massa Kitosan	= 0,18 g
V asam asetat	= 11 mL
Massa jenis asam asetat	= 1,05 g/cm ³
Massa asam asetat	= 11,55 g
Massa Total	= 14,73 g
Massa komposit	= 2,23 g
Temperatur	= 25°C

Pembuatan komposit ke-2

Massa zeolit aktivasi asam	= 3 g
Massa Kitosan	= 0,18 g
V asam asetat	= 11 mL
Massa jenis asam asetat	= 1,05 g/cm ³
Massa asam asetat	= 11,55 g
Massa Total	= 14,73 g
Massa komposit	= 2,14 g
Temperatur	= 25°C

Pembuatan komposit ke-3

Massa zeolit aktivasi asam	= 3 g
Massa Kitosan	= 0,18 g
V asam asetat	= 11 mL
Massa jenis asam asetat	= 1,05 g/cm ³



Massa asam asetat = 11,55 g
 Massa Total = 14,73 g
 Massa komposit = 2,41 g
 Temperatur = 25°C

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum((\%R) - (\%R)_r)^2}{n - 1}} \\
 &= \sqrt{\frac{((15,14 - 15,34)^2 + (14,53 - 15,34)^2 + (16,36 - 15,34)^2)}{3 - 1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,04 + 0,656 + 1,04}{2}} \\
 &= 0,932
 \end{aligned}$$

Tabel D.2 Persen Rendemen Massa komposit ZK

Massa Awal (g)	Massa Akhir (g)	%Rendemen
14,73	2,23	15,14±0,93
14,73	2,14	14,53±0,93
14,73	2,41	16,36±0,93

%Rendemen rata-rata = 15,34 ±0,93 %

D.3 Perhitungan Massa Zn²⁺ yang Teradsorpsi

$$(q)_r = \frac{((q_c)1 + (q_c)2 + (q_c)3)}{3}$$

$$q = (C_o - C_e) \times \frac{V}{m}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum((q_c) - (q_c)_r)^2}{n - 1}}$$

Keterangan:

C_o = konsentrasi Zn²⁺ sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e = konsentrasi Zn²⁺ sesudah adsorpsi (mg/L)

V = volume larutan Zn^{2+} yang digunakan saat proses adsorpsi
 $(L) = 0,025 L$
 m = massa adsorben yang digunakan saat proses adsorpsi $(g) = 0,1 g$
 $q = (q)_1$ atau $(q)_2$ atau $(q)_3 =$ massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben (mg/g)
 $(q)_r =$ massa Zn^{2+} rata-rata yang diserap per gram adsorben (mg/g)
 SD = standar deviasi
 n = banyak data

D.3.1 Perhitungan massa Zn^{2+} yang teradsorpsi pada variasi pH

pH	Absorbansi			Co (mg/L)	Ce1 (mg/L)	Ce2 (mg/L)	Ce3 (mg/L)	Ce® (mg/L)
	1	2	3					
3	0,374	0,372	0,366	100	24,795	24,685	24,265	24,582
4	0,156	0,252	0,265	100	10,352	16,722	17,562	14,879
5	0,147	0,194	0,212	100	9,754	12,851	14,068	12,224
6	0,312	0,286	0,242	100	20,703	18,978	16,058	18,580
7	0,571	0,697	0,756	100	37,912	46,251	50,188	44,784

Volume larutan 25 mL, konsentrasi 100 mg/L, massa adsorben 0,1 g, kecepatan *shaker* 125 rpm, waktu kontak 60 menit, faktor pengenceran 100.

pH	q1 (mg/g)	q2 (mg/g)	q3 (mg/g)	qr	SD
3	18,80	18,83	18,93	18,85	0,05
4	22,41	20,82	20,61	21,28	0,70
5	22,56	21,79	21,48	21,94	0,39
6	19,82	20,26	20,99	20,36	0,42
7	15,52	13,44	12,45	13,80	1,11

