

**PENGGUNAAN KITOSAN BERTAUTAN SILANG UNTUK  
PEMEKATAN PERAK(I) SECARA  
EKSTRAKSI FASA PADAT**

**SKRIPSI**

oleh :

**ENI EKA SARI**

**0510920022-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2009**

**PENGGUNAAN KITOSAN BERTAUTAN SILANG UNTUK  
PEMEKATAN PERAK(I) SECARA  
EKSTRAKSI FASA PADAT**

**SKRIPSI**

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

oleh :  
**ENI EKA SARI**  
**0510920022-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2009**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**PENGUNAAN KITOSAN BERTAUTAN SILANG UNTUK  
PEMEKATAN PERAK(I) SECARA  
EKSTRAKSI FASA PADAT**

oleh :

**ENI EKA SARI**  
**0510920022-92**

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

**Pembimbing I**

**Pembimbing II**

**Akhmad Sabarudin, Dr.Sc**  
**NIP. 132 158 727**

**Dr. Hermin Sulistyarti**  
**NIP. 131 759 832**

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

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS**  
**NIP. 131 653 134**

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : **Eni Eka Sari**  
NIM : **0510920022-92**  
Jurusan : **Kimia**  
Penulis skripsi berjudul :

**”Penggunaan Kitosan Bertautan Silang untuk Pemekatan Perak(I) Secara Ekstraksi Fasa Padat”**

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, Juni 2009**  
**Yang menyatakan,**

**(Eni Eka Sari)**  
**NIM. 0510920022-92**

# **PENGGUNAAN KITOSAN BERTAUTAN SILANG UNTUK PEMEKATAN PERAK(I) SECARA EKSTRAKSI FASA PADAT**

## **ABSTRAK**

Perak(I) pada konsentrasi yang tinggi bersifat racun dan karsinogenik bagi kesehatan manusia. Secara umum, perak(I) ditemukan dalam konsentrasi yang sangat rendah di lingkungan perairan. Oleh karena itu, suatu metode pemekatan diperlukan untuk penentuan perak(I). Pada penelitian ini, pemekatan perak(I) dilakukan secara ekstraksi fasa padat menggunakan kitosan yang ditaut silangkan dengan EGDE. Sampel air dilewatkan melalui kolom mini yang berisi kitosan bertautan silang kemudian dilakukan pengukuran menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang terhadap Ag(I) diperoleh sebesar 49,091 mg/g. Parameter-parameter yang mempengaruhi metode ini, meliputi pH adsorpsi, konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub>, laju alir sampel Ag(I), laju alir eluen HNO<sub>3</sub>, dan volume eluen HNO<sub>3</sub> terhadap pemekatan Ag(I), telah dipelajari secara rinci. Diperoleh hasil bahwa Ag(I) dapat teradsorpsi secara optimum pada pH 6 dan mudah diperoleh kembali menggunakan eluen HNO<sub>3</sub> 1 M. Laju alir sampel Ag(I) dan laju alir eluen HNO<sub>3</sub> optimum yang diperoleh adalah 20 µL/s, dengan volume eluen HNO<sub>3</sub> optimum sebesar 5 mL. Pengaruh matriks sampel air dipelajari dengan menggunakan matriks air laut buatan dan diperoleh hasil bahwa kitosan bertautan silang dapat memperkecil keberadaan logam-logam alkali dan alkali tanah, Na (92,04 %), K (98,40 %), dan Ca (99,01 %). Oleh karena itu, metode ini sangat baik untuk diaplikasikan pada pemekatan dan penentuan Ag(I) dalam beberapa sampel air, antara lain sampel air kolam renang, sampel air ledeng, sampel air mineral, dan sampel air sungai.

**Kata kunci:** Perak(I), Pemekatan, Kitosan, Kitosan bertautan silang, SSA

# THE USE OF CROSS-LINKED CHITOSAN FOR PRECONCENTRATION OF SILVER(I) BY SOLID PHASE EXTRACTION

## ABSTRACT

Silver(I) in high concentration is toxic and carcinogenic for human health. In general, silver(I) is found at very low concentrations in natural water. Therefore, preconcentration method is required for the determination of silver(I). In this experiments, preconcentration of silver(I) was performed by solid phase extraction using chitosan cross linked with EGDE. The water samples were passed through a mini column packed with cross-linked chitosan before their measurement by Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). The adsorption capacity of cross-linked chitosan toward Ag(I) is 49.091 mg/g. The parameters affected to this method, which include adsorption of pH, concentration of eluent HNO<sub>3</sub>, flow rate of Ag(I) sample, flow rate of HNO<sub>3</sub> eluent, and volume of HNO<sub>3</sub> eluent to preconcentration of Ag(I), were investigated in detail. The results showed that Ag(I) can be adsorbed quantitatively at pH 6 and easily recovered by 1 M of HNO<sub>3</sub>. The optimum flow rate as well as eluent flow rate was 20 µL/s, along with the eluent volume of 5 mL. The effect of matrices water samples was studied using artificial sea water and the result showed that cross-linked chitosan can remove alkali and alkaline earth metals, Na (92,04 %), K (98,40 %), and Ca (99,01 %). Therefore, the proposed method was successfully applied to preconcentration and determination of Ag(I) in several water samples, such as swimming pool water sample, tap water sample, mineral water sample, and river water sample.

**Keywords:** Silver(I), Preconcentration, Chitosan, Cross-linked chitosan, AAS

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir berjudul **Penggunaan Kitosan Bertautan Silang untuk Pemekatan Perak(I) Secara Ekstraksi Fasa Padat**. Maksud dan tujuan penulisan tugas akhir ini adalah sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Ilmu Kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulisan tugas akhir ini tidak lepas dari bantuan banyak pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Akhmad Sabarudin, Dr.Sc. selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Hermin Sulistyarti selaku Dosen Pembimbing II dan Dosen Penasehat Akademik, atas bimbingan, dukungan, nasehat dan perhatian yang telah diberikan kepada penulis selama menempuh studi di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
3. 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.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
6. Kedua orang tua dan seluruh keluarga yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian, kasih sayang, dan nasehat, serta dukungan hingga terselesaikannya tugas akhir ini.
7. Teman-teman di Jurusan Kimia dan segenap pihak yang telah memberikan dorongan dan bantuan.

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

Malang, Juni 2009

Penulis

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Perak merupakan salah satu unsur yang efektif untuk mencegah pertumbuhan dan reproduksi dari bakteri, sehingga banyak digunakan sebagai desinfektan air, seperti dalam kolam renang dan air minum (Niven, 2005). Konsentrasi maksimum perak yang terdapat dalam kolam renang untuk mengontrol pertumbuhan bakteri adalah 0,02-0,04 ppm (*Environmental Protection Agency*, 1980). Perak tidak menyebabkan masalah yang serius bagi kesehatan manusia pada konsentrasi kurang dari 0,05 ppm, akan tetapi pada konsentrasi yang lebih tinggi perak berbahaya bagi kesehatan manusia karena bersifat racun dan karsinogenik, ion-ion perak memiliki afinitas yang tinggi dengan gugus-gugus merkaptan dan gugus-gugus amina, oleh karena itu dapat membentuk kompleks dengan asam amino, asam-asam nukleat dan senyawa-senyawa lain dalam tubuh. Perak biasanya dapat berinteraksi dengan nutrisi, khususnya selenium, tembaga, vitamin E, dan vitamin B<sub>12</sub>, pada mamalia. Perak dengan konsentrasi 1,2-4,9 ppb dapat menyebabkan kematian beberapa jenis tanaman akuatik dan hewan invertebrata. Konsentrasi perak yang aman dalam lingkungan perairan adalah kurang dari 0,6 ppb (Eisler, 1996 dan Lenntech, 2008).

Perak secara umum ditemukan dalam konsentrasi yang sangat rendah di lingkungan perairan, selain itu adanya berbagai macam ion pengganggu yang terdapat dalam sampel air dapat mengganggu analisis perak, sehingga analisis perak tidak dapat dilakukan secara langsung menggunakan alat deteksi, seperti Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Oleh karena itu untuk melakukan penelitian terhadap konsentrasi perak di dalam lingkungan perairan diperlukan suatu metode penelitian yang sangat sensitif dan selektif serta bebas gangguan. Beberapa upaya dilakukan untuk meningkatkan konsentrasi perak dalam sampel, antara lain menggunakan ekstraksi pelarut (Moawed, *dkk.*, 2005), membran cair berpendukung (Filho, 2006), resin penukar ion (Zolotov, 1978), maupun ekstraksi fasa padat (Katarina *et al.*, 2006). Ayata, *et al.* (2007) melakukan ekstraksi fasa padat dengan menggunakan *N,N*-dibutyl-*N*<sup>1</sup>-benzoylthiourea (DBBT) yang diimpregnasikan ke dalam matriks polimer, Amberlite XAD-16, yang menghasilkan

kapasitas adsorpsi 12,405 mg/g resin. Ekstraksi fasa padat merupakan metode yang paling efisien dalam pemekatan perak jika dibandingkan dengan metode-metode lain yang telah disebutkan, sebab memiliki kemampuan adsorpsi yang baik, mempunyai efisiensi pemisahan yang besar, memiliki laju reaksi yang tinggi, dan membutuhkan sedikit pereaksi (Katarina *et al.*, 2006).

Kitosan dapat dijadikan adsorben dalam ekstraksi fasa padat yang dapat menyerap ion-ion logam berat seperti Zn, Cd, Pb, Cu, Mg, Fe dalam air (Knoor, 1984). Situs aktif dari kitosan baik dalam bentuk  $\text{NH}_2$  atau dalam keadaan terprotonasi  $\text{NH}_3^+$  mampu mengadsorpsi logam-logam berat melalui mekanisme pembentukan khelat dan/atau penukar ion. Akan tetapi, kitosan memiliki sifat yang mudah larut dalam asam asetat, dan juga terlarut sebagian dalam asam encer, seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HClO}_4$ , dan lain-lain, sehingga penggunaan kitosan secara langsung sebagai adsorben akan menjadi kurang efektif. Kitosan juga dapat mengalami penggembungan (*swelling*) dalam aplikasinya, oleh karena itu untuk mengatasi kekurangan-kekurangan kitosan tersebut, perlu dilakukan modifikasi terhadap kitosan dengan mereaksikannya dengan pereaksi pembentuk tautan silang (*cross-linker agent*) untuk membentuk kitosan bertautan silang (*Cross-linked Chitosan, CCTS*). Kitosan bertautan silang stabil secara kimia sehingga tidak larut atau rusak dalam kondisi ekstrim seperti dalam asam-asam pekat ataupun dalam basa-basa pekat. Modifikasi kitosan melalui pembentukan tautan silang akan mempertahankan kemampuan adsorpsi kitosan untuk berbagai macam logam berat. Kitosan bertautan silang sebagai adsorben dalam ekstraksi fasa padat juga dapat mengurangi adanya gangguan dari keberadaan matriks-matriks air yang dapat mengganggu analisis menggunakan SSA (Sabarudin, *et al.*, 2005).

Wang, *et al.* (2005), melakukan pembentukan kitosan bertautan silang dengan menggunakan pereaksi pembentuk tautan silang berupa glioksal pada gugus amina,  $-\text{NH}_2$  dari kitosan, sedangkan gugus alkohol primer,  $-\text{CH}_2\text{OH}$  yang digunakan sebagai adsorben logam berat. Hal ini dapat mengakibatkan kemampuan adsorpsi kitosan bertautan silang menjadi berkurang sebab gugus amina merupakan gugus aktif dalam proses adsorpsi karena dapat membentuk kompleks yang stabil dengan beberapa logam transisi melalui pembentukan khelat.

Berdasarkan uraian di atas, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis kitosan bertautan silang dengan menggunakan *ethyleneglikoldiglycidylether* (EGDE) sebagai pereaksi pembentuk tautan silangnya pada gugus  $-CH_2OH$  kitosan sedangkan gugus  $-NH_2$  kitosan dibiarkan bebas sehingga dapat membentuk kompleks dengan ion logam Ag.

Setelah dilakukan pembentukan tautan silang pada kitosan, kemudian dilakukan pemekatan perak(I) melalui proses adsorpsi dengan fasa diam kitosan bertautan silang dan eluen  $HNO_3$ . Pemilihan  $HNO_3$  sebagai eluen karena  $HNO_3$  tidak menimbulkan gangguan yang cukup besar dalam proses analisisnya (Katarina, *et al.*, 2006). Proses pemekatan perak(I) dilakukan dengan menggunakan alat *Automated Pretreatment System* (APS), dimana seluruh proses dikontrol oleh komputer. Keuntungan penggunaan APS adalah proses yang cepat untuk pemekatan dan penentuan Ag(I) dari sampel, memerlukan sedikit pereaksi, dan limbah yang dihasilkan sedikit. Berdasarkan pengaruh pH adsorpsi, konsentrasi eluen, laju alir sampel, laju alir eluen, dan volume eluen maka perlu dilakukan pengkajian kondisi optimum pemisahan meliputi pH adsorpsi, konsentrasi eluen, laju alir sampel, laju alir eluen, dan volume eluen serta dilakukan uji pemekatan perak pada kondisi optimum tersebut. Kemudian dilakukan aplikasi pemekatan perak pada beberapa sampel air di daerah kota Malang, seperti air kolam renang, air sungai, air ledeng, dan air mineral.

## **1.2. Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan permasalahan yang akan diteliti adalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah karakteristik adsorben kitosan bertautan silang hasil sintesis?
2. Bagaimanakah kondisi optimum untuk melakukan *recovery* Ag(I) menggunakan kitosan bertautan silang?
3. Bagaimanakah aplikasi kitosan bertautan silang untuk pemekatan Ag(I) dalam sampel air?

## **1.3. Batasan Masalah**

1. Karakteristik kitosan bertautan silang yang diteliti dalam penelitian ini meliputi penentuan gugus fungsi menggunakan

- spektrofotometer infra merah, uji kelarutan, dan penentuan kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang terhadap logam Ag(I).
2. Eluen yang digunakan dalam elusi adalah  $\text{HNO}_3$ .
  3. Sampel air yang digunakan berasal dari beberapa lingkungan perairan di kota Malang, seperti air kolam renang, air sungai, air ledeng, dan air mineral.

#### 1.4. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini meliputi:

1. Mengetahui karakteristik adsorben kitosan bertautan silang hasil sintesis.
2. Menentukan kondisi optimum *recovery* Ag(I) menggunakan kitosan bertautan silang yang meliputi pH adsorpsi, konsentrasi eluen, laju alir sampel, laju alir eluen, dan volume eluen.
3. Mengaplikasikan kitosan bertautan silang untuk pemekatan Ag(I) dalam sampel air.

#### 1.5. Manfaat

Manfaat dari dilakukannya penelitian ini antara lain:

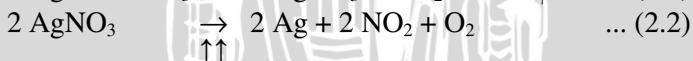
1. Menghasilkan resin pengkhelat dari kitosan yang stabil secara kimia.
2. Mengetahui mekanisme *recovery* Ag(I) menggunakan kitosan bertautan silang.
3. Menghasilkan metode pemekatan dan penentuan Ag(I) yang sensitif, teliti, dan akurat.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Perak

Perak mempunyai simbol kimia Ag yang berasal dari huruf latin “*Argent*”. Logam ini lebih keras dibandingkan dengan emas, tetapi lebih lunak dibandingkan dengan tembaga (Anonymous<sup>(c)</sup>, 2006). Logam perak berwarna putih dan sangat mengkilap terutama setelah digosok, serta merupakan konduktor terbaik kedua setelah emas. Perak tergolong logam yang kurang aktif dan pada kondisi normal tidak terpengaruh oleh udara (Bintoro, 1998).

Kelimpahan perak di alam sangat rendah. Dalam kulit bumi kandungan perak 10-100 ppm, sedangkan di perairan laut sekitar 0,04 ppm. Dalam bijih emas, perak terdapat sebagai logam ikutan sebanyak 13,2 % sebagai *sylvanite* (AuAgTe<sub>4</sub>) dan 8219,7 g/ton dalam bijih emas manganese. Sekitar 75 % produksi perak merupakan hasil samping dari pengolahan bijih Cu, Pb, Zn, dan Cd. Hanya sekitar 25 % perak merupakan hasil primer (Johnstone dan Johnstone, 1961). Salah satu garam dari perak yang paling banyak ditemukan adalah perak nitrat yang dapat dihasilkan dari pelarutan logam perak dalam asam nitrat, ditunjukkan pada reaksi 2.1. Seperti kebanyakan garam-garam nitrat, perak nitrat larut dalam air, dengan adanya pemanasan akan terdekomposisi menghasilkan nitrogen dioksida dan oksigen, serta menyisakan logam perak, yang ditunjukkan pada reaksi 2.2 (Wood dan Holliday, 1967).



Logam perak banyak digunakan sebagai campuran logam (*alloy*), material pelapis, ornamen, katalis, biosensor, baterai, industri film, dan dalam bidang kedokteran. Perak nitrat banyak digunakan dalam elektroplating, pengecatan, dan proses-proses kimia (Sadrnezhady, *et al.*, 2006). Kemurnian dari perak yang paling tinggi adalah 99,99 % (biasanya dianggap sebagai 100 %). Akan tetapi, karena kelunakannya dan kemudahannya untuk rusak, maka perak murni sangat jarang digunakan (Anonymous<sup>(c)</sup>, 2006).

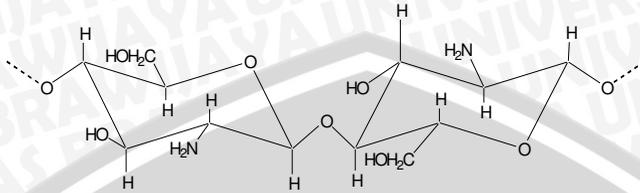
Selain itu, karena salah satu sifat dari logam perak yang dapat mengganggu produksi DNA dan mempercepat fase kematian bakteri, maka perak dapat digunakan sebagai bahan desinfektan air (*International Non-toxic Water-treatment Association*, 2005). Desinfeksi merupakan suatu proses pengontrolan terhadap jumlah mikroorganisme dan partikulat sehingga dapat mengurangi bahayanya bagi kesehatan manusia (Niven, 2005). Sebagai desinfektan dalam air minum, konsentrasi perak yang diizinkan adalah 0,05 ppm, jika melebihi konsentrasi tersebut maka perak dapat berikatan dengan tembaga dalam makanan pada proses pemanasan air (Lenntech, 2008). Proses kerja desinfektan meliputi 5 tahapan (Metcalf dan Eddy, 2003):

1. Merusak dinding sel bakteri.
2. Merubah permeabilitas sel.
3. Merubah sifat koloid protoplasma.
4. Merubah struktur DNA dan RNA.
5. Menghalangi aktivitas enzim dari bakteri.

Oksida perak bersifat racun karena dapat menyebabkan iritasi pada mata, saluran pernafasan, dan kulit (Lenntech, 2008).

## **2.2. Pembentukan Kitosan Bertautan silang**

Kitosan merupakan hasil deasetilasi kitin yang diisolasi dari kulit dan kepala kelompok hewan avertebrata berkulit keras (*crustaceae*), serangga dan beberapa mikroorganisme dengan cara demineralisasi dan deproteinasi. Kitosan mempunyai gugus aktif  $-NH_2$  yang dapat terprotonasi menjadi  $-NH_3^+$  sehingga mampu mengadsorpsi logam-logam berat seperti Zn, Cd, Pb, Cu, Mg, Fe dalam air melalui mekanisme pembentukan khelat dan/atau penukar ion (Knoor, 1984). Kapasitas adsorpsi logam perak oleh kitosan adalah 100 mg/g (Matis, *et al.*, 2001). Struktur dari kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.1. (Roberts, 1992). Gugus amina kitosan pada umumnya efektif mengikat ion logam, membentuk kompleks yang stabil dengan ikatan koordinasi. Elektron dari nitrogen mewakili gugus amina dapat membentuk ikatan dengan ion logam transisi. Pada pH lebih netral ion logam dimungkinkan untuk lebih mudah teradsorpsi oleh kitosan (Chui, *et al.*, 1996).



**Gambar 2.1.** Struktur kitosan

Nilai pKa kitosan adalah 6,3 (House dan Smith, 2004) atau berkisar antara 6,3-7 (Beppu dan Santana, 2002). Pada  $\text{pH} < \text{pKa}$  gugus  $-\text{NH}_2$  akan lebih banyak membentuk  $-\text{NH}_3^+$  dan sebaliknya pada  $\text{pH} > \text{pKa}$  maka  $-\text{NH}_3^+$  yang terbentuk sedikit (Ruiz, 2002). Proses protonasi gugus  $-\text{NH}_2$  kitosan menjadi  $-\text{NH}_3^+$  ditunjukkan pada reaksi 2.3-2.6 (Roberts, 1992).



$$K_b = \frac{[-\text{NH}_3^+][\text{OH}^-]}{[-\text{NH}_2]} \quad \text{p}K_b = -\log K_b \quad \dots (2.4)$$

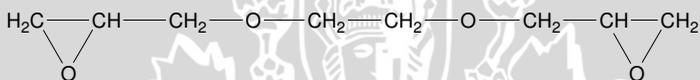


$$K_a = \frac{[-\text{NH}_2][\text{H}_3\text{O}^+]}{[-\text{NH}_3^+]} \quad \text{p}K_a = -\log K_a \quad \dots (2.6)$$

Kitosan merupakan polimer yang dapat larut dalam larutan asam. Kelarutan kitosan dalam larutan asam dapat dihindari dengan cara melakukan pembentukan tautan silang pada kitosan (Ruiz, 2002). Beberapa pereaksi pembentuk tautan silang pada kitosan digunakan untuk menjaga kestabilan kitosan dalam larutan asam. Kitosan bertautan silang selain tidak larut dalam asam juga memiliki sifat mekanik yang lebih kuat (Chiou dan Li, 2002). Pereaksi yang dapat digunakan untuk pembentukan tautan silang pada kitosan antara lain epiklorohidrin (Chiou dan Li, 2002), heksametilendiisosiyanat (Inoue, *et al.*, 1993), glutaraldehid (Yang

dan Zall, 1984), glioksal (Wang, *et al.*, 2005). Molekul-molekul tersebut merupakan pembentuk tautan silang yang baik, namun tidak cukup aman digunakan karena sifatnya yang beracun (Devika dan Varsha, 2006).

Penggunaan EGDE sebagai pereaksi pembentuk tautan silang pada kitosan dapat menjaga kestabilan fasa padat kitosan sehingga tidak larut atau rusak dalam kondisi ekstrim seperti dalam asam-asam pekat, begitu juga tidak terjadi pembengkakan (*swelling*) dalam basa-basa pekat. Dengan demikian, modifikasi kitosan melalui pembentukan tautan silang akan mengurangi kelarutan kitosan dalam larutan asam sehingga dapat diaplikasikan untuk adsorpsi berbagai macam logam berat dalam kondisi yang ekstrim (Sabarudin *et al.*, 2005). Gambar 2.2. menunjukkan struktur dari EGDE.



**Gambar 2.2.** Struktur EGDE

Pembentukan kitosan bertautan silang dilakukan dengan cara mereaksikan kitosan dengan pereaksi pembentuk tautan silang EGDE pada gugus alkohol primer kitosan, sedangkan gugus amina kitosan dibiarkan dalam keadaan bebas. Gugus amina dari kitosan merupakan gugus aktif dalam proses adsorpsi karena dapat membentuk kompleks yang stabil dengan beberapa logam transisi melalui pembentukan ikatan koordinasi (Sabarudin *et al.*, 2005).

