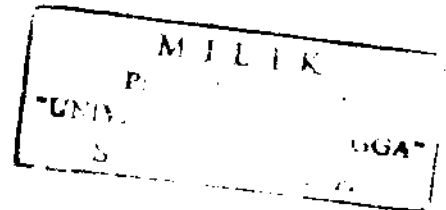


**TESIS**

**SINTESIS SELULOSA XANTAT  
SEBAGAI BAHAN PENUKAR KATION Pb DAN Cd  
DARI  $\alpha$ -SELULOSA JERAMI PADI**



KK  
TF. 44/97  
Eko  
S



**Juni Ekowati**

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA  
1997**

**SINTESIS SELULOSA XANTAT  
SEBAGAI BAHAN PENUKAR KATION Pb DAN Cd  
DARI  $\alpha$ -SELULOSA JERAMI PADI**

**TESIS**

**Untuk memperoleh Gelar Magister dalam Program Ilmu Farmasi  
Pada Program Pascasarjana Universitas Airlangga**

**Oleh :**

**Juni Ekowati**

**NIM. 099411577-M**

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA  
1997**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**Pembimbing Ketua**

  
**Dr. G.N.Astika,Apt.**

**NIP. 130368707**

**Pembimbing**

  
**Dr. Amiruddin Prawita,Apt.**

**NIP. 130541813**

**Mengetahui :**

**Ketua Program Studi Ilmu Farmasi  
Program Pascasarjana Universitas Airlangga**

  
**Dr. Widji Soerataji, DEA, Apt.**

**NIP. 130 611 501**

## UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur saya panjatkan ke hadirat Allah Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang, atas segala limpahan nikmat dan rahmatNya kepada saya sekeluarga, karena hanya dengan ijinNya semata saya dapat menyelesaikan tesis untuk memenuhi persyaratan Pendidikan Pasca Sarjana Program Studi Ilmu Farmasi Universitas Airlangga. Terima kasih yang tulus dan sedalam-dalamnya saya sampaikan kepada :

Bapak Dr. G.N. Astika, Apt, dari Laboratorium Sintesis Farmasi dan Dr. Amiruddin Prawita, Apt, dari Laboratorium Analisis Farmasi selaku pembimbing yang telah mengorbankan waktunya untuk memberikan dorongan, bimbingan dan nasehat mulai persiapan hingga selesainya tesis ini.

Ir. Rauf Purnama, Direktur PT. Petrokimia Gresik yang telah memberikan ijin untuk melaksanakan penelitian di PT. Petrokimia. Bapak Nyoman Dana, Kepala Bagian Laboratorium Produksi I PT. Petrokimia Gresik yang telah membantu menyediakan fasilitas dan memberikan bimbingan selama penelitian. Bapak Sumadi, Bapak Achmad Chumaidi, Ibu Wiwien dari Laboratorium Produksi I PT. Petrokimia Gresik yang telah membantu saya dalam melaksanakan penelitian.

Bapak Drs. Sudirman, Apt. dari Laboratorium Kesehatan Daerah Surabaya yang telah membantu saya bekerja dengan alat AAS.

Dr. W.H. Chan dari Departemen Kimia Universitas Baptist Hong Kong dan Dr.V.K.W. Cheng dari Departemen Fisika Universitas Baptist Hong Kong yang telah membantu saya dalam penelusuran literatur dan

informasi.

Tim Manajemen Program Doktor (TMPD) Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia, yang telah memberikan bantuan beasiswa selama pendidikan.

Rektor Universitas Airlangga yang telah memberikan kesempatan kepada saya untuk mengikuti Pendidikan di Program Pascasarjana Universitas Airlangga.

Dekan Fakultas Farmasi yang telah memberikan kesempatan kepada saya untuk mengikuti Pendidikan di Program Pascasarjana Universitas Airlangga.

Ibu Dr. Widji Soeratri, Apt, yang telah banyak berjasa dalam memberikan bantuan moril selama mengikuti pendidikan pada Program Pascasarjana Program Studi Ilmu Farmasi.

Ibu Dra. Tutuk Budiati, MS., Dr. Hadi Siswono, Drs. Heru Wibowo, MS., Dr. Achmad Syahrani, MS., Drs. Hadi Poerwono, MSc., Drs. Marcellino Rudyanto, MS., Dra. Suzana, yang telah memberikan dukungan dan bantuan untuk penelitian ini.

Semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu per satu yang telah memberikan dorongan moral maupun material selama saya menempuh pendidikan ini.

Kedua orang tua saya, Bapak dan Ibu Mashadi atas asuhan dan doa yang selalu diberikan kepada saya sekeluarga. Sembah bakti saya haturkan.

Suamiku Drs. Mochamad Chalbirin dan anakku Abi tersayang, yang telah memberikan dorongan, doa, pengertian dan pengorbanan selama

saya menempuh pendidikan ini.

Adik-adikku yang banyak memberikan dorongan dan bantuan selama ini.

**Surabaya, Januari 1997**

## ABSTRACT

A research on the synthesis cation exchange material from  $\alpha$ -cellulose of rice hull has been done.

Rice hull cellulose was isolated by treating the hull with 5% sodium hydroxide and 5% sodium hypochlorite solutions. Analyses using IR spectroscopy, X-ray diffraction, thermogram profile, and spot tests (Mollisch, Iodium, Fehling, etc.) showed that the isolated material has identically characteristics of microcrystalline cellulose.

As an effort to attach ionogenic group into cellulose, xanthation reaction has been done. In order to study the influence of reagent concentration on the amount of xhantate group attached, the reaction was carried out using different NaOH concentrations (15%, 18%, and 20%). The ammount of xanthate attached was calculated from sulphur content of xanthation products. The sulphur content were  $SXJP_{15} = 0,5628\%$ ,  $SXJP_{18} = 0,7481\%$ ,  $SXJP_{20} = 0,8908\%$ . The regression equation :  $y = - 0,4195 + 0,0653 (\text{NaOH})$ . Regression equation shows that the influence of NaOH concentration on sulphur content is 6,53%. Comparison to xanthation product of microcrystalline cellulose shows the influence of cellulose purity as 15,9025%.

To study the influence of pH on xanthation product ion exchange capacity, xanthation products in various pH (3, 4, 5) were applied to Pb and Cd as metal models.

Multiple regression statistical analysis give the regression equation  $y = -0,53822 - 0,5603 (\text{pH}) + 0,9891 (\text{S}) + 0,4778 (\text{metal}) + 0,8846 (\text{cellulose})$ . From this equation has known, that the influence of pH on xanthation product ion exchange is 56.03%. It is concluded that the ion exchange capacity increase as the decrease in pH. From this equation, the increase in purity of cellulose and the increase in the amount of xanthate group attached influence on ion exchange capacity. The equation shows that the metal variable gives the lowest influence on ion exchange capacity, so it can be concluded that this cation exchange material can be applied to the other metals.



**DAFTAR SINGKATAN**

<b>DTA</b>	<b>Differential Thermal Analysis</b>
<b>SJP</b>	<b><math>\alpha</math>-Selulosa Jerami Padi</b>
<b>SXJP</b>	<b>hasil xantasi <math>\alpha</math>-selulosa jerami padi</b>
<b>SXJP<sub>15</sub></b>	<b>hasil xantasi <math>\alpha</math>-selulosa jerami padi dengan larutan NaOH 15%</b>
<b>SXJP<sub>18</sub></b>	<b>hasil xantasi <math>\alpha</math>-selulosa jerami padi dengan larutan NaOH 18%</b>
<b>SXJP<sub>20</sub></b>	<b>hasil xantasi <math>\alpha</math>-selulosa jerami padi dengan larutan NaOH 20%</b>
<b>SMK</b>	<b>selulosa mikrokristal</b>
<b>SXMK<sub>15</sub></b>	<b>hasil xantasi selulosa mikrokristal dengan larutan NaOH 15%</b>
<b>SXMK<sub>18</sub></b>	<b>hasil xantasi selulosa mikrokristal dengan larutan NaOH 18%</b>
<b>SXMK<sub>20</sub></b>	<b>hasil xantasi selulosa mikrokristal dengan larutan NaOH 20%</b>
<b>LOD</b>	<b>Limit of Detection</b>
<b>LOQ</b>	<b>Limit of Quantitation</b>
<b>S</b>	<b>Sulfur</b>
<b>S<sub>15</sub></b>	<b>kadar sulfur yang diperoleh hasil xantasi dengan larutan NaOH 15%</b>
<b>S<sub>18</sub></b>	<b>kadar sulfur yang diperoleh hasil xantasi dengan larutan NaOH 18%</b>
<b>S<sub>20</sub></b>	<b>kadar sulfur yang diperoleh hasil xantasi dengan larutan NaOH 20%</b>
<b>PTC</b>	<b>Phase Transfer Catalysis</b>

## DAFTAR ISI

	halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
ABSTRAK	vii
DAFTAR SINGKATAN	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang Permasalahan	1
1.2. Perumusan Masalah	6
1.3. Tujuan Penelitian	6
1.4. Manfaat Penelitian	7
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>8</b>
2.1 Tinjauan Tentang Jerami Padi	8
2.2. Tinjauan Tentang Selulosa	10
2.2.1. Struktur selulosa	10
2.2.2. Selulosa dalam tanaman	14
2.2.3. Isolasi selulosa dalam tanaman	15
2.3. Tinjauan tentang Sintesis selulosa xantat	16
2.4. Tinjauan Tentang Penukar Ion	20
2.4.1. Prinsip Dasar	20

2.4.2. Bahan Penukar Ion dari Selulosa	22
2.4.3. Karakteristik Bahan Penukar Ion	23
2.4.3.1. Kapasitas penukar ion	23
2.4.3.2. Selektifitas resin	23
2.4.3.3. Pembengkakan resin	24
2.4.3.4. Koefisien Distribusi Molar dan efek pH	25
2.5. Tinjauan Tentang Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	26
2.4.1. Tinjauan umum tentang SSA	26
2.4.2. <i>Flame</i> SSA (FAAS)	27
2.4.3. Interferensi pada FAAS	28
2.6. Sifat-sifat logam Pb dan Cd	29
BAB 3 KERANGKA KONSEPTUAL DAN HIPOTESIS PENELITIAN	33
3.1. Kerangka Konseptual	33
3.2. Hipotesis Penelitian	36
BAB 4 METODE PENELITIAN	37
4.1 Bahan	37
4.2 Alat	38
4.3 Prosedur Kerja	38
4.3.1. Reaksi Sintesis bahan penukar kation dari $\alpha$ -selulosa jerami padi	38
4.3.2. Penetapan kadar sulfur hasil xantasi dari SJP	41
4.3.3. Analisis Kapasitas Penukar Kation SXJP	45
4.4. Pengamatan	48
4.5. Analisis Hasil	50
4.6. Bagan Percobaan	51

<b>BAB 5</b>	<b>HASIL PENELITIAN</b>	<b>52</b>
	5.1. Hasil Pemeriksaan SJP	52
	5.2. Pemeriksaan Hasil xantasi Senyawa Hasil Isolasi Dari Jerami Padi (SXJP)	63
	5.3. Pemeriksaan Hasil xantasi Selulosa mikro kristal (SXMK)	71
	5.4. Hasil Penetapan kadar sulfur hasil xantasi	77
	5.5. Hasil penetapan KPK SXJP dan SXMK	79
<b>BAB 6</b>	<b>PEMBAHASAN</b>	<b>84</b>
<b>BAB 7</b>	<b>KESIMPULAN</b>	<b>101</b>
	<b>SARAN</b>	<b>102</b>
	<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>103</b>
	<b>LAMPIRAN</b>	<b>108</b>

## DAFTAR TABEL

	halaman
2.1. Perbandingan limit deteksi metode absorpsi <i>flame</i> dan emisi <i>flame</i>	28
2.2. Garis resonansi Pb	30
2.3. Garis resonansi Cd	31
5.1. Hasil uji pelarutan SJP dibandingkan dengan SMK	54
5.2. Hasil pemeriksaan sifat kimia SJP dibandingkan dengan SMK	55
5.3. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SJP dengan pembawa KBr	56
5.4. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SMK dengan pembawa KBr	56
5.5. Hasil pemeriksaan kimiawi SXJP <sub>20</sub> , SXJP <sub>18</sub> , SXJP <sub>15</sub> dibandingkan dengan SJP	64
5.6. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP <sub>20</sub> dengan pembawa KBr	69
5.7. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP <sub>18</sub> dengan pembawa KBr	70
5.8. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP <sub>15</sub> dengan pembawa KBr	70
5.9. Hasil pemeriksaan kimiawi SXJP <sub>20</sub> , SXJP <sub>18</sub> , SXJP <sub>15</sub> dibandingkan dengan SMK	72
5.10. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK <sub>20</sub> dengan pembawa KBr	76
5.11. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK <sub>18</sub> dengan pembawa KBr	77

5.12. Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK <sub>15</sub> dengan pembawa KBr	77
5.13. Kadar S (%) sampel SXMK dan sampel SXJP	78
5.14. Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation hasil xantasi selulosa mikro kristal terhadap logam Pb	80
5.15. Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation hasil xantasi selulosa mikro kristal terhadap logam Cd	81
5.16. Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation hasil xantasi $\alpha$ -selulosa jerami padi terhadap logam Pb	82
5.17. Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation hasil xantasi $\alpha$ -selulosa jerami padi terhadap logam Cd	83

## DAFTAR GAMBAR

	halaman
2.1. Struktur selulosa	10
2.2. Difraktogram berbagai selulosa	12
2.3. Pembengkakan selulosa <i>spruce</i> dalam kenaikan NaOH, KOH dan LiOH, dinyatakan sebagai volume kation terhidrat	13
2.4. Reaksi pembentukan selulosa xantat	17
2.5. Struktur skematik resin penukar ion	21
5.1. Bentuk selulosa mikro kristal, jerami padi dan hasil isolasi dari jerami padi	53
5.2. Spektra infra merah SJP dengan pembawa KBr	57
5.3. Spektra infra merah SMK dengan pembawa KBr	57
5.4. Termogram DTA SJP	59
5.5. Termogram DTA SJP	60
5.6. Difraktogram SJP	61
5.7. Difraktogram SMK	62
5.8. Bentuk SXJP	63
5.9. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan NaCl p.a.	65
5.10. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXJP <sub>20</sub>	65
5.11. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXJP <sub>18</sub>	66
5.12. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXJP <sub>15</sub>	66
5.13. Diafraktogram NaCl dari SXJP <sub>15</sub>	67
5.14. Spektra infra merah SXJP <sub>20</sub> dengan pembawa KBr	68
5.15. Spektra infra merah SXJP <sub>18</sub> dengan pembawa KBr	68
5.16. Spektra infra merah SXJP <sub>18</sub> dengan pembawa KBr	69

5.17. Bentuk SXMK	71
5.18. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXMK <sub>20</sub>	73
5.19. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXMK <sub>18</sub>	73
5.20. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXMK <sub>15</sub>	74
5.21. Spektra infra merah SXMK <sub>20</sub> dengan pembawa KBr	75
5.22. Spektra infra merah SXMK <sub>18</sub> dengan pembawa KBr	75
5.23. Spektra infra merah SXMK <sub>15</sub> dengan pembawa KBr	76
5.24. Hubungan % NaOH dan %S pada hasil xantasi selulosa mikro kristal dan $\alpha$ -selulosa jerami padi	78
5.25. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Pb	80
5.26. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Cd	81
5.27. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi $\alpha$ -selulosa jerami padi dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Pb	82
5.28. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi $\alpha$ -selulosa jerami padi dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Cd	83



## DAFTAR LAMPIRAN

	halaman
1. Pengukuran serapan sampel $\text{SO}_4$ untuk mencari panjang gelombang maksimum	108
2. Serapan larutan baku $\text{SO}_4$	109
3. Serapan sampel SXMK dan SXJP pada panjang gelombang 425 nm	110
4. Serapan blanko $\text{SO}_4$ pada panjang gelombang 425 nm	111
5. Hasil pengukuran serapan blanko larutan $\text{HNO}_3$ 1%	112
6. Serapan larutan baku Pb pada panjang gelombang 217,0 nm	113
7. Serapan larutan baku Cd pada panjang gelombang 228,8 nm	114
8. Hasil pengukuran serapan larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , serapan sampel sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP, SXMK dan SJP terhadap ion logam Pb	115
9. Hasil pengukuran serapan larutan baku $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ , serapan sampel sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP, SXMK dan SJP terhadap ion logam Cd	126
10. Analisis Statistik pengaruh kadar NaOH terhadap kadar Sulfur SXJP	136
10.a. Analisis Statistik pengaruh kadar NaOH terhadap kadar Sulfur SXJP	139
11. Analisis statistik pengaruh kadar NaOH dan selulosa terhadap kadar Sulfur SXJP	141
12. Analisis Statistik pengaruh pH, logam, sulfur terhadap KPK SXJP	144
13. Analisis Statistik pengaruh pH, logam, sulfur, selulosa terhadap KPK SXJP	151

## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1. LATAR BELAKANG PERMASALAHAN

Perkembangan industri yang sangat pesat akan memberikan dampak negatif apabila tidak diikuti dengan pengelolaan yang benar terhadap limbah industri. Pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh perkembangan industri tersebut dapat dicegah dengan pengendalian sesuai dengan sifat limbahnya (Sekmeneg. KLH, 1988).

Setelah mengalami proses pengolahan, maka limbah itu dialirkan melalui saluran-saluran yang akhirnya berada di aliran sungai. Pengolahan limbah yang kurang sempurna dapat menimbulkan pencemaran (Pikir,S., 1993).

Bahan-bahan pencemar dalam limbah terdiri dari senyawa-senyawa berbagai macam unsur, baik berupa senyawa organik maupun senyawa anorganik. Banyak diantaranya yang bersifat berbahaya bagi kesehatan manusia maupun organisme lainnya. Diantara bahan-bahan berbahaya itu berupa logam-logam berat, misalnya Cd, Cu, Fe, Hg, Pb, Al, Th (Kirk-Othmer, 1982). Dari logam-logam berat itu yang paling kuat sifat racunnya dan sering mencemari lingkungan adalah logam berat Pb dan Cd (Sutton, Patrice M., dkk., 1995, Blumberg, A.A., 1994, Fardiaz, 1992). Efek kronis



terpapar Pb diantaranya adalah kerusakan pada sistem saraf pusat dan sistem saraf perifer (Hirata, M., Kosaka, H., 1993). Peningkatan kadar dari 10 menjadi 20 ng/dl menyebabkan penurunan IQ anak-anak sebesar 2,6 poin (Swartz, J., 1994). Sedangkan Cd dapat menyebabkan gangguan berupa endapan pada ginjal, kerapuhan tulang, mengurangi hemoglobin darah (Tontowi, dkk., 1996).

Dalam usaha memperoleh air yang bebas dari pencemaran logam berat sesuai persyaratan yang ditetapkan, salah satu pengolahan yang dilakukan adalah dengan resin penukar ion (Saxena, 1995, Wong, T.C., dkk., 1994, Sukar, 1996).

Salah satu bahan resin penukar ion yang berasal dari alam adalah selulosa (Sjostrom, E., 1993, Anderson, R., 1987). Sebagai negara agraris banyak sumber-sumber selulosa yang dimiliki oleh Indonesia, diantaranya berasal dari limbah pertanian.

Pemanfaatan limbah padi di Indonesia sudah banyak dilakukan, terutama untuk bidang pertanian. Contohnya dedak padi untuk makanan ternak, sekam padi untuk alas kandang ayam, dan jerami padi untuk makanan ternak ruminansia atau media penanaman jamur. Pemanfaatan untuk bidang industri masih terbatas, padahal beberapa sifat yang ada dalam limbah dapat dimanfaatkan lebih lanjut untuk bidang industri (Tangendjaja, B., 1991).

Jerami padi merupakan salah satu jenis jerami yang penting bagi Indonesia. Ditinjau dari jumlah, maka jerami padi (berat kering  $(92,24 \pm 0,37)\%$ ) merupakan limbah utama pertanian. (Tangendjaja, B., 1991). Menurut Biro Pusat Statistik, produksi padi tahun 1995 adalah 50.157 juta ton (Warta Pertanian 140, 1995). Pada jenis padi yang ditanam, perbandingan antara jerami dan gabah biasanya dianggap 1 : 1, merang 10% dari jerami, sekam, katul dan beras masing-masing 20%, 8% dan 65% dari gabah (Winarno, F.G., dkk., 1985). Komposisi kimia jerami diantaranya adalah serat kasar  $((35,0 \pm 5,1)\%)$ , selulosa  $((68,7 \pm 0,1)\%)$ , lignin (27%), lemak  $((1,68 \pm 0,92)\%)$  (Tangendjaja, B., 1991). Komar (1984) menyatakan bahwa 37% jerami padi dibakar (dibuang), 36% untuk alas kandang, 15% untuk pakan ternak dan 12% untuk keperluan industri.

Hal ini membuka peluang penelitian untuk memanfaatkan limbah jerami padi yang terbuang tersebut.

Penelitian tentang jerami padi yang telah dilakukan adalah meningkatkan nilai gizi jerami padi untuk pakan ternak, memperbaiki daya cerna jerami padi, pemanfaatan jerami untuk kompos, media pertumbuhan jamur dan bahan bakar (Tangendjaja, B., 1991). Penelitian pemanfaatan kandungan selulosa yang relatif tinggi pada jerami sebagai penukar ion belum dilakukan.

Isolasi selulosa sangat dipengaruhi oleh senyawa yang menyertai selulosa di dalam dinding sel, antara lain lemak, lilin, protein dan pektin. Senyawa-senyawa ini dapat dihilangkan dengan cara ekstraksi menggunakan pelarut organik dan alkali encer (Fengel,1995). Di dalam dinding tanaman, selulosa terikat dengan poliosa (hemiselulosa) dan lignin sehingga proses pemisahannya memerlukan perlakuan kimia yang intensif.

Hasil isolasi dari bahan yang mengandung selulosa akan memberikan tiga macam bentuk selulosa, yaitu :  $\alpha$ -selulosa,  $\beta$ -selulosa dan  $\gamma$ -selulosa. Cara isolasi yang berbeda akan menghasilkan bentuk selulosa yang berbeda pula. Bila diisolasi dalam suasana basa akan dihasilkan  $\alpha$ -selulosa, dalam suasana netral akan dihasilkan  $\beta$ -selulosa, sedangkan  $\gamma$ -selulosa merupakan bagian yang tetap larut meskipun dalam larutan yang dinetralkan (Turner,1961). Jentgen menyarankan suatu uji kelarutan dalam larutan natrium hidroksida 17,5%. Metoda ini telah dimodifikasi dan digunakan sebagai metode standar untuk penentuan  $\alpha$ -selulosa,  $\beta$ -selulosa dan  $\gamma$ -selulosa oleh ASTM standard dan Tappi standard. Selulosa yang tidak larut dalam NaOH 17,5% disebut  $\alpha$ -selulosa (Fengel,1995).

Sjostrom, E., (1993) dan Anderson, R., (1987) menyatakan bahwa selulosa dapat digunakan sebagai resin penukar ion, dengan cara mereaksikan gugus hidroksil bebasnya dengan gugus fungsi yang bersifat asam atau basa.

Hasil suatu reaksi sintesis dipengaruhi oleh proses atau reaksi yang berlangsung, dan beberapa faktor yang menyertai proses tersebut, antara lain : macam pereaksi, konsentrasi pereaksi, suhu dan tekanan (Fesenden, 1990). Sintesis bahan penukar kation dari  $\alpha$ - selulosa jerami padi (SJP) termasuk salah satu proses sintesis yang dapat dipengaruhi faktor-faktor tersebut.

Sintesis bahan penukar kation SJP merupakan reaksi  $SN_2$ . Laju reaksi  $SN_2$  tergantung dari konsentrasi pereaksi dan struktur pereaksi (Fesenden, 1990). Untuk mengetahui pengaruh faktor konsentrasi pereaksi, maka pada penelitian ini dilakukan reaksi xantasi dengan beberapa macam konsentrasi larutan basa.

Tujuan mereaksikan selulosa dengan suatu basa adalah untuk meningkatkan kereaktifan gugus hidroksil pada selulosa tersebut, sehingga diperoleh selulosat. Selulosat ini bersifat nukleofil kuat (Fengel, 1995). Pada penelitian ini basa yang digunakan adalah NaOH. Kemudian selulosat ini direaksikan dengan  $CS_2$  dan katalis PTC menjadi selulosa xantat.

Wong, dkk. (1994) memanfaatkan serbuk gergaji sebagai sumber selulosa untuk pembuatan resin penukar ion. Selulosa diisolasi dari serbuk gergaji tersebut dengan direaksikan dengan larutan NaOH 5%. Selanjutnya serbuk gergaji yang sudah mengalami perlakuan (SGP) tersebut dixantasi. Diduga pada SGP tersebut masih banyak mengandung senyawa-senyawa kimia lain. Pada pH 3-6, kapasitas penukar ion bervariasi terhadap ion  $Cd^{+2}$ ,

$\text{Ni}^{+2}$ ,  $\text{Cu}^{+2}$ . Diduga macam logam menyebabkan variasi kapasitas penukar ion hasil xantasi tersebut.

Agar diperoleh hasil isolasi selulosa yang lebih murni, maka pada jerami padi diberi perlakuan kimia yang lebih intensif. Pada isolat yang lebih murni diharapkan reaksi xantasi dapat berlangsung lebih sempurna.

## 1.2. PERUMUSAN MASALAH

Berdasarkan latar belakang permasalahan di atas maka rumusan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Bagaimanakah pengaruh konsentrasi NaOH pada sintesis penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi ?
- b. Bagaimanakah pengaruh pH , asal selulosa, macam logam, dan jumlah gugus ionogenik , terhadap kapasitas penukar kation bahan hasil sintesis ?

## 1.3. TUJUAN PENELITIAN

Penelitian ini bertujuan :

- a. Mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap jumlah gugus ionogenik pada sintesis penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi.

- b. Mengetahui pengaruh pH, asal selulosa, macam logam, dan jumlah gugus ionogenik terhadap kapasitas penukar kation bahan hasil xantasi.

#### 1.4. MANFAAT PENELITIAN

Penelitian ini diharapkan memberikan manfaat bagi usaha penyediaan bahan penukar kation yang lebih murah dan cepat pengerjaannya.

Selain itu diharapkan penelitian ini bermanfaat dalam usaha memberi nilai tambah pada salah satu limbah pertanian, yaitu jerami padi yang pada gilirannya akan dapat memberikan pendapatan tambahan bagi petani sehingga meningkatkan kesejahteraannya.



## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Tinjauan tentang jerami padi

Jerami padi merupakan salah satu jenis jerami yang penting bagi Indonesia. Produksi jerami mencapai 3-5 ton/ha per tanaman padi (Tangendjaja, B., 1991). Menurut Rahardjo dkk.,(1981) ditinjau dari jumlah, maka jerami padi (berat kering  $(92,24 \pm 0,37)\%$ ) merupakan limbah utama pertanian. Jerami padi merupakan salah satu limbah panen selain sekam, dedak dan bekatul (Soemardi dan Thahir, R., 1991).