Contoh Perhitungan:

$$(q)_1 = (C_o - C_{e1}) \times \frac{V}{m}$$

$$(q)_1 = \left(100 \frac{mg}{L} - 24,759 \frac{mg}{L} \right) \times \frac{0,025 L}{0,1 g}$$

$$(q)_1 = 18,80 mg/g$$



$$(q) r = \frac{(q_1 + q_2 + q_3)}{3}$$

$$(q) r = \frac{(18,80 + 18,83 + 18,93)}{3}$$

$$(q) r = 18,85 \text{ mg/g}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (q) - (q)r)^2}{n - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{(18,80 - 18,85)^2 + (18,83 - 18,85)^2 + (18,93 - 18,85)^2}{3 - 1}}$$

$$SD = 0,05$$

D.3.2 Perhitungan massa Zn^{2+} yang teradsorpsi pada variasi waktu

t (menit)	Absorbansi			Co (mg/L)	Ce1 (mg/L)	Ce2 (mg/L)	Ce3 (mg/L)	Ce@ (mg/L)
	1	2	3					
30	0,774	0,750	0,750	100	51,360	49,746	49,790	50,30
45	0,603	0,654	0,674	100	39,991	43,375	44,725	42,70
60	0,147	0,194	0,212	100	9,754	12,851	14,068	12,22
75	0,293	0,265	0,263	100	19,420	17,607	17,474	18,17
90	0,459	0,482	0,480	100	30,480	32,006	31,873	31,45
105	0,573	0,553	0,535	100	38,045	36,718	35,523	36,76
120	0,603	0,614	0,644	100	40,013	40,765	42,756	41,18

Volume larutan 25 mL pH 5 , konsentrasi 100 mg/L, massa adsorben 0,1 g, kecepatan shaker 125 rpm, faktor pengenceran 100.

t (menit)	q1 (mg/g)	q2 (mg/g)	q3 (mg/g)	qr	SD
30	12,16	12,56	12,55	12,43	0,13
45	15,00	14,16	13,82	14,33	0,35
60	22,56	21,79	21,48	21,94	0,32
75	20,14	20,60	20,63	20,46	0,16
90	17,38	17,00	17,03	17,14	0,12
105	15,49	15,82	16,12	15,81	0,18
120	15,00	14,81	14,31	14,71	0,20

Contoh Perhitungan:



$$(q)1 = (C_o - C_{e1}) \times \frac{V}{m}$$

$$(q)1 = \left(100 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 51,36 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) \times \frac{0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}}$$

$$(q)1 = 12,16 \text{ mg/g}$$

$$(q) r = \frac{(q1 + q2 + q3)}{3}$$

$$(q) r = \frac{(12,16 + 12,56 + 12,55)}{3}$$

$$(q) r = 12,43 \text{ mg/g}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (q) - (q)r^2}{n - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{(12,16 - 12,43)^2 + (12,56 - 12,43)^2 + (12,55 - 12,43)^2}{3 - 1}}$$

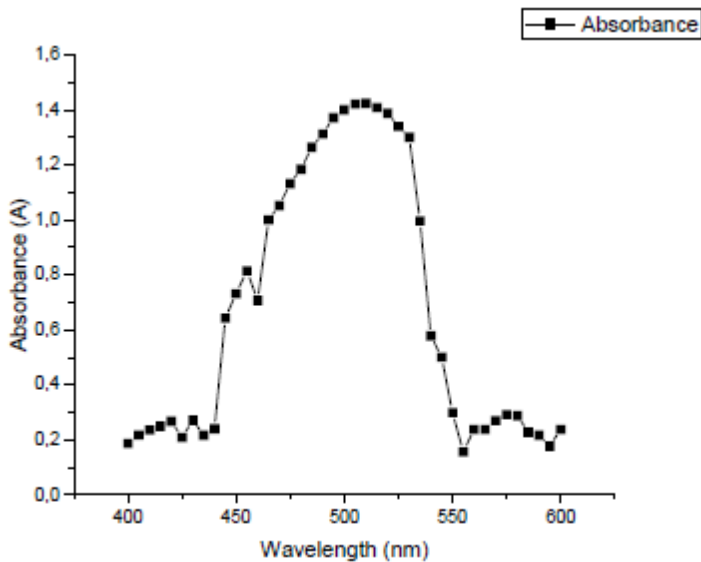
$$SD = 0,13$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran E. Kurva Baku Zn-Ditizon