### **2.3. Ekstraksi Fasa Padat**

Ekstraksi fasa padat merupakan salah satu teknik pemisahan suatu komponen dari larutan campuran menggunakan fasa padat sebagai adsorben (Lewis, 1993). Ekstraksi ini banyak digunakan sebagai teknik pemekatan untuk analisis sejumlah kecil sampel. Prinsip dari ekstraksi fasa padat adalah perpindahan analit dari fasa cair ke dalam sisi aktif fasa padatan. Perpindahan ini dipercepat dengan pemilihan kondisi optimal yang tepat pada sistem yang meliputi 3 komponen utama, yaitu fasa cair (eluen), analit, dan adsorben (fasa padat). Analit yang akan dipisahkan dimasukkan ke dalam kolom yang berisi fasa padat sebagai adsorben, kemudian

diadsorpsi dan diekstraksi kembali dengan suatu eluen yang tepat untuk kemudian dianalisis (Zougagh, *et al.*, 2005).

Beberapa keuntungan dari penggunaan ekstraksi fasa padat jika dibandingkan dengan ekstraksi cair-cair antara lain: faktor pemekatan dan efisiensi yang besar, dapat digunakan berulang kali dan sederhana dalam pemakaian. Variasi material seperti resin polimer, penukar ion, modifikasi silika, alumina, dan karbon aktif dapat digunakan (Ayata, *et al.*, 2007).

Mekanisme pemisahan yang digunakan pada ekstraksi fasa padat meliputi adsorpsi atau pertukaran ion. Pertukaran ion digunakan jika senyawa yang akan dipisahkan berupa anion atau kation. Adsorpsi digunakan untuk memisahkan senyawa yang dapat mengalami interaksi dengan adsorben sesuai sifat kepolaran adsorben yang digunakan (Anonymous<sup>(a)</sup>, 1998). Adsorpsi yang terjadi pada padatan disebabkan oleh gaya interaksi atom-atom atau molekul-molekul pada permukaan padatan (Prayoga, 1981).

Adsorpsi adalah pengambilan komponen dari gas atau cairan dengan penyerapan oleh suatu padatan. Pada penyerapan, zat yang diserap menempel pada permukaan padatan dan juga permukaan pori-pori padatan namun tidak sampai ke dalam padatan. Oleh karena itu, dalam adsorpsi terjadi proses perpindahan massa dan penyerapan di permukaan (fisis atau kimiawi). Langkah-langkah yang terjadi pada adsorpsi menggunakan adsorben padatan berpori adalah (Sediawan, 2000):

- Perpindahan zat dari cairan atau gas ke permukaan luar butir adsorben.
- Perpindahan massa zat (difusi) dari permukaan padatan ke bagian dalam padatan melewati cairan/gas dalam pori.
- Perpindahan massa zat dari cairan/gas dalam pori ke permukaan dinding pori.
- Penyerapan pada permukaan pori.

Secara umum adsorpsi dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisis dan adsorpsi kimia (Prayoga, 1981). Adsorpsi fisis adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan karena adanya gaya tarik Van Der Waals atau ikatan hidrogen (Oscik, 1982). Pada adsorpsi ini adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga dapat bergerak ke bagian permukaan adsorben yang lain. Adsorpsi fisis biasanya bersifat bolak-balik karena adsorbat dapat dilepas kembali

dengan adanya penurunan tekanan gas dan penurunan konsentrasi larutan. Menurut Parker (1984), panas adsorpsi fisika adalah 15-20 kkal/mol atau 63-84 kJ/mol.

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang melibatkan interaksi yang lebih kuat antara adsorbat dengan adsorben sehingga adsorbat tidak bebas bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian yang lain. Adsorpsi ini biasanya bersifat tidak bolak-balik. Adsorben harus dipanaskan pada temperatur tinggi untuk memisahkan adsorbat. Panas kimia lebih besar daripada adsorpsi fisika yaitu 86-126 kJ/mol (Parker, 1984). Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi antara lain:

- a. Luas permukaan adsorben  
Luas permukaan adsorben yang merupakan luas per satuan massa adsorben ( $m^2/g$ ) akan sangat berpengaruh terutama untuk tersedianya tempat adsorpsi. Makin besar luas permukaan adsorben, makin besar pula adsorpsi yang terjadi, dengan kata lain adsorpsi sebanding dengan luas permukaan (Weber, 1977).
- b. Jenis adsorben  
Jenis adsorben menyangkut sifat khas dari suatu adsorben untuk menyerap adsorbat. Adsorben yang polar cenderung menyerap adsorbat yang polar (Weber, 1977).
- c. Kemurnian adsorben  
Kemurnian adsorben dapat ditingkatkan melalui aktifitas. Biasanya adsorben buatan lebih sering digunakan daripada adsorben alam, karena kemurnian adsorben buatan lebih tinggi (Weber, 1977).
- d. Ukuran molekul adsorbat  
Untuk adsorbat tertentu, makin besar ukuran molekul maka adsorpsi akan semakin baik (Weber, 1977).
- e. Temperatur  
Reaksi yang terjadi pada adsorpsi biasanya eksotermis. Kecepatan adsorpsi akan meningkat pada temperatur yang lebih rendah dan akan turun pada temperatur lebih tinggi (Weber, 1977).
- f. Keasaman adsorbat  
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 (Weber, 1977).

g. Konsentrasi adsorbat

Adsorpsi akan meningkat dengan kenaikan konsentrasi adsorbat. Adsorpsi akan tetap jika terjadi keseimbangan antara konsentrasi adsorbat yang diserap dengan konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan (Sawyer dan Mc. Carty, 1987).

h. Waktu kontak

Waktu kontak diperlukan untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi (Sawyer dan Mc. Carty, 1987).

Adsorben dikarakterisasi melalui ciri-ciri permukaan dan polaritasnya. Permukaan spesifik adsorben yang luas cenderung memberikan kapasitas adsorpsi yang besar. Kapasitas adsorpsi dari adsorben merupakan nilai dari jumlah substansi adsorbat yang diadsorpsi oleh adsorben dari larutan yang jenuh. Kepolaran permukaan adsorben memiliki gaya gabung dengan substansi polar seperti air dan alkohol. Adsorben yang memiliki sifat polar disebut hidrofilik, sedangkan adsorben yang bersifat non polar disebut hidrofobik (Rousseau, 1987 dan Marganof, 2003). Suatu material adsorben yang baik seharusnya terdiri dari suatu matriks penyerap yang stabil dan tidak larut dalam fase gerak (Wang dan Zhang, 2006).

Proses kedua pada ekstraksi fasa padat adalah proses desorpsi. Desorpsi yaitu proses pelepasan kembali molekul adsorbat yang telah diadsorpsi oleh permukaan adsorben (Castellan, 1984). Kesetimbangan adsorpsi terjadi bila proses adsorpsi dan desorpsi terjadi pada waktu dan kecepatan yang sama, sehingga diharapkan pada waktu tersebut, banyaknya molekul-molekul adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben sama dengan molekul adsorbat yang dilepaskan kembali (Avery, 1989).

## 2.4. Resin Pengkhelat

Suatu ion (atau molekul) kompleks terdiri dari satu atom (ion pusat) dan sejumlah ligan yang terikat erat dengan atom (ion) pusat itu. Molekul ataupun ion yang bertindak sebagai ligan umumnya mengandung suatu atom elektronegatif, seperti nitrogen, oksigen atau salah satu halogen. Ligan yang hanya memiliki satu pasangan elektron menyendiri, misalnya  $\text{NH}_3$ , disebut unidentat. Ligan yang memiliki dua gugus yang mampu membentuk dua ikatan dengan

atom pusat disebut bidentat. Cincin heterosiklik yang dibentuk oleh antaraksi sebuah ion logam dengan dua gugus fungsional dalam ligan yang sama disebut cincin sepit (*chelate ring*), molekul organiknya adalah zat penyepit, dan kompleks tersebut disebut senyawa sepit atau khelat (*chelate*) (Day dan Underwood, 1996 dan Vogel, 1990). Suatu senyawa khelat dapat terbentuk jika ion atau senyawa koordinasi terikat pada atom pusat melalui dua ikatan sedemikian rupa menghasilkan suatu cincin tertutup (Wood dan Holliday, 1967).

Stabilitas khelat berhubungan dengan jumlah atom dalam cincin khelat. Ligan monodentat yang memiliki satu atom koordinasi seperti  $H_2O$  dan  $NH_3$  lebih mudah diputuskan dengan proses kimia yang lain, sedangkan pengkhelat polidentat akan mendonorkan berbagai ikatan untuk ion logam menghasilkan kompleks yang lebih stabil (Anonymous<sup>(d)</sup>, 2008).

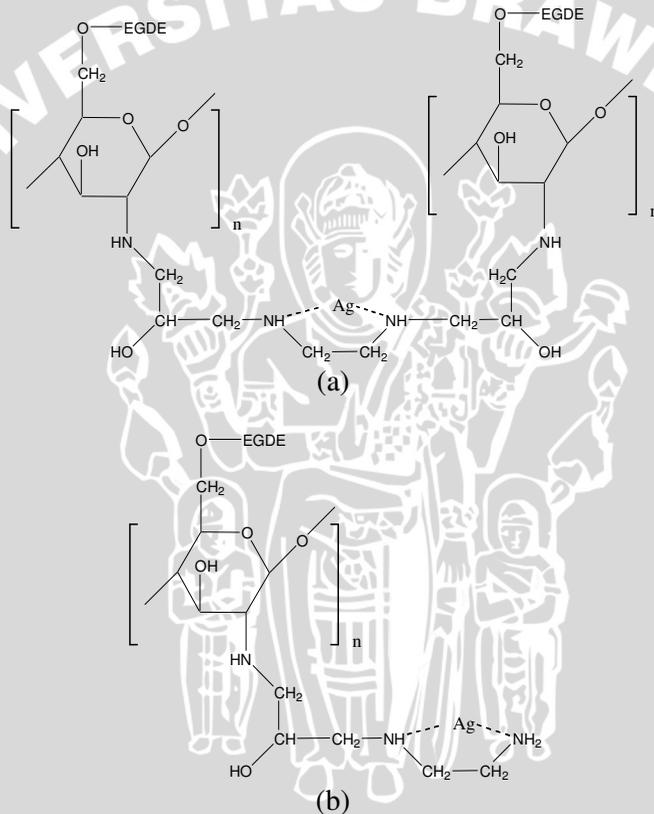
Resin pengkhelat sering digunakan untuk tahap pemekatan, pemisahan, dan *recovery* logam dalam kimia analitik. Perkembangan resin pengkhelat dalam ekstraksi fasa padat (SPE) sangat diperlukan karena memiliki kemampuan adsorpsi yang baik, tidak banyak mengalami gangguan dari ion-ion pengganggu lain, mempunyai efisiensi pemisahan yang besar, memiliki laju reaksi yang tinggi, dan dapat digabungkan dengan beberapa metode deteksi. Resin pengkhelat dapat disintesis melalui imobilisasi agen pengkhelat pada polimer pendukung (Sabarudin, *et al.*, 2007).

## 2.5. Mekanisme Adsorpsi Ion Logam pada Kitosan

Penggunaan metode pembentukan khelat memberikan manfaat yang sangat besar pada proses adsorpsi ion logam, yaitu dapat membentuk struktur tiga dimensi dari molekul khelat dan pembentukan khelat dari ion yang memiliki ukuran spesifik dengan adanya ion-ion lain yang berbeda dalam jumlah besar (Deans dan Dixon, 1992). Ion logam dapat membentuk khelat dengan kitosan baik pada gugus  $-NH_2$  atau gugus  $-NH$  pada rantai kitosan (Findon *et al.*, 1993).

Pada pH rendah gugus amina kitosan akan mengalami protonasi sehingga mengurangi pembentukan khelat logam dengan kitosan dalam adsorpsi ion logam. Oleh karena itu dapat dikatakan bahwa khelat logam dengan kitosan terjadi pada pH mendekati netral (Schmuhl, *et al.*, 2001). Logam perak dapat diadsorpsi oleh kitosan bertautan silang pada pH 5-7 (Gao, *et al.*, 2000).

Katarina *et al.*, (2006) menyebutkan bahwa pembentukan kompleks kitosan bertautan silang yang telah dimodifikasi lebih lanjut dengan menggunakan etilendiamin terhadap logam perak diduga seperti pada Gambar 2.3. Ion logam Ag akan berikatan dengan dua buah atom nitrogen yang berasal dari etilendiamin membentuk suatu kompleks khelat yang stabil. Pembentukan kompleks khelat antara kitosan bertautan silang dengan ion logam Ag diduga juga memiliki struktur yang hampir sama.



**Gambar 2.3.** Pembentukan khelat kitosan bertautan silang-etilendiamin dengan ion  $Ag^+$  (a dan b)

Susunan pelarut atau eluen merupakan salah satu peubah yang mempengaruhi pemisahan. Eluen harus memiliki sifat-sifat, antara lain: murni, sesuai dengan detektor, dapat melarutkan analit,

mempunyai viskositas rendah, dan memungkinkan memperoleh kembali analit dengan mudah (jika diperlukan) (Johnson dan Stevenson, 1991). Pemilihan eluen merupakan sesuatu yang sangat penting dalam ekstraksi fasa padat terutama dengan menggunakan detektor SSA. Untuk meningkatkan faktor pemekatan logam dari sampel diperlukan suatu eluen yang memiliki kemampuan desorpsi yang cepat terhadap analit dan tidak menimbulkan gangguan dalam proses analisisnya. Selain itu juga diperlukan penentuan konsentrasi dan volume eluen optimum yang harus digunakan (Dadfarnia, *et al.*, 2006).

Proses perolehan kembali (desorpsi)  $\text{Ag}^+$  dapat dilakukan dengan menggunakan eluen berupa larutan asam-asam kuat maupun pereaksi pengompleks seperti etilendiamin (Sphigun dan Zolotov, 1998). Asam kuat yang baik untuk melakukan elusi  $\text{Ag}^+$  adalah dengan menggunakan asam nitrat, karena asam nitrat tidak menimbulkan gangguan yang cukup besar dalam proses analisisnya (Katarina *et al.*, 2006). Eluen  $\text{HNO}_3$  menunjukkan atomisasi yang stabil dalam nyala pada analisis menggunakan SSA, sehingga baik digunakan untuk desorpsi logam (Kim, *et al.*, 2006).

Perak dapat menghasilkan endapan jika direaksikan dengan ion  $\text{Cl}^-$  membentuk  $\text{AgCl}_{(s)}$  seperti reaksi 2.7.



Selain itu perak juga dapat membentuk endapan dengan ion  $\text{SO}_4^{2-}$  menghasilkan  $\text{Ag}_2\text{SO}_{4(s)}$  seperti reaksi 2.8 (Vogel, 1990).



Dalam analisis menggunakan SSA jika terbentuk suatu senyawa stabil yang sulit didekomposisi oleh nyala, seperti terbentuknya endapan maka akan menyebabkan terjadinya gangguan negatif dalam pengukuran menggunakan SSA (Wiryawan, *et al.*, 2008).

Volume eluen yang digunakan juga dapat mempengaruhi proses elusi yang dilakukan. Semakin besar volume eluen yang digunakan maka akan semakin besar pula ion logam yang dapat terdesorpsi dari kolom (Sabarudin, *et al.*, 2007).

## 2.6. Spektrofotometer Serapan Atom

Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unturnya. Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah dan logam-logam yang membentuk campuran kompleks. Kelebihan-kelebihan dari SSA antara lain analisisnya cepat, sebelum pengukuran tidak selalu diperlukan pemisahan unsur yang akan ditentukan (Khopkar, 1990).

Metode spektrofotometri ini dapat dilakukan untuk analisis kuantitatif dengan cara membuat kurva baku. Kurva baku diperoleh dengan cara membuat larutan baku kemudian menginterpolasikan serapan larutan sampel pada kurva baku, sehingga dapat dihitung konsentrasi sampel (Ewing, 1985).

Prinsip kerja SSA ini yaitu berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Darmono, 1995). Tahap penting dalam penentuan secara SSA adalah atomisasi sebab keberhasilan dalam atomisasi akan berpengaruh terhadap keberhasilan analisa (Skoog, *et al.*, 1998). Pembentukan atom-atom dari larutan zat yang dihisapkan ke dalam pipa kapiler dan disemprotkan ke dalam nyala, melalui tahapan sebagai berikut (Suwarsa, 1987):

a. Pengkabutan

Larutan cuplikan disemprotkan ke dalam ruangan pengkabutan (*spray chamber*). Di dalam ruangan ini sebagian larutan menjadi kabut halus yang diteruskan ke dalam nyala, sebagiannya lagi berupa tetesan-tetesan besar yang jatuh dan keluar dari bagian bawah ruangan ini.

b. Penguapan pelarut (desolvasi)

Kabut halus dari cuplikan masuk ke dalam nyala disusul dengan proses penguapan pelarut, sehingga terjadi butir-butir halus padatan cuplikan.

c. Penguraian zat menjadi atom-atom

Setelah cuplikan berupa butir-butir halus padatan, ada dua kemungkinan: pertama, butir-butir padat tersebut langsung terurai menjadi atom-atom unsur yang akan ditetapkan. Kedua, butir-butir padat tersebut berubah dulu menjadi uap kemudian disusul dengan penguraian menjadi atom-atom. Syarat-syarat analisa dengan menggunakan SSA antara lain

(Loon, 1980):

1. Cahaya yang digunakan harus monokromatis, dimana pada SSA sumber radiasi yang digunakan adalah lampu katoda.
2. Perubahan temperatur nyala dapat mengganggu proses eksitasi sehingga hasil analisis dapat bervariasi. Oleh karena itu proses analisis harus dilakukan secara bersamaan pada temperatur yang sama.
3. Proses analisis dilakukan secara bersamaan pada temperatur yang tetap.
4. Kondisi analisis logam perak meliputi:
  - Panjang gelombang 328,1 nm.
  - Sensitivitas 0,029 µg/mL.
  - Kisaran kerja 1-5 µg/mL.
  - Batas deteksi 0,002 µg/mL.

Pada SSA, hubungan antara absorpsi sinar dan konsentrasi dinyatakan oleh Hukum Lambert-Beer seperti persamaan 2.9.

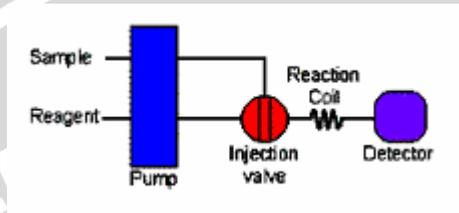
$$A = a.b.c \text{ g/L} \quad \text{atau} \quad A = \epsilon.b.c \text{ mol/L} \quad \dots (2.9)$$

Dimana A adalah absorbansi, a adalah absorptivitas ( $L \text{ g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ), b adalah tebal kuvet (cm), dan c adalah konsentrasi ( $\text{g L}^{-1}$ ) (Khopkar, 1990).

## 2.7. Metode Analisis Berbasis Teknik Alir

Metode analisis berbasis teknik alir (*Flow Based Analytical Methods*) dapat dibedakan menjadi dua macam, yaitu *Flow Injection Analysis* (FIA) dan *Sequential Injection Analysis* (SIA). FIA diperkenalkan oleh Ruzicka dan Hansen pada tahun 1975. FIA merupakan suatu metode untuk melakukan analisis kimia dengan cara mengalirkan pereaksi yang digunakan secara otomatis dan terus-menerus. Adapun keuntungan menggunakan FIA ini antara lain: prinsip dasar FIA mudah dimengerti dan mudah diterapkan,

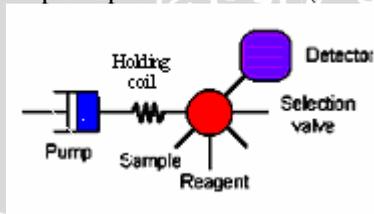
instrumen yang digunakan relatif sederhana, serta dapat digunakan pada banyak prosedur analisis kimia analitik. Gambar 2.4. menunjukkan diagram dari komponen-komponen dasar dan prinsip dasar dari FIA (Anonymous<sup>(b)</sup>, 2003 dan Christensen, 2006).



**Gambar 2.4.** Komponen-komponen dasar dari FIA

Komponen-komponen dasar dari FIA ini antara lain terdiri dari pompa, katup injeksi, detektor, dan berbagai jenis tabung. Pompa digunakan untuk menggerakkan satu atau lebih aliran menuju detektor melalui tabung penampung. Aliran ini dapat berupa pereaksi, pelarut atau larutan buffer. Katup injeksi digunakan untuk memasukkan sampel secara periodik ke dalam aliran pembawa (umumnya < 100  $\mu\text{L}$ ). Sampel ini akan dibawa menuju saluran pereaksi yang berfungsi untuk mencampurkan sampel dan pereaksi serta melakukan reaksi kimia untuk membentuk senyawa yang stabil yang akan dideteksi oleh detektor (Anonymous<sup>(b)</sup>, 2003).

SIA atau sistem injeksi alir merupakan suatu generasi baru dari FIA. Pada SIA, katup pemilih dan pompa dua arah digunakan untuk mempersiapkan sejumlah kecil sampel dan pereaksi, dan kemudian dialirkan melalui saluran pereaksi menuju detektor. Saluran pereaksi berfungsi untuk mencampurkan seluruh pereaksi dan tempat berlangsungnya reaksi sebelum dilakukan pendeteksian dengan detektor. Gambar 2.5. menunjukkan diagram dari komponen-komponen dasar dan prinsip dasar dari SIA (Anonymous<sup>(b)</sup>, 2003).



**Gambar 2.5.** Komponen-komponen dasar dari SIA

Keuntungan menggunakan SIA antara lain: perangkat kerasnya lebih sederhana daripada FIA (satu pompa, satu katup, dan satu aliran pembawa), lebih efisien dalam penggunaan pereaksi dan memperkecil larutan yang dibuang, prosesnya sederhana dan banyak jenisnya sehingga dapat diaplikasikan pada berbagai macam teknik analisis kimia analitik (Christian, 2005).

Metode deteksi yang paling sering dilakukan adalah menggunakan metode fotometri (UV-VIS dan metode-metode baru lainnya). Selain itu FIA dan SIA juga dapat digabungkan dengan detektor lain seperti SSA, spektrometri massa, dan kromatografi gas (Anonymous<sup>(b)</sup>, 2003).

Suatu metode gabungan antara FIA dan SIA yang digabungkan dengan metode pemekatan dan disebut dengan sistem *Automated Online Preconcentration* merupakan metode baru yang dapat dilakukan (Sabarudin, *et al.*, 2006).

Kecepatan laju alir sampel dan laju alir eluen yang digunakan dalam proses adsorpsi menggunakan alat APS akan berpengaruh pada pemekatan ion logam yang terjadi. Semakin lambat laju alir sampel yang digunakan pada saat melewati kolom maka akan semakin besar interaksi antara ion logam yang terdapat pada sampel dengan adsorben sehingga ion logam dapat teradsorpsi secara optimum. Begitu pula pada laju alir eluen, semakin lambat laju alir eluen yang digunakan maka semakin besar ion logam yang dapat terdesorpsi dari kolom, karena waktu kontak antara adsorben dan eluen semakin lama. Akan tetapi pemilihan laju alir juga dapat dipengaruhi oleh waktu yang dibutuhkan untuk melakukan proses elusi, sehingga pemilihan laju alir yang terlalu lambat tidak baik untuk digunakan (Sabarudin, *et al.*, 2007).

## 2.8. Hipotesis

Berdasarkan pendahuluan di atas, dapat disusun hipotesis bahwa kitosan bertautan silang dapat digunakan sebagai fasa diam dalam pemekatan dan penentuan perak(I).

1. Proses adsorpsi perak(I) pada kitosan bertautan silang dipengaruhi oleh pH adsorpsi dan laju alir sampel Ag. Semakin besar pH adsorpsi hingga mendekati nilai pKa kitosan maka semakin besar pula % adsorpsi perak(I) oleh kitosan bertautan silang, dan semakin lambat laju alir sampel

Ag(I) yang melewati kolom maka semakin besar pula % adsorpsi perak yang diperoleh.