Jerami padi mengandung lemak  $(1,68 \pm 0,92)\%$ , selulosa  $(38,9 \pm 2,2)\%$ , kalsium  $(0,18 \pm 0,12)$ , fosfor  $(0,094 \pm 0,0028)\%$ , hemiselulosa  $(27,7 \pm 8,1)\%$ , lignin  $(\pm 27\%)$  (Tangendjaja, B., 1991).

Penggunaan jerami untuk kertas sudah dilaporkan sejak tahun 1808 di Inggris. Beberapa perusahaan kertas di Indonesia seperti Leces menggunakan jerami sebagai bahan bakunya. Hal ini antara lain disebabkan terbatasnya persediaan kayu yang baik untuk pulp dan kertas, sedangkan batang padi dan batang padi-padian lainnya sebagai bahan sisa pertanian dapat diperoleh dalam jumlah besar dan harga relatif murah (Tangendjaja, B., 1991).

Alternatif lain penggunaan jerami padi untuk pembuatan serat sejenis rayon masih dalam tahap perkiraan.

Komposisi kimia jerami dipengaruhi oleh faktor genetik dan lingkungan, yaitu curah hujan, suhu, kesuburan tanah dan pemupukan. Metode pengumpulan dan kondisi setelah panen juga dapat mengubah komposisi jerami (Tangendjaja, B., 1991).

Menurut Sutardi, T., dkk.,(1980) peningkatan manfaat jerami dapat dilakukan dengan hidrolisis basa. Perlakuan kimia ini bertujuan melepaskan ikatan selulosa dengan lignin. Bahan kimia yang paling banyak digunakan adalah senyawa basa seperti NaOH, Ca(OH)<sub>2</sub> dan NH<sub>4</sub>OH. Diantara senyawa-senyawa tersebut yang paling efektif adalah NaOH. Selain itu, lignin dapat dihilangkan dari jerami padi dengan cara merendam jerami padi selama satu hari di dalam larutan NaOH 1,5% kemudian dicuci beberapa kali dengan air (Tangendjaja, B., 1991).

Tanaman, termasuk padi mengisap hara, baik berada di larutan maupun yang terikat di kompleks adsorpsi. Menurut Tanaka dan Yoshida (1975) unsur yang terdapat di dalam jerami diantaranya Ca (0,15%), Mg (0,10%), S (0,10%), Si (5,0%), Zn (sampai 1500 ppm), B (3,4-100 ppm) ( Fagi, A. M. dan Las, Irsal, 1991).

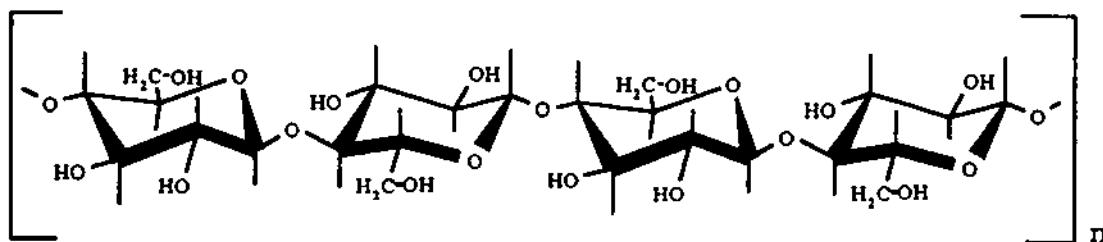
## 2.2. TINJAUAN TENTANG SELULOSA

### 2.2.1. Struktur selulosa

Selulosa merupakan komponen utama dari kayu dan tanaman berserat. Selulosa mempunyai sifat tidak larut dalam air, tidak berasa dan merupakan karbohidrat tidak mereduksi.

Selulosa merupakan homopolisakarida yang tersusun atas unit-unit  $\beta$ -D-glukopiranososa yang terikat satu sama lain dengan ikatan-ikatan glikosida (1 $\rightarrow$ 4) (Gambar 2.1) (Fengel, 1995).

Polimer ini berbentuk rantai molekul yang panjang dan lurus. Setiap molekul selulosa mengandung  $\pm 1500$  (+)-D-unit glukosa. Berat molekul  $2,5 \times 10^5 - 1 \times 10^6$  atau lebih. Selulosa mikrokristalin (Avicel) adalah fragmen selulosa yang mengandung 200 unit glukosa (Allenmark, S. 1991).



Gambar 2.1. Struktur selulosa, Unit-unit  $\beta$ -D-glukopiranososa pada konformasi kursi dan substituen-substituen HO-2, HO-3 dan  $\text{CH}_2\text{OH}$  terorientasi ekuatorial (Fengel, 1995).

Kedua ujung rantai selulosa mempunyai gugus-gugus -OH yang berbeda sifatnya. Gugus  $\text{C}_1\text{-OH}$  adalah gugus hidrat aldehida, bersifat

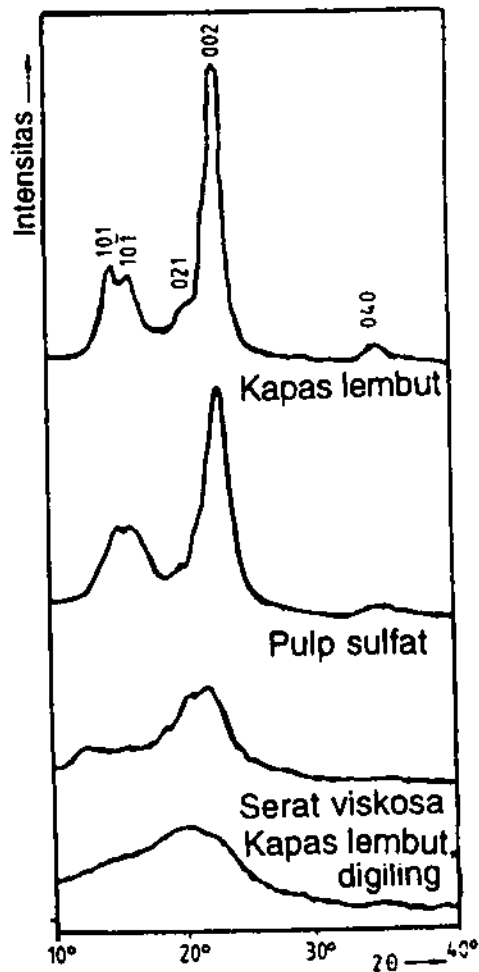
pereduksi, berasal dari pembentukan cincin melalui ikatan hemiasetal intramolekul. Gugus -OH hidroksil alkoholat, bukan pereduksi (Fengel, 1995).

Gugus fungsional yang terdapat dalam rantai selulosa adalah gugus hidroksil, yang menentukan struktur supramolekul, sifat fisika dan kimia selulosa (Fengel, 1995).

Gugus-gugus -OH cenderung membentuk ikatan-ikatan hidrogen intra- dan intermolekuler, tergantung letaknya pada unit-unit glukosa (Sjostrom, E., 1995). Terdapat dua ikatan-hidrogen di dalam setiap rantai selulosa, yaitu dari O(6) dalam satu sisa glukosa ke arah O(2)H dalam glukosa yang berdekatan dan juga dari O(3)H ke arah lingkaran oksigen. Selain itu juga terdapat ikatan hidrogen intermolekuler dari O(6)H ke O(3). Jarak O—O terdekat 3,1-3,2 Å. (Blackwell, J., dkk., 1978, Sarko, A., 1978). Ikatan hidrogen tidak hanya ada antara gugus-gugus -OH selulosa tetapi juga OH-air (Flachskam Jr. dan Flachskam, 1991). Menurut Dobbin (1970) penyerapan air pada sampel selulosa tergantung jumlah gugus -OH bebas. Masuknya air ke dalam struktur selulosa berarti pembengkakan struktur.

Pada keadaan padat ikatan -H selulosa tersusun dalam sistem teratur dengan sifat-sifat seperti kristal. Selulosa mempunyai berbagai bentuk polimorf, didasarkan pada sisi kristalnya selulosa alam disebut selulosa I (Blackwell, 1978). Hasil penentuan difraktogram berbagai selulosa

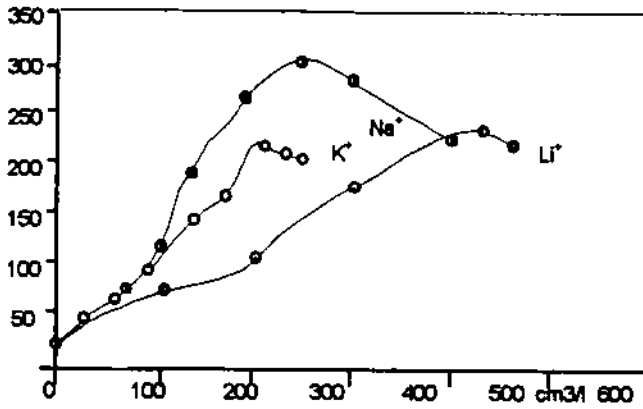
menurut Ant-Wuorinen dan Visapaa (1965) dapat dilihat pada Gambar 2.2.



MILIK  
PERPUSTAKAAN  
"UNIVERSITAS AIRLANGGA"  
SURABAYA

Gambar 2.2. Difraktogram berbagai selulosa (menurut Ant-Wuorinen dan Visapaa 1965)

Jika sampel selulosa direaksikan dengan larutan alkali, maka selulosa membengkak sampai batas tertentu tergantung jenis dan konsentrasi alkali dan suhu. Laju perusakan dengan kenaikan konsentrasi (NaOH, KOH, LiOH) ditunjukkan dalam Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Pembengkakan selulosa *spruce* dalam kenaikan NaOH, KOH dan LiOH, dinyatakan sebagai volume kation terhidrat (Fengel, 1980).

Analisis termal diferensial (DTA) dapat digunakan untuk pengukuran reaksi-reaksi yang disebabkan oleh suhu di dalam sampel yang dipanaskan dengan kenaikan suhu secara konstan (Skoog,1995). Pada sampel selulosa posisi puncak-puncak termal menunjukkan reaksi oksidasi, pemutusan rantai dan dehidrasi komponen sampel (Bollkunevich,1979). Shafizadeh dan DeGroot (1976) mengklasifikasi reaksi yang terjadi selama degradasi termal selulosa dalam kategori sebagai berikut :

1. Depolimerisasi dengan cara transglukosidasi sekitar 300 menghasilkan cam puran levoglukosan turunan monosakarida lain dan berbagai oligo sakarida yang terikat secara acak.

2. Dehidrasi unit-unit gula selulosa menghasilkan senyawa tak jenuh.
3. Pemecahan unit gula menghasilkan berbagai senyawa karbonil, seperti asetaldehida, glioksal dan akrolein yang mudah menguap.
4. Kondensasi produk tak jenuh dan pemutusan rantai samping dengan mekanisme radikal bebas.

### 2.2.2. Selulosa dalam tanaman

Selulosa terdapat pada semua tanaman dari pohon bertingkat tinggi hingga organisme primitif seperti rumput laut, flagelata dan bakteri (Trease, Evans, 1972).

Dalam tanaman, selulosa terdapat dalam dinding selnya. Di dalam dinding sel, selulosa tersimpan sebagai serabut-serabut yang akan nampak dengan bantuan mikroskop. Serabut-serabut tersebut disusun dari unit-unit yang lebih kecil yang disebut serabut mikro yang akan mengikat molekul selulosa dengan ikatan yang lemah. Selulosa merupakan komponen utama dinding sel tumbuhan. Komponen-komponen makromolekul dinding sel tumbuhan yang lain berupa hemiselulosa dan lignin. Hemiselulosa merupakan heteropolimer yang mempunyai kandungan utama berupa lima gula netral, yaitu glukosa, manosa, galaktosa, xilosa dan arabinosa. Lignin merupakan makromolekul aromatik yang memiliki susunan tiga dimensi dengan ikatan silang yang tinggi (Esau, 1985). Struktur lignin belum diketahui dengan pasti. Berdasar kandungan gugus aromatik metoksil, dibedakan lignin kayu keras, lignin kayu lunak dan lignin monokotil.

Kandungan lignin pada tanaman monokotil : 14-17%. Lignin monokotil terdiri dari guayasilpropana, siringilpropana dan *p*-hidroksifenilpropana (Kirk-Othmer, 1982).

### 2.2.3. Isolasi selulosa dari tanaman

Ada tiga tipe metode utama untuk isolasi dan atau penentuan selulosa :

- pemisahan bagian utama poliosa-poliosa dan sisa lignin dari holoselulosa.
- isolasi langsung selulosa dari kayu, termasuk prosedur pemurnian.
- penentuan kandungan selulosa dengan cara hidrolisis total kayu, holoselulosa atau  $\alpha$ -selulosa, diikuti penentuan gula yang dihasilkan (Fengel,1995).

Dalam setiap metode isolasi, selulosa tidak dapat diperoleh dalam keadaan murni. Namun hanya diperoleh sebagai hasil yang kurang murni, disebut  $\alpha$ -selulosa. Istilah ini digunakan untuk selulosa yang tidak larut dalam larutan Natrium hidroksida. Jentgen menyarankan suatu uji kelarutan untuk pulp dalam larutan natrium hidroksida 17,5%. Metoda ini telah dimodifikasi dan digunakan sebagai metoda standar untuk penentuan  $\alpha$ - $\beta$ - $\gamma$  selulosa oleh ASTM Standard dan Tappi Standard (Fengel, 1995).



### 2.3. TINJAUAN TENTANG SINTESIS SELULOSA XANTAT

Selulosa xantat adalah ester dari asam ditiokarbonat, merupakan asam organik teoritis yang hanya berada dalam bentuk ester-ester organik dan garam-garamnya. Berbeda dengan bentuk asamnya, garam alkali adalah padatan yang relatif stabil. Selulosa xantat murni berwarna putih, warna kuning disebabkan hasil samping reaksi xantasi, yaitu ditiokarbonat (Kirk-Othmer, 1982). Sampai saat ini selulosa xantat digunakan antara lain dalam pembuatan viskosa rayon (Adisesha, dkk., 1990, Letcher dan Lutseke, 1990).

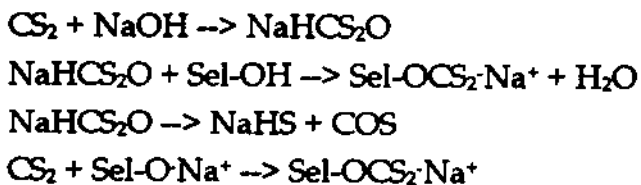
Sintesis selulosa xantat berawal dari pembuatan selulosa alkali. Yaitu mereaksikan selulosa dengan NaOH pada temperatur kamar selama 30-60 menit (Letcher, Lutseke, 1990). Menurut Gliser dan Schneider (1966) dengan larutan NaOH 12% kandungannya 0,68, dengan larutan NaOH 16% kandungannya 0,87, dengan larutan NaOH 19% dicapai harga maksimum 1 mol per mol  $C_6H_{10}O_6$  (King, B., 1994). Selanjutnya selulosa alkali diperlakukan dengan karbon disulfida (Adisesha, dkk., 1990, Letcher dan Lutseke, 1990).

Faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi sintesis selulosa xantat antara lain rasio selulosa dan alkali, konsentrasi NaOH, temperatur, rasio selulosa dan  $CS_2$ , pengadukan dan bahan penurun tegangan permukaan (Fahmy dan Fadl, 1964, Lyselius dan Samuelson, 1961).

Pada reaksi sintesis di atas, kedua pereaksi tidak campur satu dengan lain (berbeda fasa), maka reaksi berlangsung sangat lambat dan membutuhkan pengadukan yang sangat kuat (Fahmy, Fadl, 1964).

Pengadukan ini mempengaruhi jumlah tumbukan molekul satu dengan yang lain. Pada saat partikel bertumbukan, energi kinetik yang dipunyai molekul yang bergerak berubah menjadi energi potensial. Kenaikan energi potensial menyebabkan kenaikan energi pengaktifan reaksi. Semakin besar energi kinetik yang berubah menjadi energi potensial, semakin besar peluang terbentuknya hasil reaksi (Morrison, dkk., 1987). Oleh karena itu lama dan kecepatan pengadukan mempengaruhi hasil reaksi yang terjadi.

Menurut Fahmy dkk. (1964) tahap pertama reaksi xantasi adalah pembentukan ditiokarbonat, yang sangat tidak stabil dan bereaksi spontan dengan selulosa dan terurai membentuk tritiokarbonat, sulfida dan karbonat. Di samping itu terbentuk karbonil sulfida (COS) sebagai zat antara yang tidak stabil, seperti reaksi berikut ini.



Gambar 2. 4. Reaksi pembentukan selulosa xantat (Fahmy, Fadl, 1964).

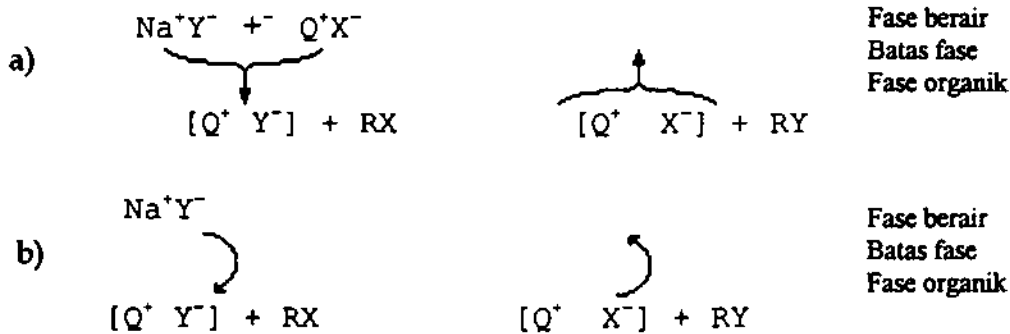
Selain cara di atas, untuk menghasilkan reaksi yang homogen digunakan pelarut aprotik, antara lain DMSO, DMF. Hal ini ternyata meningkatkan biaya dan kesulitan dalam melaksanakan prosedur kerja, karena pelarut sulit dipisahkan dari hasil reaksi (Gokel, Weber, 1978). Penggunaan pelarut alkohol untuk meningkatkan kelarutan kedua pereaksi

seringkali menyebabkan penurunan kecepatan reaksi, karena solvasi anion dan reaksi pelarut nukleofil mengganggu hasil reaksi (McIntosh, 1978).

Alternatif lain agar reaksi xantasi homogen adalah penggunaan *Phase Transfer Catalysis* (PTC) (Wong, 1994, Reeves, dkk., 1978). Penggunaan PTC ini selain sebagai media reaksi juga sebagai katalis *micellar*. Kelarutan bahan ionik dalam pelarut organik ditingkatkan oleh kation *onium* yang disubstitusikan ke kation logam alkali selulosa. Pada reaksi tersebut di atas, PTC berfungsi membawa anionik reaktan dalam bentuk garam *onium* dari fase berair ke fase organik sehingga reaksi tersebut dapat berlangsung (McIntosh, 1978).

Ada beberapa katalis PTC untuk reaksi heterogen (seperti reaksi xantasi), antara lain tetrabutylamonium bisulfat, trioktilmetilamonium klorida, heksadesiltrimetilamonium bromida. Menurut Herriot dan Picker ada dua faktor yang mempengaruhi efisiensi katalis, yaitu : jumlah atom karbon dan kesimetrisan posisi karbon tersebut terhadap hetero atom (Gokel, Weber, 1978).

Secara skematis reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Kondisi penyimpanan mempengaruhi sifat fisik serat viskosa rayon. Kerusakan dipengaruhi oleh sinar ultra violet, kelembaman udara dan suhu. Kerusakan lebih nyata jika serat mengandung zat-zat yang mempercepat pengrusakan serat, misalnya sisa belerang dalam serat rayon (Salihima, Abbas, 1974).

Kapasitas penukar ion selulosa xantat hasil reaksi serbuk gergaji dengan larutan NaOH 20% lebih rendah 0,5 mg/g daripada hasil reaksi dengan larutan NaOH 50%. Waktu reaksi optimal pada larutan NaOH 20% adalah 2 jam. Dengan metode Eschka diperoleh bilangan- $\gamma$  2,43 % berat (Wong, dkk., 1994).

Viskosa dengan 28% karbon disulfida telah memiliki gugus xantat yang melekat pada molekul selulosa sama banyak dengan viskosa yang menggunakan 34% karbon disulfida (Adisesha, 1990). Jika digunakan 32% karbon disulfida, 75% karbon disulfida tersebut menghasilkan selulosa xantat, dan bilangan  $\gamma$ -xantat 0,5 (Kirk-Othmer, 1982).

Selama reaksi xantasi masing-masing gugus hidroksi (C-2, C-3, C-6) bereaksi dengan kecepatan berbeda. Hasil reaksi substitusi xantat pada C-6 lebih stabil (Kirk-Othmer, 1982).

## 2.4. TINJAUAN TENTANG PENUKAR KATION

### 2.4.1. Prinsip Dasar

Menurut Anderson, H. (1987), proses penukaran ion terjadi pada sistem dua fase yang saling kontak dan ion dapat dipertukarkan diantara fase sampai tercapai kesetimbangan.

Tujuan dari proses penukar ion antara lain adalah :

- pemurnian dari fase berair awal
- pemekatan, isolasi dan atau pemurnian satu atau lebih senyawa ionik
- pemisahan campuran senyawa ionik menjadi dua atau lebih fraksi

(Schweitzer, 1989)

Dua fase yang terdapat pada proses penukar ion adalah :

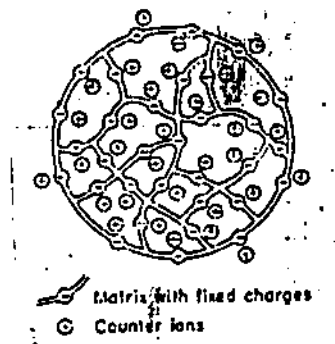
- Larutan ion dalam pelarut yang cocok (apabila tidak dikatakan lain, yang dimaksud adalah pelarut berair).
- Bahan padat, berupa polimer dan mempunyai kelarutan yang sangat rendah dalam pelarut berair.

Pada matriks polimer terdapat gugus terionisasi, disebut gugus ionogenik. Pada tempat tersebut terikat ion yang berlawanan muatan, yang disebut *counter-ion* (Gambar 2.4.) (Dean, 1969). Ion tersebut tidak terikat kuat pada polimer sehingga apabila kontak dengan larutan yang

mengandung ion, ion dalam larutan dengan muatan yang sama dengan *counter ion* dapat ditukar secara reversibel sampai tercapai kesetimbangan.

Terdapat 4 (empat) komponen penting dari resin penukar ion, yaitu :

1. Struktur tiga dimensi polimer.
2. Gugus fungsi permanen yang terikat pada polimer (gugus ionogenik).
3. *Counter ion*.
4. Pelarut (Schweitzer, 1989).



Gambar 2.5. Struktur skematik resin penukar ion (Dean, 1969).

Proses penukar ion dapat dibagi dua kelompok :

- penukar kation yang mempunyai gugus ionogenik bermuatan negatif.
- penukar anion yang mempunyai gugus ionogenik bermuatan positif.

(Anderson, 1987).

Proses penukaran ion berlangsung sampai kesetimbangan tercapai, karena polimer hanya mengandung sejumlah tertentu *counter ion* yang dapat dipertukarkan dengan ion lain (Anderson, 1987). Tenaga yang bekerja pada proses penukaran ion adalah tenaga elektrostatis, tenaga adsorptif, dan ikatan hidrogen (Perry, 1989).

Basa dan asam organik terionisasi atau tidak tergantung pH sistem. Apabila terionisasi, sifatnya seperti ion anorganik dengan muatan yang sama. Apabila tidak terionisasi, senyawa tersebut teradsorpsi secara fisik pada fase resin (Schweitzer, 1989).

#### **2.4.2 Bahan Penukar Ion dari Selulosa**

Bahan penukar ion yang berasal dari selulosa dibuat dengan cara mereaksikan gugus hidroksil bebas selulosa dengan gugus fungsi yang bersifat asam atau basa (Dean, 1969). Menurut Wong, dkk., (1994), resin penukar ion dapat diperoleh dari reaksi selulosa dengan NaOH, CS<sub>2</sub> dan katalis tetra-*n*-butilamonium hidrogen sulfat.

Beberapa bahan penukar kation selulosa yang terdapat di pasaran adalah *SE cellulose*, *SM cellulose* (Perry, 1989).

### 2.4.3. Karakteristik Bahan Penukar Ion

Beberapa karakteristik bahan penukar ion adalah sebagai berikut :

#### 2.4.3.1 Kapasitas penukar ion

Kapasitas penukar ion diukur dari kandungan *counter-ion* atau kemampuan menangkap *counter-ion* dalam suatu unit volume atau berat resin. Kapasitas volume bervariasi tergantung jumlah molekul air yang dibawa masing-masing ion. (Dean, 1969).

#### 2.4.3.2. Selektivitas resin

Pada keadaan kesetimbangan tercapai, konsentrasi ion dalam larutan dan dalam penukar ion dinyatakan dengan koefisien selektivitas,  $E_H^{M/n}$ .

$$E_H^{M/n} = \frac{[M^{+n}]_r [H^+]}{[H^+]_r [M^{+n}]} \dots\dots\dots \text{Persamaan (1)}$$

dimana :

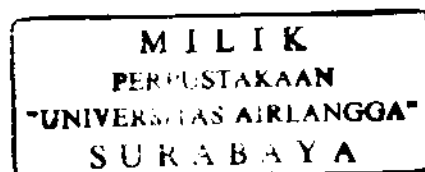
$[M^{+n}]_r$  adalah jumlah ion  $M^{+n}$  yang terikat pada resin per gram resin

$[H^+]_r$  adalah jumlah ion  $H^+$  yang terikat pada resin per gram resin

$[M^{+n}]$  adalah jumlah ion  $M^{+n}$  dalam larutan per mili liter larutan.

$[H^+]$  adalah jumlah ion  $H^+$  dalam larutan per mili liter larutan.

$E_H^{M/n}$  adalah koefisien selektifitas ion  $M^{+n}$  terhadap ion  $H^+$  dalam larutan yang mengandung ion-ion tersebut





Koefisien selektivitas menggambarkan selektivitas resin terhadap ion  $M^+$  daripada ion hidrogen dalam larutan yang mengandung ion-ion tersebut bila tidak terjadi perubahan konsentrasi di dalam dan di luar resin (Dean, 1969).

Faktor yang mempengaruhi peningkatan afinitas resin antara lain adalah radius ion hidrat dan atraksi van der Waals'. Ion dengan muatan lebih besar terikat lebih kuat pada resin daripada ion dengan muatan lebih kecil (Dean, 1969).

Selain itu faktor lain yang mempengaruhi selektivitas resin adalah jumlah air pada fase resin. Semakin meningkat kandungan air resin, perbedaan selektivitas terhadap ion-ion berkurang (Schweitzer, 1989).