E.1 Panjang Gelombang maks Zn-Ditizon

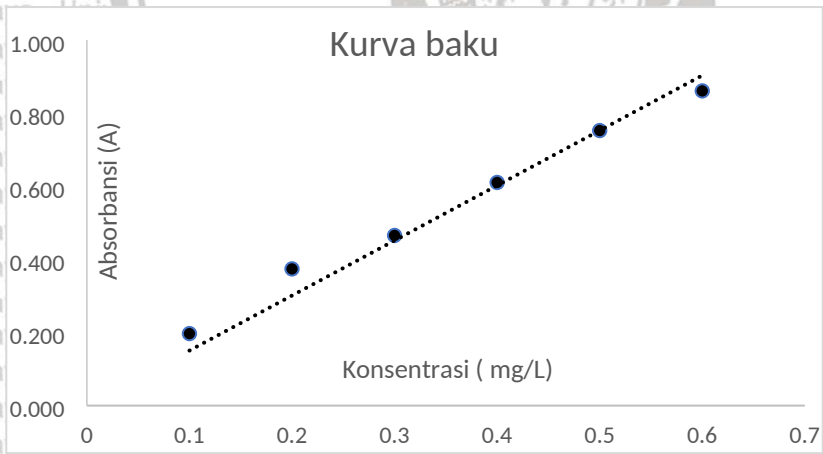


No	Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
1	510.0	1.425
2	505.0	1.422

E.2 Kurva Baku Zn-Ditizon

Panjang Gelombang maks = 510 nm

Konsentrasi	A1	A2	Ar
0	0	0	0
0,1	0,203	0,191	0,197
0,2	0,364	0,384	0,374
0,3	0,463	0,468	0,466
0,4	0,561	0,66	0,611
0,5	0,762	0,743	0,753
0,6	0,871	0,851	0,861



Lampiran F. Uji Statistik

F.1 Uji Statistik pengaruh pH Optimum

Ulangan	Perlakuan pH				
	3	4	5	6	7
1	18,80	22,41	22,56	19,82	15,52
2	18,83	20,82	21,79	20,26	13,44
3	18,93	20,61	21,48	20,99	12,45
Total	56,56	63,84	65,83	61,07	41,41

F.1.1 Perhitungan faktor koreksi

$$FK = \frac{(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{p \times n} = \frac{(18,80 + 22,41 + 22,56 + \dots + 12,45)^2}{5 \times 3} = 5557,04$$

F.1.2 Perhitungan jumlah kuadrat

$$\begin{aligned} JK_{\text{total}} &= \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK \\ &= (18,80^2 + 22,41^2 + \dots + 12,45^2) - FK \\ &= 135,42 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JK_{\text{perlakuan}} &= \frac{\sum_{i=1}^p (\sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{n} - FK \\ &= \frac{[(56,56)^2 + (63,84)^2 + \dots + (41,41)^2]}{3} - FK \\ &= 127,24 \end{aligned}$$

$$JK_{\text{galat}} = JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}} = 135,42 - 127,24 = 8,17$$

F.1.3 Perhitungan kuadrat tengah (KT)

$$KT_{\text{Perlakuan}} = \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}} = \frac{127,24}{4} = 31,81$$



$$KT \text{ galat} = \frac{JK \text{ galat}}{dB \text{ galat}} = \frac{8,17}{10} = 0,82$$

F.1.4 Perhitungan nilai F_{hitung} dan F_{tabel}

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT \text{ perlakuan}}{KT \text{ galat}} = \frac{31,81}{0,82} = 38,93$$