2. Proses desorpsi perak(I) pada kitosan bertautan silang dipengaruhi oleh konsentrasi eluen, laju alir eluen, dan volume eluen HNO<sub>3</sub>. Semakin besar konsentrasi dan volume eluen HNO<sub>3</sub> yang digunakan maka semakin besar pula % desorpsi Ag, dan semakin lambat laju alir eluen HNO<sub>3</sub> yang dialirkan melalui kolom maka semakin besar pula % desorpsi perak yang diperoleh.



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan di Laboratorium Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

#### **3.2. Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia pro analisis (p.a) yaitu padatan kitosan (Sigma-Aldrich, Co., Jerman) 80 %, padatan  $\text{AgNO}_3$ , HCl 37 % (SAP Kemika), NaOH (SAP Kemika), EGDE 50 % (Sigma-Aldrich, Jerman), etanol 96 % *extra pure* (SAP Kemika), benzaldehid (Merck Schuchardt OHG, Jerman), 1,4-dioksan anhidrat 99,8 % (Sigma-Aldrich, Jerman),  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100 % (Merck, Jerman),  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % (Merck, Jerman),  $\text{HNO}_3$  65 % (Merck, Jerman),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  95-97 % (Merck, Jerman), NaCl,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{KNO}_3$ , kecuali etanol *technical grade* (SAP Kemika), sampel air kolam renang, sampel air ledeng, sampel air mineral, sampel air sungai, dan akuades yang bukan merupakan bahan kimia pro analisis.

#### **3.3. Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: peralatan gelas, SSA (SHIMADZU-AA-6200), spektrofotometer IR JASCO FT/IR-5300, pemanas listrik (IKAMAG<sup>®</sup>RH), pH meter (InoLab), oven, desikator, neraca analitis Mettler, pengaduk magnetik, botol semprot, bola hisap, kertas saring, corong Buchner, seperangkat alat APS yang terdiri dari pompa (*Syringe Pump/SP*; Hamilton, Reno, Nevada, USA) dengan kapasitas volume 2,5 mL, delapan *selection valve* (SL; Hamilton, Reno, Nevada, USA), dan enam *switching valve* (SV; Hamilton, Reno, Nevada, USA), pompa dan katup dikontrol melalui komputer.

#### **3.4. Tahapan Penelitian**

1. Sintesis fasa diam kitosan bertautan silang menggunakan EGDE sebagai pembentuk tautan silang

2. Penentuan kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang
3. Preparasi kolom
4. Optimasi parameter, meliputi:
  - a. Penentuan pH adsorpsi optimum
  - b. Penentuan konsentrasi eluen optimum
  - c. Penentuan laju alir optimum sampel
  - d. Penentuan laju alir optimum eluen
  - e. Penentuan volume eluen optimum
5. *Removal test* matriks air laut
6. Uji pemekatan Ag(I)
7. Aplikasi kitosan bertautan silang untuk pemekatan dan penentuan konsentrasi Ag(I) dalam beberapa sampel air

### **3.5. Cara Kerja Penelitian**

#### **3.5.1. Sintesis fasa diam kitosan bertautan silang menggunakan EGDE sebagai pembentuk tautan silang**

Prosedur sintesis fasa diam kitosan bertautan silang mengacu pada prosedur sintesis fasa diam kitosan bertautan silang oleh Sabarudin, *et al.* pada tahun 2007 (Sabarudin, *et al.*, 2007). Kitosan yang berupa serpihan (*flake*) ditumbuk dan diayak untuk mendapatkan partikel kitosan dengan ukuran 60-80 mesh, kemudian ditimbang sebanyak 10 g dan disuspensikan dalam 100 mL etanol. Setelah itu, benzaldehid sebanyak 40 mL ditambahkan ke dalam suspensi kitosan. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 12 jam pada temperatur ruang. Setelah reaksi berjalan sempurna, produk disaring dengan menggunakan penyaring gelas dan dicuci dengan etanol dan air masing-masing sebanyak tiga kali. Kemudian, suspensi kitosan tersebut direfluks dengan 15 g EGDE dalam 150 mL dioksan dan 20 mL NaOH 1 M selama 3 jam, sehingga dihasilkan kitosan bertautan silang yang berwarna kuning kecoklatan. Hasil yang diperoleh disaring dan dicuci dengan etanol dan air kembali masing-masing sebanyak tiga kali. Selanjutnya kitosan bertautan silang yang berwarna kuning kecoklatan ditambah dengan 500 mL HCl 0,5 M dan diaduk menggunakan pengaduk magnet pada temperatur ruang selama 12 jam, pengadukan dalam HCl 500 mL ini dilakukan sebanyak dua kali, dan diikuti dengan penyaringan dan pencucian sebanyak tiga kali dengan etanol dan air.

Kitosan bertautan silang hasil sintesis selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer infra merah dan diuji kelarutannya

dalam larutan asam-asam pekat. Uji kelarutan dilakukan dengan cara diambil sedikit kitosan bertautan silang dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan dengan 1 mL asam-asam pekat yaitu HCl pekat (37 %), CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %), HNO<sub>3</sub> pekat (65 %), dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97 %) untuk mengetahui kelarutan kitosan bertautan silang hasil sintesis.

### **3.5.2. Penentuan kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang**

Sebanyak 0,2 g kitosan bertautan silang dimasukkan ke dalam gelas kimia. Ditambahkan 100 mL larutan perak 100 ppm pH 6 ke dalam gelas kimia. Kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet selama kurang lebih 5 jam pada temperatur ruang dengan kecepatan sedang. Setelah dilakukan pengadukan, dibiarkan beberapa saat hingga semua kitosan bertautan silang mengendap, kemudian diambil 1 mL filtrat yang merupakan larutan perak yang tidak teradsorpsi dan diencerkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan HNO<sub>3</sub> 1 M, selanjutnya dilakukan pengukuran konsentrasi menggunakan SSA.

### **3.5.3. Preparasi kolom**

Dalam penelitian ini digunakan metode semi *on line* dimana tahapan penelitian dilakukan dengan menggunakan alat APS yang dikontrol dengan komputer.

Preparasi kolom dilakukan dengan cara memasukkan fasa diam kitosan bertautan silang ke dalam kolom mini sepanjang 4 cm dengan diameter 0,2 cm dan volume 0,1256 cm<sup>3</sup> dalam keadaan kering hingga penuh (massa 0,065 g). Sebelum digunakan, kolom dicuci bersih dengan menggunakan akuades, selanjutnya pada ujung kolom dilapisi dengan kapas untuk menahan fasa diam kitosan bertautan silang. Setelah fasa diam kitosan bertautan silang dimasukkan ke dalam kolom maka ujung kolom lainnya ditutup kembali dengan menggunakan kapas. Selanjutnya kolom tersebut dirangkai pada alat APS.

### 3.5.4. Optimasi parameter

#### 3.5.4.1. Penentuan pH adsorpsi optimum

Penentuan pH adsorpsi optimum dilakukan menggunakan cara semi *on line*, yaitu dengan alat APS yang dirangkai dengan komputer, seperti Gambar 3.1.

Penentuan pH optimum dilakukan melalui 4 tahap berikut:

- Tahap 1: Pengkondisian kolom

Pada tahap ini dilakukan pengkondisian kolom pada pH tertentu dengan cara: SV berada pada posisi mengisi dan pompa mengambil 1500  $\mu\text{L}$  larutan pH 1 untuk dialirkan menuju saluran pereaksi melalui *port 2* dengan laju alir 50  $\mu\text{L s}^{-1}$ , yang kemudian dialirkan melalui *port 1* dengan laju alir 30  $\mu\text{L s}^{-1}$ .

- Tahap 2: Pemisahan dan pemekatan sampel perak

Pada tahap ini dilakukan pengaliran larutan sampel perak ke dalam kolom dengan cara: SV berada pada posisi mengisi dan pompa mengambil 2500  $\mu\text{L}$  larutan sampel perak 0,2 ppm pH 1 untuk dialirkan menuju saluran pereaksi melalui *port 3* dengan laju alir 50  $\mu\text{L s}^{-1}$ , yang kemudian dialirkan ke dalam kolom melalui *port 1* dengan laju alir 30  $\mu\text{L s}^{-1}$  untuk pemekatan perak dan pemisahan matriks. Tahap ini dilakukan sebanyak dua kali untuk mengalirkan larutan sampel perak dengan total volume 5 mL.

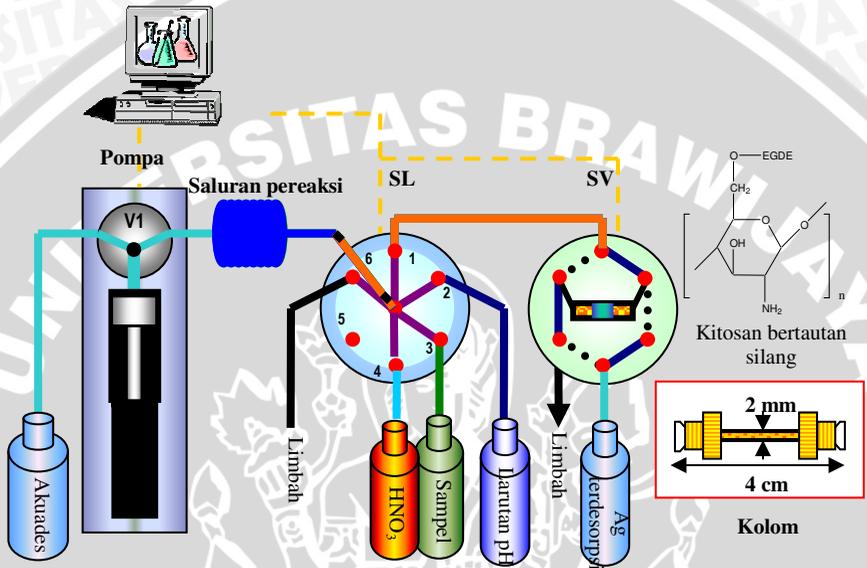
- Tahap 3: Pencucian kolom

Setelah sampel perak dialirkan ke dalam kolom, dilakukan pencucian kolom menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa-sisa perak yang tidak teradsorpsi oleh kitosan. Pencucian kolom dilakukan dengan cara mengalirkan 500  $\mu\text{L}$  akuades melalui pompa dengan laju alir 50  $\mu\text{L s}^{-1}$ , dan kemudian dialirkan ke dalam kolom melalui *port 1* dengan laju alir 30  $\mu\text{L s}^{-1}$  dimana SV berada pada posisi mengisi.

- Tahap 4: Pengelusian

Pada tahap ini dilakukan pengelusian sampel perak dengan cara: SV berada pada posisi mengisi dan pompa mengambil 2500  $\mu\text{L}$  eluen larutan  $\text{HNO}_3$  1 M untuk dialirkan menuju saluran pereaksi melalui *port 4* dengan laju alir 50  $\mu\text{L s}^{-1}$ , kemudian dialirkan melalui *port 1* dengan laju alir 30  $\mu\text{L s}^{-1}$ . Tahap ini dilakukan sebanyak dua kali untuk

mengalirkan eluen  $\text{HNO}_3$  dengan total volume 5 mL. Larutan sampel yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur konsentrasinya dengan menggunakan SSA.



**Gambar 3.1.** Rangkaian alat APS

Langkah di atas diulangi untuk pH 2-9, dengan cara melakukan pengkondisian kolom menggunakan larutan pH 2-9, dengan menggunakan larutan sampel perak sesuai dengan pH yang digunakan untuk mengetahui pH optimum.

### 3.5.4.2. Penentuan konsentrasi eluen optimum

Penentuan konsentrasi eluen optimum dilakukan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada pH optimumnya. Variasi yang dilakukan adalah variasi konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$ , yaitu pengelusan sampel dengan menggunakan eluen  $\text{HNO}_3$  0,1 M; 0,5 M; 1 M; dan 2 M.

#### 3.5.4.3. Penentuan laju alir optimum sampel

Penentuan laju alir optimum sampel dilakukan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya. Variasi yang dilakukan adalah variasi laju alir sampel perak, yaitu pengaliran sampel melalui kolom berisi kitosan bertautan silang dengan menggunakan laju alir sampel perak 5; 10; 20; dan 30  $\mu\text{L s}^{-1}$ .

#### 3.5.4.4. Penentuan laju alir optimum eluen

Penentuan laju alir optimum eluen dilakukan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya. Variasi yang dilakukan adalah variasi laju alir eluen  $\text{HNO}_3$ , yaitu pengelusan sampel melalui kolom berisi kitosan bertautan silang dengan menggunakan laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  5; 10; 20; dan 30  $\mu\text{L s}^{-1}$ .

#### 3.5.4.5. Penentuan volume eluen optimum

Penentuan volume eluen optimum dilakukan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya. Variasi yang dilakukan adalah variasi volume eluen  $\text{HNO}_3$ , yaitu pengelusan sampel melalui kolom berisi kitosan bertautan silang dengan menggunakan volume eluen  $\text{HNO}_3$  1; 2,5; 5; dan 7,5 mL.

### 3.5.5. *Removal test* matriks air laut

*Removal test* matriks air laut dilakukan dengan cara yang sama seperti pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya, dengan sampel yang digunakan adalah campuran matriks air laut. Komposisi campuran matriks air laut yang digunakan adalah Na 11500 ppm, K 3900 ppm, dan Ca 400 ppm. Larutan matriks air laut yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur konsentrasinya dengan menggunakan SSA.

### 3.5.6. Uji pemekatan

Uji pemekatan dilakukan dengan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya, dengan perbedaan terdapat pada sampel perak yang dialirkan. Konsentrasi sampel perak yang digunakan adalah 0,2 ppm sebanyak 5 mL; 0,1 ppm sebanyak 10 mL; dan 0,07 ppm sebanyak 15 mL, kemudian dilakukan elusi menggunakan eluen  $\text{HNO}_3$  dengan konsentrasi dan

volume optimum. Larutan sampel yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur absorbansinya dengan menggunakan SSA.

Absorbansi sampel perak 0,2; 0,1; dan 0,07 ppm tanpa melewati kolom juga diukur menggunakan SSA sehingga faktor pemekatan dapat ditentukan dengan membandingkan absorbansi antara sampel perak yang dilewatkan melalui kolom berisi kitosan bertautan silang dan absorbansi sampel perak tanpa melalui kolom berisi kitosan bertautan silang.

### **3.5.7. Aplikasi kitosan bertautan silang untuk pengukuran konsentrasi Ag(I) dalam sampel air**

Aplikasi kitosan bertautan silang untuk pengukuran konsentrasi perak dalam beberapa sampel air dilakukan dengan menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya, dengan perbedaan terdapat pada volume sampel air yang dialirkan, yaitu sebesar 15 mL, kemudian dilakukan elusi menggunakan eluen HNO<sub>3</sub> dengan konsentrasi dan volume optimum. Perak yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur absorbansinya dengan menggunakan SSA. Sampel air yang digunakan antara lain: sampel air kolam renang, sampel air ledeng, sampel air mineral, dan sampel air sungai. Sampel air ledeng berasal dari air ledeng yang ada di laboratorium kimia analitik jurusan kimia dan sampel air sungai berasal dari anak sungai Brantas yang berada di daerah Sengkaling.

Penentuan perak dalam sampel air juga dilakukan melalui *spike method* sampel dengan cara menambahkan sejumlah perak ke dalam sampel air yang dianalisis dengan konsentrasi kurang lebih sama dengan konsentrasi perak yang ditemukan dalam sampel air lingkungan tersebut, pada penelitian ini ditambahkan perak dengan konsentrasi 0,01 ppm. Kemudian dilakukan pengaliran volume sampel sebesar 15 mL dan dilakukan proses elusi menggunakan cara yang sama pada prosedur 3.5.4.1. pada kondisi optimumnya. Perak yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur konsentrasinya dengan menggunakan SSA.

### 3.6. Analisis Data

#### 3.6.1. Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi

Persamaan regresi linier digunakan untuk membuat kurva baku perak(I). Secara umum bentuk persamaan regresi linier adalah  $y = ax$ , dimana  $y$  adalah absorbansi, dan  $x$  adalah konsentrasi perak(I) yang terukur. Nilai koefisien  $a$  dihitung dengan persamaan 3.1.

$$a = \frac{\sum x.y}{\sum x^2} \quad \dots (3.1)$$

sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan 3.2.

$$R^2 = \frac{\sum x.y}{\sqrt{\sum x^2 . \sum y^2}} \quad \dots (3.2)$$

Persamaan regresi linier larutan baku perak(I) yang diperoleh digunakan untuk menentukan kadar perak(I) setelah terdesorpsi.

#### 3.6.2. Perhitungan nilai rata-rata dan standar deviasi (SD)

##### 3.6.2.1. Perhitungan nilai rata-rata

Perhitungan nilai rata-rata dihitung dengan menggunakan rumus 3.3.

$$\bar{x} = \frac{(x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n)}{n} \quad \dots (3.3)$$

dimana:

$\bar{x}$  = nilai rata-rata

$x_n$  = ulangan ke- $n$

$n$  = banyaknya ulangan

### 3.6.2.2. Perhitungan standar deviasi (SD)

Perhitungan standar deviasi (SD) dihitung dengan menggunakan rumus 3.4.

$$\begin{aligned}SD &= \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2 \\ &= \sqrt{\frac{((x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_i - \bar{x})^2)}{N-1}} \dots (3.4)\end{aligned}$$

dimana:

SD = nilai standar deviasi

$\bar{x}$  = nilai rata-rata

$x_i$  = ulangan ke-n

N = banyaknya ulangan

### 3.6.3. Penentuan jumlah Ag(I) yang teradsorpsi pada sistem kolom

Jumlah perak(I) yang teradsorpsi oleh kitosan bertautan silang pada sistem kolom dapat dihitung menggunakan rumus 3.5.

$$\% \text{ adsorpsi} = \frac{(C_o - C_s)}{C_o} \times 100 \% \dots (3.5)$$

dimana:

$C_o$  = Konsentrasi Ag(I) sebelum teradsorpsi (mg/L)

$C_s$  = Konsentrasi Ag(I) sesudah terdesorpsi (mg/L)

### 3.6.4. Penentuan % recovery perak (I)

Jumlah perak(I) yang dapat diperoleh kembali setelah diadsorpsi oleh kitosan bertautan silang pada sistem kolom dapat dihitung menggunakan rumus 3.6.

$$\% \text{ recovery} = \frac{A_s}{A_o} \times \frac{V_e}{V_s} \times 100 \% \dots (3.6)$$

dimana:

As = Absorbansi Ag(I) sesudah terdesorpsi

Ao = Absorbansi Ag(I) sebelum teradsorpsi

Vs = Volume sampel yang digunakan (mL)

Ve = Volume eluen HNO<sub>3</sub> yang digunakan (mL)

### 3.6.5. Perhitungan kapasitas adsorpsi

Kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang dapat dihitung dengan menggunakan rumus 3.7.

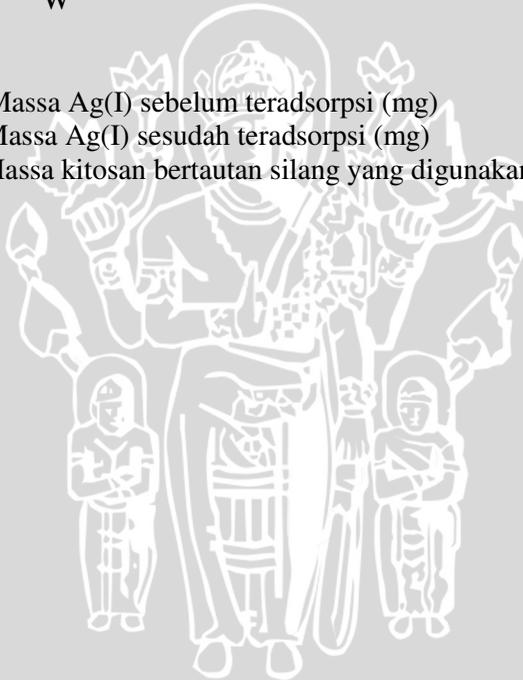
$$Q_0 = \frac{(C_0 - C_s)}{W} \quad \dots (3.7)$$

dimana:

C<sub>0</sub> = Massa Ag(I) sebelum teradsorpsi (mg)

C<sub>s</sub> = Massa Ag(I) sesudah teradsorpsi (mg)

W = Massa kitosan bertautan silang yang digunakan (g)



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

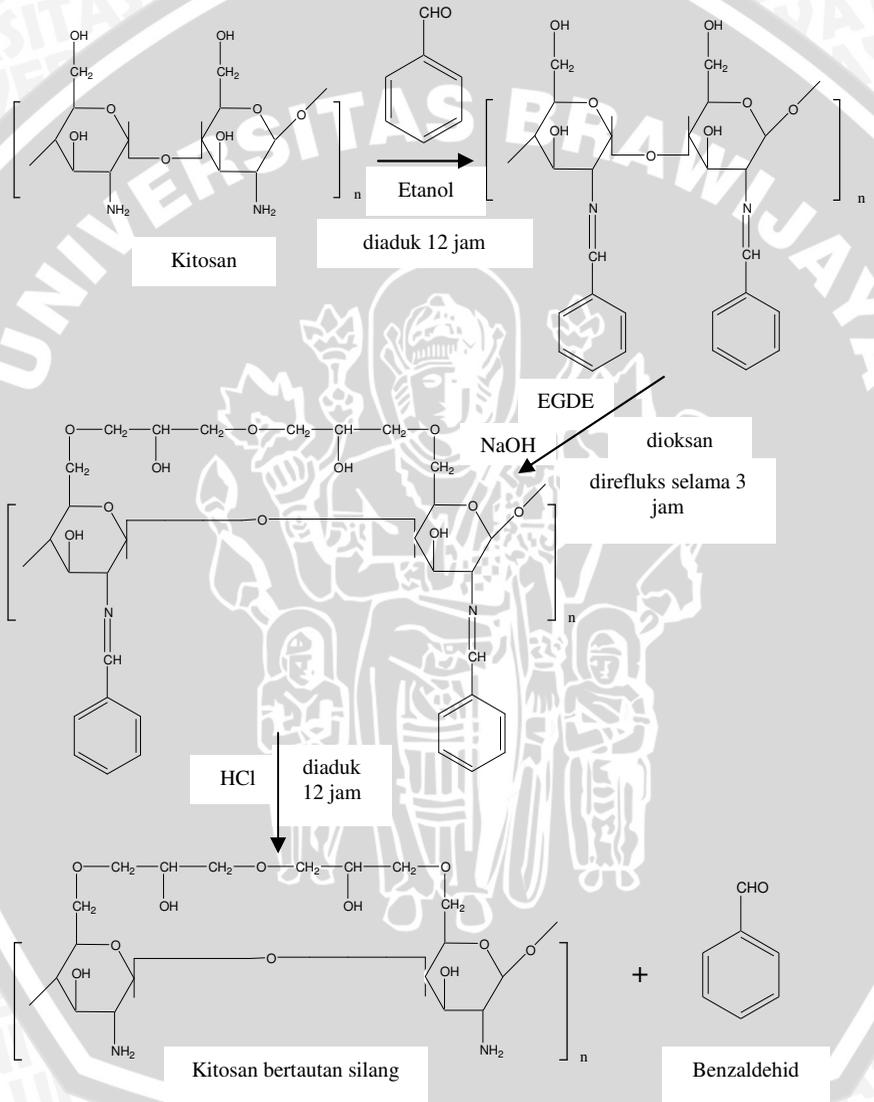
Pada penelitian ini dilakukan pemekatan logam perak(I) secara ekstraksi fasa padat menggunakan kitosan bertautan silang sebagai materi fasa diam (adsorben). Secara garis besar, penelitian ini terdiri dari enam tahapan, yaitu sintesis adsorben kitosan bertautan silang menggunakan EGDE sebagai pembentuk tautan silang, karakterisasi kitosan bertautan silang, optimasi parameter meliputi pH adsorpsi; konsentrasi eluen; laju alir sampel; laju alir eluen; dan volume eluen HNO<sub>3</sub>, uji pemekatan, *removal test* matriks air laut dan aplikasi pemekatan serta penentuan perak pada beberapa sampel air di daerah kota Malang, seperti air kolam renang, air sungai, air ledeng, dan air mineral.