Urutan selektivitas resin penukar kation kuat terhadap ion-ion logam adalah sebagai berikut :  $Th^{+4} > Fe^{+3} > Al^{+3} > Ba^{+2} > Pb^{+2} > Sr^{+2} > Ca^{+2} > Co^{+2} > Ni^{+2} = Cu^{+2} > Zn^{+2} = Mg^{+2} > UO_2^+ = Mn^{+2} > Ag^+ > Tl^+ > Cs^+ > Rb^+ > NH_4^+ = K^+ > Na^+ > H^+ > Li^+$  (Perry, 1989).

#### 2.4.3.3. Pembengkakan resin

Penukar ion kering mempunyai afinitas kuat terhadap air. Air berdifusi melalui pori-pori, menghidrasi *fixed-ion* dan *counter-ion*. Besarnya pembengkakan tergantung pada derajat ikatan silang dan fleksibilitas rantai penukar ion (Barry, L.K., 1973).

#### 2.4.3.4. Koefisien Distribusi Molar dan efek pH

Koefisien distribusi molar,  $K_d$ , adalah perbandingan antara jumlah ion dalam resin per gram resin,  $[M]_r$  dengan jumlah ion dalam larutan per mililiter larutan  $[M]$

$$K_d = \frac{[M]_r}{[M]} \dots\dots\dots \text{Persamaan (2)}$$

dimana :

$[M]_r$  adalah jumlah ion dalam resin per gram resin.

$[M]$  adalah jumlah ion dalam larutan per milimeter larutan.

$K_d$  adalah koefisien distribusi molar

Dengan asumsi pada resin semula terikat ion hidrogen, maka hubungan koefisien distribusi molar dengan koefisien selektivitas adalah :

$$K_d = \frac{[E_H^{M/n} ([H^+]_r)]}{[H^+]} \dots\dots\dots \text{Persamaan (3)}$$

adalah :

$[H^+]_r$  adalah jumlah ion  $H^+$  yang terikat pada resin per gram resin

$[H^+]$  adalah jumlah ion  $H^+$  dalam larutan per mili liter larutan.

$E_H^{M/n}$  adalah koefisien selektivitas ion  $M^{+n}$  terhadap ion  $H^+$  dalam larutan yang mengandung ion-ion tersebut

$K_d$  adalah koefisien distribusi molar

Pada proses penukar ion dengan muatan berbeda, koefisien distribusi tergantung pada konsentrasi larutan eksternal (Dean, 1969).

Sifat sebagai penukar ion terlihat hanya pada pH di mana gugus ionogenik terionisasi. pH mempengaruhi koefisien distribusi molar dan besarnya pembengkakan resin (Barry, L.K., dkk., 1973).

## 2.5. TINJAUAN TENTANG SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

### 2.5.1 Tinjauan umum tentang SSA

Metoda SSA merupakan salah satu metoda spektrofotometri yang memiliki selektifitas dan akurasi tinggi untuk analisa kuantitatif logam-logam dalam konsentrasi rendah. Metoda ini didasarkan pada adanya absorpsi energi radiasi oleh atom-atom netral dalam keadaan gas. Sebagai sumber energi radiasi digunakan lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*) dari logam yang bersangkutan, sehingga metode ini sangat selektif (Skoog, 1995, Welz, 1985). Pengukuran yang umum dilakukan adalah pengukuran *absorban* ( $A$ ) yaitu, harga negatif logaritma *transmitan* ( $T$ ). Transmitan merupakan perbandingan antara signal sinar yang mencapai detektor sewaktu sampel diukur ( $I_t$ ), dengan signal yang diterima detektor ketika larutan blanko diukur ( $I_0$ ). Larutan blanko adalah larutan yang komposisinya mirip dengan contoh, diperlakukan seperti contoh tetapi tidak mengandung logam yang dianalisa (umumnya sebagai larutan blanko adalah pelarut contoh yang bersangkutan (Van Loon, 1987).

Planck menyatakan setiap atom akan mengabsorpsi radiasi pada frekuensi (panjang gelombang) yang sesuai. Hubungan antara energi  $E$

dengan panjang gelombang tiap spesies atom sebagai berikut :

$$E = hv = \frac{hc}{\lambda} \dots\dots\dots (Hardwood, Petrucci, 1993)$$

### 2.5.2. Flame AAS (FAAS)

*Flame SAA* merupakan metode spektral atomik yang paling luas pemakaiannya karena kemudahan pengerjaannya, keefektifan dan biaya relatif rendah Pada proses atomisasi *flame*, larutan sampel disemprotkan ke dalam *flame* dalam bentuk *nebulizer*. Temperatur tinggi menyebabkan terbentuknya atom yang dapat diobservasi oleh spektroskopi absorpsi (Skoog, 1995).

Sumber *flame* disesuaikan dengan temperatur yang dibutuhkan, dinyatakan dengan rasio pembakar/oksidan . Temperatur optimum tergantung pada eksitasi dan potensial ionisasi analit (Willard, dkk., 1988).

Unsur-unsur yang stabil dalam *flame*, oksida, carbida dan nitrida mengurangi konsentrasi atom bebas dalam *flame*. Hal ini diatasi dengan mengurangi asetilen/udara untuk meminimalkan terbentuknya senyawa yang tahan panas, atau dengan menggunakan asetilen/nitro oksida untuk memecahkan senyawa-senyawa yang tahan panas menjadi atom-atom bebas (Willard, dkk., 1988).

Perbandingan limit deteksi metode emisi *flame* dan absorpsi *flame* untuk berbagai elemen dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1.  
Perbandingan limit deteksi metode emisi *flame* dan absorpsi *flame*  
untuk berbagai elemen (Skoog, 1995)

Emisi <i>flame</i> lebih sensitif	Sensitivitas sama	Absorpsi <i>flame</i> lebih sensitif
Al, Ba, Ca, Eu, Ga, Ho, In, k, La, Li, Lu, Na, Nd, Pr, Rb, Re, Ru, Sm, Sr, Tb, Tl, Tm, W, Yb	Cr, Cu, Dy, Er, Gd, Ge, Mn, Mo, Nb, Pd, Rh, Sc, Ta, Ti, V, Y, Zr	Ag, As, Au, B, Be, Bi, Cd, Co, Fe, Hg, Ir, Mg, Ni, Pb, Pt, Sb, Se, Si, Sn, Te, Zn

### 2.5.3. Interferensi pada FAAS

Interferensi dapat dikelompokkan menjadi interferensi spektral, kimiawi dan fisis. Interferensi spektral disebabkan adanya komponen pengganggu yang dapat mengabsorpsi atau memantulkan radiasi yang hampir sama dengan radiasi yang digunakan untuk analisa (Skoog, 1995, Willard, 1988).

Komponen pengganggu yang dapat mengabsorpsi radiasi ini dapat merupakan atom lain yang pita absorpsinya tumpang-suh dengan pita absorpsi yang digunakan. Interferensi fisis disebabkan antara lain variasi kecepatan aliran gas, variasi kekentalan sampel, variasi pelarut, kandungan padatan yang tinggi, perubahan temperatur *flame* (Willard, H.H, dkk., 1988).

Gangguan ini dapat mempengaruhi ukuran butir-butir kabut/aerosol yang terjadi dan kecepatan mengalirnya butir-butir tersebut bersama gas ke dalam nyala, sehingga mempengaruhi kuantitas signal (absorban) logam yang dianalisa (Skoog,1995).

Interferensi kimia dapat disebabkan oleh perubahan logam yang dianalisa menjadi atom tidak kuantitatif, karena terbentuknya senyawa yang sukar meleleh atau terbentuk molekul yang sukar terdisosiasi . Interferensi ini dapat juga disebabkan karena atom analit netral yang terbentuk segera bereaksi dengan atom/radikal lain disekitarnya untuk membentuk radikal/molekul baru, sehingga atom tersebut tidak dapat mengabsorpsi radiasi yang digunakan. Penyebab interferensi kimia yang lain adalah terjadinya ionisasi atom unsur analit. Ionisasi dapat menyebabkan menurunnya respon/absorban logam analit, karena pita absorpsi ion logam tidak sama dengan pita absorpsi atom netralnya. Makin kecil konsentrasi logam makin besar prosen terionisasinya (Skoog,1995, Willard, 1988).

## 2.6. Sifat-sifat logam Pb dan Cd

Pb dan Cd adalah logam berat yang mempunyai toksisitas tertinggi pada kesehatan manusia (King,1994).

Pb mempunyai berat jenis 11,342 g/cm<sup>3</sup>, titik leleh 327,502°C, titik didih 1740°C dan mempunyai dua bentuk oksidasi +2 dan +4. Radius atom 175 pm. Radius ion Pb<sup>+2</sup> 120 pm. Harga keelektronegatifan Pb menurut skala Pauling adalah 1,8. Sedangkan Cd mempunyai berat jenis 8,642

$\text{g/cm}^3$  (298 K), titik leleh  $593,9^\circ\text{C}$ , titik didih  $1038^\circ\text{C}$  dan mempunyai bentuk oksidasi +2. Radius atom Cd 149 pm . Harga keelektronegatifan Cd menurut skala Pauling adalah 1,6. (Robert C., Weast, 1990, Hardwood, P., 1993).

Harga Ksp  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  dan  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  masing-masing adalah  $1,42 \times 10^{-20}$  dan  $5,27 \times 10^{-15}$  (King, 1994).

Sumber pencemaran logam berat Pb dalam air limbah terutama pemakaiannya sebagai *anti knock* (tetra etil timbal), pewarna cat ( $\text{PbCrO}_4$ ), *sweeten food* ( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ) (King, R.B., 1994, Sutton, P.M., 1995). Cd merupakan limbah dari industri plating, kertas dan cat (Kirk-Othmer, 1982).

Penetapan kadar Pb di dalam cat, tanah dan debu dapat dilakukan dengan *flame AAS* dengan pemanas udara/asetilen pada panjang gelombang 283,3 nm (Sutton, P.M., 1995).

Garis resonansi Pb dan Cd yang terpenting antara lain :

Tabel 2.2.  
Garis resonansi Pb (Welz, 1985)

Panjang gelombang (nm)	Level energi (K)	Kons. karakteristik (mg/L 1%)
217,0	0-46069	0,08
283,3	0-35287	0,2
261,4	7819-46061	5
368,4	7819-34960	17
364,0	7819-35287	40

Tabel 2.3.  
Garis resonansi Cd (Welz, 1985)

Panjang gelombang (nm)	Konsentrasi karakteristik (mg/L1%)
228,8	0,02
326,1	20,00

Penetapan kadar Pb dalam sampel makanan dilakukan dengan destruksi basah. Destruktor yang digunakan adalah asam sulfat, asam nitrat dan asam perklorat. Pb dibebaskan dari endapan dengan  $\text{SrSO}_4$ , endapan diubah menjadi garam karbonat, dilarutkan dalam asam dan ditetapkan kadarnya pada panjang gelombang 217,0 atau 283,3 nm dengan nyala udara-asetilen (AOAC, 1990).

Metode *enrichment* dengan 8-hidroksikuinolin atau cupferron pada karbon teraktivasi digunakan untuk penetapan kadar Pb dan Cd dalam sayuran dengan AAS. pH optimum adalah pH 5,0, rekoverti sampai 95%. Prosedur tersebut dapat mendeteksi 0,48 ng Pb dan dalam 1 (satu) gram sayuran kering. Efek matriks diatasi dengan penambahan komponen matriks yang kadarnya lebih tinggi dari sampel ke dalam larutan standar Pb dan Cd (Yaman, M., Gucer, S., 1995).

Amberlite XAD-2 yang dikoupling dengan asam salisilat dapat digunakan untuk pemekatan Pb sebelum ditetapkan kadarnya dengan FAAS



ada panjang gelombang 217,0 nm. pH optimum Pb adalah 4-6. Kapasitas *sorption* resin terhadap Pb adalah 461 ng/g resin (Saxena, R., dkk., 1995).

## BAB 3

### KERANGKA KONSEPTUAL DAN HIPOTESIS PENELITIAN

#### 3.1. KERANGKA KONSEPTUAL

Isolasi selulosa dari jerami padi dilakukan dengan pemisahan bagian utama poliosa-poliosa dan lignin dari holoselulosa (Fengel, 1995, Kirk-Othmer, 1982). Selanjutnya isolat ini digunakan sebagai bahan awal sintesis selulosa xantat dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi. Untuk mengetahui pengaruh kemurnian selulosa maka sebagai pembanding digunakan selulosa mikro kristal.

Hasil suatu reaksi sintesis dipengaruhi oleh beberapa faktor yang menyertai proses reaksi tersebut, antara lain : macam pereaksi, konsentrasi pereaksi, suhu dan tekanan (Fesenden, 1990). Sintesis selulosa xantat sebagai bahan penukar kation dari SJP termasuk salah satu proses sintesis yang dapat dipengaruhi oleh faktor-faktor tersebut.

Sintesis selulosa xantat adalah reaksi  $SN_2$ . Laju reaksi  $SN_2$  tergantung dari konsentrasi pereaksi dan struktur pereaksi (Fesenden, 1990). Untuk mengetahui pengaruh faktor konsentrasi pereaksi, maka pada penelitian ini dilakukan reaksi xantasi dengan beberapa macam konsentrasi larutan basa.

Tujuan mereaksikan selulosa dengan suatu basa adalah untuk meningkatkan kereaktifan gugus hidroksil pada selulosa tersebut, sehingga diperoleh selulosat. Selulosat ini bersifat nukleofil kuat (Fengel, 1995).

Pada penelitian ini basa yang digunakan adalah NaOH, karena mempunyai efek pembengkakan pori-pori selulosa yang paling tinggi (Fengel, 1980). Hal ini disebabkan kation terhidrat  $\text{Na}^+$  mempunyai diameter yang dapat melebarkan pori-pori yang paling kecil sampai pada ruang-ruang antara bidang-bidang kisi dan kemudian masuk di dalamnya (Ranby, 1964). Pengembangan jarak bidang kisi dan penggantian sebagian gugus-gugus OH dengan gugus-gugus ONa menaikkan reaktifitas selulosa atau memberikan peluang terjadinya perubahan-perubahan kimia tertentu (Fengel, 1995). Pada reaksi xantasi, kation  $\text{Na}^+$  dari selulosat disubstitusikan dengan kation *onium* dari PTC. Sehingga anionik dalam bentuk garam *onium* dari reaktan pada fasa berair dapat menembus batas fasa kemudian masuk fasa organik tempat reaksi berlangsung (McIntosh, 1978, Dehmlow, 1977).

Sifat sebagai penukar ion terlihat hanya pada nilai pH dimana gugus ionogenik terionisasi. Pengaturan pH yang tepat akan mempengaruhi kapasitas penukar ion dari resin (Anderson, R., 1987). pH mempengaruhi koefisien distribusi molar dan besarnya pembengkakan resin (Barry, dkk., 1973).

Menurut teori Bronsted-Lowry (Fesenden,1990), ditinjau dari struktur kimia gugus ionogenik hasil sintesis, yaitu  $-O-CS_2^-$  adalah basa lemah. Agar dapat terionisasi dibutuhkan suasana asam. Suasana asam diperoleh dengan pengaturan pH yang sesuai.

Pada gugus ionogenik matriks polimer terdapat ion yang berlawanan muatan, yang disebut *counter-ion* (Gambar 2.1.) Ion tersebut tidak terikat kuat pada polimer sehingga apabila kontak dengan larutan yang mengandung ion, ion dalam larutan dengan muatan yang sama dengan *counter ion* dapat ditukar secara reversibel sampai tercapai kesetimbangan. (Dean, 1969).

Pada keadaan kesetimbangan tercapai, konsentrasi ion dalam larutan dan dalam penukar ion dinyatakan dengan koefisien selektivitas,  $E_H^{M/n}$ . Koefisien selektivitas,  $E_H^{M/n}$  menggambarkan selektivitas resin terhadap ion  $M^+$  daripada ion hidrogen dalam larutan yang mengandung ion-ion tersebut. Bila terjadi perubahan konsentrasi ion di dalam dan di luar resin maka koefisien selektivitas akan berubah. Pada proses penukar ion dengan muatan berbeda, koefisien distribusi tergantung pada konsentrasi eksternal (Dean, 1969).

Faktor yang mempengaruhi peningkatan afinitas resin antara lain adalah radius ion hidrat dan atraksi van der Waals'. Ion dengan muatan lebih besar terikat lebih kuat pada resin daripada ion dengan muatan lebih

kecil. Ion dengan radius lebih besar terikat lebih kuat daripada ion dengan radius yang lebih kecil (Dean, 1969).

### **3.2. HIPOTESIS PENELITIAN**

- 3.2.1. Dari kadar NaOH yang diteliti, semakin besar kadar NaOH, semakin besar jumlah gugus ionogenik bahan hasil xantasi
- 3.2.2. Dari jumlah gugus ionogenik yang diteliti, semakin besar jumlah gugus ionogenik semakin besar kapasitas penukar kation bahan hasil xantasi.
- 3.2.3. Dari macam pH yang diteliti, semakin rendah pH, semakin tinggi kapasitas penukar kation bahan hasil xantasi.
- 3.2.4. Dari macam logam yang diteliti, semakin besar radius ion logam, semakin besar kapasitas penukar kation hasil xantasi terhadap ion logam tersebut.
- 3.2.5. Dari macam selulosa yang diteliti, semakin murni selulosa semakin besar kapasitas penukar kation bahan hasil xantasi.

## BAB 4

### METODA PENELITIAN

#### 4.1 BAHAN

##### 4.1.1. Bahan tanaman

Jerami padi diperoleh dari Jl. Arief Rahman Hakim Desa Keputih Kecamatan Keputih Surabaya, diambil pada bulan Agustus 1995.

##### 4.1.2. Bahan kimia

Bahan kimia yang dipergunakan dalam penelitian ini, kecuali dinyatakan lain adalah derajat pro analisa :

1. CS<sub>2</sub> Analar (BDH)
2. NaOH E. Merck.
3. Tetra-*n*-butilamonium hidrogen sulfat 99% Sigma.
4. Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> E. Merck.
5. Cd(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O E. Merck.
6. HNO<sub>3</sub> E. Merck
7. KHC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(COO)<sub>2</sub> E. Merck
8. Petroleum eter teknis yang didestilasi ulang
9. Selulosa mikro kristal E. Merck
10. NH<sub>4</sub>OH E. Merck
11. HCl E. Merck

## 4.2 ALAT

Alat-alat yang digunakan adalah alat yang umum ada di Laboratorium Sintesis dengan beberapa alat bantu :

- a. AAS Shimadzu AA 640-12
- b. rotavapor Heidolf Type VVi
- c. vacuum storage Ogawa Seiki Co.
- d. pH meter Beckman
- e. FTIR Jasco JEOL
- f. X-Ray Difrraction Jasco JEOL
- g. Penggiling Arthur H. Thomas Co 5XBPOOCE
- h. Ball-mill Erweka
- i. Diferential Thermal Analysis JEOL
- j. Spektrofotometer Shimadzu UV-1201
- k. Corning hot plate stirer PC-351
- l. Timbangan analitik Sartorius

## 4.3 PROSEDUR KERJA

### 4.3.1. Reaksi Sintesis bahan penukar kation dari $\alpha$ -selulosa jerami padi.

Pada penelitian sintesis resin penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi dilakukan tahapan-tahapan sebagai berikut :

#### 4.3.1.1. Pembuatan Serbuk jerami kering

Jerami padi dibersihkan, dan dipotong kecil-kecil. Dikeringkan di bawah sinar matahari. Setelah kering diserbuk dengan alat penggiling dari Arthur H. Thomas Co 5XBPOOCE, dengan ayakan no. 20. Serbuk halus tersebut dipanaskan dalam oven pada suhu 60-70°C selama satu jam. Pemanasan diulang sampai didapat berat yang konstan. Kemudian dimasukkan ke dalam eksikator.

#### 4.3.1.2. Isolasi $\alpha$ - selulosa dari jerami padi (SJP)

Ditimbang serbuk jerami kering 25 g dimasukkan ke dalam Soxhlet diekstraksi secara sinambung dengan pelarut petroleum eter selama 8 jam (Guevara, B.Q., dkk., 1978). Kemudian serbuk jerami dimasukkan labu Erlenmeyer, kedalamnya ditambahkan 200 ml larutan Natrium hipoklorit 5% dan diatur suasana basa dengan penambahan larutan NaOH 5%, selanjutnya dipanaskan selama 2 jam pada suhu 60° C, lalu disaring (Kirk-Othmer, 1982, Fengel, 1995). Terhadap filtrat dan residu hasil penyaringan dilakukan identifikasi adanya lignin dan hasil oksidasi lignin dengan pereaksi floroglusin HCl. Pekerjaan ini diulangi sampai didapat hasil negatif dengan peraksi tersebut. Kemudian residu ditambah dengan larutan NaOH 5% hangat 250 ml dibiarkan selama 24 jam (Wong, dkk., 1994) dan dicuci dengan air sampai bebas basa.



#### 4.3.1.3. Identifikasi SJP

##### a. Pengujian kelarutan SJP

Sejumlah 50 mg SJP ditambahkan 5 ml air dingin, kemudian diaduk. Selanjutnya diamati kelarutannya, setelah itu larutan dipanaskan dan diamati terjadinya pengendapan (Windholz, 1983). Kemudian dilakukan uji kelarutan terhadap NaOH 17,5% : Sejumlah SJP ditimbang teliti, dilarutkan dalam larutan natrium hidroksida 17,5% sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 15 menit. Setelah itu disaring dengan corong Buchner dan residu hasil penyaringan dikeringkan di dalam oven 105° C selama 15 menit, ditimbang (Fengel, Wegener, 1995).

##### b. Identifikasi sifat kimiawi

###### - Pereaksi asam fosfat pekat

Sejumlah sampel SJP dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 2 - 3 tetes asam fosfat pekat, tabung reaksi tersebut ditutup dengan kertas saring yang telah dibasahi dengan larutan anilin 10% dalam asam asetat 10%. Kemudian tabung tersebut dipanaskan di atas api Bunsen lalu diamati warna yang timbul pada kertas saring. Reaksi positif bila timbul warna merah intensif pada kertas saring (Feigl, 1960).

###### - Pereaksi Molisch

Sebanyak 5 mg senyawa dilarutkan dalam 0,5 ml air ditambah 2 tetes pereaksi Molisch (larutan  $\alpha$ -naftol 10% dalam etanol), kemudian ditambah asam sulfat pekat 1 ml perlahan-lahan melalui dinding tabung. Warna dan cincin yang terbentuk diamati. Reaksi positif bila terbentuk

cincin ungu (Vischnoi, 1982).

- **Pereaksi Fehling**

Larutan zat dalam air ditambah pereaksi Fehling (Fehling A dan B), kemudian dipanaskan di dalam tangas air 1-2 menit dan diamati warna endapan yang terjadi. Adanya gula pereduksi ditandai dengan endapan merah bata (Vischnoi, 1982).

- **Pereaksi larutan iodium**

Senyawa hasil isolasi sebanyak 100 mg dicampur dengan 5 ml air dan 0,2 ml larutan iodium, diaduk sampai homogen dan diamati warna yang terjadi. Pereaksi ini digunakan untuk identifikasi adanya amilum. Reaksi positif bila terbentuk warna biru pada campuran tadi (British Pharmacopoeia, 1988).

c. **Penentuan sifat fisika-kimia**

- **Penentuan gugus fungsi dengan spektrofotometri infra merah**

Sejumlah sampel dicampur dengan pembawa KBr, dilihat spektranya dengan alat spektrometer FTIR Jasco DEOL (Roth, Blaschke, 1988).

- **Penentuan termogram dengan Differensial Thermal Analysis (DTA)**

Ditimbang  $\pm 5$  mg sampel, dimasukkan ke dalam wadah pemeriksaan DTA, kemudian diprogram sampai dengan diperoleh termogram.

- **Penentuan difraktogram dengan Difraksi sinar X**

Sejumlah sampel dimasukkan ke dalam wadah pemeriksaan Difraksi sinar -X, kemudian diprogram sampai diperoleh difraktogram.

#### 4.3.1.4. Sintesis bahan penukar kation dari SJP

Ditimbang SJP 5 g dimasukkan ke labu reaksi. Ke dalamnya dimasukkan 20 ml larutan NaOH 20%, 20 ml CS<sub>2</sub>, PTC 0,25 g dan diaduk selama 2 jam dalam rotavapor dengan kecepatan pengadukan 50 rpm, suhu 20°C. Campuran reaksi tersebut disaring dan dicuci dengan air suling dan etanol 95%. Kemudian dikeringkan di dalam oven 105°C 15 menit dan disimpan dalam lemari vakum pada temperatur kamar (Wong, 1994). Serbuk hasil xantasi ini selanjutnya dihaluskan dengan Ball mill Erweka dan diambil serbuk yang berukuran 60-100 mesh. Percobaan ini diulangi dengan berbagai kadar NaOH sebagai berikut 15% dan 18%.

#### 4.3.1.5. Identifikasi hasil xantasi $\alpha$ -selulosa jerami padi.

##### a. Identifikasi sifat fisika kimia.

Identifikasi sifat fisika kimia sampel yang meliputi penentuan gugus-gugus fungsional dilakukan seperti cara kerja pada Bab IV.3.1.3. c.

##### b. Penentuan sifat kimiawi

###### - ammonium molibdat (Feigl, 1966)

Sejumlah sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 2 tetes ammonium fosfo molibdat dan 2 tetes asam klorida 2 N. Dikocok dan diamati warna yang terjadi. Adanya gugus xantat memberikan warna biru- biru hijau dengan pereaksi tersebut.

###### - Timbal asetat (Flascklam, 1991)

Sejumlah sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan

larutan NaOH 12%, dipanaskan sampai mendidih kemudian didinginkan. Setelah itu ditambahkan 2 tetes larutan  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . Diamati warna yang terjadi.

- Zn-Uranyl acetat (Feigl,1966)

Sejumlah bahan hasil xantasi ditambah 4 tetes asam klorida pekat dipanaskan sampai bahan organik habis menjadi abu, dan tersisa bahan anorganik yang tidak mengabu. Residu tersebut diambil sedikit, diletakkan di atas gelas obyektif dan ditambahkan pereaksi Zn-Uranyl asetat, diamati di bawah mikroskop. Residu diperiksa dengan *X-Ray Diffraction* dibandingkan dengan NaCl standard.

#### 4.3.1.6. Sintesis bahan penukar kation dari selulosa mikro kristal

Sintesis bahan penukar kation dari selulosa mikro kristal dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.3.1.3.

#### 4.3.1.7. Identifikasi hasil xantasi dari selulosa mikro kristal (SXMK).

a. Identifikasi sifat fisika kimia.

Identifikasi sifat fisika kimia sampel yang meliputi penentuan gugus-gugus fungsional dilakukan seperti metoda 4.3.1.3. c.

b. Identifikasi sifat kimiawi

Identifikasi sifat kimia sampel dilakukan seperti metoda 4.3.1.5 b.

#### 4.3.2. Penetapan kadar Sulfur hasil xantasi dari SJP (SXJP)

##### 4.3.2.1. Pembuatan larutan baku induk $\text{Na}_2\text{SO}_4$

Ditimbang 0,1480 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , dilarutkan dalam aquades sampai volumenya tepat 250,0 ml, di dalam labu ukur, dikocok sampai homogen. Larutan ini setara dengan 100,0676 ppm.