$F_{\text{tabel}} (f_1, f_2) = (4, 10)$ pada taraf beda nyata $\alpha = 5\% = 3,48$

Sumber Variasi	Jumlah Kuadrat	Derajat Bebas	KT	F Hitung	F Tabel
Perlakuan	127,24	4	31,81	38,93	3,48
Galat	8,17	10	0,82		
Total	135,42	14			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4$$

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

$F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ maka H_0 tidak diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan pH sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

F.1.5 Uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

$$\begin{aligned} \text{BNT} (0,05) &= t_{\text{tabel}} \left(\frac{0,05}{2}, dB_g \right) \sqrt{\frac{2KT_g}{n}} \\ &= t_{\text{tabel}} (0,025, 10) \sqrt{\frac{2KT_g}{n}} \\ &= 2,228 \sqrt{\frac{1,64}{3}} \\ &= 1,64 \end{aligned}$$



Perlakuan pH		3	4	5	6	7
Rata-rata q						
Perlakuan pH	Rata-rata q	18,85	21,28	21,94	20,36	13,80
3	18,85	0,00				
4	21,28	2,43	0,00			
5	21,94	3,09	0,66	0,00		
6	20,36	1,50	-0,93	-1,59	0,00	
7	13,80	-5,05	-7,48	-8,14	-6,55	0,00

Beda Nyata

Tidak Beda Nyata

BNT = 1,64

F.2 Uji Statistik Pengaruh Waktu Kontak Optimum

Ulanga n	Perlakuan Waktu Kontak (menit)						
	30	45	60	75	90	105	120
1	12,16	15,00	22,56	20,14	17,38	15,49	15,00
2	12,56	14,16	21,79	20,60	17,00	15,82	14,81
3	12,55	13,82	21,48	20,63	17,03	16,12	14,31
Total	37,28	42,98	65,83	61,37	51,41	47,43	44,12

F.2.1 Perhitungan faktor koreksi

$$FK = \frac{(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij})^2}{p \times n} = \frac{(12,16 + 15,00 + 22,56 + \dots + 14,31)^2}{7 \times 3} = 5847,17$$

F.2.2 Perhitungan jumlah kuadrat

$$JK_{\text{total}} = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK$$



$$= (12,16^2 + 15,00^2 + \dots + 14,31^2) - FK$$

$$= 213,63$$

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

$$= \frac{[(37,28)^2 + (42,98)^2 + \dots + (44,12)^2]}{3} - FK$$

$$= 211,48$$

$$JK_{\text{galat}} = JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}} = 213,63 -$$

$$211,48 = 2,15$$

F.2.3 Perhitungan kuadrat tengah (KT)

$$KT_{\text{Perlakuan}} = \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}} = \frac{211,48}{6} = 35,25$$

$$KT_{\text{galat}} = \frac{JK_{\text{galat}}}{dB_{\text{galat}}} = \frac{2,15}{14} = 0,15$$

F.2.4 Perhitungan nilai F_{hitung} dan F_{tabel}

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT_{\text{perlakuan}}}{KT_{\text{galat}}} = \frac{46,29}{0,20} = 229,05$$

$$F_{\text{tabel}} (f_1, f_2) = (6, 14) \text{ pada taraf beda nyata } \alpha = 5\% = 2,85$$

Sumber Variasi	Jumlah Kuadrat	Derajat Bebas	KT	F Hitung	F Tabel
Perlakuan	211,48	6	35,25	229,05	2,85
Galat	2,15	14	0,15		
Total	213,63	20			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4$$

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



$F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 tidak diterima, yaitu ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan waktu kontak sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

F.2.5 Uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

$$\begin{aligned}
 \text{BNT} (0,05) &= t_{tabel} \left(\frac{0,05}{2}, dB_g \right) \sqrt{\frac{2KT_g}{n}} \\
 &= t_{tabel} (0,025, 10) \sqrt{\frac{2KT_g}{n}} \\
 &= 2,145 \sqrt{\frac{0,3}{3}} \\
 &= 0,69
 \end{aligned}$$