### 4.1. Sintesis Kitosan Bertautan silang

Pembentukan tautan silang pada kitosan dilakukan dengan tujuan untuk mengurangi kelarutan kitosan dalam larutan asam, serta mencegah terjadinya penggembungan (*swelling*).

Kitosan bertautan silang sebagai fasa diam dibuat dari kitosan yang mula-mula disuspensikan dalam etanol dan direaksikan dengan benzaldehid untuk melindungi gugus amina kitosan membentuk suatu gugus imina (basa *Schiff*), dengan cara melakukan pengadukan selama 12 jam pada temperatur ruang. Benzaldehid dipilih sebagai pelindung gugus amina karena bersifat elektrofilik sehingga mudah untuk berikatan dengan gugus amina kitosan yang memiliki pasangan elektron bebas. Kitosan yang gugus aminanya telah dilindungi oleh benzaldehid kemudian direfluks dengan EGDE sebagai pereaksi pembentuk tautan silang, dalam dioksan dan NaOH selama 3 jam sehingga akan dihasilkan kitosan bertautan silang yang berwarna kuning kecoklatan. Pembentukan tautan silang akan terjadi pada gugus alkohol primer ( $-CH_2OH$ ) dari kitosan karena gugus amina ( $-NH_2$ ) kitosan telah dilindungi oleh benzaldehid. Selanjutnya, benzaldehid yang melindungi gugus amina melalui pembentukan gugus imina dilepaskan melalui reaksi hidrolisis asam dengan cara melakukan pengadukan dalam 500 mL HCl 0,5 M selama 12 jam, sehingga gugus amina kitosan dapat dibiarkan dalam keadaan bebas. Pada saat dilakukan pengadukan dengan HCl 0,5 M, tercium bau menyengat dari benzaldehid yang menandakan bahwa benzaldehid

telah terlepas dari gugus  $-NH_2$  kitosan. Tautan silang pada permukaan fasa diam akan mengurangi kelarutan kitosan dalam larutan asam dan mencegah terjadinya pengembangan (*swelling*). Mekanisme pembuatan kitosan bertautan silang ditunjukkan pada Gambar 4.1.

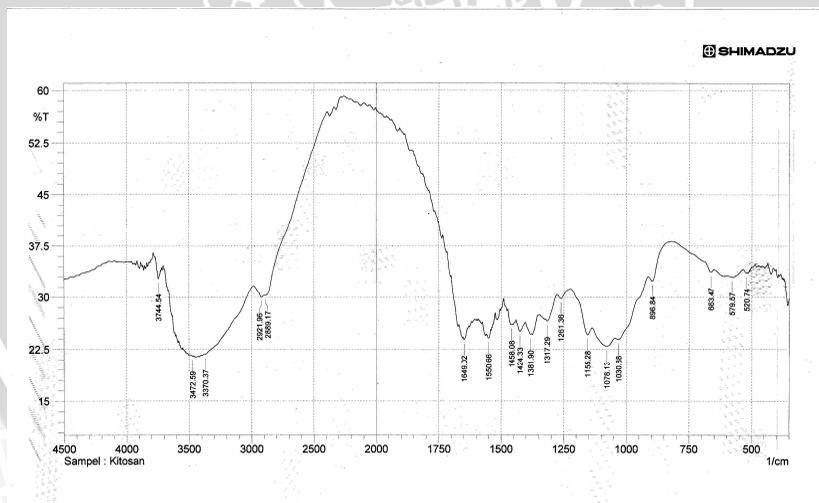


**Gambar 4.1.** Mekanisme pembentukan kitosan bertautan silang

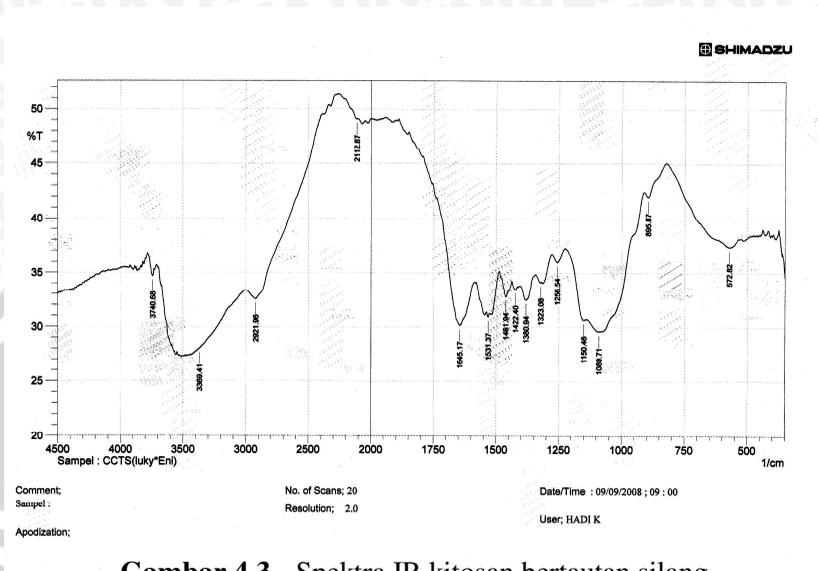
Pembentukan tautan silang menggunakan EGDE dilakukan pada gugus alkohol primer ( $-\text{CH}_2\text{OH}$ ) dari kitosan dan tidak pada gugus amina ( $-\text{NH}_2$ ) kitosan, hal ini dilakukan karena gugus amina  $-\text{NH}_2$  kitosan merupakan gugus aktif dalam proses adsorpsi sehingga dapat membentuk kompleks yang stabil dengan beberapa logam transisi melalui pembentukan khelat.

#### 4.2. Karakterisasi Kitosan Bertautan silang

Perubahan dari kitosan menjadi kitosan bertautan silang dapat diidentifikasi dengan menggunakan spektrofotometer infra merah. Identifikasi dengan menggunakan spektrofotometer infra merah bertujuan untuk memperoleh keterangan mengenai keberadaan gugus fungsional dari suatu molekul. Hal ini dikarenakan setiap gugus fungsional memiliki daerah vibrasi yang khas (Sastrohamidjojo, 2001). Adsorpsi ion logam perak oleh kitosan bertautan silang diperkirakan terjadi akibat keberadaan gugus amina ( $-\text{NH}_2$ ) dan gugus hidroksil ( $-\text{OH}$ ) pada kitosan bertautan silang, hal ini perlu dikaji dengan melakukan karakterisasi terhadap adsorben kitosan bertautan silang dengan pengamatan spektra pada daerah bilangan gelombang  $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ . Spektra IR dari kitosan dan kitosan bertautan silang disajikan pada Gambar 4.2 dan Gambar 4.3.



Gambar 4.2. Spektra IR kitosan



**Gambar 4.3.** Spektra IR kitosan bertautan silang

Berdasarkan spektra IR pada Gambar 4.2. dan Gambar 4.3., maka dapat diinterpretasikan gugus fungsional yang terdapat pada kitosan dan kitosan bertautan silang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Pada kitosan bertautan silang teridentifikasi adanya pita serapan pada bilangan gelombang  $3369,41 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur gugus O-H alkohol sekunder. Alkohol sekunder juga ditunjukkan dengan adanya serapan C-O yang *overlap* dengan gugus -C-N- dari amina dan C-O eter pada  $1089,71 \text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi ulur dari C-H ( $\text{sp}^3$ ) ditunjukkan dengan adanya pita serapan pada  $2921,96 \text{ cm}^{-1}$ , vibrasi  $\text{CH}_2$  tekuk ditunjukkan pada pita serapan  $1461,94 \text{ cm}^{-1}$ , dan vibrasi  $\text{CH}_3$  tekuk ditunjukkan pada pita serapan  $1380,94 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan N-H dari amina primer ditunjukkan oleh adanya pita serapan pada  $3369,41 \text{ cm}^{-1}$  yang *overlap* dengan gugus O-H dari alkohol sekunder sehingga tidak tampak adanya pita serapan kembar yang seharusnya dihasilkan oleh gugus N-H dari amina primer. Adanya amina primer ini dikuatkan pula dengan munculnya puncak dari vibrasi tekuk N-H pada serapan  $1645,17 \text{ cm}^{-1}$ , serta diperjelas dengan adanya serapan dari vibrasi tekuk C-N pada  $1089,71 \text{ cm}^{-1}$ .

**Tabel 4.1.** Interpretasi spektra IR kitosan dan kitosan bertautan silang

Kitosan		Kitosan bertautan silang	
Gugus Fungsional	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus Fungsional	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
Vibrasi ulur O-H	3472,59	Vibrasi ulur O-H	3369,41
Vibrasi ulur C-H (sp <sup>3</sup> )	2921,96	Vibrasi ulur C-H (sp <sup>3</sup> )	2921,96
Vibrasi ulur N-H	3472,59	Vibrasi ulur N-H	3369,41
Vibrasi tekuk N-H	1649,02	Vibrasi tekuk N-H	1645,17
Vibrasi ulur C-O (alkohol primer)	1030,88	Vibrasi ulur C-O (alkohol primer)	-
Vibrasi ulur C-O (alkohol sekunder)	1078,13	Vibrasi ulur C-O (alkohol sekunder)	1089,71
Vibrasi ulur C-N	1078,13	Vibrasi ulur C-N	1089,71

Setelah membandingkan interpretasi spektra IR dari kitosan dan kitosan bertautan silang dapat diketahui bahwa telah terbentuk tautan silang pada kitosan, dimana perbedaan ini ditunjukkan dengan adanya gugus alkohol primer pada kitosan, sedangkan pada kitosan bertautan silang tidak terdapat gugus alkohol primer karena gugus alkohol primer telah berikatan dengan EGDE membentuk suatu gugus fungsi eter. Gugus alkohol primer pada kitosan ditunjukkan dengan adanya vibrasi ulur gugus O-H alkohol primer pada bilangan gelombang 3472,59 cm<sup>-1</sup>, dan dikuatkan dengan adanya vibrasi ulur C-O alkohol primer pada 1030,88 cm<sup>-1</sup>, sedangkan pada kitosan bertautan silang tidak terdapat serapan C-O alkohol primer dan hanya ada serapan C-O alkohol sekunder. Selain itu, jika dibandingkan intensitas pita serapan dari gugus O-H ulur antara kitosan dan kitosan bertautan silang, maka intensitas pita serapan O-H kitosan bertautan silang akan lebih lemah yang menunjukkan

bahwa pada kitosan bertautan silang tidak terdapat gugus alkohol primer.

Berdasarkan uji kelarutan kitosan bertautan silang dalam asam-asam pekat, antara lain asam asetat, asam klorida, asam nitrat, dan asam sulfat, diperoleh hasil bahwa kitosan bertautan silang yang telah dibuat tidak larut dalam asam-asam tersebut. Kitosan sendiri tanpa adanya tautan silang memiliki sifat yang mudah larut dalam asam asetat, dan juga terlarut sebagian dalam asam encer, seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HClO}_4$ , dan lain-lain. Perbandingan uji kelarutan antara kitosan dan kitosan bertautan silang dapat dilihat pada Tabel 4.2. Uji kelarutan pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan asam-asam pekat dengan tujuan untuk benar-benar mengetahui kelarutan kitosan bertautan silang hasil sintesis dalam larutan asam.

**Tabel 4.2.** Perbandingan uji kelarutan kitosan dan kitosan bertautan silang

Pelarut	Kelarutan	
	Kitosan	Kitosan bertautan silang
HCl pekat (37 %)	Larut	Tidak Larut
$\text{CH}_3\text{COOH}$ pekat (100 %)	Larut	Tidak Larut
$\text{HNO}_3$ pekat (65 %)	Larut	Tidak Larut
$\text{H}_2\text{SO}_4$ pekat (95-97 %)	Tidak Larut	Tidak Larut

Oleh karena itu berdasarkan karakterisasi menggunakan interpretasi spektra IR dan uji kelarutan dapat dinyatakan bahwa telah terbentuk tautan silang pada kitosan yang dapat mengurangi kelarutan kitosan dalam larutan asam serta mencegah terjadinya pengembangan sehingga adsorben kitosan bertautan silang ini dapat diaplikasikan pada lingkungan perairan yang kondisinya asam.

Setiap adsorben memiliki karakteristik tersendiri dalam mengadsorpsi logam (memiliki kapasitas yang berbeda) akibat komposisi yang berbeda yang dimilikinya. Penentuan kapasitas adsorpsi dari suatu adsorben bertujuan untuk mengetahui jumlah ion logam yang dapat diadsorpsi oleh tiap gram adsorben dalam kondisi optimum. Kapasitas adsorpsi adsorben kitosan bertautan silang ditentukan dengan menggunakan sistem pengadukan, dengan cara melakukan pengadukan larutan perak(I) konsentrasi 100 ppm pada

pH 6 dengan kitosan bertautan silang selama kurang lebih 5 jam dengan kecepatan sedang. Kemudian larutan perak yang tidak teradsorpsi diencerkan dan diukur absorbansinya dengan menggunakan SSA (Katarina, *et al.*, 2006).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kapasitas adsorpsi dari kitosan bertautan silang terhadap logam perak sebesar 49,091 mg/g, yang berarti bahwa tiap 1 gram adsorben kitosan bertautan silang mampu mengadsorpsi ion logam Ag maksimum sebesar 49,091 mg. Pada penelitian ini digunakan konsentrasi larutan perak sebesar 100 ppm dengan tujuan konsentrasi perak yang digunakan merupakan konsentrasi yang berlebih sehingga diharapkan seluruh pori kitosan bertautan silang dapat terisi oleh logam perak sehingga kapasitas adsorpsi dari kitosan bertautan silang dapat benar-benar ditentukan. Kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang terhadap logam Ag yang diperoleh cukup besar sehingga dapat dikatakan bahwa adsorben kitosan bertautan silang sangat baik untuk mengadsorpsi logam Ag.

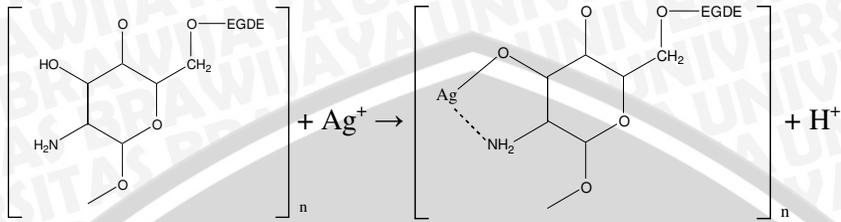
Menurut Matis, *et al.*, (2001) kapasitas adsorpsi kitosan tanpa dilakukan pembentukan tautan silang terhadap logam Ag adalah 100 mg/g. Jika kapasitas adsorpsi kitosan tersebut dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang dengan pereaksi pembentuk tautan silang EGDE, maka kapasitas adsorpsi kitosan tanpa dilakukan tautan silang terhadap logam Ag akan lebih besar. Akan tetapi walaupun memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar, kitosan tanpa tautan silang memiliki kelemahan yaitu tidak dapat diregenerasi atau tidak dapat digunakan berulang kali. Hal ini disebabkan karena kitosan mudah larut dalam beberapa larutan asam dan mudah mengalami penggembungan yang berlebihan menjadi suatu gel (berdasarkan analisis kualitatif). Sehingga aplikasi kitosan tanpa tautan silang terhadap logam Ag hanya dapat digunakan satu kali saja atau dikatakan tidak dapat diregenerasi. Sedangkan kitosan bertautan silang memiliki sifat tidak larut dalam larutan asam dan tidak mengalami penggembungan yang berlebihan sehingga kitosan bertautan silang dapat diregenerasi. Oleh karena itu dalam aplikasinya, kitosan bertautan silang lebih baik digunakan jika dibandingkan dengan kitosan, walaupun kitosan memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih besar. Kitosan bertautan silang memiliki sifat tidak larut dalam larutan asam karena memiliki struktur yang lebih rigid.

### 4.3. Optimasi Parameter

#### 4.3.1. Pengaruh pH adsorpsi

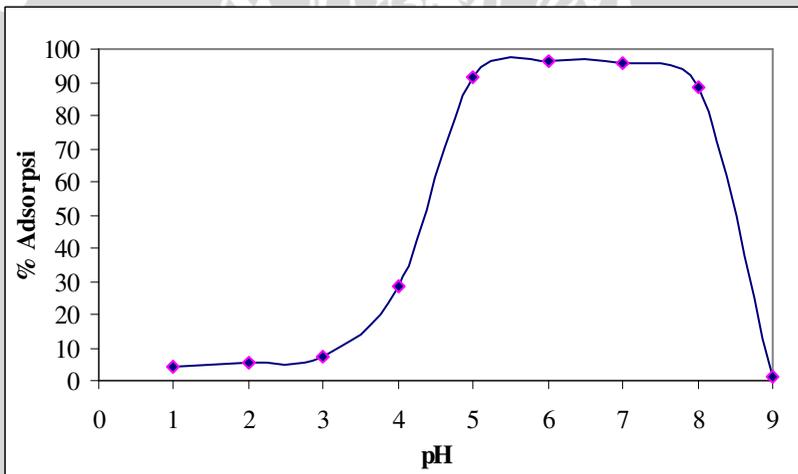
Adsorpsi Ag dengan menggunakan kitosan bertautan silang diperkirakan terjadi akibat adanya gugus aktif, yaitu dengan tersedianya basa Lewis,  $-\text{NH}_2$  dan  $-\text{OH}$  di dalam kitosan bertautan silang yang diharapkan memiliki peranan penting dalam mengikat ion logam Ag melalui mekanisme pembentukan khelat, dan dengan tidak mengabaikan kemungkinan terjadinya adsorpsi secara fisik (gaya Van der Waals). Gugus amina,  $-\text{NH}_2$  dari kitosan dapat berubah muatan tergantung kondisi pH. Nilai konstanta disosiasi intrinsik ( $\text{pK}_a$ ) dari kitosan diperoleh sebesar 6,3-7 (Beppu dan Santana, 2002). Nilai tersebut dihitung berdasarkan nilai  $\text{pK}_a$  gugus  $-\text{NH}_2$ , yang menunjukkan nilai konstanta disosiasi intrinsik dari gugus yang mampu terionisasi. Pada  $\text{pH} < \text{pK}_a$  gugus  $-\text{NH}_2$  akan lebih banyak membentuk  $-\text{NH}_3^+$  dan sebaliknya pada  $\text{pH} > \text{pK}_a$  maka  $-\text{NH}_3^+$  yang terbentuk akan semakin sedikit (Ruiz, 2002).

Gugus  $-\text{NH}_2$  merupakan donor elektron yang berasal dari atom nitrogen, dimana atom nitrogen mempunyai sepasang elektron bebas. Ion  $\text{Ag}^+$  yang memiliki bilangan koordinasi 2 dapat membentuk cincin khelat yang beranggotakan lima dengan gugus  $-\text{NH}_2$  dan  $-\text{OH}$  dari kitosan, dimana ion  $\text{Ag}^+$  akan bertindak sebagai akseptor elektron yang akan menerima elektron dari atom nitrogen, dan pada saat yang bersamaan ion  $\text{Ag}^+$  juga akan menggantikan atom hidrogen dari gugus  $-\text{OH}$  kitosan bertautan silang. Mekanisme adsorpsi kitosan bertautan silang terhadap ion  $\text{Ag}^+$  diduga terjadi seperti Gambar 4.4. Menurut Katarina (2006), pembentukan khelat antara kitosan bertautan silang-etilendiamin dengan ion  $\text{Ag}^+$  ditunjukkan pada Gambar 2.2. yang menunjukkan bahwa ion  $\text{Ag}^+$  berikatan dengan dua atom nitrogen yang berasal dari etilendiamin membentuk khelat. Jika dibandingkan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Katarina tersebut, maka dapat dikatakan tanpa melakukan modifikasi lebih lanjut dari kitosan bertautan silang dengan etilendiamin, kitosan bertautan silang telah memiliki kemampuan adsorpsi yang baik terhadap ion  $\text{Ag}^+$  melalui mekanisme pembentukan khelat.



**Gambar 4.4.** Pembentukan khelat kitosan dengan ion  $\text{Ag}^+$

Kajian pengaruh pH pada adsorpsi ion  $\text{Ag}^+$  oleh kitosan bertautan silang dilakukan pada variasi pH 1-9. Data hasil penelitian tentang pengaruh pH terhadap adsorpsi ion  $\text{Ag}^+$  oleh kitosan bertautan silang disajikan pada Lampiran 5, sedangkan hubungan antara pH adsorpsi dan % adsorpsi Ag ditunjukkan oleh Gambar 4.5.



**Gambar 4.5.** Grafik hubungan antara pH adsorpsi dengan % adsorpsi Ag

Grafik yang diperoleh pada Gambar 4.5. dibuat berdasarkan hasil adsorpsi larutan Ag pada konsentrasi 0,2 ppm dengan keasaman larutan yang divariasi dari pH 1-9. Hasil adsorpsi Ag dihitung berdasarkan % desorpsi yang diperoleh dengan cara melakukan pengelusan Ag menggunakan eluen  $\text{HNO}_3$ .

Gambar 4.5. menunjukkan bahwa pH sangat berpengaruh terhadap adsorpsi ion  $\text{Ag}^+$ . Pada  $\text{pH} < \text{pKa}$  maka gugus  $-\text{NH}_2$  akan terprotonasi menjadi  $-\text{NH}_3^+$  atau dapat dikatakan bahwa akan semakin banyak gugus  $-\text{NH}_3^+$  yang terbentuk sehingga pada keadaan tersebut atom nitrogen akan kekurangan elektron. Hal ini mengakibatkan terjadinya gaya tolak-menolak antara gugus  $-\text{NH}_3^+$  yang kekurangan elektron dengan ion  $\text{Ag}^+$  yang juga kekurangan elektron. Adanya gaya tolak-menolak tersebut menyebabkan hanya sedikit ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat membentuk kompleks khelat dengan kitosan bertautan silang, sehingga ion  $\text{Ag}^+$  tidak dapat teradsorpsi secara baik pada kitosan bertautan silang, hal ini ditunjukkan pada kisaran pH 1-4  $\text{Ag}$  yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang hanya sebesar 4,41-28,25 %.

Semakin besar pH adsorpsi yaitu hingga pH mendekati nilai  $\text{pKa}$  maka akan semakin banyak ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang, hal ini dikarenakan pada kisaran pH tersebut gugus amina  $-\text{NH}_2$  yang terprotonasi menjadi  $-\text{NH}_3^+$  semakin sedikit, atau dapat dikatakan pada kisaran pH tersebut gugus  $-\text{NH}_2$  yang terbentuk semakin banyak sehingga akan semakin banyak ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang melalui mekanisme pembentukan khelat. Hal tersebut ditunjukkan oleh terjadinya peningkatan % adsorpsi yang sangat tajam dari kisaran pH 4-5 pada Gambar 4.5.

Sedangkan pada kisaran pH 5-8, % adsorpsi  $\text{Ag}$  yang diperoleh relatif konstan, hal ini disebabkan karena kisaran pH tersebut merupakan kisaran nilai  $\text{pKa}$  kitosan, sehingga jumlah gugus  $-\text{NH}_2$  yang ada juga relatif sama. Pada kisaran pH 5-8, ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang adalah sebesar 88,59-96,35 %.

Berdasarkan hal tersebut maka dapat diketahui bahwa ion  $\text{Ag}^+$  dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang melalui mekanisme pembentukan khelat dengan gugus amina dan hidroksil kitosan bertautan silang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4. Oleh karena itu, jika pembentukan tautan silang dilakukan pada gugus amina kitosan seperti yang telah dilakukan oleh Wang, *et al.* (2005) maka akan mengurangi kemampuan kitosan dalam melakukan adsorpsi ion logam, karena gugus amina kitosan telah digunakan untuk berikatan dengan pereaksi pembentuk tautan silang, dan gugus  $-\text{CH}_2\text{OH}$  yang dibiarkan berada dalam kondisi bebas. Hal

ini akan mengakibatkan kapasitas adsorpsi kitosan bertautan silang terhadap ion logam akan semakin kecil.