##### 4.3.2.2. Pemilihan panjang gelombang maksimum

Dilakukan pemilihan panjang gelombang maksimum untuk penentuan kadar- $\text{SO}_4$  secara spektrofotometer. Panjang gelombang yang diujikan adalah 410-480 nm.

##### 4.3.2.3. Penetapan kadar Sulfur hasil xantasi dari SJP

Penetapan kadar Sulfur hasil xantasi dari SJP dilakukan dengan *Bomb method*. (ASTM vol. 05.02, 1987) sebagai berikut : ditimbang teliti 0,300 g sampel kemudian dimasukkan ke dalam *Bomb Parr Inst. Comp.* Ke dalamnya ditambahkan 10,0 ml larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  3% kemudian diisi dengan oksidan 25 atm. Selanjutnya dimasukkan ke dalam *Adiabatic Calorimeter Parr* selama lebih kurang 1 detik. Setelah dingin sisa pembakaran dicuci secara kuantitatif dengan aquades dan dipindahkan ke dalam gelas beker. Ke dalam beker ditambahkan HCl pekat 10 ml dan aqua bromin 5 ml dipanaskan di atas hot plate sampai larut sampai pekat, disaring. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml dan ditambahkan aquades sampai garis tanda, dikocok sampai homogen. Dari labu ukur tersebut dipipet 25,0 ml dimasukkan labu Erlenmeyer dan ditambahkan aquades 25,0 ml, dikocok sampai homogen. Setelah itu ke dalamnya ditambahkan 10,0 ml *salt acid* dan 0,1 g  $\text{BaCl}_2$ , diaduk selama 5 menit, kemudian dibaca serapannya pada

panjang gelombang maksimum.

#### 4.3.2.4. Penetapan kadar Sulfur SXMK

Penetapan kadar Sulfur SXMK dilakukan dengan cara 4.3.2.2.

#### 4.3.2.5. Pengukuran validasi (Presisi, Akurasi, Linieritas)

### 4.3.3. Analisis kapasitas penukar kation SXJP

#### 4.3.3.1. Pembuatan larutan baku

a. Pembuatan larutan baku  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (1 ml = 1 mg Pb) :

Ditimbang teliti 0.3996 g  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , dilarutkan di dalam labu ukur dengan 1%  $\text{HNO}_3$ . Kemudian diencerkan menjadi 250,0 ml didalam labu ukur, dikocok sampai homogen. Larutan induk ini setara dengan 999,8746 ppm kadar Pb. Dari larutan induk ini diambil volume tertentu dan diencerkan dengan 1%  $\text{HNO}_3$  sehingga diperoleh larutan baku dengan kadar Pb 0,1999; 0,3999; 0,9999; 1,4998; 1,9998; 2,9996; 3,9995; 5,9992 ppm.

Masing-masing kadar larutan baku Pb ditentukan Absorbansinya dengan AAS pada panjang gelombang 217,0 nm.

b. Pembuatan larutan baku  $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  (1 ml = 1 mg Cd)

Ditimbang teliti 0,5926 g  $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan di dalam labu ukur dengan larutan  $\text{HNO}_3$  1%. Kemudian diencerkan menjadi 250,0 ml didalam labu ukur, dikocok sampai homogen. dan

diencerkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  1% menjadi 250,0 ml didalam labu ukur . Dari larutan induk ini diambil volume tertentu dan diencerkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  1% sehingga diperoleh larutan baku dengan kadar Cd : 0,0399; 0,0999; 0,1999; 0,4999; 0,5999; 0,7999; 1,9997 ppm. Masing-masing kadar larutan baku Cd ditentukan Absorbansinya dengan AAS pada panjang gelombang 228,8 nm.

#### 4.3.3.2. Pengukuran serapan larutan blanko

Dibuat 11 macam larutan asam nitrat 1%, diukur serapannya pada panjang gelombang 217,0 nm dan 228,8 nm. Serapan larutan blanko ini digunakan untuk mengetahui limit deteksi dan limit kuantitasi alat.

#### 4.3.3.3. Penetapan kapasitas penukar kation terhadap ion logam $\text{Pb}^{++}$

Dibuat larutan Pb 1,0 ppm 100,0 ml dalam buffer pH 3,0. Dari larutan tersebut diambil 50,0 ml ditentukan serapannya , dianggap sebagai konsentrasi awal sebelum diperlakukan dengan  $\alpha$ -selulosa jerami padi .

Serbuk  $\alpha$ -selulosa dari jerami padi ditimbang teliti 0,5 g, dibuat suspensi dengan 50,0 ml larutan Pb 1,0 ppm pH 3,0, diaduk dengan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan skala 3, panjang pengaduk 2,5 cm selama 2 jam, kemudian disaring filtratnya dengan kertas saring Whatman 42. Filtrat tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 ml. Kemudian ke dalamnya ditambahkan buffer pH 3,0 sampai volume 50,0 ml. Filtrat diukur dengan AAS,

masing-masing replikasi lima kali. Kapasitas penukar kation ditentukan berdasarkan selisih konsentrasi Pb sebelum dan sesudah diperlakukan dengan sampel pada berat sampel tersebut. Perlakuan ini diulangi dengan pH 4,0 dan pH 5,0.

#### 4.3.3.4 Penetapan kapasitas penukar kation $\alpha$ -selulosa jerami padi terhadap ion logam $Cd^{+2}$

Penetapan kapasitas penukar kation  $\alpha$ -selulosa jerami padi terhadap ion logam  $Cd^{+2}$  dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.6.3.1. Konsentrasi awal  $Cd^{+2}$  0,5 ppm.

#### 4.3.3.5 Penetapan kapasitas penukar kation SXJP terhadap ion logam $Pb^{+2}$

Penetapan kapasitas penukar kation bahan hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa dari jerami padi dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.6.3.1.

#### 4.3.3.6. Penetapan kapasitas penukar kation SXJP terhadap ion logam $Cd^{+2}$

Penetapan kapaasitas penukar kation SXJP dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.6.3.1.

#### 4.3.3.7. Penetapan kapasitas penukar kation SXMK terhadap ion logam $Pb^{+2}$

Penetapan kapaasitas penukar kation SXMK dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.6.3.1.



#### 4.3.3.8. Penetapan kapasitas penukar kation SXMK terhadap ion logam $Cd^{+2}$

Penetapan kapaasitas penukar kation SXMK dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.6.3.1.

#### 4.3.3.9. Koreksi terhadap kertas saring

Dibuat larutan Pb 1,0 ppm 100,0 ml dalam buffer pH 3,0. Dari larutan tersebut diambil 50,0 ml ditentukan absorbansinya , dianggap sebagai konsentrasi awal. Kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan skala 3, panjang pengaduk 2,5 cm selama 2 jam, kemudian disaring filtratnya dengan kertas saring Whatman 42. Filtrat tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 ml. Kemudian ke dalamnya ditambahkan buffer pH 3,0 sampai volume 50,0 ml. Filtrat diukur dengan AAS, masing-masing replikasi lima kali.

#### 4.3.3.10. Pengukuran kontrol terhadap hasil sintesis

Hasil sintesis dikeringkan pada  $105^{\circ}C$  , ditimbang teliti, dimasukkan ke dalam *teflon beaker* . Ke dalamnya ditambahkan larutan asam nitrat pekat 20 ml dan larutan sam sulfat pekat 10 ml, kemudian diletakkan di atas *hot plate* sampai diperoleh larutan jernih. Pemanasan dilanjutkan sampai sisa  $HNO_3$  dan  $H_2SO_4$  menguap (AOAC, 1990). Residu disaring, filtrat diambil, kemudian dengan FAAS ditentukan kadar Pb dan Cd .

### 4.4. Pengamatan

Pengamatan terhadap perubahan yang terjadi pada jerami padi sebagai berikut :

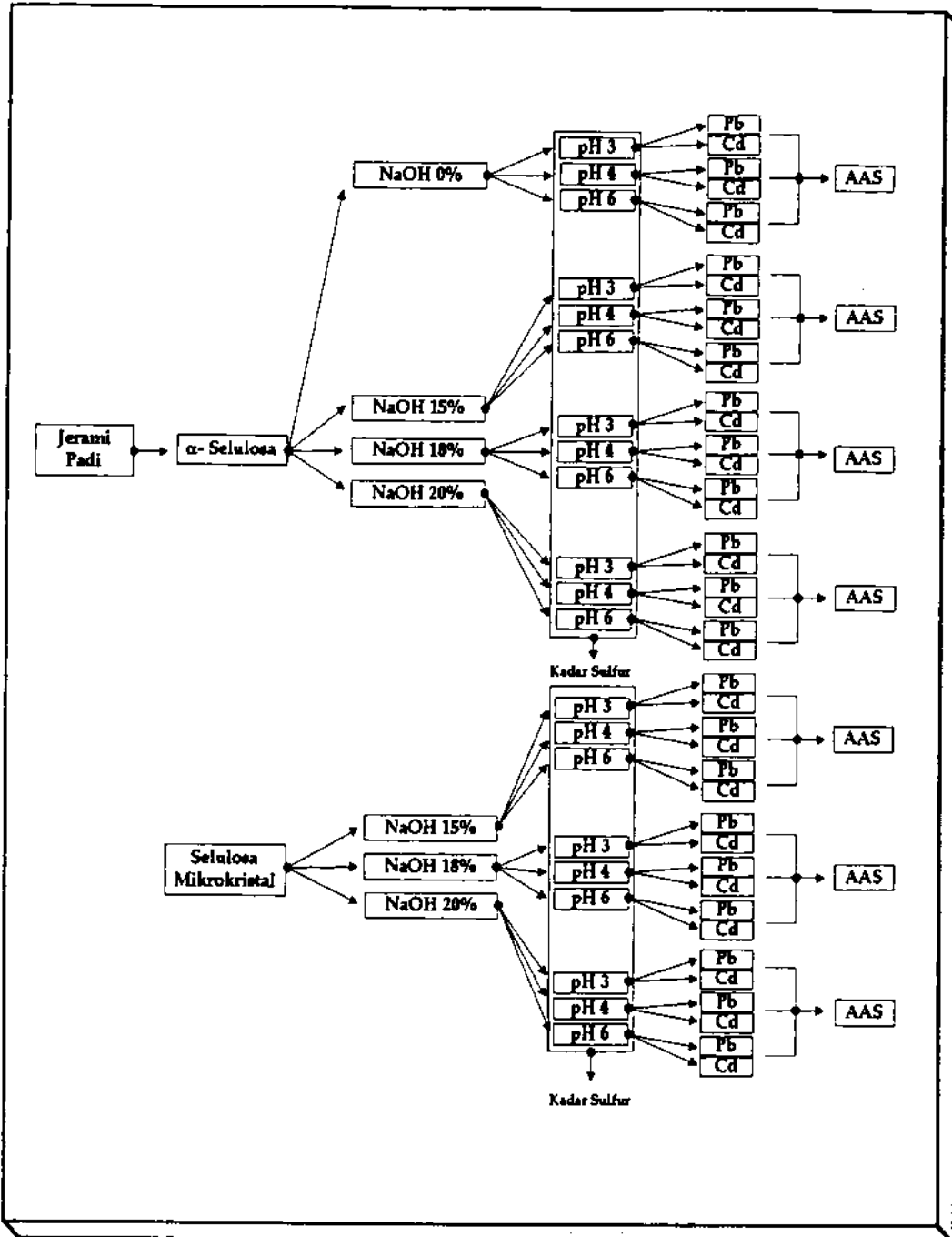
1. Pengamatan terhadap perubahan kadar Sulfur dari SXJP pada berbagai kadar NaOH yang diteliti.
2. Pengamatan terhadap perubahan kadar Sulfur dari SXMK pada berbagai kadar NaOH yang diteliti.
3. Pengamatan terhadap perubahan harga KPK terhadap ion logam Pb sebelum dan sesudah dicampur dengan SXJP pada berbagai macam pH yang diteliti.
4. Pengamatan terhadap perubahan harga KPK terhadap ion logam Pb sebelum dan sesudah dicampur SXJP pada berbagai macam pH yang diteliti.
5. Pengamatan terhadap perubahan harga KPK terhadap ion logam Cd sebelum dan sesudah dicampur dengan SXJP pada berbagai macam pH yang diteliti.
6. Pengamatan terhadap perubahan harga KPK terhadap ion logam Cd sebelum dan sesudah dicampur SXMK pada berbagai macam pH yang diteliti.
7. Pengamatan terhadap perubahan kadar Pb sesudah dicampur dengan hasil xantasi  $\alpha$  - selulosa jerami padi dan sesudah dicampur dengan hasil xantasi selulosa mikro kristal pada berbagai macam pH yang diteliti.
8. Pengamatan terhadap perubahan kadar Cd sesudah dicampur dengan SXJP dan sesudah dicampur dengan SXMK pada berbagai macam pH yang diteliti.

9. Pengamatan terhadap perubahan kadar Pb sesudah dicampur  $\alpha$  - selulosa jerami padi dan sesudah dicampur SXJP pada berbagai macam pH yang diteliti.
10. Pengamatan terhadap perubahan kadar Cd sesudah dicampur  $\alpha$  - selulosa jerami padi dan sesudah dicampur SXJP pada berbagai macam pH yang diteliti.

#### 4.5. Analisis hasil

Pada penelitian ini, untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap jumlah gugus ionogenik (yang dinyatakan dengan kadar Sulfur) dan untuk mengetahui bagaimanakah pengaruh macam selulosa, macam logam, jumlah gugus ionogenik (kadar Sulfur) dan pH terhadap kapasitas penukar kation hasil xantasi dilakukan uji statistik *Faktorial Multiple Linier Regression* (Montgomery, 1984)

4.6. BAGAN PERCOBAAN



## **BAB 5**

### **HASIL PENELITIAN**

Dari percobaan-percobaan yang telah dilakukan didapatkan hasil-hasil sebagai berikut :

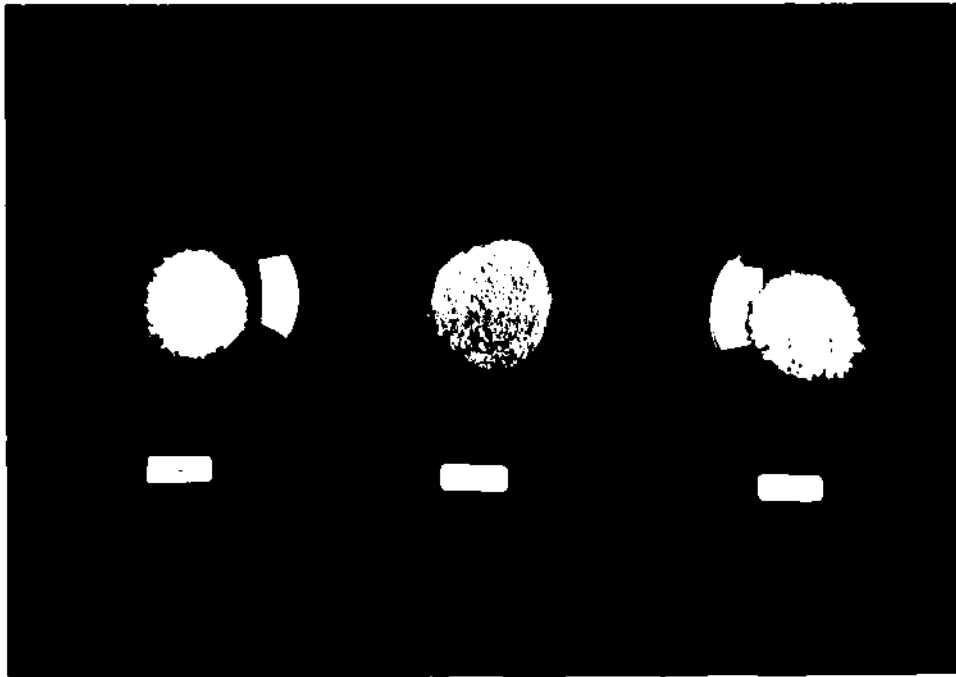
Dari jerami padi 10,0071 g diperoleh senyawa hasil isolasi dari jerami padi (SJP) 5,1599 g.

#### **5.1. Hasil pemeriksaan SJP**

Pemeriksaan SJP dengan cara kerja pada 4.3.1.3. adalah sebagai berikut :

##### **5.1.1. Pemeriksaan bentuk SJP**

Bentuk SJP dapat dilihat pada Gambar 5.1.



Gambar 5.1. : A. SJP  
B. Jerami padi.  
C. Selulosa mikro kristal (SMK)

### 5.1.2. Identifikasi SJP

#### a. Hasil pengujian SJP

Kelarutan SJP diuji berdasarkan kelarutannya dalam air dingin, air panas, larutan NaOH 17,5% yang dilakukan sesuai dengan cara

kerja pada 4.3.1.3.a. Hasil uji kelarutan tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.1.

Tabel 5.1.  
Hasil uji kelarutan SJP dibandingkan dengan SMK

Replikasi	SJP			SMK		
	air dingin	air panas	NaOH 17,5%	air dingin	air panas	NaOH17,5 %
1.	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut
2.	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut
3.	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut	tidak larut

b. Hasil pemeriksaan sifat kimiawi.

Pemeriksaan sifat kimiawi SJP dilakukan sesuai dengan cara kerja pada 4.3.1.3.b. Hasil pemeriksaan tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.2.

**Tabel 5.2.**  
**Hasil pemeriksaan sifat kimia SJP**  
**dibandingkan dengan SMK.**

Jenis Perekasi	Hasil	
	SJP	SMK
asam fosfat --anilin asetat	(+)	(+)
Molisch	(+)	(+)
Fehling	(-)	(-)
Fluoroglucinol- HCl	(-)	(-)
Iodium	(-)	(-)

**Keterangan :**

- (+) pada pereaksi asam fosfat = terbentuk warna merah intensif anilin asetat  
 (+) pada pereaksi Molisch = terbentuk cincin ungu  
 (-) pada pereaksi Fluoroglucinol-HCl = tidak terbentuk endapan merah  
 (-) pada pereaksi Fehling = tidak terbentuk endapan merah bata  
 (-) pada pereaksi larutan iodium = tidak terbentuk warna ungu

**c. Identifikasi sifat fisika-kimia**

- Hasil penentuan gugus fungsi secara spektrofotometri infra merah.

Penentuan gugus fungsi secara spektrofotometri infra merah ini mengikuti cara kerja pada 4.3.1.3.c. Spektra infra merah SJP dapat dilihat pada Gambar 5.2. Sedangkan spektra infra merah SMK dapat



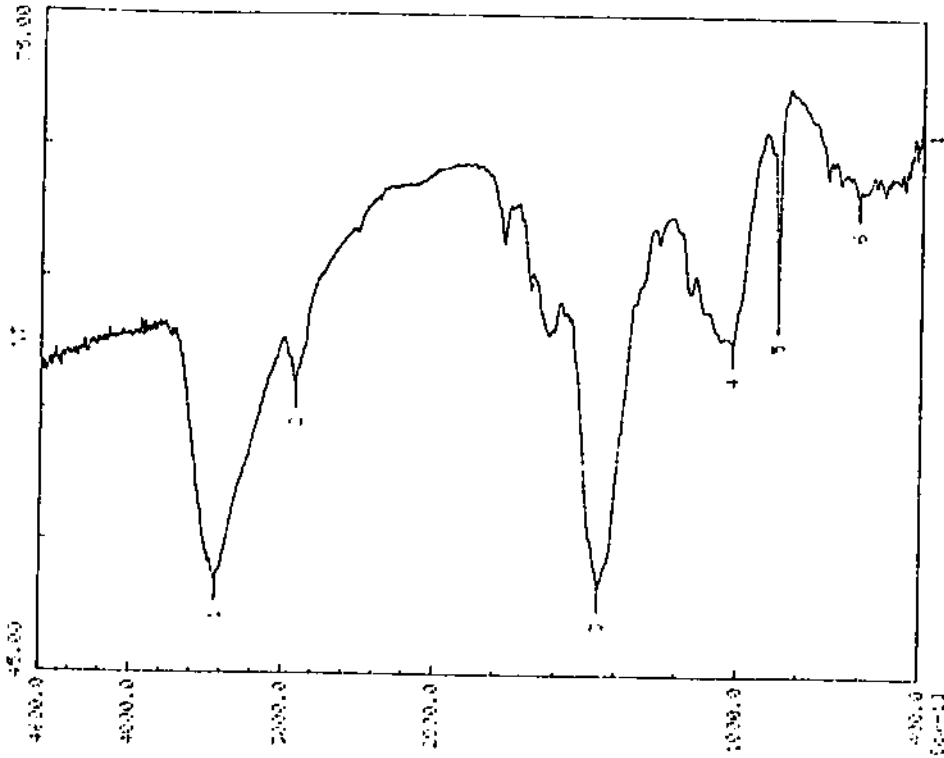
dilihat pada Gambar 5.3. Gugus-gugus yang tampak pada spektra infra merah SJP dapat dilihat pada Tabel 5.3. Sedangkan gugus-gugus yang tampak pada spektra infra merah SMK dapat dilihat pada Tabel 5.4.

Tabel 5.3.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SJP dengan KBr

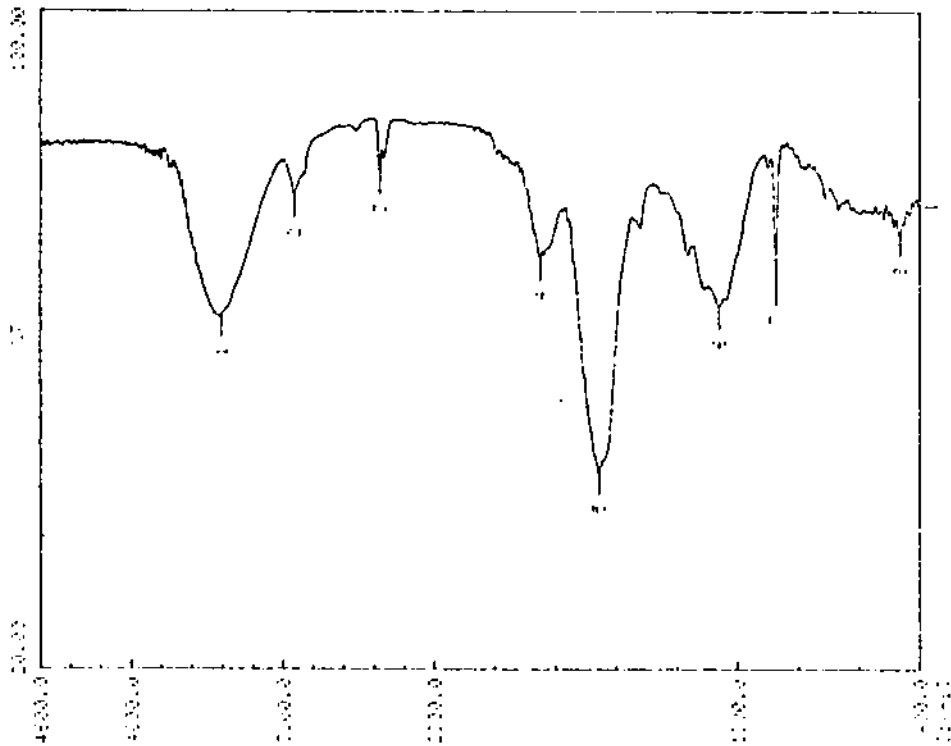
Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH (ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1460-1330	1458,32	tajam
Metilen C-C (ulur)	± 2926	2920,49	tajam

Tabel 5.4.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SMK dengan pembawa KBr

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH (ulur)	3700-3000	3408,52	lebar,tajam
OH (tekuk)	1460-1330	1456,39	tajam
Metilen C-C (ulur)	± 2926	2922,42	tajam



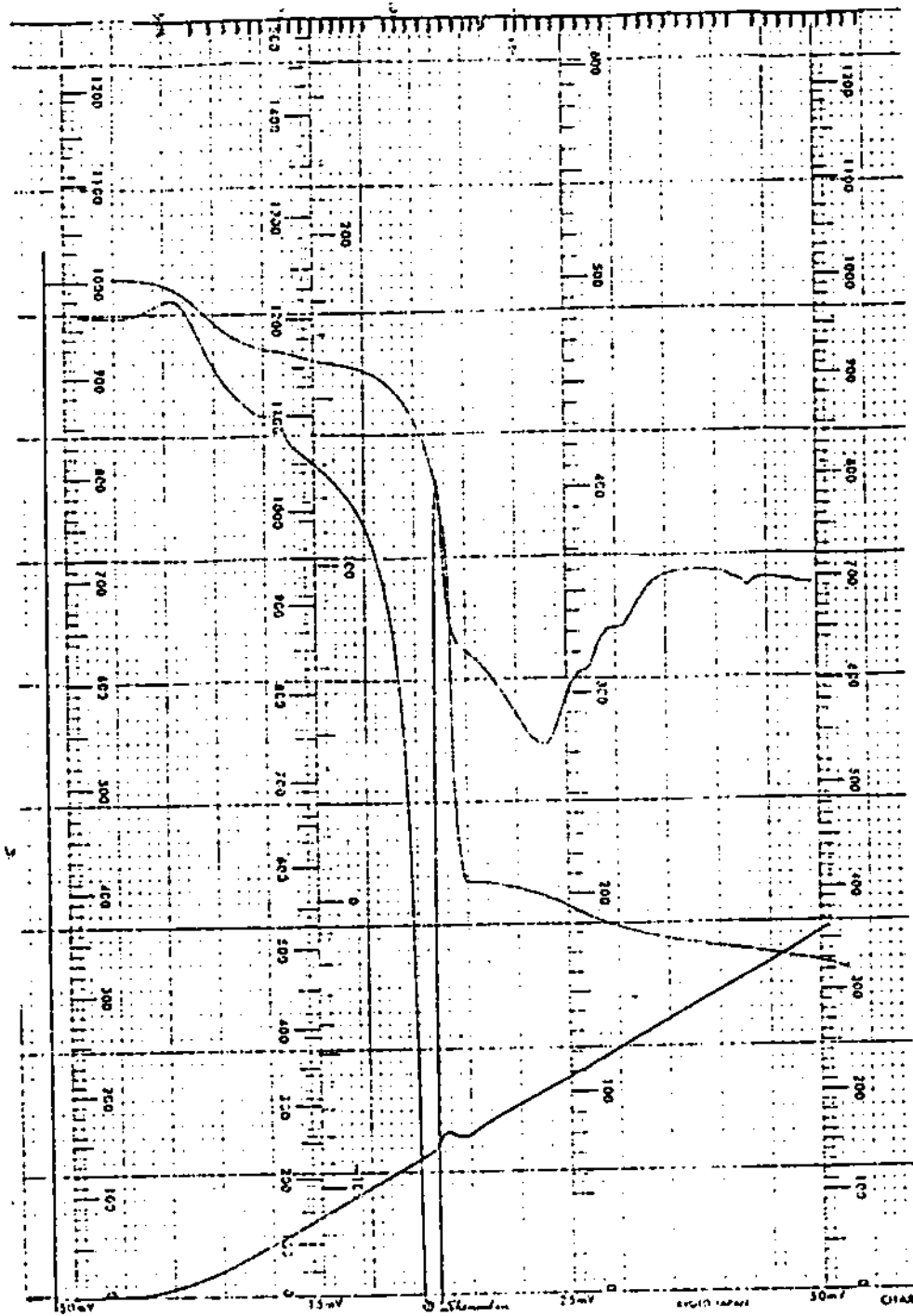
Gambar 5.2. Spektra infra merah SJP dengan pembawa KBr