Perlakuan Waktu Kontak (Menit)		30	45	60	75	90	105	120
Rata-rata q								
Perlakuan Waktu Kontak (Menit)	Rata-rata q	12,43	14,33	21,94	20,46	17,14	15,81	14,71
30	12,43	0,00						
45	14,33	1,90	0,00					
60	21,94	9,52	7,62	0,00				
75	20,46	8,03	6,13	-1,49	0,00			
90	17,14	4,71	2,81	-4,81	-3,32	0,00		
105	15,81	3,38	1,48	-6,13	-4,65	-1,33	0,00	
120	14,71	2,28	0,38	-7,24	-5,75	-2,43	-1,10	0,00

Beda Nyata

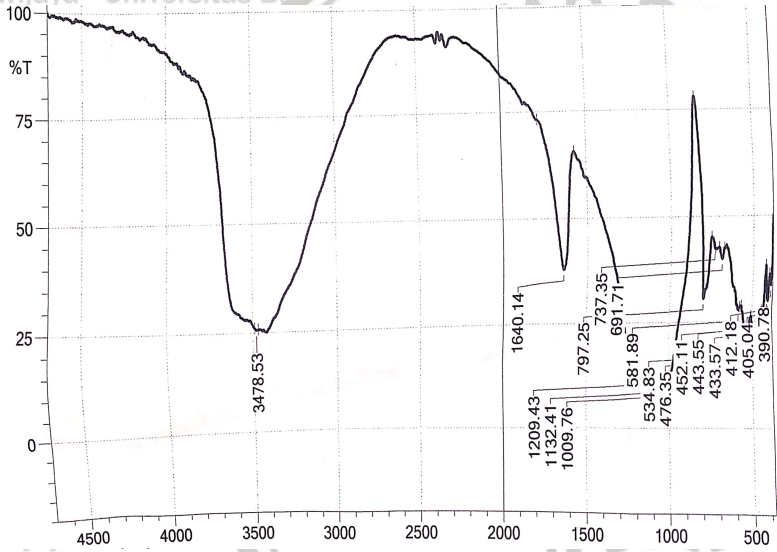
Tidak Beda Nyata

BNT = 0,69

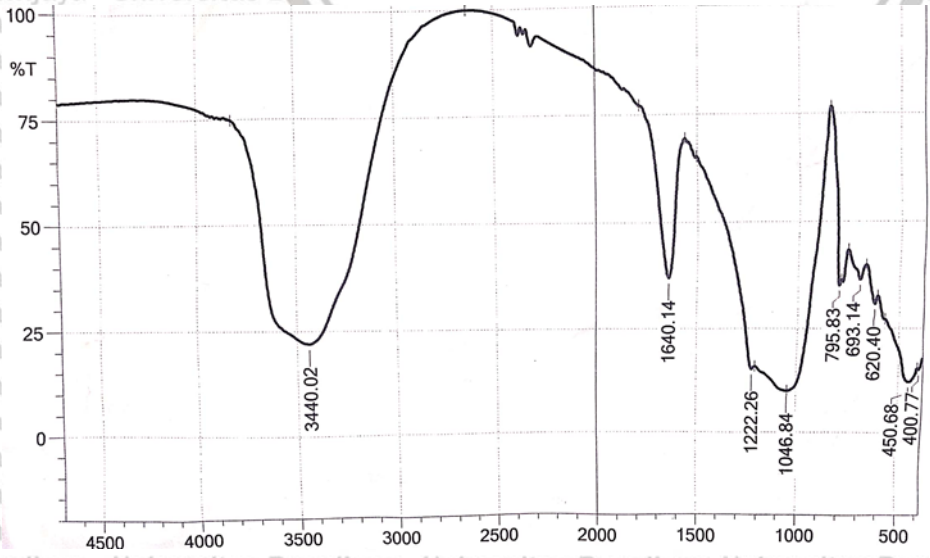


G. Data Karakterisasi

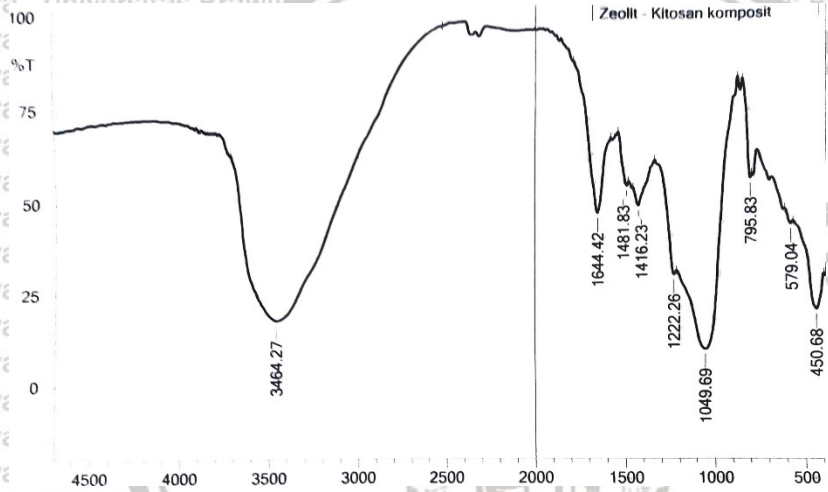
G.1 Spektra IR Zeolit Alam



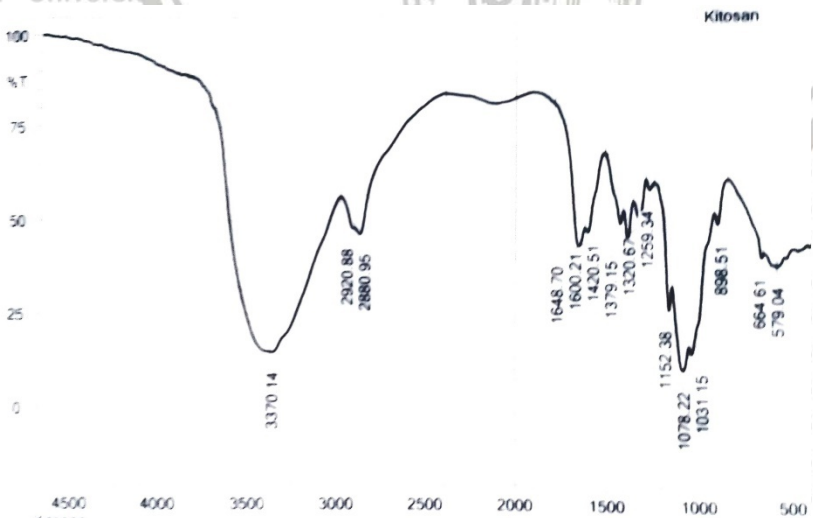
G.2 Spektra IR Zeolit Aktif



F.3 Spektra IR Komposit ZK

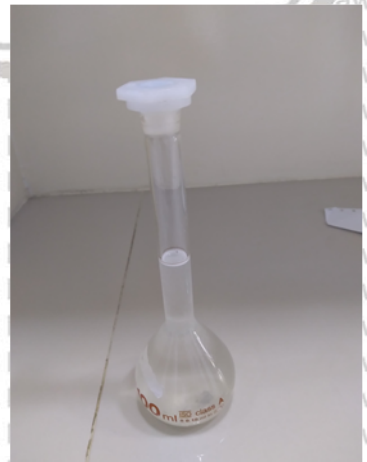
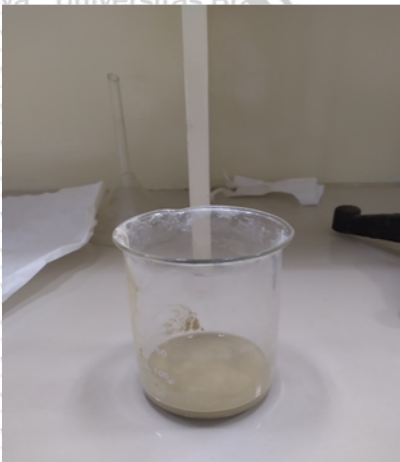
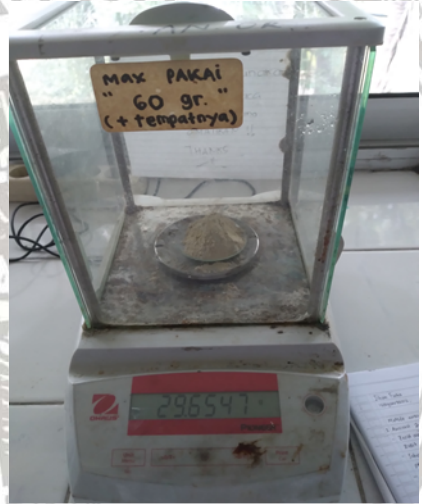