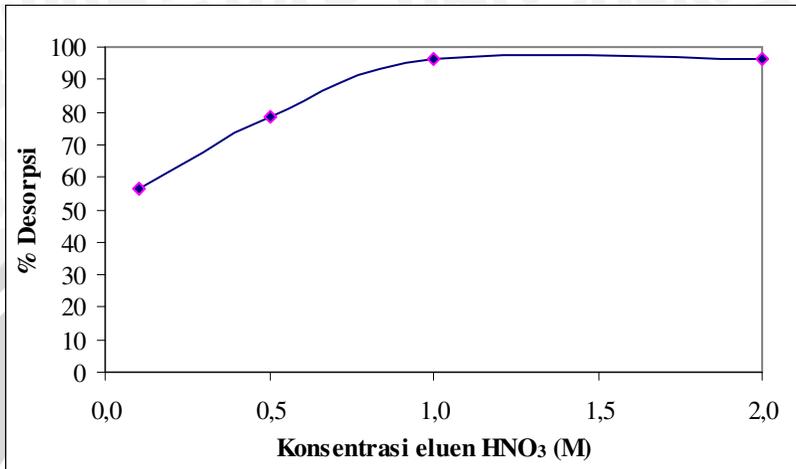
Sedangkan pada kondisi pH yang tinggi (antara  $\text{pH} \geq 9$ ) % adsorpsi mengalami penurunan yang sangat tajam. Pengaruh yang mungkin terjadi yaitu terjadinya reaksi samping yang dapat mengganggu reaksi utama dari proses adsorpsi, yang diduga disebabkan oleh adanya reaksi hidrolisis membentuk senyawa hidroksida.

Hidrolisis terhadap ion  $\text{Ag}^+$  dapat menyebabkan Ag bermuatan netral membentuk  $\text{AgOH}$  sehingga interaksi antara gugus  $-\text{NH}_2$  yang terdapat pada kitosan bertautan silang akan menurun atau bahkan tidak ada interaksi antara Ag dengan kitosan bertautan silang. Keadaan tersebut pada akhirnya akan mempengaruhi proses adsorpsi yang terjadi sehingga adsorpsi Ag oleh kitosan bertautan silang akan berkurang. Selain itu, pada pH yang tinggi, Ag juga dapat membentuk kompleks bermuatan negatif, antara lain  $[\text{Ag}(\text{OH})_2]^-$ ,  $[\text{Ag}_2(\text{OH})_3]^-$ , dan  $[\text{Ag}_3(\text{OH})_4]^-$  (Burrel, *et al.*, 1999). Terbentuknya kompleks bermuatan negatif ini menyebabkan terjadinya gaya tolak menolak antara kompleks Ag yang bermuatan negatif (kelebihan elektron) dengan gugus  $-\text{NH}_2$  dan  $-\text{OH}$  yang memiliki pasangan elektron bebas yang terdapat pada kitosan bertautan silang sehingga Ag tidak dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang.

Berdasarkan analisis di atas maka dapat disebutkan bahwa pH adsorpsi optimum untuk melakukan adsorpsi ion  $\text{Ag}^+$  dengan menggunakan adsorben kitosan bertautan silang adalah pada pH 6, dengan % adsorpsi yang diperoleh sebesar 96,35 %.

#### **4.3.2. Pengaruh konsentrasi eluen $\text{HNO}_3$**

Konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$  merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi % desorpsi Ag oleh kitosan bertautan silang. Data hasil penelitian tentang pengaruh konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap desorpsi Ag oleh kitosan bertautan silang disajikan pada Lampiran 5, sedangkan hubungan antara konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$  dan % desorpsi Ag ditunjukkan oleh Gambar 4.6.



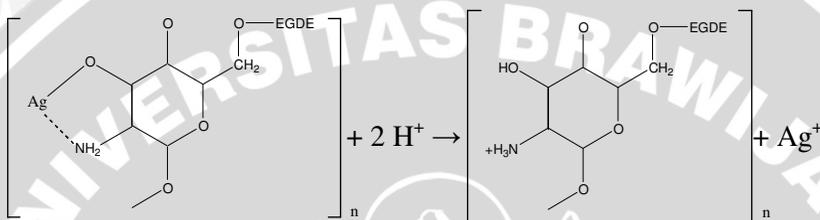
**Gambar 4.6.** Grafik hubungan antara konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> dengan % desorpsi Ag

Grafik yang diperoleh pada Gambar 4.6. dibuat berdasarkan hasil adsorpsi larutan Ag pada konsentrasi 0,2 ppm dengan menggunakan pH adsorpsi optimum yang telah diperoleh yaitu pH 6. Variasi konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> yang digunakan yaitu HNO<sub>3</sub> 0,1; 0,5; 1; dan 2 M.

Grafik hubungan antara konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> dengan % desorpsi Ag pada Gambar 4.6. menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> yang digunakan maka semakin besar pula % desorpsi Ag yang diperoleh, dengan kisaran % desorpsi 56,21-96,35 %. Persen desorpsi maksimum diperoleh pada konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> 1 M yaitu 96,35 %. Pada konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> 2 M juga diperoleh % desorpsi 96,35 % akan tetapi pada penelitian ini dipilih konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> optimum sebesar 1 M karena telah memberikan % desorpsi di atas 90 % terhadap ion Ag<sup>+</sup>. Pemilihan konsentrasi ini juga didasarkan pada efisiensi bahan yang digunakan, jika dengan menggunakan konsentrasi eluen yang rendah dapat diperoleh hasil yang optimum maka konsentrasi tersebut yang dipilih.

Proses desorpsi ion Ag<sup>+</sup> dari kitosan bertautan silang terjadi karena eluen HNO<sub>3</sub> memprotonasi gugus amina, -NH<sub>2</sub> dari kitosan bertautan silang sehingga membentuk gugus -NH<sub>3</sub><sup>+</sup> yang mengakibatkan ikatan khelat ion logam Ag dengan kitosan bertautan silang lepas. Ion logam Ag dapat terlepas dari kitosan bertautan

silang karena mengalami gaya tolak menolak dengan gugus  $\text{-NH}_3^+$  yang kekurangan elektron. Adanya gaya tolak menolak tersebut menyebabkan ion  $\text{Ag}^+$  dapat terdesorpsi dari kitosan bertautan silang. Selain itu  $\text{H}^+$  yang berasal dari eluen  $\text{HNO}_3$  juga akan menggantikan ion  $\text{Ag}^+$  yang terikat melalui pembentukan ikatan dengan atom O dari kitosan bertautan silang. Proses desorpsi ion  $\text{Ag}^+$  pada kitosan bertautan silang ditunjukkan pada Gambar 4.7.



**Gambar 4.7.** Proses desorpsi ion  $\text{Ag}^+$  pada kitosan bertautan silang

Pemilihan  $\text{HNO}_3$  sebagai eluen disebabkan karena  $\text{HNO}_3$  merupakan asam kuat dan tidak menyebabkan gangguan yang cukup besar dalam proses analisisnya menggunakan SSA, karena  $\text{HNO}_3$  menghasilkan serapan blanko yang rendah. Penggunaan asam-asam kuat lain, seperti  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan asam-asam lain dapat menimbulkan gangguan karena asam-asam tersebut akan bereaksi dengan  $\text{Ag}$  membentuk endapan sehingga dapat mengganggu dalam proses analisisnya menggunakan SSA. Adsorpsi ion  $\text{Ag}^+$  oleh kitosan bertautan silang juga dapat terjadi secara fisik yang melibatkan ikatan Van der Waals dan ikatan hidrogen, dimana kedua ikatan ini memiliki kekuatan ikatan yang lemah sehingga untuk melepaskan ion logam  $\text{Ag}$  yang teradsorpsi pada kitosan bertautan silang dibutuhkan eluen dengan konsentrasi yang tidak terlalu tinggi.  $\text{HNO}_3$  akan memperlemah ikatan khelat yang terbentuk, sehingga ion  $\text{Ag}^+$  dapat terelusi dari kitosan bertautan silang.

Berdasarkan hasil penelitian dapat disebutkan bahwa konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$  optimum yang dapat digunakan untuk adsorpsi logam  $\text{Ag}$  dengan menggunakan adsorben kitosan bertautan silang adalah  $\text{HNO}_3$  1 M dengan % desorpsi  $\text{Ag}$  yang diperoleh sebesar 96,35 %.

Kitosan bertautan silang dapat diregenerasi atau digunakan berulang kali karena memiliki struktur yang lebih rigid dibandingkan

kitosan. Untuk melakukan proses adsorpsi selanjutnya, maka kolom yang berisi adsorben kitosan bertautan silang dikondisikan menggunakan larutan pH 6 sehingga gugus  $-\text{NH}_3^+$  dapat terdeprotonasi menjadi gugus  $-\text{NH}_2$ , yang selanjutnya dapat digunakan kembali dalam proses adsorpsi.

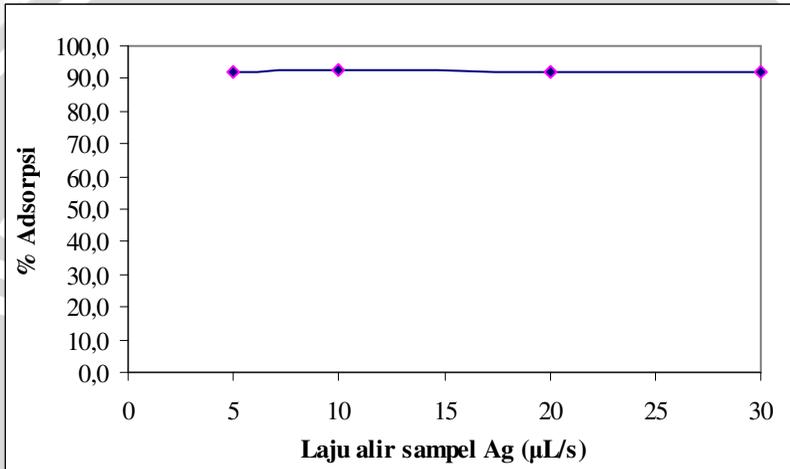
#### 4.3.3. Pengaruh laju alir sampel Ag

Laju alir sampel Ag yang melalui kolom kitosan bertautan silang perlu untuk diteliti karena diharapkan dengan semakin lambatnya laju alir sampel Ag yang melewati kolom maka semakin besar waktu kontak antara kitosan bertautan silang dengan ion  $\text{Ag}^+$  yang mengakibatkan semakin besar pula interaksi antara kitosan bertautan silang dengan ion  $\text{Ag}^+$ , sehingga semakin banyak sampel Ag yang akan teradsorpsi pada kolom. Data hasil penelitian tentang pengaruh laju alir sampel Ag terhadap adsorpsi Ag oleh kitosan bertautan silang disajikan pada Lampiran 5, sedangkan hubungan antara laju alir sampel Ag dan % adsorpsi Ag ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Hasil adsorpsi Ag dihitung berdasarkan % desorpsi yang diperoleh dengan cara melakukan pengelusian Ag menggunakan eluen  $\text{HNO}_3$ .

Grafik yang diperoleh pada Gambar 4.8. dibuat berdasarkan hasil adsorpsi larutan Ag konsentrasi 0,2 ppm dengan menggunakan pH adsorpsi optimum yang telah diperoleh yaitu pH 6, dan dilakukan desorpsi dengan melakukan pengelusian menggunakan  $\text{HNO}_3$  konsentrasi optimum yaitu 1 M, dengan variasi laju alir sampel yang digunakan pada saat melewati kolom adalah 5; 10; 20; dan 30  $\mu\text{L/s}$ .

Gambar 4.8. menunjukkan bahwa secara umum tidak terjadi perbedaan yang cukup besar dengan adanya variasi laju alir sampel yang digunakan, hal ini dapat dilihat dari % adsorpsi yang diperoleh, dimana hasil % adsorpsi mempunyai nilai yang cukup mendekati satu sama lain, yaitu berada pada kisaran 92,19-92,47 %. Pada laju alir 5  $\mu\text{L/s}$  diperoleh % adsorpsi sebesar 92,27 % dan pada laju alir 10  $\mu\text{L/s}$  diperoleh % adsorpsi sebesar 92,98 %, seharusnya semakin lambat laju alir yang digunakan maka semakin besar pula ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang akan tetapi dengan menggunakan laju alir yang sangat lambat dapat mengakibatkan terjadinya pencampuran dalam saluran pereaksi antara sampel Ag yang dialirkan dengan akuades pada alat APS. Pencampuran tersebut dapat mengurangi atau menurunkan

konsentrasi sampel Ag yang dialirkan ke dalam kolom karena terjadi pengenceran oleh akuades, sehingga Ag yang teradsorpsi pada kolom akan berkurang. Sedangkan semakin cepat laju alir juga dapat mengakibatkan terjadinya penurunan % adsorpsi Ag, hal ini disebabkan karena semakin kecil waktu kontak atau interaksi antara logam Ag dengan kitosan bertautan silang.



**Gambar 4.8.** Grafik hubungan antara laju alir sampel Ag ( $\mu\text{L/s}$ ) dengan % adsorpsi Ag

Berdasarkan hasil yang diperoleh di atas maka laju alir sampel Ag yang digunakan pada penelitian ini adalah  $20 \mu\text{L/s}$ , karena penggunaan laju alir kurang dari  $20 \mu\text{L/s}$  kurang efektif sebab diperlukan waktu yang cukup lama untuk melakukan proses adsorpsi.

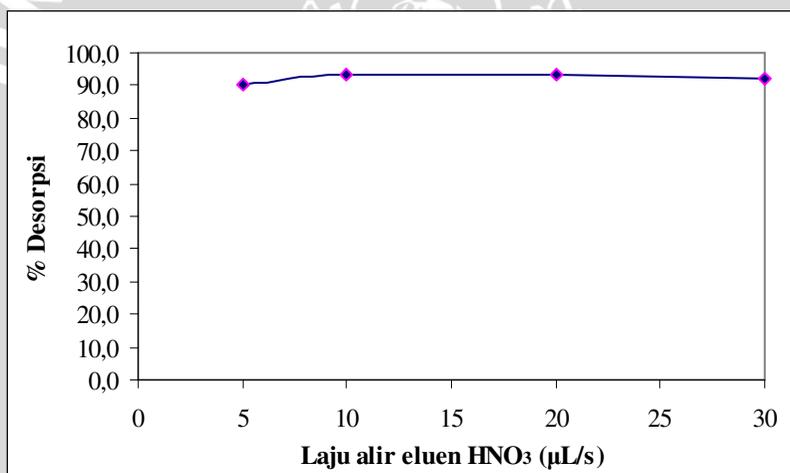
#### 4.3.4. Pengaruh laju alir eluen $\text{HNO}_3$

Laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  yang melalui kolom kitosan bertautan silang perlu untuk diteliti karena diharapkan dengan semakin lambatnya laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  yang melewati kolom maka semakin besar waktu kontak antara kitosan bertautan silang yang telah mengadsorpsi ion  $\text{Ag}^+$  dengan eluen  $\text{HNO}_3$  yang dialirkan ke dalam kolom, sehingga semakin banyak gugus  $-\text{NH}_2$  yang terprotonasi menjadi  $-\text{NH}_3^+$ , hal ini mengakibatkan semakin banyak pula ion  $\text{Ag}^+$  yang dapat lepas dari kolom atau dapat dikatakan akan semakin

banyak ion  $\text{Ag}^+$  yang akan terdesorpsi/terelusi dari kolom, sehingga % desorpsi Ag yang diperoleh akan semakin besar.

Penentuan laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  dalam kolom dilakukan berdasarkan data penelitian tentang pengaruh laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap desorpsi Ag. Data hasil penelitian tentang pengaruh laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap desorpsi Ag oleh kitosan bertautan silang disajikan pada Lampiran 5, sedangkan hubungan antara laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  dan % adsorpsi Ag ditunjukkan oleh Gambar 4.9.

Grafik yang diperoleh pada Gambar 4.9. dibuat berdasarkan hasil adsorpsi larutan Ag pada konsentrasi 0,2 ppm dengan menggunakan pH adsorpsi optimum yang telah diperoleh yaitu pH 6, dan laju alir sampel optimum 20  $\mu\text{L/s}$ . Variasi laju alir eluen yang digunakan pada saat melewati kolom adalah 5; 10; 20; dan 30  $\mu\text{L/s}$ .



**Gambar 4.9.** Grafik hubungan antara laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  ( $\mu\text{L/s}$ ) dengan % desorpsi Ag

Berdasarkan grafik hubungan antara laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  dengan % desorpsi yang ditunjukkan pada Gambar 4.9, maka dapat diketahui bahwa secara umum tidak terjadi perbedaan yang cukup besar dengan adanya variasi laju alir eluen yang digunakan, hal ini dapat dilihat dari % desorpsi yang diperoleh, dimana hasil % desorpsi mempunyai nilai yang cukup mendekati satu sama lain, yaitu berada pada kisaran 90,39-93,48 %. Penggunaan laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  kurang dari 10  $\mu\text{L/s}$  akan menyebabkan terjadinya

pencampuran antara eluen  $\text{HNO}_3$  yang dialirkan dengan akuades dalam saluran pereaksi pada alat APS. Pencampuran tersebut dapat menyebabkan penurunan konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$  yang dialirkan sehingga eluen  $\text{HNO}_3$  tidak dapat mendesorpsi ion  $\text{Ag}^+$  secara optimum dari kolom. Hal ini mengakibatkan % desorpsi yang dihasilkan akan sedikit lebih rendah. Oleh karena itu, laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan pada penelitian ini adalah  $20 \mu\text{L/s}$ , karena penggunaan laju alir kurang dari  $20 \mu\text{L/s}$  kurang efektif sebab diperlukan waktu yang cukup lama untuk melakukan proses desorpsi.

#### 4.3.5. Penentuan volume eluen $\text{HNO}_3$ optimum

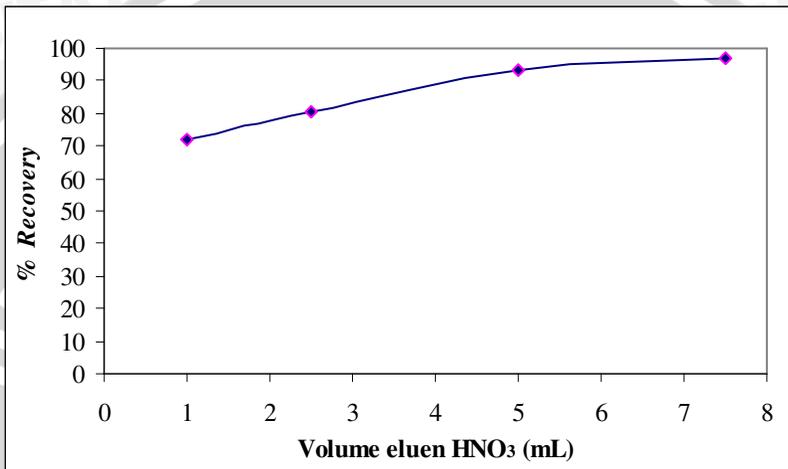
Volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan perlu untuk diteliti dengan tujuan untuk mengetahui volume eluen  $\text{HNO}_3$  optimum yang dapat mengelusi seluruh  $\text{Ag}$  yang teradsorpsi pada kitosan bertautan silang. Semakin banyak volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan, maka akan semakin banyak pula  $\text{Ag}$  yang dapat terelusi dari kolom, sehingga % *recovery*  $\text{Ag}$  yang diperoleh akan semakin besar. Akan tetapi jika volume eluen yang digunakan terlalu besar maka akan terjadi proses pengenceran ion  $\text{Ag}^+$  yang terdesorpsi dari kolom sehingga konsentrasi  $\text{Ag}$  yang terdeteksi pada SSA akan menurun.

Penentuan volume eluen  $\text{HNO}_3$  optimum dilakukan berdasarkan data penelitian tentang pengaruh volume eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap *recovery*  $\text{Ag}$ . Data hasil penelitian tentang pengaruh volume eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap *recovery*  $\text{Ag}$  oleh kitosan bertautan silang disajikan pada Lampiran 5, sedangkan hubungan antara volume eluen  $\text{HNO}_3$  dan % *recovery*  $\text{Ag}$  ditunjukkan oleh Gambar 4.10.

Grafik yang diperoleh pada Gambar 4.10. dibuat berdasarkan hasil adsorpsi larutan  $\text{Ag}$  pada konsentrasi  $0,2 \text{ ppm}$  dengan menggunakan pH adsorpsi optimum yang telah diperoleh yaitu pH 6, dan laju alir sampel optimum  $20 \mu\text{L/s}$  kemudian dilakukan desorpsi dengan melakukan pengelusan menggunakan  $\text{HNO}_3$  konsentrasi optimum 1 M dan laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan pada saat melewati kolom  $20 \mu\text{L/s}$ . Variasi volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan untuk mengelusi  $\text{Ag}$  adalah 1; 2,5; 5; dan 7,5 mL.

Gambar 4.10 menunjukkan % *recovery* yang diperoleh untuk penggunaan volume eluen  $\text{HNO}_3$  1-7,5 mL sebesar 71,66-96,76 %. Berdasarkan grafik hubungan antara volume eluen  $\text{HNO}_3$  dengan % *recovery*  $\text{Ag}$  tersebut dapat dilihat bahwa semakin besar volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan maka semakin besar % *recovery*  $\text{Ag}$

yang diperoleh. Hal ini terjadi karena semakin besar volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang digunakan maka akan semakin banyak gugus  $-\text{NH}_2$  yang terprotonasi menjadi  $-\text{NH}_3^+$  sehingga Ag yang dapat terelusi dari kolom akan semakin besar.



**Gambar 4.10.** Grafik hubungan antara volume eluen  $\text{HNO}_3$  dengan % recovery Ag

Volume eluen  $\text{HNO}_3$  yang dipilih pada penelitian adalah 5 mL dan bukan 7,5 mL, walaupun dengan menggunakan volume eluen 7,5 mL diperoleh % recovery yang lebih tinggi, hal ini disebabkan karena dengan menggunakan volume eluen 5 mL telah memberikan % recovery yang baik yaitu sebesar 93,52 %. Pemilihan volume eluen ini juga didasarkan pada efisiensi bahan yang digunakan, jika dengan menggunakan volume eluen yang sedikit telah diperoleh hasil yang optimum maka volume eluen tersebut yang dipilih. Sehingga dapat disebutkan bahwa volume eluen optimum yang dapat digunakan untuk melakukan desorpsi logam Ag adalah 5 mL.

Berdasarkan penentuan pengaruh pH adsorpsi, konsentrasi eluen  $\text{HNO}_3$ , laju alir sampel Ag, laju alir eluen  $\text{HNO}_3$ , dan volume eluen  $\text{HNO}_3$  maka dapat ditentukan parameter optimum yang digunakan dalam penelitian ini seperti ditunjukkan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3.** Optimasi parameter yang digunakan

Optimasi Parameter	Kisaran Pengujian	Parameter Optimum
pH adsorpsi	1-9	6
Konsentrasi eluen HNO <sub>3</sub>	0,1; 0,5; 1; dan 2 M	1 M
Laju alir sampel Ag	5; 10; 20; dan 30 µL/s	20 µL/s
Laju alir eluen HNO <sub>3</sub>	5; 10; 20; dan 30 µL/s	20 µL/s
Volume eluen HNO <sub>3</sub>	1; 2,5; 5; 7,5 mL	5 mL

#### 4.4. *Removal Test* Matriks Air Laut

Sebelum dilakukan aplikasi adsorben kitosan bertautan silang terhadap sampel air, dilakukan terlebih dahulu penelitian mengenai pengaruh matriks yang ada dalam sampel air terhadap adsorpsi perak pada kitosan bertautan silang. Beberapa matriks seperti Na, K, dan Ca yang terdapat pada kebanyakan sampel air alami, dapat mengganggu dalam proses penentuan sejumlah kecil perak menggunakan SSA, serta dapat merusak detektor dari SSA. Logam-logam alkali dan alkali tanah sangat mudah melepaskan elektron pada proses atomisasi dalam SSA, sehingga ketika suatu sampel yang mengandung suatu logam dilakukan atomisasi, maka proses atomisasi akan terjadi lebih cepat pada logam alkali dan alkali tanah yang menyebabkan konsentrasi ion logam yang akan ditentukan menggunakan SSA menjadi lebih kecil dari konsentrasi yang sebenarnya. Oleh karena itu, keberadaan matriks logam alkali dan alkali tanah harus dihilangkan atau dikurangi konsentrasinya terlebih dahulu sebelum dilakukan proses analisis menggunakan SSA.