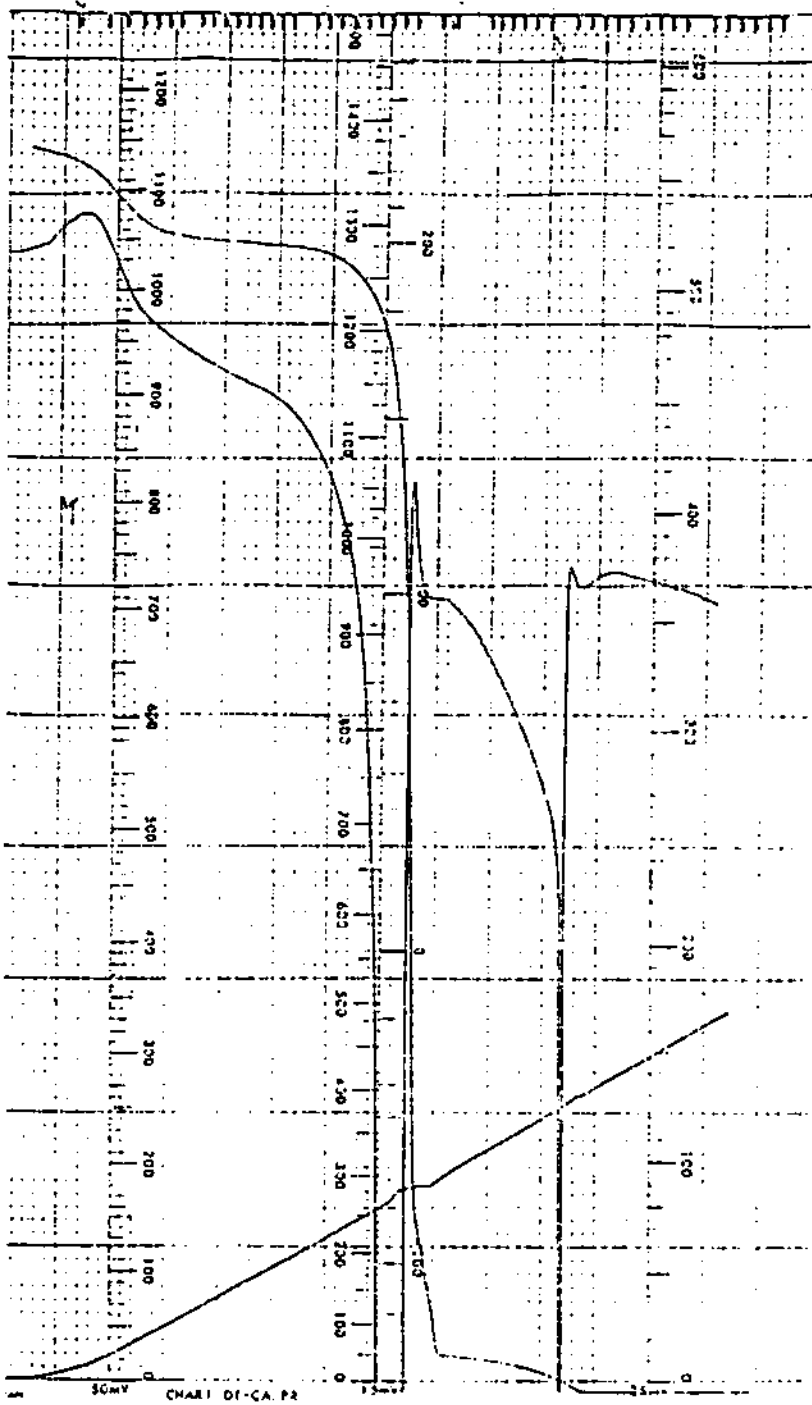
Gambar 5.3. Spektra infra merah SMK dengan pembawa KBr

**- Hasil penentuan termogram dengan Diferential Thermal Analysis (DTA)**

Penentuan termogram SJP dengan DTA dilakukan sesuai dengan cara kerja 4.3.1.3.c. Hasil penentuan tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.4. Sedangkan termogram SMK dengan DTA dapat dilihat pada Gambar 5.5.

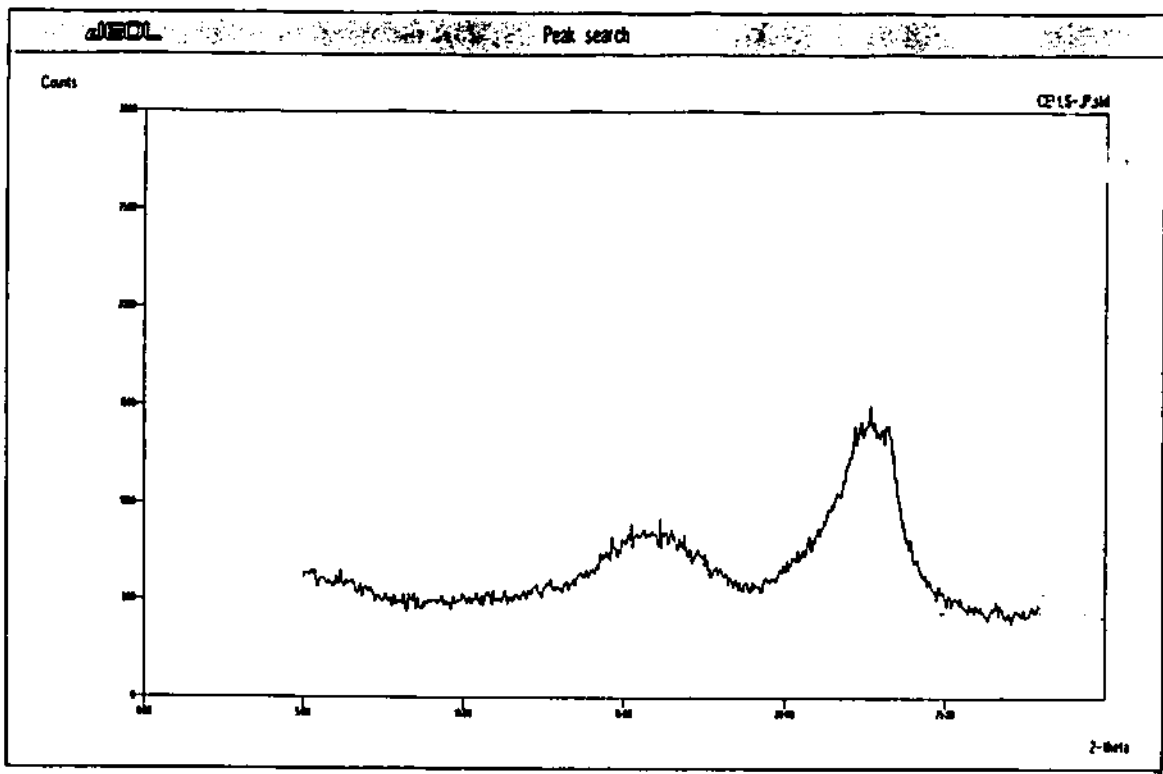


Gambar 5.4. Termogram DTA SJP

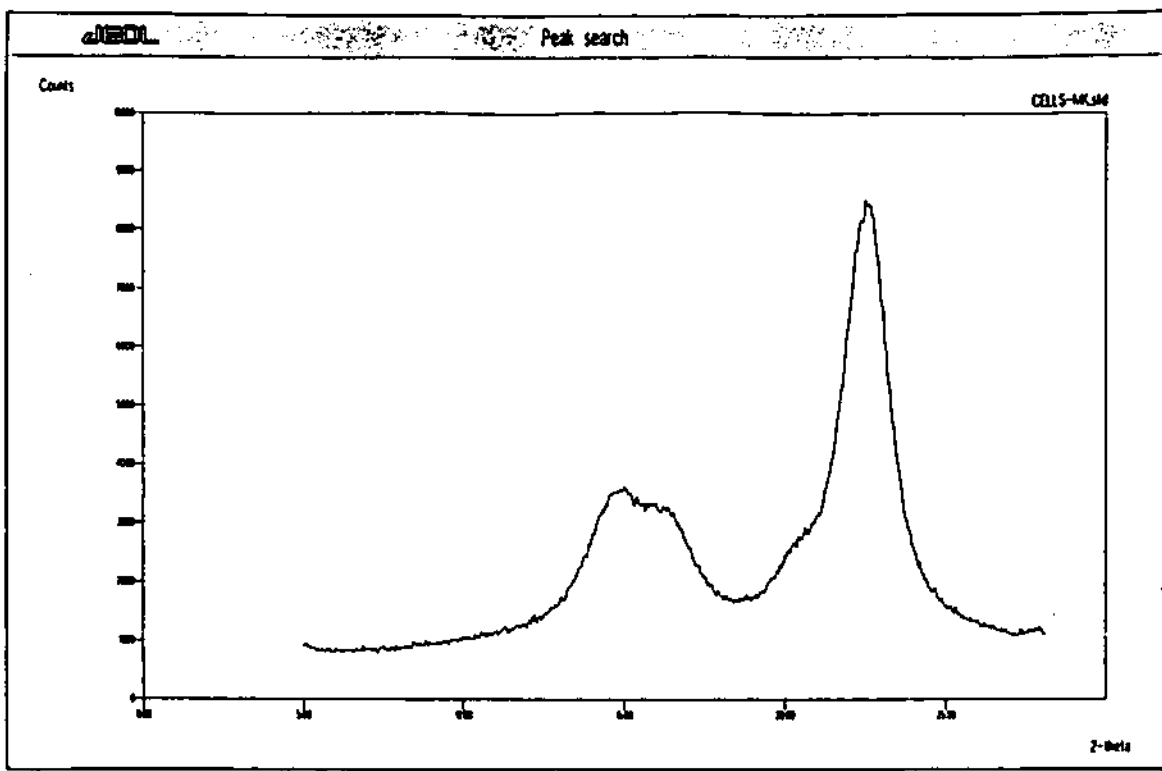


Gambar 5.5. Termogram DTA SMK

- Hasil pemeriksaan dengan X-Ray Diffraction SJP menunjukkan hasil sebagaimana Gambar 5.6. Sebagai pembanding digunakan SMK seperti terlihat pada Gambar 5.7.



Gambar 5.6. Difraktogram SJP



Gambar 5.7. Difraktogram SMK

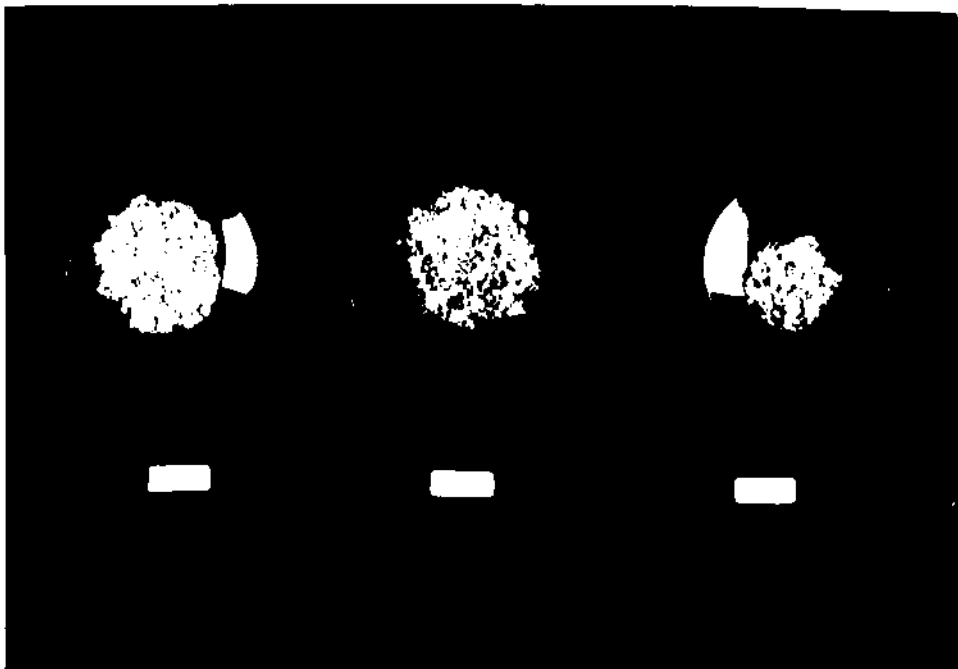
## 5.2. Pemeriksaan hasil xantasi senyawa hasil isolasi dari jerami padi (SXJP).

- Pada reaksi xantasi SJP dengan larutan NaOH 20% , dari bahan awal 5,0g SJP diperoleh hasil 1,47g SXJP<sub>20</sub>.
- Pada reaksi xantasi SJP dengan larutan NaOH 18% , dari bahan awal 5,0g SJP diperoleh hasil 1,39g SXJP<sub>18</sub>.
- Pada reaksi xantasi SJP dengan larutan NaOH 15% , dari bahan awal 5,0g SJP diperoleh hasil 1,11g SXJP<sub>15</sub>.

Pemeriksaan SXJP dengan cara kerja 4.3.2.3 adalah sebagai berikut :

### 5.2.1. Pemeriksaan bentuk SXJP

Bentuk SXJP dapat dilihat pada Gambar 5.8.



Gambar 5.8. A. SXJP<sub>20</sub>  
B. SXJP<sub>18</sub>  
C. SXJP<sub>15</sub>



## 5.2.2. Identifikasi SXJP.

## a. Hasil pemeriksaan sifat kimiawi SXJP.

Pemeriksaan sifat kimiawi dilakukan sesuai dengan cara kerja

4.3.1.5.b. Hasil pemeriksaan dapat dilihat pada Tabel 5.5.

Tabel 5.5.  
Hasil pemeriksaan sifat kimiawi SXJP<sub>20</sub>, SXJP<sub>18</sub>, SXJP<sub>15</sub>  
dibandingkan dengan SJP

Jenis pereaksi				SJP
	SXJP <sub>20</sub>	SXJP <sub>18</sub>	SXJP <sub>15</sub>	
ammonium molibdat	(+)	(+)	(+)	(-)
Pb(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub>	(+)	(+)	(+)	(-)
Zn–Uranyl acetat	(+)	(+)	(+)	(-)
HCl pekat	(+)	(+)	(+)	(-)

## Keterangan :

- (+) pada pereaksi Ammonium molibdat = warna biru ungu  
 (+) pada pereaksi Pb (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> = warna coklat hitam  
 (+) pada pereaksi Zn Ur Ac = terbentuk kristal berlian.

Kristal hasil reaksi dapat dilihat pada Gambar 5.10., Gambar 5.11., Gambar 5.12. Sebagai pembanding adalah hasil reaksi NaCl p.a. dengan Za-Uranil asetat, dapat dilihat pada Gambar 5.9.



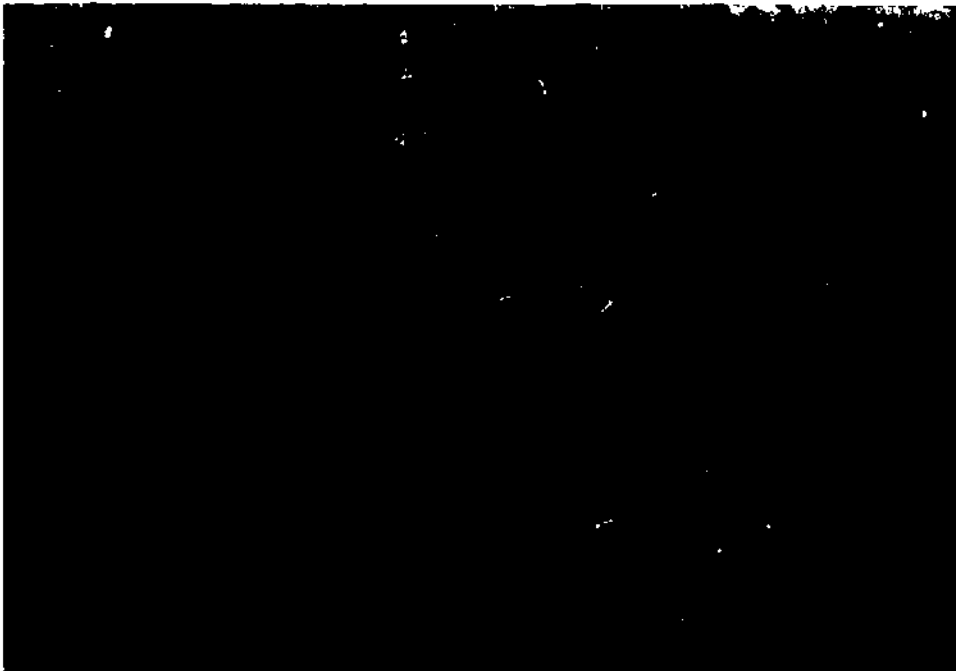
Gambar 5.9. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan NaCl p.a.



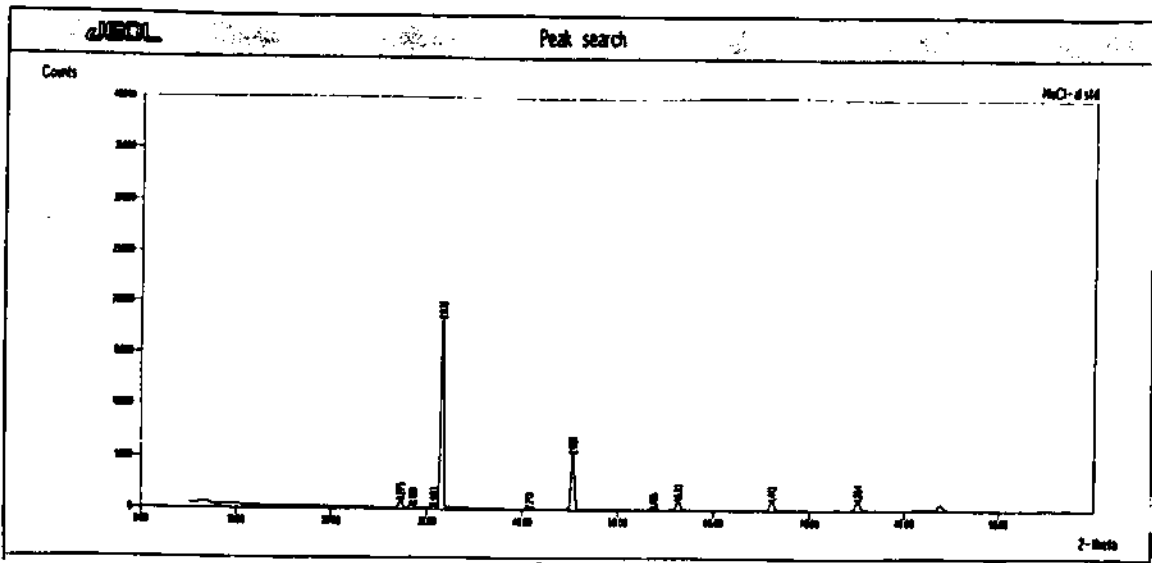
Gambar 5.10. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan hasil pemijaran SXJP<sub>20</sub>



**Gambar 5.11. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan hasil pemijaran SXJP<sub>18</sub>**



**Gambar 5.12. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan hasil pemijaran SXJP<sub>15</sub>**



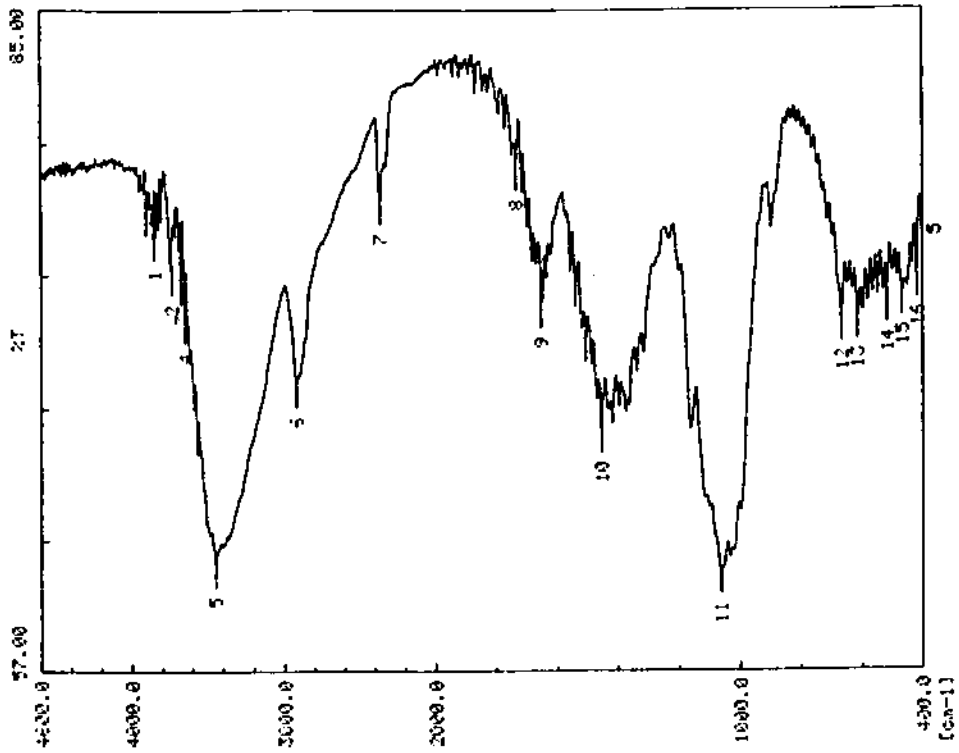
Gambar 5.13. Difraktogram NaCl dari SXJP<sub>15</sub>

**b. Identifikasi sifat fisika-kimia**

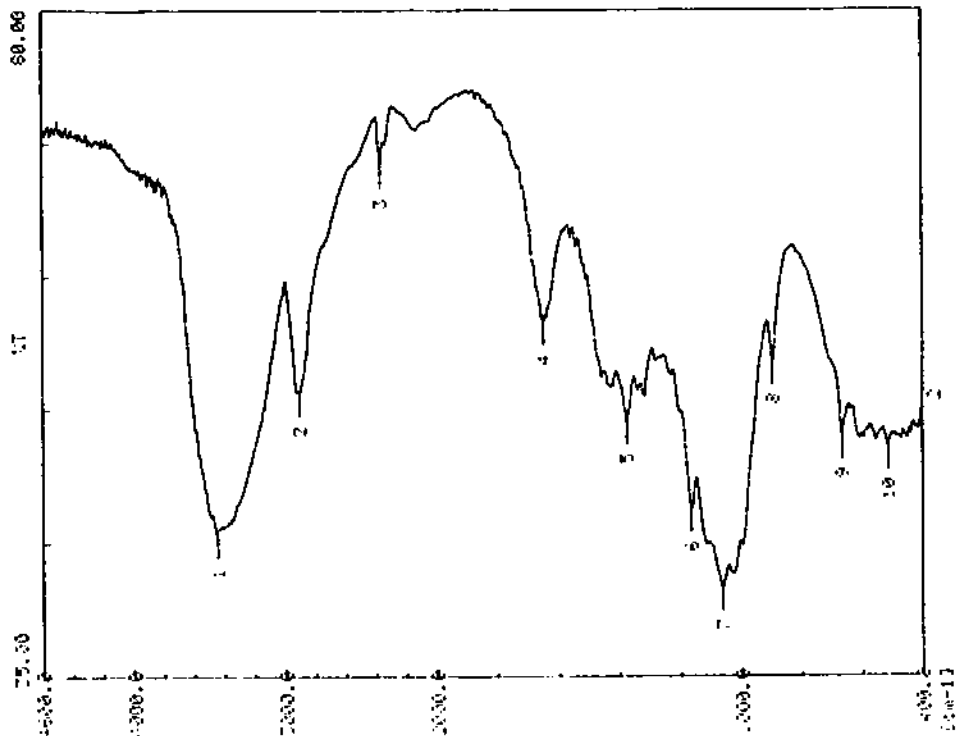
- Hasil penentuan gugus fungsi secara spektrofotometri infra merah.

Penentuan spektra infra merah ini mengikuti cara kerja pada 4.3.1.3.c.

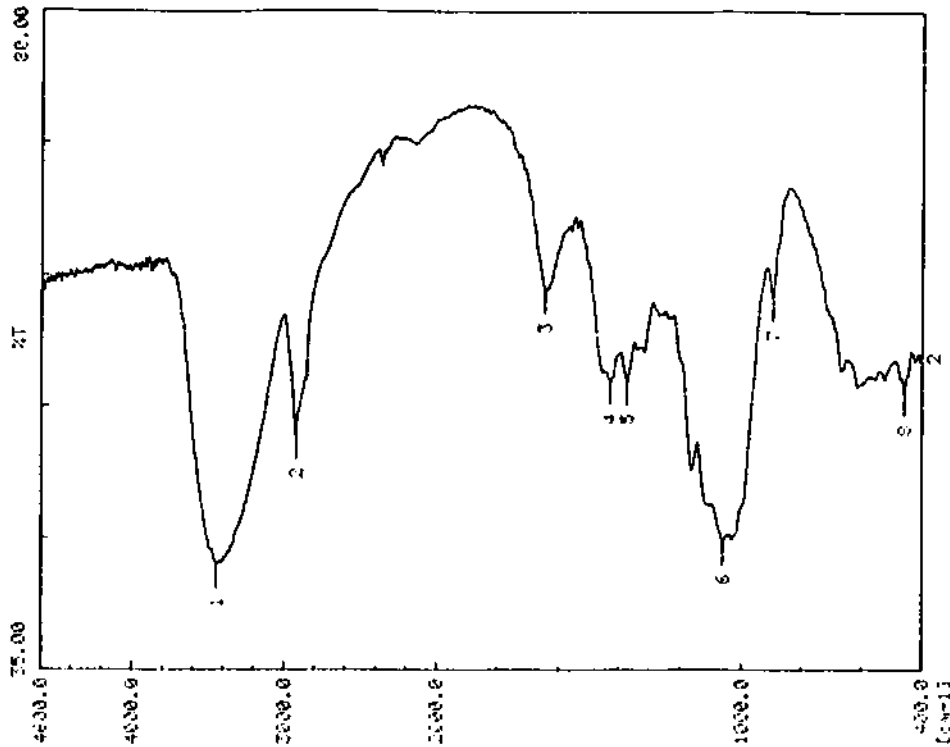
Spektra infra merah SXJP<sub>20</sub>, SXJP<sub>18</sub>, SXJP<sub>15</sub> masing-masing dapat dilihat pada Gambar 5.14., 5.15, 5.16.