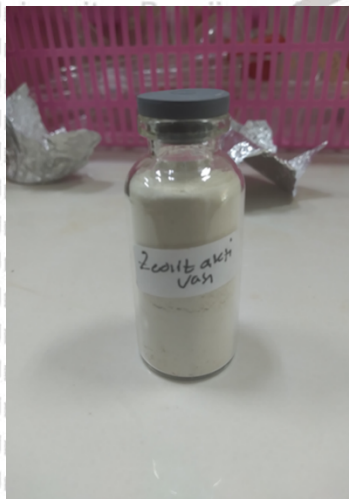
G.4 Spektra IR Kitosan



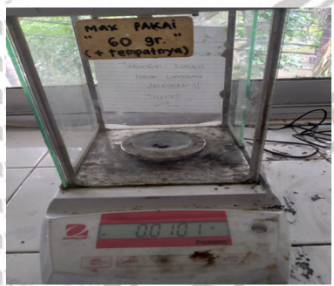
H. Dokumentasi

H.1 Aktivasi Zeolit





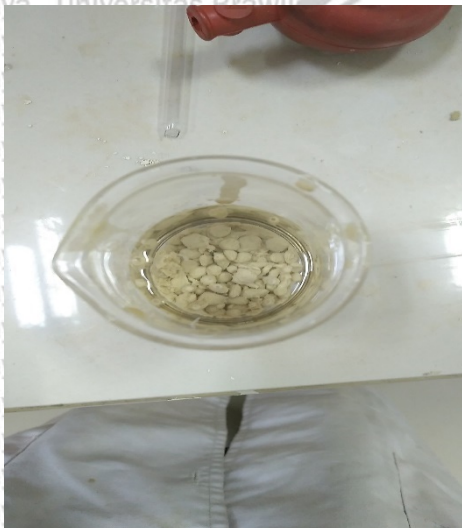
H.2 Pembuatan larutan ditizon



H.3 Pembuatan Larutan Baku

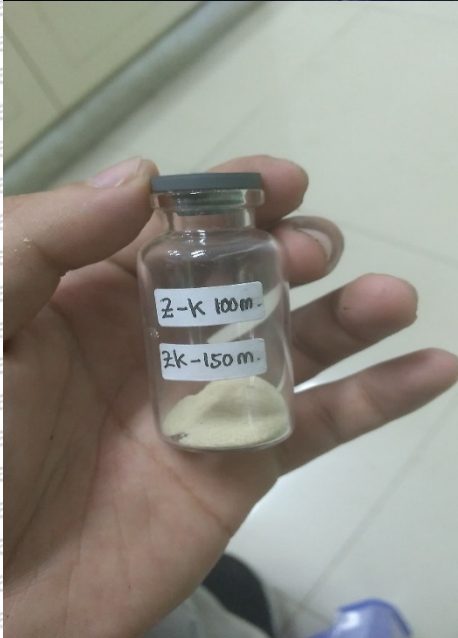


H. Pembuatan Komposit ZK



AS BRAWIJAYA





AS BRAWIJAYA