*Removal test* matriks air laut dilakukan dengan cara mengalirkan campuran matriks air laut ke dalam kolom pada kondisi optimumnya, kemudian dilakukan elusi dengan menggunakan eluen HNO<sub>3</sub>. Komposisi campuran matriks air laut yang digunakan adalah Na 11500 ppm, K 3900 ppm, dan Ca 400 ppm. Larutan matriks air laut yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur konsentrasinya dengan menggunakan SSA. Konsentrasi campuran matriks yang digunakan sangat besar dengan tujuan untuk mengetahui pengaruhnya pada berbagai macam sampel air bahkan pada sampel air dengan konsentrasi matriks yang sangat besar.

Berdasarkan penelitian ini diperoleh % *removal* Na, K, dan Ca berturut-turut sebesar 92,04 %, 98,40 %, dan 99,01 %, sehingga dapat diketahui bahwa matriks-matriks yang terdapat pada sampel air seperti ion logam alkali dan alkali tanah hanya sedikit teradsorpsi pada kitosan bertautan silang. Oleh karena itu, adsorben kitosan bertautan silang sangat baik digunakan untuk proses adsorpsi perak dalam sampel air lingkungan karena dapat memperkecil gangguan dari keberadaan matriks-matriks air, bahkan pada sampel air dengan konsentrasi matriks yang sangat besar.

#### 4.5. Uji Pemekatan Ag(I) Pada Kondisi Optimum

Uji pemekatan dilakukan pada parameter optimum yang telah diperoleh, dengan melakukan variasi konsentrasi dan volume sampel Ag yang digunakan. Konsentrasi sampel perak yang digunakan adalah 0,2 ppm sebanyak 5 mL; 0,1 ppm sebanyak 10 mL; dan 0,07 ppm sebanyak 15 mL, kemudian dilakukan elusi menggunakan eluen HNO<sub>3</sub> dengan konsentrasi dan volume optimum. Larutan sampel yang terdesorpsi ditampung dalam botol sampel dan diukur absorbansinya dengan menggunakan SSA. Penggunaan variasi konsentrasi dan volume sampel Ag bertujuan untuk mengetahui faktor pemekatan, dimana dengan menggunakan variasi tersebut diharapkan akan diperoleh % *recovery* yang sama.

Faktor pemekatan ditentukan dengan cara membandingkan absorbansi antara larutan sampel perak yang dilewatkan melalui kolom berisi kitosan bertautan silang dengan absorbansi sampel perak tanpa melalui kolom. Data mengenai penentuan faktor pemekatan ditampilkan pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4.** Uji pemekatan sampel Ag pada kondisi optimum

Konsentrasi Sampel Ag (ppm)	Volume Sampel Ag (mL)	Volume Eluen HNO <sub>3</sub> (mL)	% <i>Recovery</i>
0,2	5	5	93,52 ± 1,83
0,1	10	5	93,44 ± 1,33
0,07	15	5	92,09 ± 2,40

Berdasarkan data pada Tabel 4.4., dapat dilihat bahwa jika konsentrasi sampel Ag semakin rendah maka volume sampel yang dibutuhkan untuk proses adsorpsi semakin banyak. Pemekatan akan

terjadi dengan menggunakan volume eluen yang sama sehingga akan dapat terdeteksi pada SSA. Dari hasil ini maka kitosan bertautan silang dapat digunakan untuk mengadsorpsi logam Ag dengan konsentrasi yang sangat rendah. Untuk meningkatkan atau memekatkan konsentrasi Ag yang ada dalam sampel air, maka dapat dilakukan dengan cara memperbesar volume sampel Ag yang dilewatkan ke dalam kolom, sehingga akan semakin banyak logam Ag yang dapat teradsorpsi pada kitosan bertautan silang, yang menyebabkan logam Ag dengan konsentrasi yang sangat rendah dapat terdeteksi dengan menggunakan SSA, hal ini merupakan prinsip dari pemekatan.

#### **4.6. Aplikasi Kitosan Bertautan silang untuk Pengukuran Konsentrasi Ag(I) dalam Sampel Air Pada Kondisi Optimum**

Aplikasi kitosan bertautan silang dalam pemekatan dan penentuan perak dilakukan pada beberapa macam sampel air, antara lain sampel air kolam renang, sampel air sungai, sampel air ledeng, dan sampel air mineral dengan menggunakan parameter optimum yang telah diperoleh. Hasil penentuan perak dalam beberapa sampel air tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.4. dimana pada penentuan perak dalam sampel air mula-mula dilakukan pengaliran volume sampel air sebesar 10 mL, jika konsentrasi Ag yang terdapat pada sampel air tidak terdeteksi dengan menggunakan SSA, maka dilakukan peningkatan pengaliran volume sampel sebesar 15 mL. Peningkatan volume sampel air ini bertujuan untuk meningkatkan konsentrasi Ag dalam sampel air yang teradsorpsi pada kitosan bertautan silang sehingga dapat terdeteksi pada SSA atau dapat disebutkan bahwa dilakukan pemekatan terhadap konsentrasi logam Ag. Untuk melakukan pemekatan Ag secara keseluruhan pada penelitian ini dibutuhkan waktu yang relatif cepat yaitu  $\pm 25$  menit.

Sampel air ledeng berasal dari air ledeng yang ada di laboratorium kimia analitik jurusan kimia dan sampel air sungai berasal dari anak sungai Brantas yang berada di daerah Sengkaling.

**Tabel 4.5.** Penentuan perak dalam beberapa sampel air

Sampel Air	Konsentrasi Ag (ppm)		
	1	2	Rata-rata
Air Kolam Renang	0,0061	0,0072	0,0066 ± 0,0007
Air Ledeng	0,0102	0,0112	0,0107 ± 0,0007
Air Mineral	0,0072	0,0072	0,0072 ± 0,0000
Air Sungai	0,0092	0,0102	0,0097 ± 0,0007

Keterangan:

Volume sampel = 15 mL

Volume eluen = 5 mL

Tabel 4.5. menunjukkan bahwa konsentrasi perak yang terdapat pada kolam renang sebesar 0,0066 ppm, sedangkan konsentrasi maksimum perak yang diizinkan terdapat pada kolam renang menurut *Environmental Protection Agency* (1980) adalah 0,02-0,04 ppm sehingga dapat dikatakan bahwa konsentrasi perak yang terdapat pada air kolam renang tersebut masih berada di bawah konsentrasi maksimum perak yang diizinkan, oleh karena itu tidak menyebabkan masalah yang serius bagi kesehatan manusia. Perak ditambahkan pada kolam renang untuk mengontrol pertumbuhan bakteri atau bersifat sebagai desinfektan air.

Konsentrasi perak yang terdapat pada air ledeng dan air mineral berturut-turut sebesar 0,0107 ppm dan 0,0072 ppm. Menurut Eisler (2006) perak tidak menyebabkan masalah yang serius bagi kesehatan manusia pada konsentrasi kurang dari 0,05 ppm, sehingga dapat disebutkan bahwa konsentrasi perak yang terdeteksi pada air ledeng dan air mineral tersebut masih diizinkan. Perak perlu ditambahkan pada air ledeng dan air mineral untuk membunuh bakteri-bakteri yang terdapat pada air ledeng dan air mineral yang berbahaya bagi kesehatan manusia sehingga air ledeng dan air mineral aman untuk digunakan, atau dapat dikatakan perak juga berfungsi sebagai desinfektan air, oleh karena itu konsentrasi perak yang ditemukan dalam air ledeng dan mineral cukup tinggi. Tanpa penambahan desinfektan air maka bakteri-bakteri dapat hidup dalam air yang dapat membahayakan kesehatan manusia karena dapat menyebabkan berbagai macam penyakit.

Pada air sungai konsentrasi perak yang ditemukan adalah sebesar 0,0097 ppm. Menurut Eisler (1996) pada konsentrasi

1,2-4,9 ppb perak dapat menyebabkan kematian beberapa jenis tanaman akuatik dan hewan invertebrata. Oleh karena itu, karena konsentrasi perak yang ditemukan pada air sungai lebih tinggi dari 1,2-4,9 ppb maka perak dalam air sungai tersebut telah dapat menyebabkan kematian pada beberapa jenis tanaman dan hewan invertebrata yang ada dalam air sungai. Keberadaan perak dalam air sungai dapat disebabkan oleh adanya pencemaran air sungai.

Setelah melakukan pengukuran konsentrasi Ag dalam sampel, pada penelitian ini juga dilakukan *spike method* pada sampel air yang digunakan, yaitu dengan cara menambahkan sejumlah konsentrasi Ag ke dalam sampel air yang dianalisis. Konsentrasi Ag yang ditambahkan kurang lebih sama dengan konsentrasi Ag yang telah terdeteksi pada sampel air. Tujuan penggunaan *spike method* ini adalah untuk memastikan konsentrasi Ag yang terdapat pada sampel air yang telah ditentukan sebelumnya atau dapat disebutkan untuk mengetahui % *recovery* yang diperoleh dari konsentrasi Ag yang ditambahkan ke dalam sampel air. Tabel 4.6. menunjukkan % *recovery* perak yang diperoleh menggunakan *spike method*.

**Tabel 4.6.** Penentuan perak dalam sampel air menggunakan *spike method*

Sampel Air	Konsentrasi Ag (ppm)			% Recovery
	Awal	Ditambahkan	Ditemukan	
Air Kolam	0,0066 ± 0,0007	0,01	0,0159 ± 0,0007	89,39
Air Renang	0,0107 ± 0,0007	0,01	0,0193 ± 0,0004	86,92
Air Ledeng	0,0072 ± 0,0000	0,01	0,0166 ± 0,0006	91,67
Air Mineral	0,0097 ± 0,0007	0,01	0,0185 ± 0,0010	87,63

Keterangan:

Volume sampel = 15 mL

Volume eluen = 5 mL

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh dapat dilihat bahwa dengan menggunakan *spike method*, yaitu menambahkan sejumlah konsentrasi Ag ke dalam sampel air yang telah diketahui konsentrasinya, dimana pada penelitian ini ditambahkan konsentrasi

Ag sebesar 0,01 ppm dengan pengaliran volume sampel 15 mL, diperoleh % *recovery* yang cukup baik, dengan kisaran 86,92-91,67 %. Pada sampel air kolam renang diperoleh konsentrasi total 0,0159 ppm dengan % *recovery* 89,39 %, pada sampel air ledeng diperoleh konsentrasi total 0,0193 ppm dengan % *recovery* 86,92 %, pada sampel air mineral diperoleh konsentrasi total 0,0166 ppm dengan % *recovery* 91,67 %, dan pada sampel air sungai diperoleh konsentrasi total 0,0185 ppm dengan % *recovery* 87,63 %. Sehingga dapat dikatakan bahwa adsorben kitosan bertautan silang memiliki kemampuan adsorpsi yang sangat baik terhadap logam Ag dalam sampel air di lingkungan perairan.



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Adsorben kitosan bertautan silang memiliki karakteristik tidak larut dalam larutan asam pekat  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  serta memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 49,091 mg/g.
2. Ekstraksi fasa padat perak(I) dengan menggunakan adsorben kitosan bertautan silang memberikan hasil adsorpsi yang baik pada pH adsorpsi 6, dan dapat dilakukan proses desorpsi menggunakan eluen  $\text{HNO}_3$  1 M. Laju alir sampel Ag dan laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  optimum yang digunakan pada penelitian ini adalah 20  $\mu\text{L/s}$ , sedangkan volume eluen  $\text{HNO}_3$  optimum yang diperoleh adalah sebesar 5 mL.
3. Adsorben kitosan bertautan silang baik untuk diaplikasikan pada pemekatan perak di lingkungan perairan karena kitosan bertautan silang dapat memperkecil gangguan dari keberadaan matriks-matriks air seperti Na (92,04 %), K (98,40 %), dan Ca (99,01 %), selain itu proses pemekatan perak menggunakan adsorben kitosan bertautan silang relatif cepat ( $\pm 25$  menit), serta mudah dilakukan proses elusi dengan menggunakan  $\text{HNO}_3$  1 M.

#### **5.2. Saran**

Untuk meningkatkan selektivitas dari adsorben kitosan bertautan silang terhadap logam Ag (I) diperlukan modifikasi lebih lanjut terhadap kitosan bertautan silang dengan cara mereaksikan kitosan bertautan silang dengan pereaksi yang mempunyai gugus-gugus aktif yang selektif terhadap logam Ag (I).

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous <sup>(a)</sup>, 1998, **Guide to Solid Phase Extraction**, <http://www.sigmaaldrich.com/Graphics/Anonim/objects/4600/4538.pdf>, diakses 3 Oktober 2008
- Anonymous <sup>(b)</sup>, 2003, **An Introduction to FIA and SIA**, <http://www.globalfia.com/tutorial1.html>, diakses 1 Juni 2008
- Anonymous <sup>(c)</sup>, 2006, **Studi Pengaruh Penambahan Nikel terhadap Ketahanan Oksidasi dan Tarnishing Pengecoran Perak**, <http://digilib.petra.ac.id/jiunkpe/s1/mesn/2006/jiunkpe-ns-s1-2006-24401027-4515-nikel-chapter2.pdf>, diakses 25 Oktober 2008
- Anonymous <sup>(d)</sup>, 2008, **What is Resin?**, <http://www.wisegeek.com/what-is-resin.htm>, diakses 25 Oktober 2008
- Avery, H.E., 1989, **Basic Reaction Kinetics and Mechanism**, 1<sup>st</sup> ed., Mc Millan Press, Ltd., London
- Ayata, S., I. Kaynak, and M. Merdivan, 2007, **Solid Phase Extractive Preconcentration of Silver from Aqueous Samples**, <http://www.springerlink.com/content/08856131879u4662/>, diakses 25 Oktober 2008
- Beppu, M.M., and C.C. Santana, 2002, **Influence of Calcification Solution on Invitro Chitosan Mineralization**, Faculdade de Engenharia Quimica, Brazil, <http://www.scielo.br/pdf/mr/v5ni/a08v05n1.htm>, diakses 20 September 2008
- Bintoro, 1998, **Kimia dalam Kehidupan Sehari-hari**, <http://www.geocities.com/bkusumoh/pdf/kimiasehari2.pdf>, diakses 3 Oktober 2008
- Burrell, R.E., P.S. Apte, K.S. Gill, R.J. Precht, and L.R. Morris, 1999, **Process for Producing Anti-Microbial Effect with Complex Silver Ions**, US Patent No: 5985308
- Castellan, W.G., 1984, **Physical Chemistry**, 3<sup>rd</sup> ed., Wesley Publishing Company University of Maryldan, Canada
- Chiou, M.S., and H.Y. Li, 2002, **Equilibrium and Kinetic Modeling of Adsorption of Reactive Dye on Cross-Linked Chitosan Beads**, *J Hazard Mater*; 93: 248–63
- Christensen, 2006, **Flow Injection Analysis**, <http://www.kemi.dtu.dk/forskning/rganalytic/projekter/fia.aspx>, diakses 17 Juni 2008

- Christian, S., 2005, **FIA/SIA Principles**, <http://www.flowinjection.com/method2.aspx>, diakses 8 Juni 2008
- Chui, V.W.D., B.P. Luong, K.W. Mok, and K.K. Ma, 1996, **Removal and Recovery of Copper (II), Chromium (III) and Nickel (II) from Solutions Using Crude Shrimp Chitin Packed In Small Columns**, *Journal of Environmental International*, 22: 463-468
- Dadfarnia, S., A.M.H. Shabani, A.A. Jafari, Z. Saadat, and F. Tamaddon, 2006, **Silver, Zinc and Copper Determination in Water and Biological Samples Employing FI-FAAS and a Microcolumn of Immobilized 2, 2'-[3-aza-1,5-pentanediyalebis(nitrilomethylidene)]-bisphenol on Surfactant Coated Alumina**, *Canadian Journal of Analytical Sciences and Spectroscopy*, 51(6): 302-311
- Darmono, 1995, **Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup**, UI Press, Jakarta
- Day, R.A., dan A.L. Underwood, 1996, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Edisi Kelima, Erlangga, Jakarta
- Deans, J.R., and B.G. Dixon, 1992, **Uptake of Pb<sup>2+</sup> and Cu<sup>2+</sup> by Novel Biopolymers**, *Water Res*, 26(4): 469-472
- Devika, R.B., and D.R. Varsha, 2006, **Studies on Effect of pH on Cross-linking of Chitosan with Sodium Tripolyphosphate: A Technical Note**, *AAPS Pharm Sci Tech*, 7(2): 1-10
- Environmental Protection Agency, 1980, **Ambient Water Quality Criteria for Ag**, EPA 440/5-80-071, Office of Water, Washington
- Eisler, R., 1996, **Hazards to Fish, Wildlife and Invertebrates: A Synoptic Review**, Contaminant Hazard Reviews Report, Patuxent Wildlife Research Center U.S. National Biological Services
- Ewing, G.M., 1985, **Instrumental Methods of Chemistry Analysis**, 4<sup>th</sup> ed., Mc Graw-Hill and Co., New York
- Filho, N.L.D., L. Caetano, D.R. Carmo, and A.H. Rosa, 2006, **Preparation of a Silica Gel Modified with 2-Amina-1,3,4-Thiadiazole for Adsorption of Metal Ions and Electroanalytical Application**, *J. Braz. Chem. Soc.*, 17: 473-481

- Findon, A., G. McKay, and H.S. Blair, 1993, **Transport Studies for the Sorption of Copper Ions by Chitosan**, *J. of Environ. Sci. dan Health*, 1: 173-185
- Gao, Y.H., K.H. Lee, M. Oshima, and S. Motomizu, 2000, **Adsorption Behavior of Metal Ions on Cross-Linked Chitosan and the Determination of Oxoions After Pretreatment With a Chitosan Column**, *Analytical Science*, 16: 1303-1308
- House, R.F., and D.M. Smith, 2004, **Anhydride-Modified Chitosan, Method Of Preparation Thereof, and Fluids Containing Same**, <http://www.freepatentsonline.com/6656885.html>, diakses 3 Oktober 2008
- Inoue, K., Y. Baba, and K. Yoshizuka, 1993, **Adsorption of Metal Ions on Chitosan and Crosslinked Copper (II)-Complexed Chitosan**, *Bulltn. Chem. Soc. Japn*, 66: 2915-2921
- International Non-toxic Water-treatment Association, 2005, **Swimming Pool Issues**, <http://watercare.naturally.co.nz/assets/2007/10/15/SwimmingPoolIssues.1.pdf>, diakses 3 Oktober 2008
- Johnson, E.L., dan R. Stevenson, 1991, **Dasar Kromatografi Cair**, Penerbit ITB, Bandung
- Johnstone, S.J., and M.G. Johnstone, 1961, **Minerals for Chemical and Allied Industries**, 2<sup>th</sup> ed., John Willey and Sons, Inc., England
- Katarina, R.K., T. Takayanagi, M. Oshima, and S. Motomizu, 2006, **Synthesis of a Chitosan-Based Chelating Resin and its Application to the Selective Concentration and Ultratrace Determination of Silver in Environmental Water Samples**, *Analytica Chimica Acta*, 558: 246-253
- Khopkar, S.M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UI Press, Jakarta
- Kim, Y.S., I. Gyo, and J.M. Choi, 2006, **Solid Phase Extraction of Trace Cu(II), Mn(II), Pb(II) and Zn(II) in Water Samples with Pulverized Silica-Salen(NEt<sub>2</sub>)<sub>2</sub>**, *Bull. Korean Chem. Soc.*, 27: 1557-1561
- Knorr, D, 1984, **Functional Properties of Chitin and Chitosan**, *Journal Food Science*, 47: 36-38

- Lenntech, 2008, **Silver (Ag) and Water**, <http://www.lenntech.com/elements-and-water/silver-and-water.htm>, diakses 3 Oktober 2008
- Lewis, R.J., 1993, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, 12<sup>th</sup> ed., Van Nostrand Reinhold, New York
- Loon, J.C.V., 1980, **Analytical Atomic Absorption Spectroscopy Selected Methods**, Academic Press, Inc., New York
- Marganof, 2003, **Potensi Limbah Udang Sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan**, [http://rudyet.topcities.com/pps702\\_71034/marganof.htm](http://rudyet.topcities.com/pps702_71034/marganof.htm), diakses 30 Agustus 2007
- Matis, K.A., A.I. Zouboulis, N.K. Lazaridis, and I.C. Hancock, 2001, **Sorptive Flotation for Metal Ions Recovery**, Conference Froth Flotation/Dissolved Air Flotation, University of Nevada, Reno, Nevada
- Metcalf and Eddy, 2003, **Waswater Engineering: Treatment and Reuse**, Fourth Edition, Mc Graw-Hill Companies Inc., Boston
- Moawed, E.A., M.A.A. Zaid, and M.F. El-Shahat, 2005, **Preconcentration and Determination of Trace Amounts of Metals Ions in Cast Iron, Granite, and Water using Polyurethane Foam Functionalized with A-Naphtol**, *Acta Chrom.*, 15: 220-237
- Niven, R., 2005, **Investigation of Silver Electrochemistry Water Disinfection Applications**, <http://www.edc-cu.org/pdf/Silver%20Paper.pdf>, diakses 3 Oktober 2008
- Oscik, J., 1982, **Adsorption**, Ellis Horwood Limited, New York
- Parker, S.P., 1984, **Encyclopedia of Science and Technology**, Mc Graw Hill Book Company, New York
- Prayoga, C.C., 1981, **Ilmu Kimia Fisik II**, Proyek Pengembangan Perguruan Tinggi, Universitas Brawijaya, Malang
- Roberts, G.A.F., 1992, **Chitin Chemistry**, McMillan, London
- Rousseau, R.W., 1987, **Handbook of Separation Process Technology**, John Willey and Sons, New York
- Ruiz, M., 2002, **Development of Techniques Based on Natural Polymers for The Recovery of Precious Metal**, *Adv. Chitin. Sci.* 6: 1017-1040
- Sabarudin, A., K. Oshita, M. Oshima, and S. Motomizu, 2005, **Synthesis of Cross-Linked Chitosan Possessing N-methyl-**

- d-glucamine Moiety (CCTS-NMDG) for Adsorption/Concentration of Boron in Water Samples and its Accurate Measurement by ICP-MS and ICP-AES, *Talanta*, 66: 136–144**
- Sabarudin, A., N. Lenghor, Y. Liping, Y. Furusho, and S. Motomizu, 2006, **Automated Online Preconcentration System for the Determination of Trace Amounts of Lead Using Pb-Selective Resin and Inductively Coupled Plasma–Atomic Emission Spectrometry, *Spectroscopy Letters*, 39: 669–682**
- Sabarudin, A., N. Lenghor, M. Oshima, L. Hakim, T. Takayanagi, Y.H. Gao, and S. Motomizu, 2007, **Sequential-Injection On-Line Preconcentration Using Chitosan Resin Functionalized with 2-Amino-5-Hydroxy Benzoic Acid for the Determination of Trace Elements in Environmental Water Samples by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, *The International Journal of Pure and Applied Analytical Chemistry*, 72: 1609–1617**
- Sadrnezhaady, S.K., E. Ahmadi and M. Mozammel, 2006, **Kinetics of Silver Dissolution in Nitric Acid from Ag-Au<sub>0.04</sub>-Cu<sub>0.10</sub> and Ag-Cu<sub>0.23</sub> Scraps, *J. Mater. Sci. Technol.*, 22: 696-701**
- Sastrohamidjojo, H., 2001, **Spektroskopi**, Liberty, Yogyakarta
- Sawyer, C.N., and P.L. Mc. Carty, 1987, **Chemistry for Engineering**, 3<sup>rd</sup> ed., Mc Graw Hill Book Company, New York
- Schmuhl, R., H.M. Krieg, and K. Keizer, 2001, **Adsorption of Cu(II) and Cr(VI) Ions by Chitosan: Kinetics and Equilibrium Studies, *Water SA*, 27(1): 1-8**
- Sediawan, W.B., 2000, **Berbagai Teknologi Proses Pemisahan**, Prosiding Presentasi Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir V P2TBDU dan P2BGN-BATAN
- Skoog, D.A., D.M. West, and F.J. Holler, 1998, **Analytical Chemistry**, Saunders College Publishing, Philadelphia
- Sphigun, O., and Y.A. Zolotov, 1998, **Ion Chromatography in Water Analysis**, John Willey and Sons, New York
- Suwarda, S., 1987, **Kimia Analitik Teknik Pertambangan**, Penerbit ITB, Bandung
- Vogel, 1990, **Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro**, PT. Kalman Media Pusaka, Jakarta

- Wang, H.S., Qian-Xiu. Pan, and Gui-Xiang. Wang, 2005, **A Biosensor Based on Immobilization of Horseradish Peroxidase in Chitosan Matrix Cross-linked with Glyoxal for Amperometric Determination of Hydrogen Peroxide**, *Sensors*, 5: 266-276
- Wang, S. and R. Zhang, 2006, **Column Preconcentration of Lead in Aqueous Solution with Macroporous Epoxy Resin-Based Polymer Monolithic Matrix**, *Analytica Chimica Acta*, 575: 166-171
- Weber, Jr. W. J., 1977, **Physicochemical Process for Water Quality Control**, John Willey and Sons, New York
- Wiryawan, A., R. Retnowati, dan A. Sabarudin, 2008, **Kimia Analitik**, Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan, Jakarta
- Wood, C.W., and A.K. Holliday, 1967, **Inorganic Chemistry: An Intermediate Text**, Butterworths, London
- Yang, T.C., and R.R. Zall, 1984, **Adsorption of Metals by Natural Polymers Generated from Seafood Processing Wastes**, *Ind. End. Chem. Prod. Res.Dev.* 23: 166-172
- Zolotov, Y.A., 1978, **Preconcentration in Inorganic Trace Analysis**, *J. Pure and Appl. Chem.*, 50: 129-148
- Zougagh, M., J.M.C. Pavon, and A.G. de Torres, 2005, **Chelating Sorbents Based on Silica Gel and Their Application in Atomic Spectrometry**, *Anal Bioanal Chem*, 381: 1103-1113

## LAMPIRAN

### LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

#### 1.1. Larutan Induk Ag(I) 1000 ppm

Padatan  $\text{AgNO}_3$  ditimbang sebanyak 0,157 g dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL, kemudian dilarutkan dengan sedikit  $\text{HNO}_3$  1 M. Larutan  $\text{AgNO}_3$  dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan secara kuantitatif dengan  $\text{HNO}_3$  1 M untuk membuat larutan Ag(I) 1000 ppm.