Gambar 5.14. Spektra infra merah SXJP<sub>20</sub> dengan pembawa KBr



Gambar 5.14. Spektra infra merah SXJP<sub>18</sub> dengan pembawa KBr



Gambar 5.16. Spektra infra merah SXJP<sub>15</sub> dengan pembawa KBr

Gugus-gugus yang tampak pada spektra infra merah tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.6., 5.7., 5.8.

Tabel 5.6.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP<sub>20</sub>  
dengan pembawa KBr

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH ( ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1456,39	tajam
C=S	1275-1030	1059,02	lebar , tajam
C-S	710-570	667,43	lemah

Tabel 5.7.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP<sub>18</sub>  
dengan pembawa KBr

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil			
OH ( ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1375,37	tajam
C=S	1275-1030	1060,94	lebar , tajam
C-S	710-570	669,36	lemah

Tabel 5.8.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXJP<sub>15</sub>  
dengan pembawa KBr

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil			
OH ( ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1431,31	tajam
C=S	1275-1030	1060,94	lebar , tajam
C-S	710-570	650,07	lemah

### 5.3. Pemeriksaan hasil xantasi selulosa mikro kristal (SXMK)

Pemeriksaan SXMK sesuai dengan cara kerja 4.3.1.3 adalah sebagai berikut :

- Pada reaksi xantasi SMK dengan larutan NaOH 20% , dari bahan awal 5,0g SMK diperoleh hasil 1,50g SXMK<sub>20</sub>.
- Pada reaksi xantasi SMK dengan larutan NaOH 18% , dari bahan awal 5,0g SMK diperoleh hasil 1,42g SXMK<sub>18</sub>.
- Pada reaksi xantasi SMK dengan larutan NaOH 15% , dari bahan awal 5,0g SMK diperoleh hasil 1,20g SXMK<sub>15</sub>.

Bentuk hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan berbagai kadar NaOH dapat dilihat pada Gambar 5. 17.



Gambar 5.17. A. SXMK<sub>20</sub>  
B. SXMK<sub>18</sub>  
C. SXMK<sub>15</sub>



Hasil pemeriksaan sifat kimiawi SXMK..

Pemeriksaan sifat kimiawi SXMK dilakukan sesuai dengan cara kerja

4.3.2.4a. Hasil pemeriksaan dapat dilihat pada tabel 5.9.

Tabel 5.9.  
Hasil pemeriksaan sifat kimiawi SXMK<sub>20</sub>, SXMK<sub>18</sub>, SXMK<sub>15</sub>  
dengan pembanding SMK

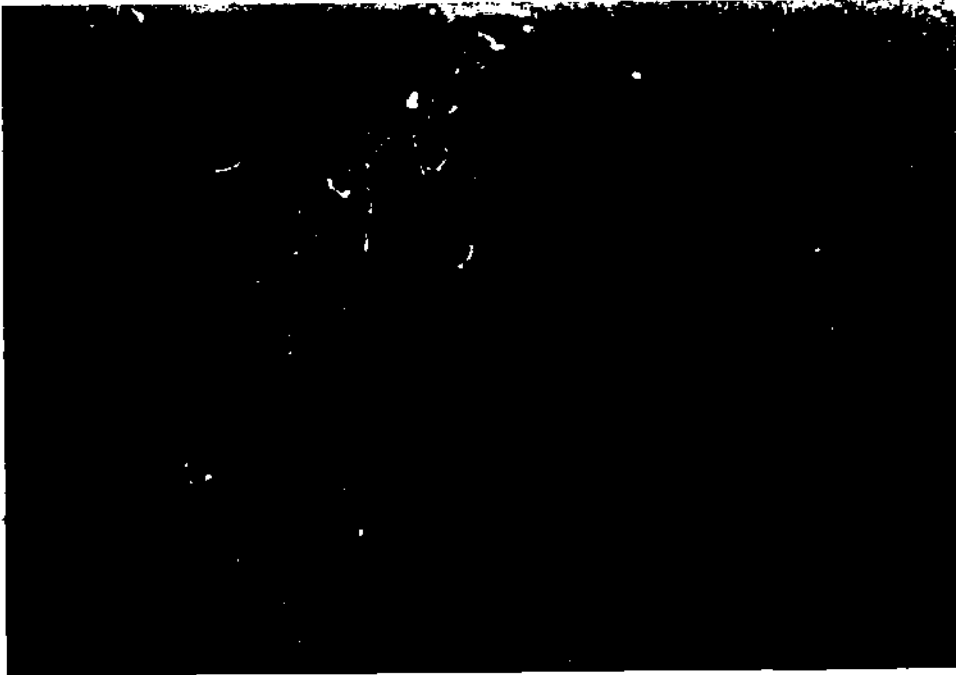
Jenis pereaksi	hasil xantasi selulosa mikro kristal			SMK
	SXMK <sub>20</sub>	SXMK <sub>18</sub>	SXMK <sub>15</sub>	
ammonium molibdat	(+)	(+)	(+)	(-)
Pb(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub>	(+)	(+)	(+)	(-)
Zn-Uranil asetat	(+)	(+)	(+)	(-)

Keterangan :

- (+) pada pereaksi Ammonium molibdat = warna biru ungu  
 (+) pada pereaksi Pb (Ac)<sub>2</sub> = warna coklat hitam  
 (+) pada pereaksi Zn Ur Ac = terbentuk kristal berlian.

Kristal yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 5.18, 5.19, 5.20.

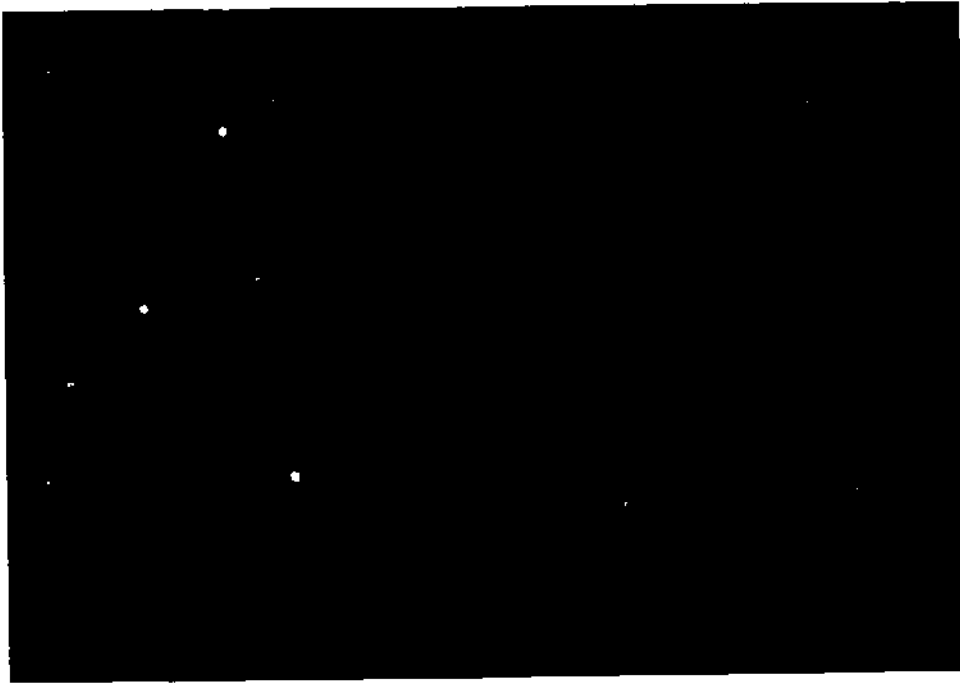
Sebagai pembanding digunakan kristal NaCl p.a yang direaksikan dengan Zn-Uranil Asetat dapat dilihat pada Gambar 5.9.



**Gambar 5.18. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan hasil pemijaran SXMK<sub>20</sub>**



**Gambar 5.19. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXMK<sub>18</sub>**



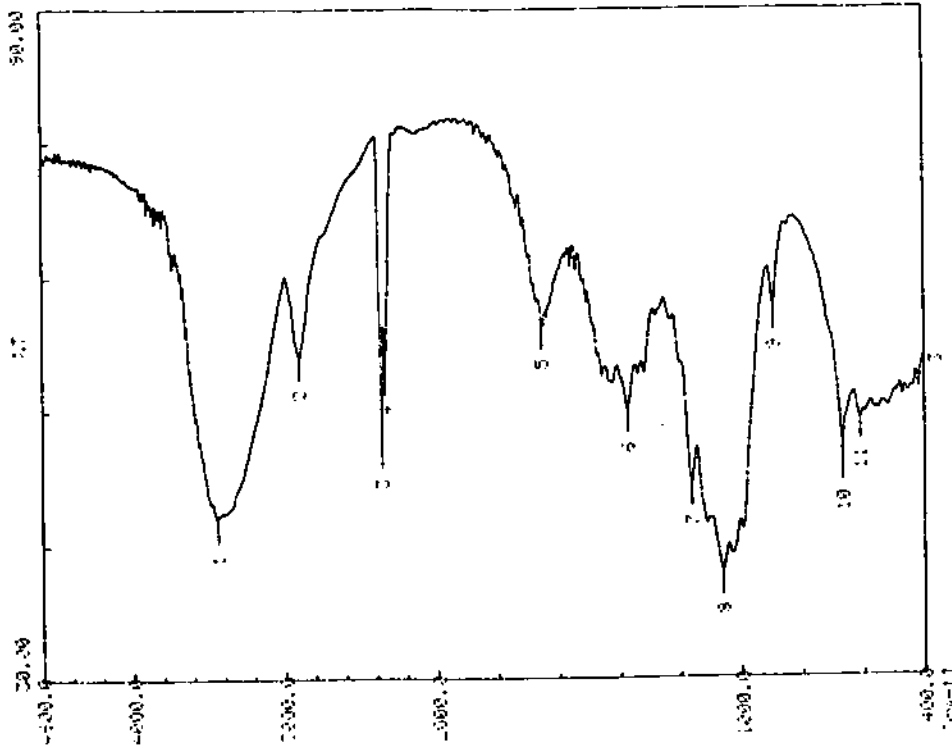
**Gambar 5.20. Kristal berlian hasil reaksi antara Zn-Uranil Asetat dan SXMK<sub>15</sub>**

**b. Identifikasi sifat fisika-kimia**

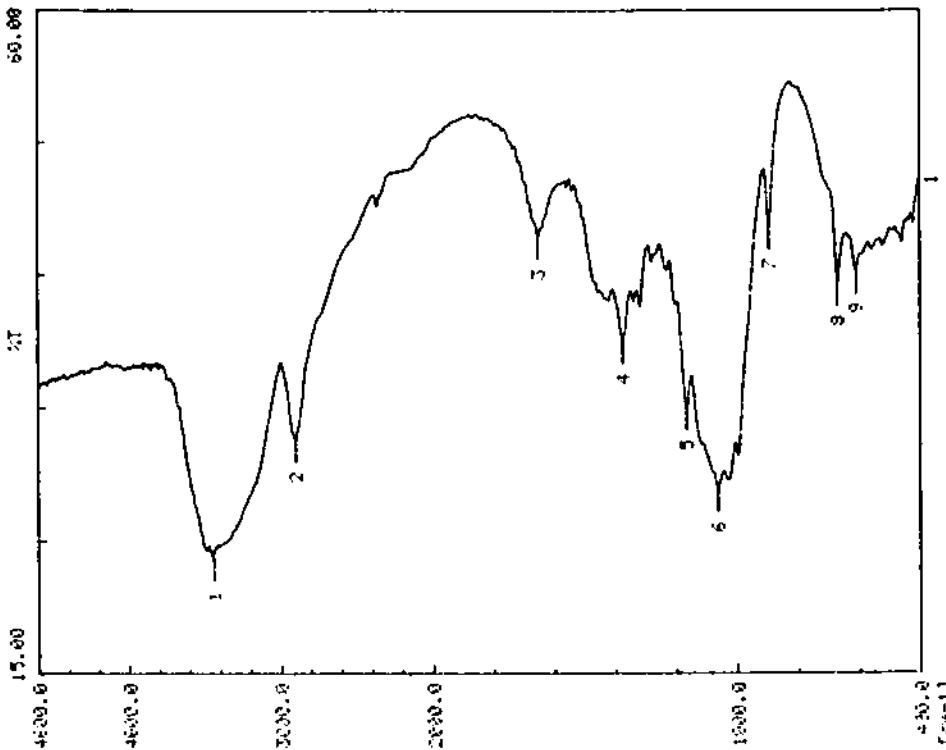
- Hasil penentuan gugus fungsi secara spektrofotometri infra merah.

Penentuan spektra infra merah ini mengikuti cara kerja pada 4.3.1.3.c.

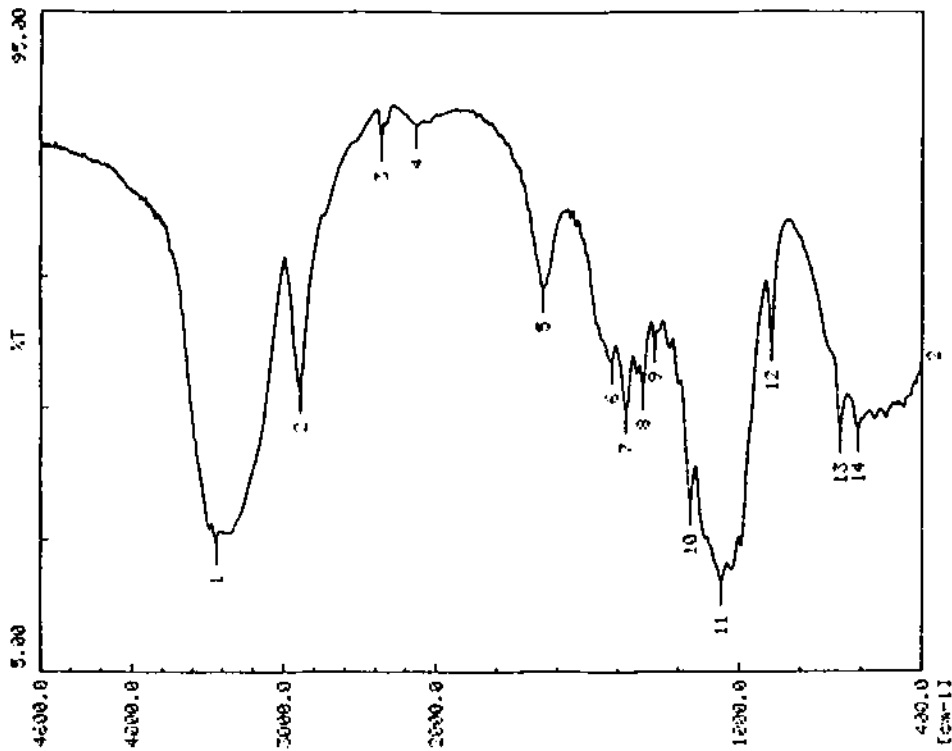
Spektra infra merah SXMK<sub>20</sub>, SXMK<sub>18</sub>, dan SXMK<sub>15</sub> masing-masing dapat dilihat pada Gambar 5.21., 5.22, 5.23.



Gambar 5.21. Spektra infra merah SXMK<sub>20</sub> dengan pembawa KBr



Gambar 5.22. Spektra infra merah SXMK<sub>18</sub> dengan pembawa KBr



Gambar 5.23. Spektra infra merah SXMK<sub>15</sub> dengan pembawa KBr

Gugus-gugus yang tampak pada spektra infra merah tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.10, 5.11, 5.12.

Tabel 5.10.  
Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK<sub>20</sub>  
dengan pembawa KBr

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH ( ulur)	3700-3000	3344,87	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1371,51	tajam
C=S	1275-1030	1111,10	lebar , tajam
C-S	710-570	617,28	lemah

**Tabel 5.11.**  
**Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK<sub>18</sub>**  
**dengan pembawa KBr**

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH ( ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1375,37	tajam
C=S	1275-1030	1060,94	lebar , tajam
C-S	710-570	671,29	lemah

**Tabel 5. 12**  
**Gugus-gugus yang terdapat pada spektra infra merah SXMK<sub>15</sub>**  
**dengan pembawa KBr**

Gugus	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Posisi	Puncak
Hidroksil OH ( ulur)	3700-3000	3447,10	lebar,tajam
OH (tekuk)	1420-1330	1375,37	tajam
C=S	1275-1030	1060,94	lebar , tajam
C-S	710-570	669,36	lemah

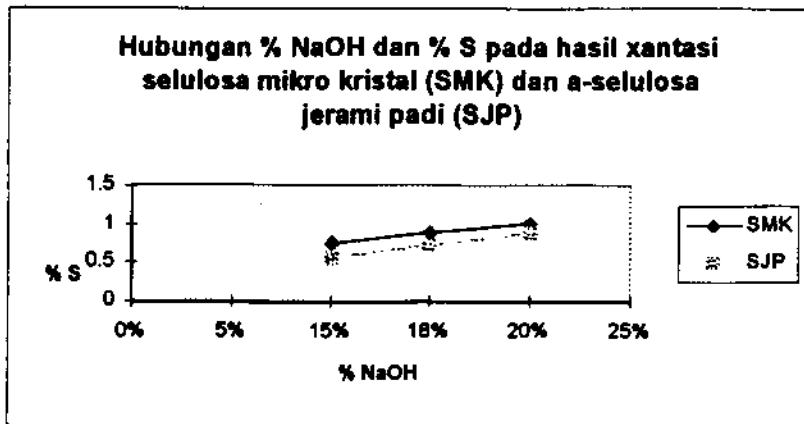
#### 5.4. Hasil penetapan kadar Sulfur hasil xantasi

5.4.1. Hasil penetapan panjang gelombang maksimum untuk sampel-SO<sub>4</sub> adalah 425,0 nm. Besarnya serapan sampel SO<sub>4</sub> 25,0 ppm pada setiap panjang gelombang yang diuji dapat dilihat pada Lampiran 1.

5.4.2. Hasil penetapan kadar Sulfur SXJP dan SXMK sesuai cara kerja 4.3.2.3. dan 4.3.2.4. dapat dilihat pada Tabel 5.15 dan Gambar 5.20.

Tabel 5.13  
Kadar S (%) sampel SXMK dan sampel SXJP

Kadar (%)	SXMK			SXJP		
	15	18	20	15	18	20
1	0.7998	0.9265	1.0572	0.5666	0.7809	0.9341
2	0.7634	0.8872	0.9734	0.5501	0.7381	0.9017
3	0.7439	0.8255	1.0732	0.5461	0.7128	0.8519
4	0.7828	0.9047	0.9771	0.5884	0.7604	0.8753
rata-rata	0.7725	0.8860	1.0202	0.5628	0.7481	0.8908



Gambar 5.24. Hubungan %NaOH dan %S pada hasil xantasi selulosa mikro kristal dan  $\alpha$ -selulosa jerami padi

Hasil penetapan validitas :

koefisien regresi  $r = 0,9985$ , sedangkan  $r$  tabel  $0,834$ ,

persamaan regresi :  $y = 8,2165 \cdot 10^{-3} X + 6,0906 \cdot 10^{-3}$

$$y = 8,2097 \cdot 10^{-3} X + 5,5897 \cdot 10^{-3}$$

presisi  $97,0851\%$ ,

akurasi  $4,66\%$ .

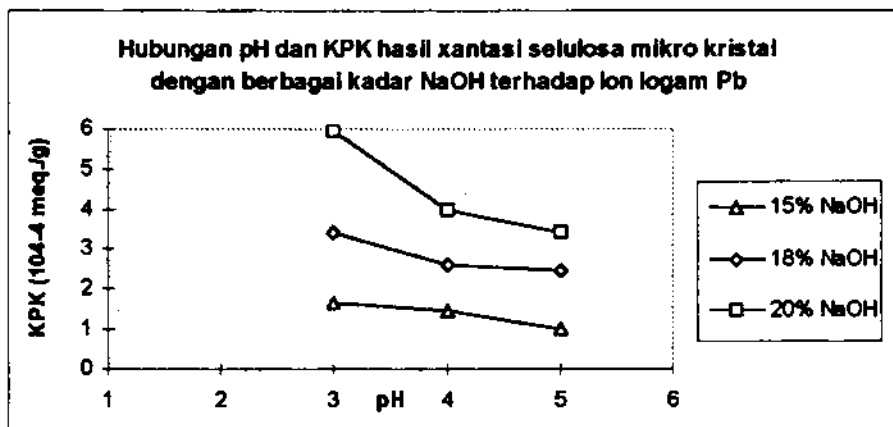
### 5.5. Hasil penetapan KPK SXJP dan SXMK

Hasil penetapan KPK SXJP dan SXMK sesuai cara kerja 4.3.3. dapat dilihat pada Tabel 5.14, Tabel 5.15, Tabel 5.16, Tabel 5.17, Gambar 5.25, Gambar 5.26 , Gambar 5.27 dan Gambar 5.28.



**Tabel 5.14**  
**Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation**  
**hasil xantasi selulosa mikro kristal**  
**terhadap ion logam Pb**  
**Nilai Kapasitas Penukar Kation (KPK) dikalikan 10-4**

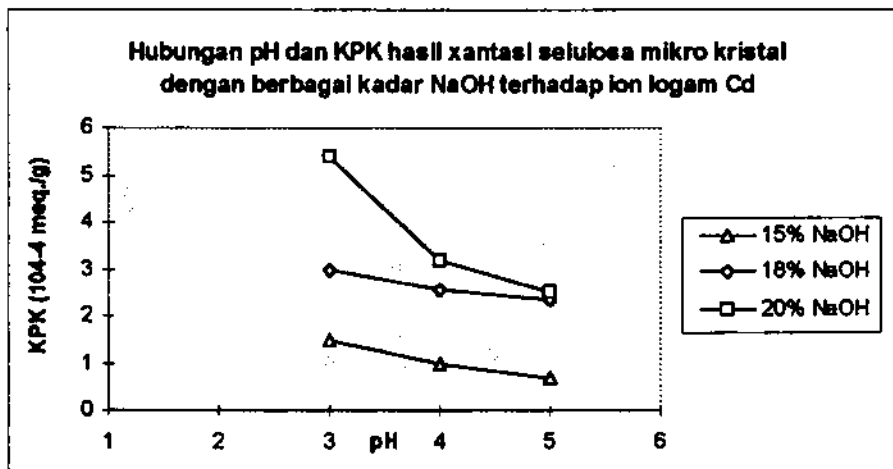
	%S1A			%S1B			%S1C		
	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c
	1.6315	1.4637	1.0170	3.5191	2.5937	2.4419	6.0058	4.0001	3.3378
	1.6407	1.3887	1.0095	3.4670	2.6761	2.4847	6.0816	3.9969	3.5718
<b>Pb</b>	1.6374	1.4709	1.0131	3.3739	2.6767	2.4697	5.9638	3.9890	3.4128
	1.6683	1.5322	0.9856	3.4339	2.6000	2.5111	5.7602	4.0025	3.3373
	1.6521	1.4017	0.9988	3.4150	2.6081	2.4699	6.0080	3.8968	3.4178
<b>Σ</b>	8.2300	7.2572	5.0240	17.2089	13.1546	12.3773	29.8194	19.8853	17.0775
<b>X</b>	1.6460	1.4514	1.0048	3.4418	2.6309	2.4755	5.9639	3.9771	3.4155
<b>sd</b>	0.0145	0.058	0.0127	0.0548	0.0418	0.0252	0.1215	0.0452	0.0956
<b>kv(%)</b>	0.8809	3.9961	1.2639	1.5922	1.5888	1.0180	2.0372	1.1354	2.8004



**Gambar 5.25. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Pb**

Tabel 5.15.  
 Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation  
 hasil xantasi selulosa mikrokristal  
 terhadap ion logam Cd  
 Nilai Kapasitas Penukar Kation (KPK) dikalikan 10-4

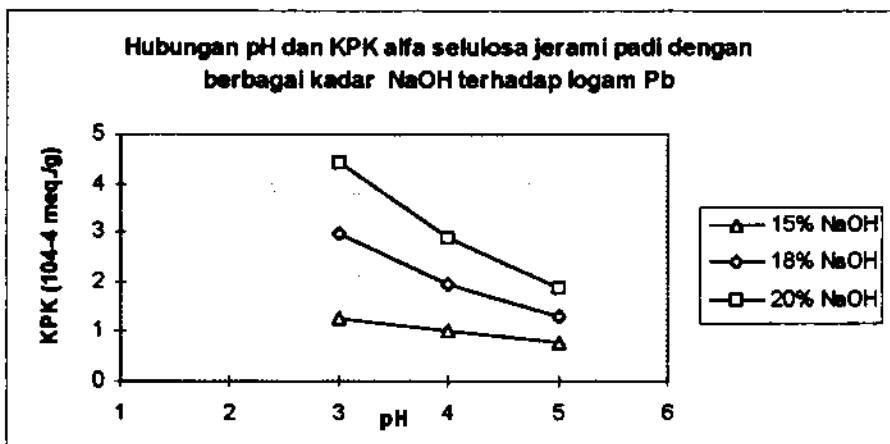
	%S1A			%S1B			%S1C		
	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c
	1.4541	0.9892	0.6841	3.1293	2.5767	2.3634	5.3724	3.1938	2.5057
	1.5174	0.9222	0.6645	2.8689	2.5636	2.3166	5.3427	3.2923	2.3149
<b>Cd</b>	1.4233	0.9553	0.6828	3.1278	2.4677	2.3768	5.5228	3.3762	2.5216
	1.4617	0.9325	0.6808	2.9311	2.5457	2.3682	5.3638	3.0300	2.5776
	1.4853	0.9888	0.6781	2.8678	2.5333	2.3417	5.3696	3.3099	2.6734
<b>Σ</b>	<b>7.3418</b>	<b>4.7880</b>	<b>3.3903</b>	<b>14.9249</b>	<b>12.6870</b>	<b>11.7667</b>	<b>26.9713</b>	<b>16.2022</b>	<b>12.5932</b>
<b>X</b>	<b>1.4684</b>	<b>0.9576</b>	<b>0.6781</b>	<b>2.9850</b>	<b>2.5374</b>	<b>2.3533</b>	<b>5.3943</b>	<b>3.2404</b>	<b>2.5186</b>
<b>sd</b>	<b>0.0352</b>	<b>0.0311</b>	<b>0.0079</b>	<b>0.1335</b>	<b>0.0424</b>	<b>0.0243</b>	<b>0.0728</b>	<b>0.1345</b>	<b>0.1314</b>
<b>kv(%)</b>	<b>2.3972</b>	<b>3.2477</b>	<b>1.165</b>	<b>4.4724</b>	<b>1.6710</b>	<b>1.0326</b>	<b>1.3496</b>	<b>4.1507</b>	<b>5.2172</b>



Gambar 5.26. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Cd

Tabel 5.16.  
 Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation  
 hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi  
 terhadap ion logam Pb

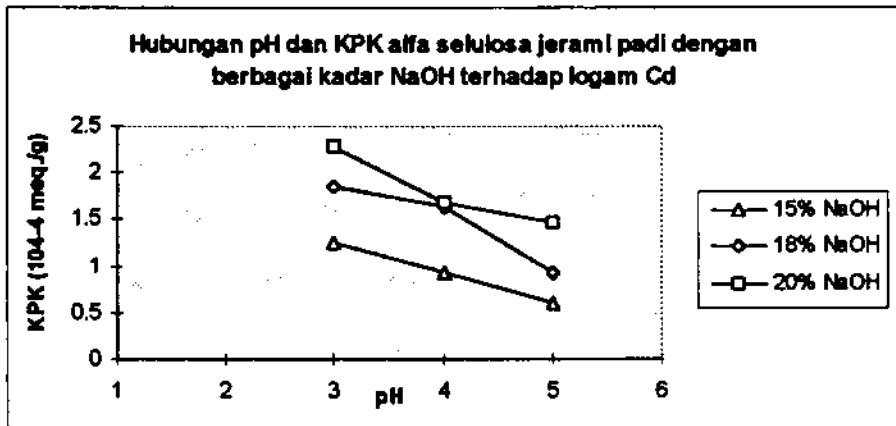
	% S2A			% S 2B			% S2C		
	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c
	1.2264	1.0245	0.7597	2.9622	1.9132	1.2851	4.3832	3.0089	1.9055
	1.2817	1.0068	0.7597	2.9716	1.8785	1.2803	4.6486	3.0168	1.8543
<b>Pb</b>	1.2460	0.9990	0.7502	2.9959	1.8749	1.3078	4.2731	2.8756	1.8542
	1.2830	1.0337	0.7611	2.9521	1.8763	1.2928	4.6533	3.0081	1.8852
	1.2687	1.0193	0.7330	2.9606	2.0494	1.2931	4.3313	2.9729	1.8021
$\Sigma$	6.3058	5.0833	3.7637	14.8424	9.5923	6.4591	22.2895	14.8823	9.3013
<b>X</b>	<b>1.2612</b>	<b>1.0167</b>	<b>0.7527</b>	<b>2.9685</b>	<b>1.9185</b>	<b>1.2918</b>	<b>4.4579</b>	<b>2.9765</b>	<b>1.8603</b>



Gambar 5.27. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi selulosa jerami padi dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Cd

Tabel 5.17.  
 Hasil Penetapan Kapasitas Penukar Kation  
 hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi  
 terhadap ion logam Cd

	% S2A			% S2B			% S2C		
	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c	pH a	pH b	pH c
	1.1979	0.9019	0.5618	1.8220	1.6558	0.9018	2.1848	1.6592	1.4992
	1.2604	0.9101	0.5976	1.7238	1.6396	0.9101	2.3064	1.6601	1.4578
<b>Cd</b>	1.2403	0.8914	0.5660	1.8607	1.6095	0.8914	2.3437	1.6939	1.4607
	1.3138	0.8970	0.5828	1.7968	1.6774	0.8700	2.1775	1.7386	1.4377
	1.2861	0.9236	0.6039	1.8719	1.7132	0.9236	2.2801	1.6959	1.4523
$\Sigma$	6.2985	4.5240	2.9121	9.0752	8.2955	4.4969	11.2925	8.4477	7.3077
<b>X</b>	1.2597	0.9048	0.5824	1.8150	1.6591	0.8994	2.2585	1.6895	1.4615



Gambar 5.28. Hubungan pH dan KPK hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi dengan berbagai kadar NaOH terhadap ion logam Cd

## BAB 6

### PEMBAHASAN

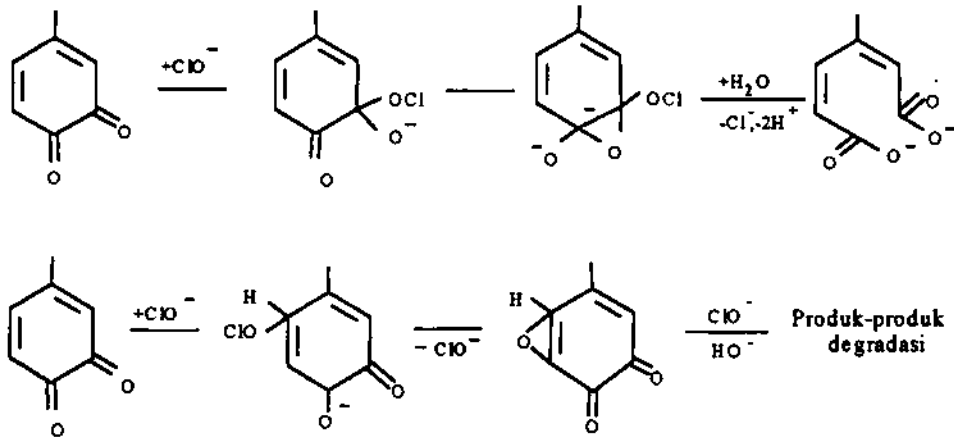
#### 1. Isolasi SJP

Pada penelitian ini sebagai sumber selulosa pada sintesis bahan penukar kation adalah jerami padi. Alasan pemilihan bahan tersebut adalah karena jerami padi merupakan limbah pertanian yang cukup melimpah ( $\pm$  25 juta ton) (Warta Pertanian 140, 1995) dan mengandung selulosa yang relatif tinggi (Tangendjaja, B., 1991).

Isolasi selulosa dari jerami padi dilakukan dengan cara menghilangkan komponen-komponen lain sesuai dengan cara kerja 4.3.1.2. Lemak diekstraksi secara sinambung dengan pelarut *n*-heksana . Adanya lemak dideteksi dengan pereaksi potasium bisulfat-natrium nitroprusid (dalam piperidin). Reaksi tersebut berdasarkan terbentuknya acrolein, yang bereaksi dengan natrium nitroprusid memberikan warna biru ungu dan berubah merah bila ditambahkan alkali (Feigl, 1966).

Selulosa dalam tanaman seringkali berada dalam bentuk ikatan kompleks dengan lignin, berupa lignin-selulosa (Fengel, 1995, Kirk-Othmer, 1985). Lignin merupakan polimer lain yang ada di dalam jerami padi , mengandung beberapa gugus fungsi yang serupa dengan selulosa. Adanya lignin yang berikatan dengan selulosa ini harus dihilangkan supaya tidak mengganggu reaksi pada selulosa. Cara yang digunakan adalah mengoksidasinya dengan NaOCl 5% sampai didapat hasil negatif dengan pereaksi fluoroglusin-HCl. Hasil oksidasi tersebut adalah bentuk terlarut dari lignin (Fengel, 1995).

Reaksi kimia yang terjadi adalah :



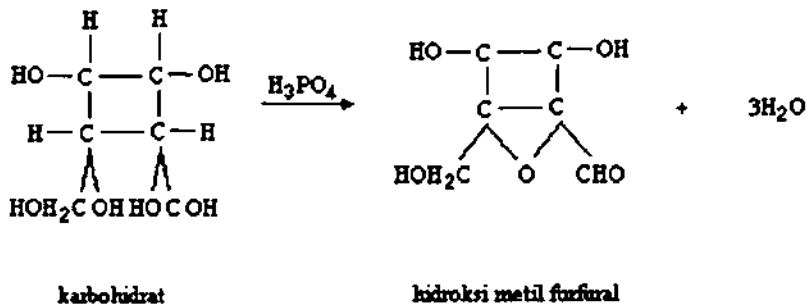
Residu yang telah bebas lignin direaksikan dengan 5% NaOH dapat untuk menghilangkan hemiselulosa dan untuk menyempurnakan penghilangan lignin dari jerami padi (Tangendjaja, 1991, Wong, 1994). Bentuk hasil isolat dapat dilihat pada Gambar 5.1.

Selanjutnya residu diperiksa kelutannya sesuai dengan cara kerja 4.3.1.3.a. dan hasilnya dapat dilihat pada tabel 5.1. Isolat yang diperoleh tidak larut dalam air dingin, air panas dan NaOH 17,5%. Hasil ini identik dengan uji keluturan selulosa mikro kristal.

Dari hasil pemeriksaan tabel 5.2. dengan menggunakan pereaksi asam fosfat dan larutan 10% anilin dalam 10% asam asetat memberikan hasil positif yaitu terbentuknya warna merah. Dengan adanya asam fosfat pekat maka akan terjadi dehidrasi pada selulosa menjadi hidroksi metil fulfural. Kemudian hidroksi metil fulfural ini dengan anilin asetat akan memberikan

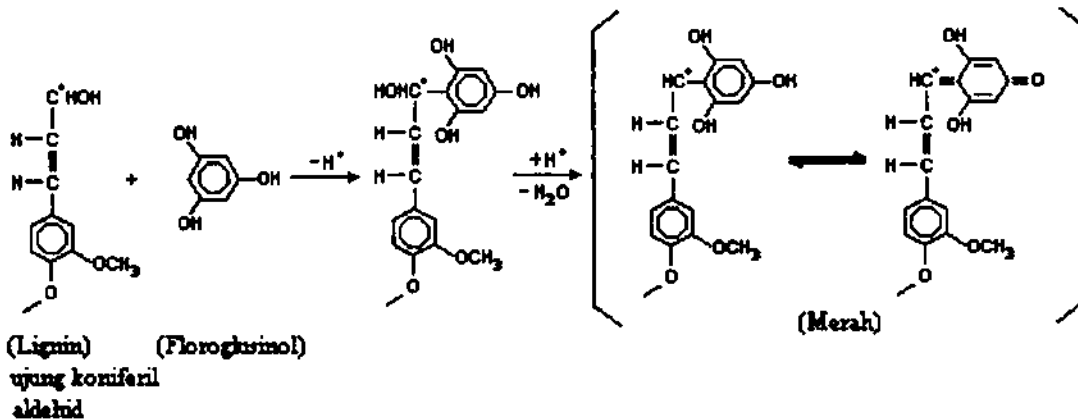
warna merah pada kertas saring.

Prinsip Reaksi :



Pemeriksaan adanya lignin dilakukan dengan pereaksi floroglusinol dan HCl pekat. Apabila hasil isolasi mengandung lignin akan terbentuk hasil kondensasi yang berwarna merah bila diamati di bawah mikroskop (Fengel,1995).

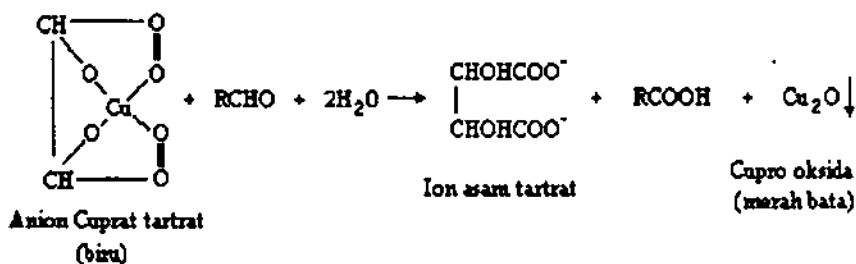
Prinsip reaksi :



Identifikasi sifat kimia lain hasil isolasi tersebut adalah pereaksi Molisch untuk menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut adalah golongan senyawa karbohidrat. Karbohidrat oleh asam sulfat pekat akan dihidrolisis menjadi monosakarida dan selanjutnya mengalami dehidrasi oleh asam sulfat menjadi hidroksimetil furfural. Dengan adanya  $\alpha$ -naftol maka hidroksimetil furfural akan berkondensasi membentuk senyawa kompleks yang berwarna ungu (Vogel, A.L, 1956).

Pada struktur selulosa (Gambar 2.1.), kedua ujung rantai mempunyai gugus-gugus -OH yang berbeda sifatnya. Gugus C1-OH adalah gugus hidrat aldehida, bersifat pereduksi, berasal dari pembentukan cincin melalui ikatan hemiasetal intramolekul. Gugus C4-OH adalah gugus hidroksil alkoholat, bukan pereduksi (Fesenden,1990). Reaksi Fehling dilakukan untuk mengetahui adanya gula pereduksi pada isolat tersebut. Adanya gugus aldehyd pada hasil isolasi akan mereduksi  $\text{Cu}^{2+}$  menjadi  $\text{Cu}^+$  memberikan endapan warna merah bata. Larutan Fehling terdiri dari Fehling A ( $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 6,9% dalam air) dan Fehling B (Na-K-Tartrat 34,6 g dan NaOH 10g dalam 100 ml air) (Feigl,1966).

Prinsip reaksi :





Penentuan spektra infra merah hasil isolasi dari jerami padi menggunakan pembanding selulosa mikrokristal. Spektra tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.2. dan Gambar 5.3. Gugus-gugus yang tampak pada Gambar tersebut dapat dilihat pada Tabel 5.3. dan Tabel 5.4.

Pada spektra infra merah hasil isolasi dari jerami padi dan selulosa mikrokristal memberikan profil spektra dan puncak-puncak yang identik. Hasil isolasi dari jerami padi memberikan puncak-puncak pada bilangan gelombang 3447,10 ; 2920,49 sedangkan selulosa mikro kristal memberikan puncak-puncak pada bilangan gelombang 3408,52; 2922,42  $\text{cm}^{-1}$  . Puncak-puncak ini menunjukkan adanya gugus-OH pada hasil isolasi dari jerami padi dan pada selulosa mikro kristal. Gugus-gugus-OH cenderung membentuk ikatan-ikatan hidrogen intra dan intermolekuler, tergantung letaknya pada unit-unit glukosa (Blackwell, J., 1978, Sarko, A., 1978). Selain itu terdapat puncak-puncak pada bilangan gelombang 1456,39  $\text{cm}^{-1}$  dari hasil isolasi dari jerami padi dan . 1458,32  $\text{cm}^{-1}$  dari selulosa mikro kristal yang menunjukkan gugus metilen (Simon, 1987). Sehingga disimpulkan kedua senyawa tersebut mengandung gugus-gugus yang identik.

Analisis termal diferensial (DTA) dapat digunakan untuk pengukuran reaksi-reaksi yang disebabkan oleh suhu di dalam sampel yang dipanaskan dengan kenaikan suhu secara konstan (Skoog,1995). Posisi puncak-puncak termal menunjukkan reaksi oksidasi, pemutusan rantai dan dehidrasi komponen sampel (Bollkunevich,1979).

Penentuan termogram hasil isolasi dari jerami padi dan selulosa mikro kristal sesuai cara kerja 4.3.1.3.c. dapat dilihat pada Gambar 5.4. dan Gambar 5.5.

Dari Gambar 5.4. tampak bahwa hasil isolasi dari jerami padi mempunyai puncak endoterm pada temperatur 235° dan 330° dan puncak eksoterm pada temperatur 30° . Sedangkan pada Gambar 5.5. tampak bahwa selulosa mikro kristal mempunyai puncak endoterm pada temperatur 250° dan 360° dan puncak eksoterm pada temperatur 30°C. Profil kedua Gambar tersebut tampak identik, tetapi terjadi pergeseran puncak endoterm ke temperatur yang lebih rendah pada hasil isolasi dari jerami padi. Hal ini diduga karena adanya senyawa lain yang masih ada dalam hasil isolasi tersebut yang tidak terdeteksi oleh pereaksi-pereaksi untuk identifikasi seperti tersebut di atas.

Dalam keadaan padat ikatan hidrogen antara molekul-molekul selulosa tersusun dalam sistem teratur dengan sifat-sifat seperti kristal. Terdapat dua ikatan hidrogen di dalam setiap rantai selulosa, yaitu dari O (6) dalam satu sisa glukosa ke arah O (2) H dalam glukosa yang berdekatan dan juga dari O(3)H ke arah lingkaran oksigen. Selain itu juga terdapat ikatan hidrogen intermolekular dari O(6) H ke O(3) (Blackwell, John, dkk., 1978, Sarko, A., 1978). Ikatan hidrogen merupakan faktor yang sangat penting untuk penyusunan dan hubungan rangkaian selulosa dalam kisi kristal. Karena profil difraksi sinar X adalah karakteristik fisik senyawa kristal, maka difraksi sinar X dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa murni maupun dalam campuran (Kolthoff, 1956, Simon, 1987). Diagram difraksi bahan hasil isolasi dari jerami padi dan selulosa mikro kristal pada Gambar 5.6. dan Gambar 5.7. menunjukkan profil yang identik tetapi terdapat perbedaan intensitas yang menyolok antara hasil isolasi dari jerami padi dan selulosa mikro kristal. Hal ini disebabkan oleh perlakuan yang berbeda dari kedua senyawa tersebut. Pada selulosa mikro kristal tampak bahwa intensitas pada

tiap-tiap puncak lebih tinggi, hal ini akibat proses rekristalisasi selulosa mikro kristal sehingga diperoleh struktur kristal yang lebih baik dan jumlah lebih banyak. Dari data difraktogram disimpulkan kedua senyawa tersebut mengandung bentuk kristal yang identik

Dari beberapa hasil pengujian tersebut diatas terhadap hasil isolasi dari jerami padi dengan pembandingan selulosa mikro kristal disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut adalah selulosa. Uji kelarutan hasil isolasi tersebut dengan NaOH 17,5% menunjukkan bahwa selulosa tersebut adalah  $\alpha$ -selulosa. Apabila  $\alpha$ -selulosa tersebut direkristalisasi maka akan diperoleh selulosa mikro kristal .

Menurut Schweitzer (Gambar 2.5.) bahan penukar kation terdiri dari polimer, gugus ionogenik, counter ion dan pelarut pengembang . Sebagai bahan polimer adalah  $\alpha$ -selulosa jerami padi. Untuk memperoleh gugus ionogenik dan *counter ion*, maka pada  $\alpha$ -selulosa jerami padi tersebut dilakukan reaksi xantasi.

## 2. Sintesis bahan penukar kation dari $\alpha$ -selulosa jerami padi

Sintesis bahan penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi dilakukan dengan cara melakukan reaksi xantasi pada senyawa tersebut. Reaksi ini dipilih karena merupakan *one step reaction*, material awal mudah didapatkan dan prosedur sederhana.

Reaksi xantasi pada  $\alpha$ -selulosa jerami padi dilakukan dengan cara mereaksikan  $\alpha$ -selulosa jerami padi dengan larutan NaOH 20% dan CS<sub>2</sub> (Wong, 1994, Chan, 1991). Reaksi ini berlangsung pada 2 molekul yang

mempunyai sifat kelarutan yang berbeda.. Untuk mempercepat reaksi tersebut antara lain dilakukan pengadukan kuat (Fahmy, Fadl, 1964).

Selain itu, untuk menghasilkan reaksi yang homogen digunakan pelarut aprotik, pelarut alkohol atau *Phase Transfer Catalysis (PTC)* (McIntosh, 1978, Wong, 1994, Reeves, dkk., 1978, Gokel, Weber, 1978). Pada penelitian ini yang digunakan adalah *PTC*. Keuntungan penggunaan katalis dibandingkan pelarut aprotik dan pelarut alkohol adalah kecepatan reaksi lebih besar karena senyawa ionik kurang tersolvasi di dalam pelarut organik daripada di dalam pelarut polar. Selain itu peralatan yang digunakan lebih sederhana, waktu reaksi lebih singkat dan hasil reaksi yang diperoleh lebih murni (Reeves, 1978, McIntosh, 1978).

Penggunaan katalis ini selain sebagai media reaksi juga sebagai katalis *micellar*. Kelarutan bahan ionik dalam pelarut organik ditingkatkan oleh kation *onium* yang disubstitusikan ke kation logam alkali. Pada reaksi tersebut diatas, *PTC* berfungsi membawa anionik reaktan dalam bentuk garam *onium* dari fasa berair ke fasa organik sehingga reaksi tersebut dapat berlangsung (McIntosh, 1978).

Ada bermacam-macam *PTC*, antara lain Aliquat 336, Adogen 464, bensiltriethylamonium klorida dan tetrabutylamonium bisulfat (Gokel, Weber, 1978). Pada penelitian ini katalis *PTC* yang digunakan adalah tetrabutylamonium bisulfat karena mempunyai atom karbon dalam jumlah besar, sehingga sifat lipofilisitasnya tinggi. Selain itu posisi atom karbon terhadap atom hetero simetris, sehingga muatan positif lebih meruah dan fungsi sebagai katalis lebih efektif (Gokel, Weber, 1978).

Pada reaksi xantasi tersebut diatas selulosa -Na tidak diisolasi tetapi langsung direaksikan dengan  $CS_2$  menggunakan katalisator PTC. Tujuan penambahan  $CS_2$  pada selulosa-Na adalah memperoleh gugus ionogenik/*fixed-ion*. yaitu  $-OCS_2^-$ , sedangkan ion  $Na^+$  digunakan sebagai *counter-ion*. Bentuk SXJP dapat dilihat pada Gambar 5.8.

Identifikasi sifat kimiawi SXJP dapat dilihat pada Tabel 5.5. Ketiga hasil xantasi yang diperoleh dari hasil reaksi dengan larutan NaOH 20%, 18% dan 15% menunjukkan hasil yang identik. Gugus xantat ( $OCS_2^-$ ) dideteksi dengan pereaksi ammonium fosfo molibdat. Hasil reaksi tersebut positif apabila terjadi warna biru ungu yang disebabkan terbentuknya  $MoO_3 \cdot 2[CS(SH)(O_6C_6H_{11})_n]$  (Feigl, 1966). Sedangkan  $S^{2-}$  dideteksi dengan pereaksi dengan  $Pb(CH_3COO)_2$ , memberikan endapan coklat hitam (Flachskam, R.L., Flachskam, N.W., 1991).

Uji yang dilakukan untuk mengetahui adanya  $Na^+$  dalam hasil xantasi adalah dengan mereaksikan ketiga macam hasil xantasi tersebut dengan pereaksi Zn-Uranilacetat ( $(CH_3COO)_2Zn \cdot (CH_3COO)_2UO_2$ ). Hasil reaksi memberikan hasil positif berupa kristal berlian Na-Uranil asetat ( $CH_3COONa \cdot (CH_3COO)_2UO_2$ ) (Alexeyev, V, 1959). Kristal hasil reaksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.10., Gambar 5.11., dan Gambar 5.12. Sebagai pembanding digunakan NaCl pa. yang direaksikan dengan  $(CH_3COO)_2Zn \cdot (CH_3COO)_2UO_2$  terlihat pada Gambar 5.9. Karena adanya kemiripan antara bentuk kristal ( $CH_3COONa \cdot (CH_3COO)_2UO_2$ ), ( $CH_3COOK \cdot (CH_3COO)_2UO_2$ ), ( $CH_3COOMg \cdot (CH_3COO)_2UO_2$ ) maka pada salah satu hasil xantasi SXJP<sub>15</sub> dilakukan reaksi *vercouling*, dengan cara menambahkan asam HCl pekat ke dalam krus porselen yang berisi sampel,

kemudian dipanaskan di atas api sampai diperoleh residu. Residu tersebut diperiksa dengan Difraksi sinar -X dibandingkan dengan difraktogram NaCl yang ada di dalam *library* alat tersebut. Hasil pemeriksaan tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.13.

Dari spektra infra merah Gambar 5.14 (Tabel 5.6.) diketahui bahwa pada SXJP<sub>20</sub> terlihat puncak-puncak pada bilangan gelombang 3447,10, 1456,39, 1059,02, 667,43 cm<sup>-1</sup>. Dari spektra infra merah Gambar 5.15 (Tabel 5.7.) diketahui bahwa pada SXJP<sub>18</sub> terlihat puncak-puncak pada bilangan gelombang 3447,10, 1375,37, 1060,94, 669,36 cm<sup>-1</sup>. Dari spektra infra merah Gambar 5.16 (Tabel 5.8.) diketahui bahwa pada SXJP<sub>15</sub> terlihat puncak-puncak pada bilangan gelombang 3447,10, 1431,31, 1060,94, 650,07 cm<sup>-1</sup>. Dari pustaka (Simon, dkk., 1989) diketahui bahwa pada senyawa tersebut terdapat gugus C=S (1275-1030 cm<sup>-1</sup>), gugus -C-S (710-570 cm<sup>-1</sup>). Dari ketiga Gambar dan Tabel tersebut disimpulkan ketiga hasil xantasi tersebut mengandung gugus-gugus fungsi yang identik, yaitu gugus-OH, -C=S, -C-S.

### 3. Sintesis bahan penukar kation dari selulosa mikro kristal

Sintesis bahan penukar kation dari mikro kristal dilakukan sesuai dengan sintesis bahan penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi, yaitu dengan reaksi xantasi.

Dari Gambar 5.17. diketahui bahwa bentuk ketiga hasil xantasi dari selulosa mikro kristal adalah serbuk berwarna putih kekuningan.

Dari Tabel 5.9. diketahui bahwa SXMK<sub>20</sub>, SXMK<sub>18</sub>, SXMK<sub>15</sub>

menunjukkan sifat kimiawi identik.

Kristal yang terbentuk hasil reaksi antara Zn-Uranil asetat dengan hasil pemijaran ketiga hasil xantasi selulosa mikro kristal pada Gambar 5.18., 5.19., 5.20. memperlihatkan hasil yang identik dengan Gambar 5.9. Sehingga disimpulkan bahwa pada SXMK tersebut sudah tersubstitusi ion  $\text{Na}^+$ .

Dari spektra infra merah Gambar 5.20 diketahui bahwa pada SXMK<sub>20</sub> mengandung gugus  $-\text{C}=\text{S}$  dan  $-\text{C}-\text{S}$  dan  $-\text{OH}$ . Gugus-gugus tersebut terlihat pada masing-masing bilangan gelombang 3344,87, 1371,51, 1111,10, 617,28  $\text{cm}^{-1}$  (Tabel 5.10.). Dari spektra infra merah Gambar 5.21 diketahui bahwa pada hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan 18% NaOH mengandung gugus  $-\text{C}=\text{S}$  dan  $-\text{C}-\text{S}$  dan  $-\text{OH}$ . Gugus-gugus tersebut terlihat pada masing-masing bilangan gelombang 3447,10, 1375,37, 1060,94, 671,29  $\text{cm}^{-1}$  (Tabel 5.11.). Dari spektra infra merah Gambar 5.22 diketahui bahwa pada hasil xantasi selulosa mikro kristal dengan 15% NaOH mengandung gugus  $-\text{C}=\text{S}$  dan  $-\text{C}-\text{S}$  dan  $-\text{OH}$ . Gugus-gugus tersebut terlihat pada masing-masing bilangan gelombang 3447,10, 1375,37, 1060,94, 669,36  $\text{cm}^{-1}$  (Tabel 5.12.). Dari ketiga Gambar dan Tabel tersebut disimpulkan bahwa ketiga hasil xantasi tersebut mengandung gugus-gugus fungsi yang identik.

#### 4. Pemeriksaan kandungan sulfur dari hasil xantasi

Kandungan Sulfur hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi dan selulosa mikro kristal ditentukan dengan Bomb Calorimeter (ASTM, 1987). Prinsip reaksi tersebut di atas adalah mengoksidasi sulfur yang terdapat dalam hasil xantasi tersebut menjadi  $\text{SO}_2$ , kemudian  $\text{SO}_2$  tersebut bereaksi dengan

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  menjadi  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  selanjutnya dioksidasi dengan aqua bromin dan HCl menjadi  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Dengan penambahan  $\text{BaCl}_2$  maka akan terbentuk  $\text{BaSO}_4$  yang berwarna putih. Konsentrasi  $\text{SO}_4^{2-}$  sampel ditentukan dengan Spektrofotometer dibandingkan dengan standard  $\text{SO}_4^{2-}$ . Selanjutnya dengan kesetaraan BM maka dapat diperoleh kandungan sulfur dari sampel Dengan asumsi satu Sulfur mewakili satu gugus ionogenik ( $\text{OCS}_2$ ) (Lampiran 2).