#### 1.2. Larutan Ag(I) 100 ppm pH 6

Larutan Ag(I) 1000 ppm dipipet sebanyak 10 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL menggunakan pelarut larutan pH 6 hingga tanda batas untuk membuat larutan Ag(I) 100 ppm pH 6.

#### 1.3. Larutan Baku Ag(I) 10 ppm

Larutan Ag(I) 1000 ppm ditimbang sebanyak 0,4 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut  $\text{HNO}_3$  1 M hingga berat larutan sebesar 40 g, untuk membuat larutan Ag(I) 10 ppm.

#### 1.4. Larutan Kerja Ag(I) 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5 ppm

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2; 5 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut  $\text{HNO}_3$  0,5 M hingga berat larutan sebesar 10 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5 ppm.

#### 1.5. Larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 1; 2; 3; 4; 5; 7; 8; 9

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 0,6 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut larutan pH 1; 2; 3; 4; 5; 7; 8; dan 9 hingga berat larutan sebesar 30 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 1; 2; 3; 4; 5; 7; 8; dan 9.

### **1.6. Larutan Ag(I) 0,07 ppm pH 6**

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 0,28 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut larutan pH 6 hingga berat larutan sebesar 40 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,07 ppm pH 6.

### **1.7. Larutan Ag(I) 0,1 ppm pH 6**

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 0,3 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut larutan pH 6 hingga berat larutan sebesar 30 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,1 ppm pH 6.

### **1.8. Larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 6**

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 1 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 50 mL menggunakan pelarut larutan pH 6 hingga berat larutan sebesar 50 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 6.

### **1.9. Larutan Ag(I) 0,4 ppm pH 6**

Larutan Ag(I) 10 ppm ditimbang sebanyak 0,4 g dan dilarutkan secara kuantitatif dalam botol sampel 10 mL menggunakan pelarut larutan pH 6 hingga berat larutan sebesar 10 g, untuk membuat larutan Ag(I) 0,4 ppm pH 6.

### **1.10. Larutan NaOH 1 M**

Padatan NaOH ditimbang dengan teliti sebanyak 2 g dan dilarutkan dengan 10 mL akuades dalam gelas kimia 50 mL. Larutan NaOH kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan NaOH 1M.

### **1.11. Larutan HCl 0,5 M**

Larutan HCl pekat (37 %) dipipet sebanyak 41,67 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 1000 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan HCl 0,5 M.

### **1.12. Larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 M**

Larutan HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) dipipet sebanyak 0,697 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 M.

### **1.13. Larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M**

Larutan HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) dipipet sebanyak 3,49 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

### **1.14. Larutan HNO<sub>3</sub> 1 M**

Larutan HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) dipipet sebanyak 34,87 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 500 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan HNO<sub>3</sub> 1 M.

### **1.15. Larutan HNO<sub>3</sub> 2 M**

Larutan HNO<sub>3</sub> pekat (65 %) dipipet sebanyak 13,95 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan HNO<sub>3</sub> 2 M.

### **1.16. Larutan pH 1**

Larutan HNO<sub>3</sub> 1 M dipipet sebanyak 25 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 250 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan pH 1.

### **1.17. Larutan pH 2**

Larutan HNO<sub>3</sub> 1 M dipipet sebanyak 2,5 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 250 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan pH 2.

### **1.18. Larutan pH 3**

Larutan HNO<sub>3</sub> 1 M dipipet sebanyak 0,25 mL dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu ukur 250 mL menggunakan pelarut akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan pH 3.

### **1.19. Larutan pH 4 ([CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>] = 0,5 M)**

Larutan CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %) dipipet sebanyak 48 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 19,23 mL NH<sub>4</sub>OH pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume ± 200 mL. Setelah itu diukur pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan CH<sub>3</sub>COOH 1 M atau NH<sub>4</sub>OH 1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 4 untuk membuat larutan pH 4.

### **1.20. Larutan pH 5 ([CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>] = 0,5 M)**

Larutan CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %) dipipet sebanyak 11,23 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 19,23 mL NH<sub>4</sub>OH pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume ± 200 mL. Setelah itu diukur pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan CH<sub>3</sub>COOH 1 M atau NH<sub>4</sub>OH 1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 5 untuk membuat larutan pH 5.

### **1.21. Larutan pH 6 ([CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>] = 0,5 M)**

Larutan CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %) dipipet sebanyak 7,56 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 19,23 mL NH<sub>4</sub>OH pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume ± 200 mL. Setelah itu diukur pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan CH<sub>3</sub>COOH 1 M atau NH<sub>4</sub>OH 1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 6 untuk membuat larutan pH 6.

### **1.22. Larutan pH 7 ([CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>] = 0,5 M)**

Larutan CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %) dipipet sebanyak 7,19 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 19,23 mL NH<sub>4</sub>OH pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume ± 200 mL. Setelah itu diukur

pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1 M atau  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 7 untuk membuat larutan pH 7.

### **1.23. Larutan pH 8 ( $[\text{CH}_3\text{COONH}_4] = 0,5 \text{ M}$ )**

Larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  pekat (100 %) dipipet sebanyak 20,35 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 7,15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume  $\pm 200 \text{ mL}$ . Setelah itu diukur pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1 M atau  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 8 untuk membuat larutan pH 8.

### **1.24. Larutan pH 9 ( $[\text{CH}_3\text{COONH}_4] = 0,5 \text{ M}$ )**

Larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  pekat (100 %) dipipet sebanyak 30,48 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 7,15 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat (25 %) dan diencerkan dengan menggunakan akuades hingga volume  $\pm 200 \text{ mL}$ . Setelah itu diukur pH larutan menggunakan pH meter, dan ditambah dengan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1 M atau  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M sedikit demi sedikit hingga pH meter menunjukkan nilai pH 9 untuk membuat larutan pH 9.

### **1.25. Larutan Matriks Air Laut Buatan**

Padatan  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KNO}_3$ , dan  $\text{CaCl}_2$  ditimbang dengan teliti masing-masing berturut-turut sebanyak 2,922 gram; 1,011 gram; dan 0,111 gram dan dilarutkan dengan sedikit  $\text{HNO}_3$  1 M dalam gelas kimia 50 mL. Kemudian larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  1 M hingga tanda batas untuk membuat larutan matriks air laut buatan dengan komposisi Na 11500 ppm, K 3900 ppm, dan Ca 400 ppm.

## LAMPIRAN 2. Perhitungan Preparasi Larutan

### 2.1. Larutan Induk Ag(I) 1000 ppm

Untuk membuat larutan Ag(I) 1000 ppm dalam 100 mL dari garam AgNO<sub>3</sub>, maka massa AgNO<sub>3</sub> yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned}\text{massa Ag(I)} &= \text{ppm Ag(I)} \times \text{volume Ag(I)} \\ &= 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 100 \text{ mg} \\ &= 0,1 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{mol Ag(I)} &= \frac{\text{massa Ag(I)}}{\text{Mr Ag(I)}} \\ &= \frac{0,1 \text{ g}}{107,868 \text{ g/mol}} \\ &= 9,271 \cdot 10^{-4} \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{mol Ag(I)} &= \text{mol AgNO}_3 = 9,271 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \\ \text{massa AgNO}_3 &= \text{mol AgNO}_3 \times \text{Mr AgNO}_3 \\ &= 9,271 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \times 169,875 \text{ g/mol} \\ &= 0,157 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.2. Larutan Ag(I) 100 ppm pH 6

Untuk membuat larutan Ag(I) 100 ppm pH 6 dalam 100 mL, maka volume larutan Ag(I) 1000 ppm yang harus dipipet adalah:

$$\begin{aligned}\text{Volume Ag(I)} &= \frac{[\text{Ag}] (2) \times \text{volume Ag} (2)}{[\text{Ag}] (1)} \\ &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}}{1000 \text{ mg/L}} \\ &= 0,01 \text{ L} \\ &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

### 2.3. Larutan Baku Ag(I) 10 ppm

Untuk membuat larutan Ag(I) 10 ppm dalam 40 g, maka massa larutan Ag(I) 1000 ppm yang harus dipipet adalah:

$$\text{Massa Ag(I)} = \frac{[\text{Ag}] (2) \times \text{massa Ag} (2)}{[\text{Ag}] (1)}$$

$$= \frac{10 \text{ mg/L} \times 40 \text{ g}}{1000 \text{ mg/L}} = 0,4 \text{ g}$$

#### 2.4. Larutan Kerja Ag(I) 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5 ppm

Untuk membuat larutan Ag(I) 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5 ppm dalam 10 g, maka massa larutan Ag(I) 10 ppm yang harus dipipet adalah:

$$\text{Massa Ag(I)} = \frac{[\text{Ag}] (2) \times \text{massa Ag} (2)}{[\text{Ag}] (1)}$$

$$\text{Massa Ag(I) (0,05 ppm)} = \frac{0,05 \text{ mg/L} \times 10 \text{ g}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

**Tabel L.2.4.** Pembuatan larutan kerja Ag(I)

Larutan Baku Ag(I)		Larutan Kerja Ag(I)	
[Ag] (ppm)	Massa Ag (g)	[Ag] (ppm)	Massa Ag (g)
10	0,05	0,05	50
10	0,1	0,1	50
10	0,5	0,5	50
10	1	1	50
10	2	2	50
10	5	5	50

#### 2.5. Larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 1; 2; 3; 4; 5; 7; 8; 9

Untuk membuat larutan Ag(I) 0,2 ppm pH 1; 2; 3; 4; 5; 7; 8; 9 dalam 30 g, maka massa larutan Ag(I) 10 ppm yang harus dipipet adalah:

$$\text{Massa Ag(I)} = \frac{0,2 \text{ mg/L} \times 30 \text{ g}}{10 \text{ mg/L}} = 0,6 \text{ g}$$

#### 2.6. Larutan Ag(I) 0,07; 0,1; 0,2; dan 0,4 ppm pH 6

Untuk membuat larutan Ag(I) 0,07 ppm pH 6 dalam 40 g; 0,1 ppm pH 6 dalam 30 g; 0,2 ppm pH 6 dalam 50 g; dan 0,4 ppm pH 6 dalam 10 g, maka massa larutan Ag(I) 10 ppm yang harus dipipet adalah:

$$\text{Massa Ag(I)} = \frac{[\text{Ag}] (2) \times \text{massa Ag} (2)}{[\text{Ag}] (1)}$$

$$\text{Massa Ag(I)} = \frac{0,07 \text{ mg/L} \times 40 \text{ g}}{10 \text{ mg/L}} = 0,28 \text{ g}$$

**Tabel L.2.6.** Pembuatan larutan Ag(I)

Larutan Baku Ag(I)		Larutan Ag(I)	
[Ag] (ppm)	Massa Ag (g)	[Ag] (ppm)	Massa Ag (g)
10	0,28	0,07	40
10	0,3	0,1	30
10	0,2	0,2	50
10	0,4	0,4	10

### 2.7. Larutan NaOH 1 M

Untuk membuat larutan NaOH 1 M dalam 500 mL, maka massa NaOH yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned} \text{mol NaOH} &= M \text{ NaOH} \times \text{volume NaOH} \\ &= 1 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ mL} \\ &= 0,05 \text{ mol} \\ \text{massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times M_r \text{ NaOH} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 2 \text{ g} \end{aligned}$$

### 2.8. Larutan HCl 0,5 M

Untuk membuat larutan HCl 0,5 M dalam 1000 mL, maka volume HCl 37 % (12 M) yang harus dipipet adalah:

$$\begin{aligned} \text{volume HCl} &= \frac{M \text{ HCl} (2) \times \text{Volume HCl} (2)}{M \text{ HCl} (1)} \\ &= \frac{0,5 \text{ mmol/mL} \times 1000 \text{ mL}}{12 \text{ mmol/mL}} \\ &= 41,67 \text{ mL} \end{aligned}$$

## 2.9. Larutan HNO<sub>3</sub> 0,1; 0,5; 1; dan 2 M

Untuk membuat larutan HNO<sub>3</sub> 0,1; 0,5; dan 2 M dalam 100 mL, serta larutan HNO<sub>3</sub> 1 M dalam 500 mL, maka volume HNO<sub>3</sub> 65 % (14,34 M) yang harus dipipet adalah:

$$\text{volume HNO}_3 = \frac{M \text{ HNO}_3 (2) \times V \text{ HNO}_3 (2)}{M \text{ HNO}_3 (1)}$$

$$\begin{aligned} \text{volume HNO}_3 (0,1 \text{ M}) &= \frac{0,1 \text{ mmol/mL} \times 100 \text{ mL}}{14,34 \text{ mmol/mL}} \\ &= 0,697 \text{ mL} \end{aligned}$$

**Tabel L.2.9.** Pembuatan larutan HNO<sub>3</sub>

Larutan HNO <sub>3</sub> 65 %		Larutan HNO <sub>3</sub>	
M HNO <sub>3</sub> (M)	Volume HNO <sub>3</sub> (mL)	M HNO <sub>3</sub> (M)	Volume HNO <sub>3</sub> (mL)
14,34	0,697	0,1	100
14,34	3,49	0,5	100
14,34	34,87	1	500
14,34	13,95	2	100

## 2.10. Larutan pH 1, 2, dan 3

Untuk membuat larutan pH 1, 2, dan 3 dalam 250 mL, maka volume HNO<sub>3</sub> 1 M yang harus dipipet adalah:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

$$1 = -\log [\text{H}^+]$$

$$[\text{H}^+] = 10^{-1} \text{ M}$$

$$\text{volume HNO}_3 = \frac{[\text{HNO}_3] (2) \times \text{Volume HNO}_3 (2)}{[\text{HNO}_3] (1)}$$

$$= \frac{0,1 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL}}{1 \text{ mmol/mL}}$$

$$= 25 \text{ mL}$$

**Tabel L.2.10.** Pembuatan larutan pH 1, 2, dan 3

pH	Volume HNO <sub>3</sub> 1 M (mL)	Volume total (mL)
1	25	250
2	2,5	250
3	0,25	250

**2.11. Larutan pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9 ([CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>] = 0,5 M)**

Untuk membuat larutan pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9 dalam 250 mL, maka volume CH<sub>3</sub>COOH pekat (100 %) dan NH<sub>4</sub>OH pekat (25 %) yang harus dipipet adalah:

- pH = - log [H<sup>+</sup>]  
4 = - log [H<sup>+</sup>]  
[H<sup>+</sup>] = 10<sup>-4</sup> M
- mmol CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> = 0,5 mmol/mL x 250 mL  
= 125 mmol
- [H<sup>+</sup>] = K<sub>a</sub> x  $\frac{\text{mmol CH}_3\text{COOH}}{\text{mmol CH}_3\text{COONH}_4}$   
10<sup>-4</sup> = 1,75 · 10<sup>-5</sup> x  $\frac{(a - 125) \text{ mmol}}{125 \text{ mmol}}$   
a = 839,25 mmol
- Volume CH<sub>3</sub>COOH =  $\frac{\text{mmol CH}_3\text{COOH}}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$   
=  $\frac{839,25 \text{ mmol}}{17,485 \text{ mmol/mL}}$   
= 48 mL
- Volume NH<sub>4</sub>OH =  $\frac{\text{mmol NH}_4\text{OH}}{[\text{NH}_4\text{OH}]}$   
=  $\frac{125 \text{ mmol}}{6,5 \text{ mmol/mL}}$   
= 19,23 mL

Dengan perhitungan yang sama seperti di atas akan diperoleh volume  $\text{CH}_3\text{COOH}$  100 % dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % yang harus dipipet untuk pembuatan larutan pH 4-9 seperti pada Tabel L.2.11.

**Tabel L.2.11.** Pembuatan larutan pH 4-9

pH	Volume $\text{CH}_3\text{COOH}$ 100 % (mL)	Volume $\text{NH}_4\text{OH}$ 25 % (mL)	Volume total (mL)
4	48	19,23	250
5	11,23	19,23	250
6	7,56	19,23	250
7	7,19	19,23	250
8	7,15	20,35	250
9	7,15	30,48	250

## 2.12. Larutan Matriks Air Laut Buatan

Untuk membuat larutan matriks air laut buatan dalam 100 mL dari campuran Na 11500 ppm, K 3900 ppm, dan Ca 400 ppm, maka massa NaCl,  $\text{CaCl}_2$ , dan  $\text{KNO}_3$  yang harus ditimbang adalah:

- Konsentrasi Na = 11500 ppm  
 massa Na = ppm Na x volume Na  
 = 11500 mg/L x 0,1 L  
 = 1150 mg  
 = 1,15 g

mol Na =  $\frac{\text{massa Na}}{\text{Mr Na}}$   
 =  $\frac{1,15 \text{ g}}{22,99 \text{ g/mol}}$   
 = 0,05 mol

mol Na = mol NaCl = 0,05 mol  
 massa NaCl = mol NaCl x Mr NaCl  
 = 0,05 mol x 58,443 g/mol  
 = 2,922 g
- Konsentrasi K = 3900 ppm  
 massa K = ppm K x volume K  
 = 3900 mg/L x 0,1 L

$$\begin{aligned}
 &= 390 \text{ mg} \\
 &= 0,39 \text{ g} \\
 \text{mol K} &= \frac{\text{massa K}}{\text{Mr K}} \\
 &= \frac{0,39 \text{ g}}{39,098 \text{ g/mol}}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,01 \text{ mol} \\
 \text{mol K} &= \text{mol KNO}_3 = 0,01 \text{ mol} \\
 \text{massa KNO}_3 &= \text{mol KNO}_3 \times \text{Mr KNO}_3 \\
 &= 0,01 \text{ mol} \times 101,105 \text{ g/mol} \\
 &= 1,011 \text{ g}
 \end{aligned}$$

- Konsentrasi Ca
 
$$\begin{aligned}
 &= 400 \text{ ppm} \\
 \text{massa Ca} &= \text{ppm Ca} \times \text{volume Ca} \\
 &= 400 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 40 \text{ mg} \\
 &= 0,04 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{mol Ca} &= \frac{\text{massa Ca}}{\text{Mr Ca}} \\
 &= \frac{0,04 \text{ g}}{40,08 \text{ g/mol}}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,001 \text{ mol} \\
 \text{mol Ca} &= \text{mol CaCl}_2 = 0,001 \text{ mol} \\
 \text{massa CaCl}_2 &= \text{mol CaCl}_2 \times \text{Mr CaCl}_2 \\
 &= 0,001 \text{ mol} \times 110,986 \text{ g/mol} \\
 &= 0,111 \text{ g}
 \end{aligned}$$

### LAMPIRAN 3. Perhitungan Kapasitas Adsorpsi

- $[Ag^+]$  awal = 100 ppm  
Massa  $Ag^+$  awal =  $\frac{100 \text{ mg} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$   
= 10 mg
- Absorbansi Akhir = 0,0178  
 $[Ag^+]$  tidak teradsorpsi =  $\frac{0,0178}{0,09789} \times \frac{10}{1} = 1,8184 \text{ ppm}$   
Massa  $Ag^+$  tidak teradsorpsi =  $\frac{1,8184 \text{ mg} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$   
= 0,1818 mg
- $Q_0 = \frac{(C_0 - C_s)}{W}$   
=  $\frac{(10 - 0,1818) \text{ mg}}{0,2 \text{ g}}$   
= 49,091 mg/g

## LAMPIRAN 4. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Perak

### Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Perak(I)

**Tabel L.4.** Data perhitungan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku perak(I)

No.	Konsentrasi perak (ppm)	Absorbansi	$x^2$	$y^2$	xy
1.	0	0	0	0,00000	0,00000
2.	0,05	0,0051	0,0025	0,00003	0,00026
3.	0,1	0,0091	0,01	0,00008	0,00091
4.	0,5	0,0529	0,25	0,00280	0,02645
5.	1	0,1056	1	0,01115	0,10560
6.	2	0,2083	4	0,04339	0,41660
7.	5	0,4825	25	0,23281	2,41250
$\Sigma$			30,2625	0,29025	2,96232

Berdasarkan data dalam Tabel L.4. diperoleh persamaan regresi ( $y = ax$ ) dengan perhitungan sebagai berikut:

$$a = \frac{\Sigma x.y}{\Sigma x^2} = 0,09789$$

$$r = \frac{\Sigma x.y}{\sqrt{\Sigma x^2 \cdot \Sigma y^2}} = 0,99847$$

Persamaan regresi linier :  $y = 0,09789x$

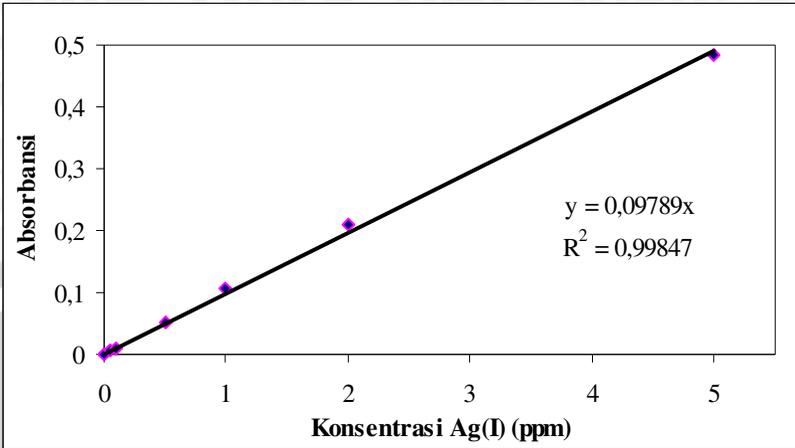
Hubungan konsentrasi dan absorbansi menurut Lambert-Beer adalah

$$A = abc$$

$$y = 0,09789x$$

dimana a adalah absorbansi spesifik dan b adalah tebal medium yang nilainya konstan.

Dari perhitungan regresi linier yang diperoleh dapat dibuat kurva baku perak(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada Gambar L.4.



**Gambar L.4.** Kurva hubungan konsentrasi perak(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA



## LAMPIRAN 5. Data Hasil Penelitian

### 5.1. Penentuan pH Optimum

**Tabel L.5.1.** Data pengaruh pH adsorpsi terhadap % adsorpsi Ag

pH	[Ag(I)] awal (ppm)	[Ag(I)] setelah Adsorpsi			% Adsorpsi
		1	2	Rata-rata	
1	0,1972	0,0092	0,0082	0,0087 ± 0,0007	4,41
2	0,1972	0,0123	0,0112	0,0118 ± 0,0008	5,96
3	0,1972	0,0133	0,0143	0,0138 ± 0,0007	6,70
4	0,1972	0,0552	0,0562	0,0557 ± 0,0007	28,25
5	0,1972	0,1767	0,1839	0,1803 ± 0,0051	91,43
6	0,1972	0,1869	0,1931	0,1900 ± 0,0044	96,35
7	0,1972	0,1890	0,1880	0,1885 ± 0,0007	95,59
8	0,1972	0,1778	0,1716	0,1747 ± 0,0044	88,59
9	0,1972	0,0020	0,0031	0,0026 ± 0,0008	1,29

Contoh perhitungan:

- Untuk pH 1

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

$$\begin{aligned} \% \text{ adsorpsi} &= \frac{(0,1972 - 0,0087) \text{ mg/L}}{0,1972 \text{ mg/L}} \times 100 \% \\ &= 4,41 \% \end{aligned}$$

### 5.2. Penentuan Konsentrasi Eluen Optimum

**Tabel L.5.2.** Data pengaruh konsentrasi eluen HNO<sub>3</sub> terhadap % desorpsi Ag

Konsentrasi HNO <sub>3</sub> (M)	[Ag(I)] awal (ppm)	[Ag(I)] setelah Desorpsi			% Desorpsi
		1	2	Rata-rata	
0,1	0,1972	0,1124	0,1093	0,1109 ± 0,0022	56,21
0,5	0,1972	0,1573	0,1512	0,1543 ± 0,0043	78,22
1	0,1972	0,1869	0,1931	0,1900 ± 0,0044	96,35
2	0,1972	0,1900	0,1900	0,1900 ± 0,0000	96,35

Contoh perhitungan:

- Untuk konsentrasi HNO<sub>3</sub> 1 M

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

$$\begin{aligned} \% \text{ desorpsi} &= \frac{(0,1972 - 0,1109) \text{ mg/L}}{0,1972 \text{ mg/L}} \times 100 \% \\ &= 56,21 \% \end{aligned}$$

### 5.3. Penentuan Laju Alir Sampel Ag Optimum

**Tabel L.5.3.** Data pengaruh laju alir sampel Ag terhadap % adsorpsi Ag

Laju Alir Sampel ( $\mu\text{L/s}$ )	[Ag(I)] awal (ppm)	[Ag(I)] setelah Adsorpsi			% Adsorpsi
		1	2	Rata-rata	
5	0,1972	0,1808	0,1829	$0,1819 \pm 0,0015$	92,27
10	0,1972	0,1839	0,1808	$0,1824 \pm 0,0022$	92,47
20	0,1972	0,1869	0,1767	$0,1818 \pm 0,0072$	92,19
30	0,1972	0,1869	0,1767	$0,1818 \pm 0,0072$	92,19

Contoh perhitungan:

- Untuk laju alir sampel 5  $\mu\text{L/s}$

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

$$\begin{aligned} \% \text{ adsorpsi} &= \frac{(0,1972 - 0,1819) \text{ mg/L}}{0,1972 \text{ mg/L}} \times 100 \% \\ &= 92,27 \% \end{aligned}$$

### 5.4. Penentuan Laju Alir Eluen $\text{HNO}_3$ Optimum

**Tabel L.5.4.** Data pengaruh laju alir eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap % desorpsi Ag

Laju Alir Eluen ( $\mu\text{L/s}$ )	[Ag(I)] awal (ppm)	[Ag(I)] setelah Desorpsi			% Desorpsi
		1	2	Rata-rata	
5	0,1972	0,1716	0,1849	$0,1783 \pm 0,0094$	90,39
10	0,1972	0,1767	0,19	$0,1834 \pm 0,0094$	92,98
20	0,1972	0,1869	0,1818	$0,1844 \pm 0,0036$	93,48
30	0,1972	0,1869	0,1767	$0,1818 \pm 0,0072$	92,19

Contoh perhitungan:

- Untuk laju alir eluen 5  $\mu\text{L/s}$

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

$$\begin{aligned} \% \text{ desorpsi} &= \frac{(0,1972 - 0,1783) \text{ mg/L}}{0,1972 \text{ mg/L}} \times 100 \% \\ &= 90,39 \% \end{aligned}$$

## 5.5. Penentuan Volume Eluen $\text{HNO}_3$ Optimum

**Tabel L.5.5.** Data pengaruh volume eluen  $\text{HNO}_3$  terhadap % recovery Ag

Volume Ag 0,2 ppm (mL)	Volume Eluen $\text{HNO}_3$ (mL)	Absorbansi Awal	Absorbansi setelah Desorpsi			% Recovery
			1	2	Rata-rata	
5	1	0,0193	0,0715	0,0668	$0,0692 \pm 0,0033$	71,66
5	2,5	0,0193	0,0297	0,0323	$0,0310 \pm 0,0018$	80,31
5	5	0,0193	0,0183	0,0178	$0,0181 \pm 0,0004$	93,52
5	7,5	0,0193	0,0123	0,0126	$0,0125 \pm 0,0002$	96,76

Contoh perhitungan:

- Untuk volume eluen  $\text{HNO}_3$  1 mL

$$\begin{aligned} \% \text{ recovery} &= \frac{A_s}{A_o} \times \frac{V_e}{V_s} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0692}{0,0193} \times \frac{1}{5} \times 100 \% \\ &= 71,66 \% \end{aligned}$$

## 5.6. Penentuan Faktor Pemekatan

**Tabel L.5.6.** Data penentuan uji pemekatan

Konsentrasi Ag (ppm)	Volume Sampel (mL)	Volume Eluen (mL)	Absorbansi Awal	Absorbansi setelah Desorpsi		Faktor Pemekatan	% Recovery
				1	2		
0,2	5	5	0,0193	0,0183	0,0178	$0,94 \pm 0,02$	$93,52 \pm 1,83$
0,1	10	5	0,0080	0,0151	0,0148	$1,87 \pm 0,03$	$93,44 \pm 1,33$
0,07	15	5	0,0059	0,0166	0,0160	$2,76 \pm 0,07$	$92,09 \pm 2,40$

Contoh perhitungan:

- Untuk konsentrasi sampel Ag 0,2 ppm

$$\begin{aligned} \text{Faktor pemekatan} &= \frac{A_s}{A_o} \\ &= \frac{0,0183}{0,0193} \\ &= 0,95 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ recovery} &= \frac{A_s}{A_o} \times \frac{V_e}{V_s} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0183}{0,0193} \times \frac{5}{5} \times 100 \% \\ &= 94,82 \% \end{aligned}$$

### 5.7. Penentuan Perak dalam Sampel Air

**Tabel L.5.7.** Data penentuan perak dalam sampel air

Sampel	Absorbansi		Konsentrasi Ag (ppm)		Rata-rata
	1	2	1	2	
Air Kolam Renang	0,0006	0,0007	0,0061	0,0072	0,0066 ± 0,0007
Air Ledeng	0,0010	0,0011	0,0102	0,0112	0,0107 ± 0,0007
Air Mineral	0,0007	0,0007	0,0072	0,0072	0,0072 ± 0,0000
Air Sungai	0,0009	0,0010	0,0092	0,0102	0,0097 ± 0,0007

## 5.8. Penentuan Perak dalam Sampel Air Menggunakan *Spike Method*

**Tabel L.5.8.** Data penentuan perak dalam sampel air menggunakan *spike method*

Sampel Air	Konsentrasi Ag (ppm)					% Recovery
	Awal	Ditambahkan	Total			
			1	2	Rata-rata	
Air Kolam Renang	0,0066 ± 0,0007	0,01	0,0154	0,0164	0,0159 ± 0,0007	89,39
Air Ledeng	0,0107 ± 0,0007	0,01	0,0196	0,0190	0,0193 ± 0,0004	86,92
Air Mineral	0,0072 ± 0,0000	0,01	0,0162	0,0170	0,0166 ± 0,0006	91,67
Air Sungai	0,0097 ± 0,0007	0,01	0,0178	0,0192	0,0185 ± 0,0010	87,63

Contoh perhitungan:

- Air kolam renang

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Recovery} &= \frac{[\text{Ag}]_{\text{total}} - [\text{Ag}]_{\text{ditambahkan}}}{[\text{Ag}]_{\text{awal}}} \times 100 \% \\
 &= \frac{(0,0159 - 0,01) \text{ ppm}}{0,0066 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 89,39 \%
 \end{aligned}$$

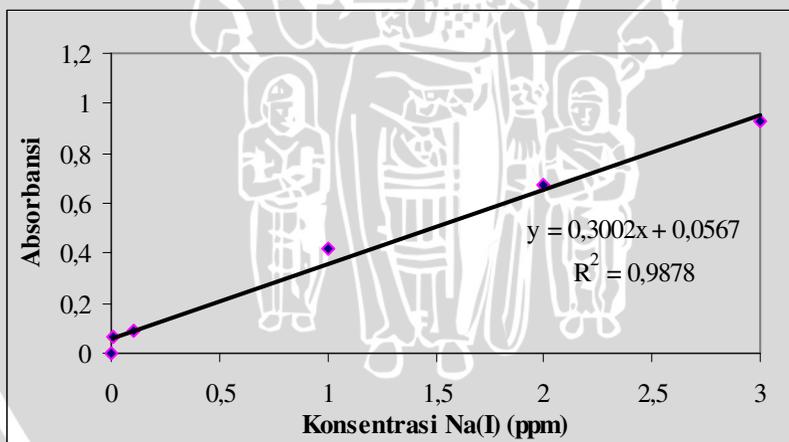
## LAMPIRAN 6. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Matriks Air Laut

### 6.1. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi untuk Kurva Baku Natrium(I)

**Tabel L.6.1.** Data perhitungan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku natrium(I)

No.	Konsentrasi natrium (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	0,01	0,0626
3.	0,1	0,0925
4.	1	0,4213
5.	2	0,673
6.	3	0,9251

Dari perhitungan regresi linier dapat dibuat kurva baku natrium(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada Gambar L.6.1.



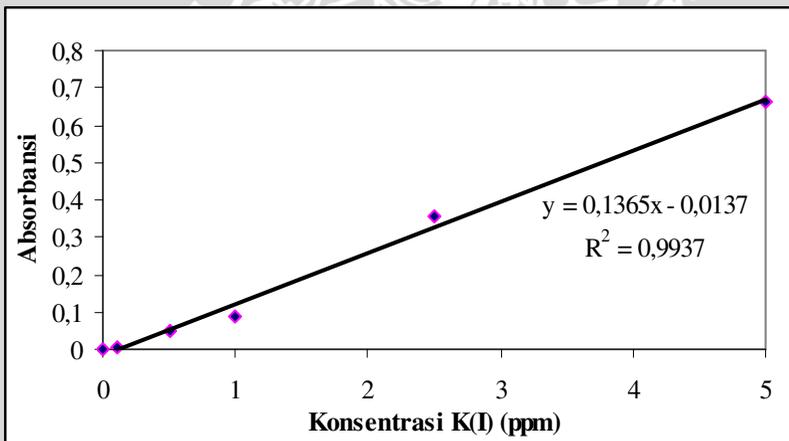
**Gambar L.6.1.** Kurva hubungan konsentrasi natrium(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

## 6.2. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi untuk Kurva Baku Kalium(I)

**Tabel L.6.2.** Data perhitungan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku kalium(I)

No.	Konsentrasi kalium (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	0,1	0,0059
3.	0,5	0,0492
4.	1	0,0878
5.	2,5	0,3541
6.	5	0,6631

Dari perhitungan regresi linier dapat dibuat kurva baku kalium(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada Gambar L.6.2.



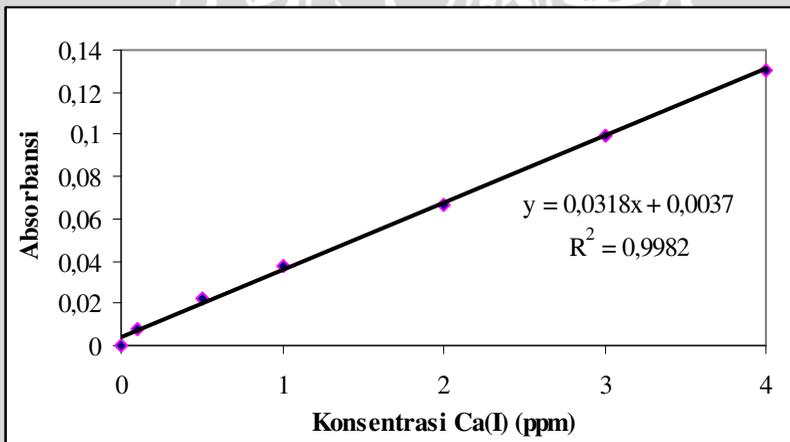
**Gambar L.6.2.** Kurva hubungan konsentrasi kalium(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

### 6.3. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi untuk Kurva Baku Kalsium(I)

**Tabel L.6.3.** Data perhitungan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku kalsium(I)

No.	Konsentrasi kalsium (ppm)	Absorbansi
1.	0	0
2.	0,1	0,0074
3.	0,5	0,0219
4.	1	0,0377
5.	2	0,0662
6.	3	0,0997
7.	4	0,1301

Dari perhitungan regresi linier dapat dibuat kurva baku kalsium(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada Gambar L.6.3.



**Gambar L.6.3.** Kurva hubungan konsentrasi kalsium(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

## LAMPIRAN 7. Data Penentuan % Removal Matriks Air Laut

**Tabel L.7.** Data penentuan % removal matriks air laut

Matriks Air Laut	Konsentrasi Awal (ppm)	Absorbansi Akhir	Konsentrasi Akhir (ppm)	% Removal
Na <sup>+</sup>	11500	274,95	915,70	92,04
K <sup>+</sup>	3900	8,49	62,30	98,40
Ca <sup>2+</sup>	400	0,13	3,97	99,01

Perhitungan:

- % Removal Na(I)

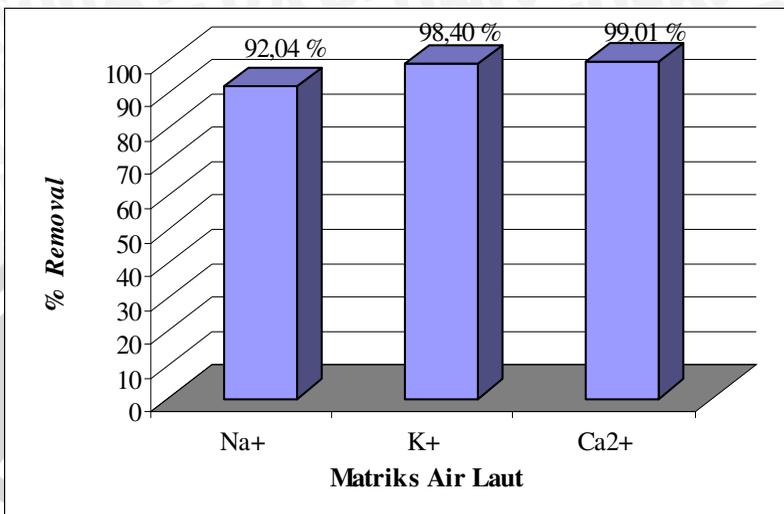
$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{Konsentrasi awal Na}^+ - \text{Konsentrasi akhir Na}^+}{\text{Konsentrasi awal Na}^+} \times 100 \% \\
 &= \frac{(11500 - 915,70) \text{ ppm}}{11500 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 92,04 \%
 \end{aligned}$$

- % Removal K(I)

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{Konsentrasi awal K}^+ - \text{Konsentrasi akhir K}^+}{\text{Konsentrasi awal K}^+} \times 100 \% \\
 &= \frac{(3900 - 62,30) \text{ ppm}}{3900 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 98,40 \%
 \end{aligned}$$

- % Removal Ca(II)

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{Konsentrasi awal Ca}^{2+} - \text{Konsentrasi akhir Ca}^{2+}}{\text{Konsentrasi awal Ca}^{2+}} \times 100 \% \\
 &= \frac{(400 - 3,97) \text{ ppm}}{400 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 99,01 \%
 \end{aligned}$$



**Gambar L.7.** Grafik batang % removal matriks air laut



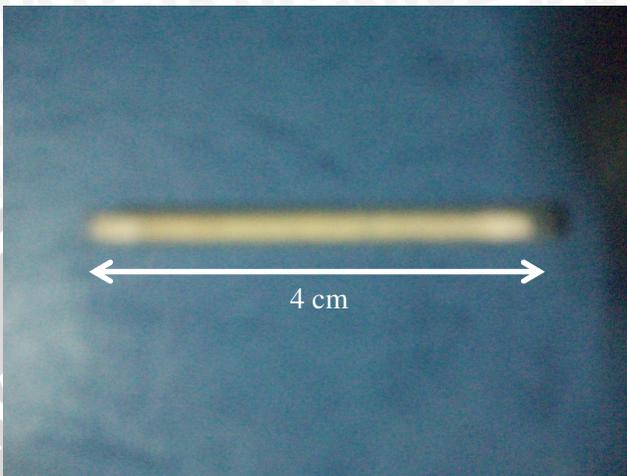
**LAMPIRAN 8. Foto Alat-Alat yang Digunakan dan Hasil yang Diperoleh**



**Gambar L.8.1. Kitosan**



**Gambar L.8.2. Kitosan bertautan silang**



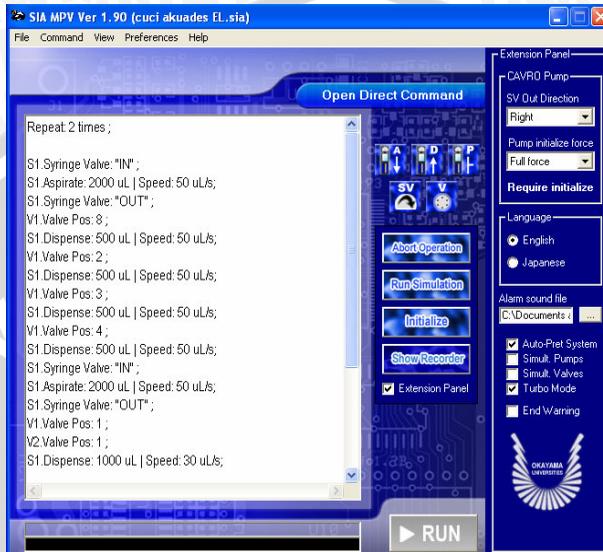
diameter dalam kolom = 0,2 cm  
panjang kolom = 4 cm

**Gambar L.8.3. Kolom**

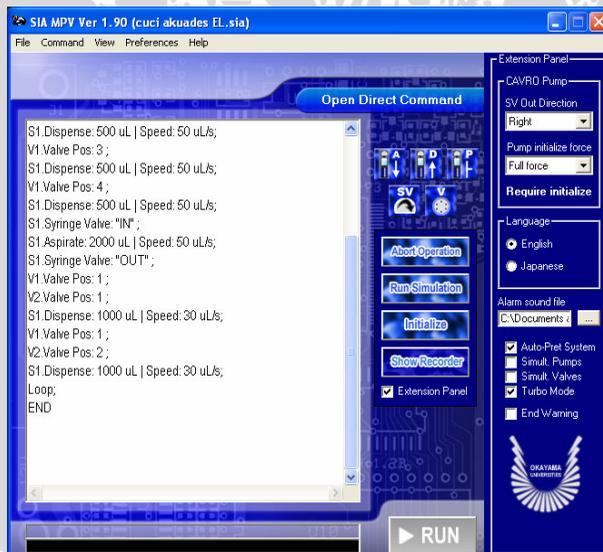


**Gambar L.8.4. Alat APS**

## LAMPIRAN 9. Tampilan Program

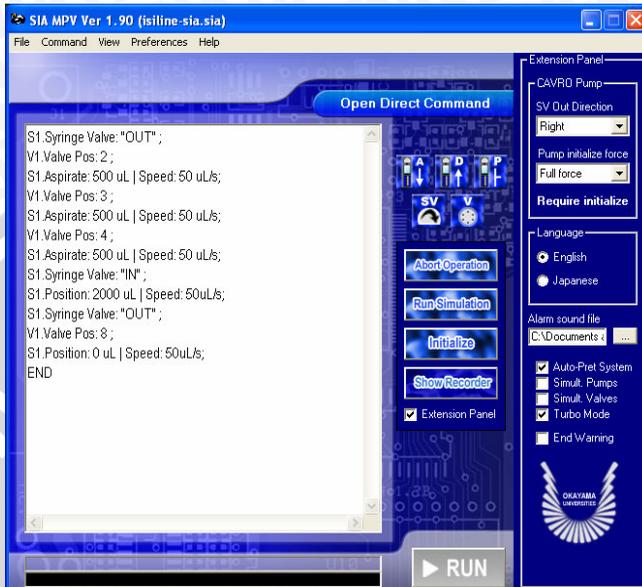


(a)

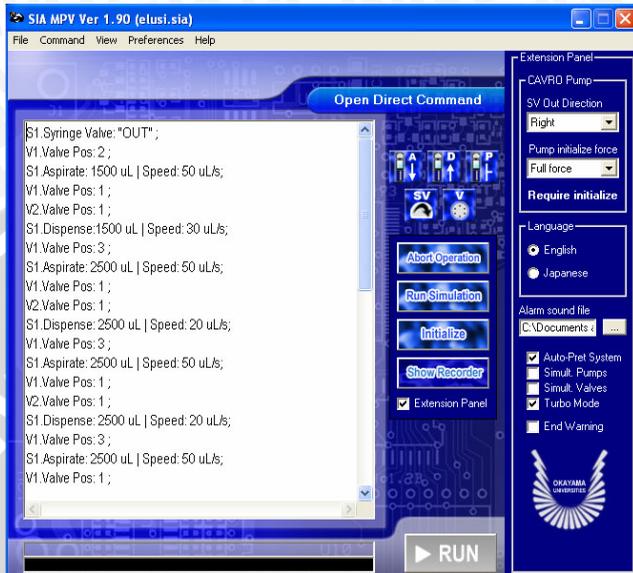


(b)

**Gambar L.9.1.** Program pencucian saluran (a dan b)



**Gambar L.9.2.** Program pengisian saluran



(a)



(b)

**Gambar L.9.3.** Program proses elusi (a dan b)