Agar suspensi tersebut stabil selama dilakukan pengukuran kadar, ditambahkan bahan yaitu *salt acid* (ASTM, 1980). Hasil pengukuran kandungan Sulfur ini memperlihatkan kenaikan sesuai dengan kenaikan kadar NaOH (Tabel 5.13 dan Gambar 5.24.) . Hal ini disebabkan dengan kenaikan kadar NaOH maka selulosa yang berubah menjadi selulosat menjadi bertambah banyak sehingga reaksi xantasi lebih mudah berlangsung. Apabila dibandingkan, pada SXMK terikat lebih banyak gugus ionogenik daripada SXJP, hal ini diduga disebabkan karena derajat kemurnian kedua senyawa tersebut berbeda sehingga mempengaruhi kesempurnaan reaksi xantasi. Dari kadar NaOH yang diujikan ternyata belum didapatkan hasil yang optimal, maka disarankan untuk penelitian yang akan datang kadar NaOH ditingkatkan lagi agar penyediaan selulosat lebih meningkat dan gugus ionogenik yang tersedia lebih banyak lagi.

Dari analisis statistik Simple Linier Regression, diperoleh persamaan garis regresi sebagai berikut :  $y = -0,4195 + 0,0653 x$ . Dari persamaan tersebut diketahui bahwa pengaruh konsentrasi NaOH terhadap jumlah gugus ionogenik sebesar 6,53% (Lampiran 10 dan 10a.) . Macam selulosa memberikan pengaruh sebesar 15,9025% (Lampiran 11).



## 5. Penetapan Kapasitas Penukar Kation (KPK) $\alpha$ - selulosa jerami padi

Penetapan kapasitas penukar kation (KPK) SJP dilakukan dengan cara mengukur selisih antara konsentrasi awal dan konsentrasi akhir setelah perlakuan dengan hasil xantasi  $\alpha$ - selulosa jerami padi. Serapan dari sampel yang dimasukkan dalam perhitungan adalah serapan sampel setelah dikurangi serapan dari blanko. Dari perbedaan konsentrasi logam tersebut dilakukan perhitungan seperti Lampiran 8 dan Lampiran 9. Untuk mengetahui bahwa selisih konsentrasi ion logam terikat pada hasil xantasi, terikat pada hasil xantasi, bukan menempel pada kertas saring, maka dilakukan uji kontrol terhadap kertas saring. Caranya adalah ion logam dengan konsentrasi tertentu pH tertentu setelah diaduk selama 2 jam kemudian dilewatkan kertas saring, kemudian ditentukan lagi konsentrasinya dibandingkan dengan konsentrasi awal. Hasil yang diperoleh ternyata tidak ada perbedaan bermakna antara konsentrasi awal dan konsentrasi akhir. Kemudian dilakukan juga uji terhadap hasil xantasi residu perlakuan dengan ion logam. Residu hasil xantasi tersebut didestruksi basah dengan asam nitrat pekat dan asam sulfat pekat (2:1) dan dipanaskan. Hasil recovery uji tersebut adalah 90%.

Pada penelitian ini untuk analisis data digunakan analisis statistik *Multiple Regression*. Alasan pemilihan model ini adalah karena untuk mengetahui hubungan antara satu variabel tergantung (Kapasitas Penukar Kation (KPK)) dengan tiga variabel bebas (macam logam, kadar sulfur, macam pH), dengan menggunakan model persamaan regresi selain dapat

diidentifikasi faktor yang penting, dapat diketahui juga hubungan faktor yang penting tersebut terhadap respon secara kuantitatif. (Montgomery, D.C., 1984).

Pada penelitian ini diuji 3 macam pH (3, 4,5) , 2 logam (Pb dan Cd) dan 4 macam Sulfur (S0, S15, S18, S20). Sebagai model digunakan persamaan regresi sebagai berikut :  $y = c + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ . Dimana prasyarat uji regresi ini adalah : variabel tergantung berskala interval, sebagian besar (minimal 1 variabel) variabel bebas berskala interval, ada korelasi linier antara variabel bebas-variabel tergantung, tak ada korelasi diantara variabel bebas, digunakan untuk melihat pengaruh variabel X (sekumpulan X) terhadap Y (Montgomery, 1984, Gaspersz, 1991).

Pada penelitian ini masing-masing variabel diberi kode sesuai urutan dari kecil ke urutan besar. Untuk Sulfur urutan semakin besar kadar S diberi nomor kode semakin besar: kode 1 = S<sub>0</sub>, kode 2 = S<sub>15</sub>, kode 3 = S<sub>18</sub>, kode 4 = S<sub>20</sub>; untuk logam semakin besar jari-jari atom logam tersebut diberi nomor kode semakin besar : kode 1 = Cd, kode 2 = Pb; untuk pH semakin tinggi pH, diberi nomor kode semakin besar: kode 1 = pH 3, kode 2 = pH4, kode 3 = pH 5.

Untuk mengetahui pengaruh logam, pH dan kadar sulfur terhadap harga KPK, dilakukan analisis data dengan Multiple Regression. Dari analisis statistik didapat persamaan :  $y = 0,3436 + 0,5049 (\text{logam}) + 0,8063 (\text{Sulfur}) - 0,4546 (\text{pH})$  . Dari persamaan tersebut diketahui bahwa variabel kadar Sulfur yang menyatakan banyaknya gugus ionogenik pengaruhnya lebih besar dari pada pH dan macam logam. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam

proses penukar kation gugus ionogenik tersebut harus ada di dalam polimer. Pengaruh pH sebesar 45,46% terhadap harga KPK SXJP.

Dengan derajat kepercayaan 95% diantara tiga macam kadar Sulfur tersebut ada perbedaan bermakna di antara ketiga macam KPK yang dihasilkan. Tanda positif (+) menyatakan semakin tinggi kadar Sulfur semakin tinggi nilai KPK yang diperoleh. Hal yang serupa juga tampak pada Tabel 5.13. Diduga semakin besar kadar Sulfur semakin besar jumlah gugus  $\text{-OCS}_2$  yang terikat pada hasil xantasi tersebut, semakin besar KPK senyawa tersebut.

Pengaruh pH terhadap KPK tersebut adalah 45,467%, tanda negatif menunjukkan bahwa semakin tinggi pH nilai KPK semakin rendah. Hal ini diduga disebabkan dengan semakin rendah pH, konsentrasi  $[\text{H}^+]$  dalam fase larutan semakin besar sehingga untuk mencapai kesetimbangan dengan fase di dalam resin maka Na yang berada di dalam resin akan lepas (Persamaan 1 dan 2). Dengan adanya kation  $\text{Pb}^{2+}$  di dalam larutan, maka  $\text{Pb}^{2+}$  akan menggantikan  $\text{H}^+$  yang berada di dalam resin. Hal ini disebabkan jari-jari atom Pb (175 pm) lebih besar daripada jari-jari atom H (37,7 pm) (Hardwood,1993) sehingga diduga jari-jari ionik Pb lebih besar daripada H, akibatnya ikatan ionik antara gugus ionogenik Pb lebih kuat daripada dengan H maupun Na.

Apabila dibandingkan antara hasil KPK Tabel 5.16 dan 5.17. maka ada perbedaan bermakna diantara keduanya. Dari persamaan regresi tersebut diatas diketahui pengaruh logam terhadap KPK sebesar 50,4780 % (Lampiran 12). Tanda positif menyatakan bahwa KPK SXJP terhadap logam Pb lebih

besar daripada nilai KPK terhadap logam Cd. Hal ini diduga disebabkan jari-jari atom Pb (175 pm) lebih besar daripada jari-jari atom Cd (120 pm) (Hardwood,1993) sehingga ikatan antara gugus ionogenik ( $\text{OCS}_2$ ) dengan counter ion (Pb) lebih kuat dari pada ikatan antara gugus ionogenik ( $\text{OCS}_2$ ) dengan Cd, KPK terhadap Pb lebih besar daripada KPK terhadap Cd. Selain itu pada penelitian ini kadar Pb yang diujikan lebih besar daripada kadar Cd, sehingga diduga mempengaruhi koefisien distribusi kedua logam tersebut pada hasil xantasi (persamaan 3.).

## 6. Penetapan Kapasitas penukar kation dari selulosa mikro kristal

Penetapan kapasitas penukar kation dari selulosa mikro kristal dilakukan untuk mengetahui pengaruh kemurnian selulosa terhadap kapasitas penukar kation dari  $\alpha$ -selulosa jerami padi.

Perlakuan pada reaksi xantasi selulosa mikro kristal identik dengan perlakuan terhadap  $\alpha$ -selulosa jerami padi. Oleh karena itu analisis data yang dilakukan sama, yaitu Analisis *Multiple Regression*.

Dengan program SPSS (Lampiran 13), dapat diketahui pengaruh selulosa, logam pH dan Sulfur terhadap KPK SXJP . Persamaan garis regresi yang di dapat sebagai berikut :  $y = -0.5382 + 0.4778 (\text{logam}) + 0.9891 (\text{Sulfur}) - 0.5603 (\text{pH}) + 0,8846 (\text{selulosa})$ . Harga *adjusted r*<sup>2</sup> 0. 8522, artinya adalah 85,22% harga KPK SXJP ditentukan oleh variabel macam logam, kadar Sulfur, harga pH dan selulosa.

Pengaruh variabel logam terhadap KPK SXMK adalah 47.775%. Tanda positif (+) di depan koefisien regresi logam menunjukkan bahwa KPK SXMK

terhadap PB lebih besar daripada terhadap Cd. Dari Ketiga variabel tersebut ternyata pengaruh macam logam adalah paling kecil. Sehingga dapat disimpulkan bahwa SXJP dapat digunakan untuk logam-logam yang lain.

Dari Lampiran 13 diketahui bahwa asal selulosa (kemurnian selulosa ) memberikan pengaruh sebesar 88,45% terhadap KPK. Untuk itu disarankan dilakukan penelitian lebih lanjut dalam skala teknik agar SXJP dapat digunakan dalam pengatasan masalah logam berat yang terdapat di lingkungan.

## BAB 7

### KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

- Semakin besar kadar NaOH yang diteliti pada reaksi xantasi, semakin banyak gugus ionogenik (yang dinyatakan dengan kadar Sulfur) hasil xantasi pada  $\alpha$ -selulosa jerami padi .
- Semakin rendah pH yang diteliti pada penetapan Kapasitas Penukar Kation (KPK) hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi , semakin tinggi nilai KPK.
- Semakin besar jari-jari ion logam yang diteliti, semakin besar Kapasitas Penukar Kation hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi.
- Semakin murni selulosa yang diteliti, semakin besar Kapasitas penukar Kation hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi.
- Semakin besar jumlah gugus ionogenik yang terikat pada hasil xantasi  $\alpha$ -selulosa jerami padi, semakin besar Kapasitas Penukar Kation pada senyawa tersebut.

## **S A R A N**

Dari data penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diajukan saran sebagai berikut :

- dilakukan penelitian lebih lanjut dalam skala teknik agar SXJP dapat digunakan untuk mengatasi pencemaran logam berat yang terdapat di lingkungan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adishesha, H.T., dkk., 1990. *Reducing the Amount of Carbon Disulfida in Rayon Making*. **Berita Selulosa** 26 (2) : pp. 38-43.
- Allenmark, S., 1991. *Chromatographic Enantioseparation, Methods and Applications*, 2<sup>nd</sup> edition, New York : Ellis Hor, pp.108-109.
- Anderson, R., 1987. *Sample Pretreatment and Separation*,: John Wiley & Sons, pp. 313-383.
- Anonim, 1995. *Profil Komoditi 1994 dan 1995*. **Warta Pertanian** 140. hal. 8.
- ASTM, Part 31, 1981. *Water*, American Society for Testing, Philadelphia, pp. 456-470.
- Barry, L.K., et.al, 1973. *An Introduction to Separation*, John Wiley & Sons, New York, pp. 80-83, 337-373.
- Blackwell, J., Kolpak, F.J., Gardner, K.H., 1978. *The structure of celluloses I and II*. **Tappi** 61 (1) : pp. 71-72.
- Blumberg, A.A., 1994. *Risk and Chemical Substances*. **Journal Chemical Education** 71 (11) : pp. 912-918.
- Chan, W.H, Lee, A.W.M., 1991. *The Evolution of a viable Undergraduate Research Program*, **Journal of Chemical Education** 68 (8): pp. 647-649.
- Dean, J.A., 1969. *Chemical Separation methods*, Melbourne, Van Nostrand , pp. 86-131.
- Esau, K., 1985. *Plant Anatomy*, 2<sup>nd</sup>. Ed., New Delhi, Wiley Eastern Limited, pp. 33-63.
- Fadl, M.H., Fahmy, Y.A., 1964, *On Emulsion Xanthation of. Part 1. Xanthation in presence of sodium hydroxide-and potassium hydroxide solutions*. **Svensk Papperstidning** arg 67 (3) : pp. 101-109.



- Fadl, M.H., Fahmy, Y.A., 1964. *On Emulsion Xanthation of . Part 2. Some aspect of the reaction mechanism and of cellulose emulsion xanthation by inclusion occlusion with carbon disulfide in fibre. Svensk Papperstidning* arg 67 (7) : pp. 279-285.
- Fadl, M.H., Fahmy, Y.A., 1964. *On Emulsion Xanthation of . Part 3. Rate curves of included and non-included . Svensk Papperstidning* arg 67 (15) : pp. 573-578.
- Fagi, A.M., Las, I., 1991. *Lingkungan tumbuh Padi. Padi 1* : hal. 200-213.
- Fardiaz, S., 1992. *Polusi Air & Udara*. 1<sup>st</sup> edition, Yogya: Kanisius, hal. 58-65.
- Feigl, F., 1966. *Spot Tests in Organic Analysis*. 7nd. Edition, New York : Elsevier Scientific Publishing Company, hal. 2-4, , 197, 337, 339.
- Fengel, D., Wegener, G., 1995. *Kayu. Reaksi Kimia, Ultra struktur*. Terjemahan H. Sastrohamidjojo. Yogyakarta : Gajah Mada University Press, hal. 77-103, 566-582.
- Fengel, D., 1980. *The effect of alkali-hydroxide in swelling of cell wall Papier* 34: pp. 428-433.
- Flachskam Jr., R.L., Flachskam, N.W., 1991. *Textile Fiber . Journal of Chemical Education* 68 (12) : pp. 1043-1045.
- Gokel, G.W., Weber, W.P., 1978, *Phase Transfer Catalysis Part I. The Journal of Chemical Education* 55 (6) : pp. 350-354.
- Gokel, G.W., Weber, W.P., 1978, *Phase Transfer Catalysis Part II. The Journal of Chemical Education* 55 (7) : pp.429-433.
- Guevara, B.Q., et al, 1978. *Comprehensive Technical Report Phytochemical, Microbiological and Pharmacological of Medicinal Plant, Workshop at University of Tomas Graduate School*, pp. 39.
- Hamilton, J.D., et al, 1994. *Structural Equation Modeling Nested ANOVA : Effects of Lead Exposure on Maternal and Growth in Rats. Environmental Research* 64 : pp. 55-64.

- Harwood-Petrucci, 1993. *General Chemistry. Principles & Applications*, 6th edition, New York : Mac Millan Company, pp. 786-789, 792-793.
- Hirata, M., Kosaka, H., 1993. *Effects of Lead Exposure on Parameters. Environmental Research* 63 : pp. 60-69.
- King, B., 1994. *Encyclopedia of Inorganic Chemistry* , Vol. 4, New York : John Wiley & Sons, pp.1944-1970.
- Kirk-Othmer, 1982. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 3rd. Ed. New York : John Wiley & Sons, pp. 646-655, 856-861.
- Letcher & Lutseke, 1990. *A closer look at cotton, rayon, and fibers. Journal of Chemical Education* 67 : pp. 361-363.
- Lyselius, Samuelson, 1961. *Ripening Viskose. Part 2. Viscosity Measurement. Svensk papperstidning* arg 64 (20) : pp. 735-739.
- McIlroy, R.J., 1989. *The Chemistry of the Polysaccharides*, London, Edward Arnold & Co., pp. 21, 85-87.
- McIntosh, J.M., 1978. *Phase Transfer Catalysis using Quaternary Onium Salt. Journal of Chemical Education* 55 (4): pp. 235-238.
- Morrison, R.T., Boyd, R.N., 1992, *Organic Chemistry*, 6<sup>th</sup>. Ed., New York, Prentise Hall International Inc., pp. 50-56, 210-211.
- Perry, John, H., 1987. *Chemical Engineering Handbook*. 6<sup>th</sup>. Ed., Toronto, Mc Graw Hill, pp. 1251.
- Perrin, D.D., Armarego, W.L.F., 1989. *Purification of Laboratory Chemicals*, New York: Pergamon Press. pp. 23-26, 33- 48.
- Pikir, S., 1993. *Sedimen dan Kerang sebagai indikator adanya berat Cd, Hg dan Pb dalam pencemaran di lingkungan* . Disertasi. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Pribadi, T., 1985. *Pembuatan dan pemurnian sodium karboksil (CMC)*. *Berita Selulosa* 21 : pp. 135-140.

- Ranby, B.G., 1964. *Papier* 18: pp. 593-600.
- Reeves, P.W., 1978, *Phase Transfer Catalysis : An Interim Project*. *Journal of Chemical Education* 55 (7) : pp. 433.
- Robert, C., Weast, 1990. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 70th. Ed., Boca Raton. CRC Press, Inc. pp. B-4, B-, F-136.
- Salihima, A., 1974. *Pengaruh penyimpanan terhadap sifat serat viskosa rayon*. *Berita Selulosa* 10 : hal. 69-74.
- Sarko, A., 1978. *What is crystalline structure of cellulose?* *Tappi* 61 : pp.59-61.
- Saxena, R., dkk., 1995. *Salicylic acid Functionalized Sorbent Amberlite XAD-2. Synthesis and as Preconcentrator in the Determination of Zn (II) and Pb (II) using AAS*. *Analyst* 120 : pp. 403-405.
- Schweitzer, P.A., 1989. *Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*. 2nd Ed. Toronto. McGraw-Hill Book . hal. 1-388 - 1-421.
- Sekmeneg. KLH., 1988. *Keputusan Menteri Negara kependudukan dan Lingkungan Hidup No. Kep-02/MenKLH/1988 tentang Pedoman Baku Mutu Lingkungan*, hal. 1-18.
- Sjostrom, E., 1993. *Kimia Kayu, Dasar-dasar dan Penggunaan*. Terjemahan H. Sastrohamidjojo. Yogyakarta. Gajah Mada UniPress. hal. 68-73, 284-285, 291-293.
- Skoog, D.A., 1995. 3rd. Ed., *Principles of Instrumental* . Tokyo. Saunders College Publishing. pp. 250-286.
- Soemardi, Tahir, R., 1991. *Penanganan Pasca Panen*. *Padi* 3. Badan penelitian dan pengembangan Pertanian Puslit Tanaman Pangan. hal. 915-937.
- Sutton, Patrice, M., 1995. *Lead Levels in the Household of Children in Three High-risk Communities in* . *Environmental Research* 68 : pp. 45-57.
- Tangendjaja, B., 1991. *Pemanfaatan Limbah padi untuk Pakan*. *Padi* 3 : hal. 963-984.
- Van Loon, J.C., 1987. *Selected Methods of Trace Metal Anlysis*, Vol. 80, New York,

John Wiley & Sons : pp. 10, 77-110.

Vogel, A.I., 1956. *A Text Book of Practical Organic Chemistry Including Quantitative Organic Analysis*. 3rd. Ed. Green Co. pp. 330, 453-454.

Welz, B., 1985. *Atomic Absorption Spectrometry*. Weinheim. VCH. . 1-11.

Willard, et al., 1988., *Instrumental Methods of Analysis*. 7 th. Ed, California : Wadsworth Publishing Company, pp. 249-259.

Williams, S., 1990. 15 th. Ed., *Official methods of Analysis the Association of Official Analytical Chemists*. . AOAC, Inc. : pp. 244-248, 253-261, 324-325.

Winarno, F.G., 1985. *Limbah Hasil Pertanian*. Monografi I. Menmud Ur. Peningkatan Produksi Pangan. hal. 92-104.

Wong, T.C., 1994. *The Preparation and Characterization of a Xanthate Based Ion-Exchange Reagent*. **Journal of Chemical Education** 9 : pp. 803-805.

Yaman, M., Gucer, S., 1995. *Determination Cadmium and Lead Vegetable After Activated-carbon Enrichment by Atomic Spectrometry*. **Analyst** 120 : 101-105.

**Lampiran 1****Pengukuran serapan sampel SO<sub>4</sub> untuk mencari panjang gelombang maksimum**

Panjang gelombang (nm)	Serapan
410	0.3197
415	0.3230
420	0.3282
425	0.3292
430	0.2969
440	0.2900
450	0.2836
475	0.2572
480	0.2522

**Keterangan : Kadar Sampel 25.0 ppm**

Lampiran 2  
Serapan larutan baku -SO<sub>4</sub> I

Kadar(ppm)	Serapan
4.0027	0.031
6.0041	0.0515
10.0068	0.086
20.0135	0.184
25.0169	0.215
50.0338	0.429
60.0406	0.485

$$r = 0.9984$$

$$y = 8.2165 \cdot 10^{-3} X + 6.0906 \cdot 10^{-3}$$

Serapan Larutan baku SO<sub>4</sub> II

Kadar(ppm)	Serapan
4.0027	0.0305
6.0041	0.0512
10.0068	0.0856
20.0135	0.1834
25.0169	0.2135
50.0338	0.4286
60.0406	0.484

$$r = 0.9984$$

$$y = 8.2097 \cdot 10^{-3} X + 5.5897 \cdot 10^{-3}$$

## Lampiran 3

Tabel

Serapan sampel -SO<sub>4</sub> pada panjang gelombang 425 nm

Sampel	Serapan	Kadar(ppm)
SXMK20	0.4100	49.1583
SXMK20	0.3901	46.7364
SXMK20	0.3910	46.8459
SXMK20	0.3812	45.6532
SXMK18	0.3539	41.0122
SXMK18	0.3363	40.1886
SXMK18	0.3215	38.3873
SXMK18	0.3415	40.9163
SXMK15	0.3030	36.1358
SXMK15	0.2890	34.4319
SXMK15	0.2931	34.9309
SXMK15	0.2818	33.5556

Serapan sampel -SO<sub>4</sub> pada panjang gelombang 425 nm

Sampel	Serapan	Kadar(ppm)
SXJP20	0.3425	41.7689
SXJP20	0.3215	38.4801
SXJP20	0.3310	39.6372
SXJP20	0.3295	39.4546
SXJP18	0.2912	34.7894
SXJP18	0.2710	32.3289
SXJP18	0.2698	32.1827
SXJP18	0.2698	34.2534
SXJP15	0.2170	25.7513
SXJP15	0.2068	24.5088
SXJP15	0.2060	24.4114
SXJP15	0.2302	27.3591

**Lampiran 4**Hasil pengukuran serapan blanko SO<sub>4</sub> pada panjang gelombang 425 nm

Blanko	Serapan
1	0.0000
2	0.0001
3	0.0003
4	0.0000
5	0.0002
6	0.0001
7	0.0003
8	0.0000
9	0.0001
10	0.0001
sd	0.000114



**Lampiran 5**

Hasil pengukuran serapan blanko

Blanko	Panjang gelombang	
	217,0 nm	288,8 nm
1	0.000	0.000
2	0.000	0.001
3	0.000	0.000
4	0.001	0.000
5	0.000	0.001
6	0.001	0.001
7	0.000	0.000
8	0.000	0.000
9	0.000	0.000
10	0.000	0.000
11	0.000	0.000
sd	0.000420	0.000548

Keterangan :

Blanko : Larutan HNO<sub>3</sub> 1%

## Lampiran 6

Serapan larutan baku Pb pada panjang gelombang 217,0 nm

Kadar (ppm)	Serapan
0.1999	0.006
0.3999	0.014
0.9999	0.037
1.4998	0.053
1.9998	0.075
2.9996	0.114
3.9995	0.151
5.9992	0.230

$$r = 0.9999$$

$$y = 0.0386 X - 2.2782 \cdot 10^{-3}$$

**Lampiran 7**

Serapan larutan baku Cd pada panjang gelombang 228,8 nm

Kadar (ppm)	Serapan
0.0199	0.005
0.0399	0.012
0.1999	0.067
0.4999	0.179
0.5999	0.215
0.7999	0.300
0.9999	0.351

$$r = 0.9990$$

$$y = 0.3635 X - 3.0876 \cdot 10^{-3}$$

## LAMPIRAN 8

Hasil pengukuran serapan larutan baku  $Pb(NO_3)_2$ , serapan sampel sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP, SXMK dan SJP terhadap logam Pb:

Tabel 8.1.a.  
Serapan larutan baku  $Pb^{+2}$

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1999	0,008
0,2999	0,011
0,3999	0,015
0,9999	0,038
1,4998	0,055
1,9998	0,071

$$r_{xy} = 0,9993 ; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0353 x + 1,3671 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.1.b.

Serapan dan konsentrasi  $Pb^{++}$  sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>20</sub>, berat SXJP<sub>20</sub> (g), KPK SXJP<sub>20</sub> (meq./g) pada pH 3 dan 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,037	0,021	1,0094	0,5562	0,4532	0,4990	$4,3832 \cdot 10^{-4}$
		0,038	0,021	1,0378	0,5562	0,4816	0,5000	$4,6486 \cdot 10^{-4}$
		0,037	0,022	1,0094	0,5845	0,4249	0,4985	$4,1137 \cdot 10^{-4}$
		0,037	0,020	1,0094	0,5278	0,4816	0,4995	$4,6533 \cdot 10^{-4}$
		0,037	0,021	1,0094	0,5562	0,4532	0,5050	$4,3313 \cdot 10^{-4}$
Rata <sup>2</sup>							$4,4260 \cdot 10^{-4}$	
2.	4	0,037	0,026	1,0094	0,6978	0,3116	0,4998	$3,0089 \cdot 10^{-4}$
		0,037	0,026	1,0094	0,6978	0,3116	0,4985	$3,0168 \cdot 10^{-4}$
		0,038	0,028	1,0378	0,7545	0,2833	0,4980	$2,8756 \cdot 10^{-4}$
		0,038	0,027	1,0378	0,7261	0,3117	0,5001	$3,0081 \cdot 10^{-4}$
		0,037	0,027	1,0094	0,7261	0,2833	0,5010	$2,9729 \cdot 10^{-4}$
Rata <sup>2</sup>							$2,9018 \cdot 10^{-4}$	

Tabel 8.2.a.  
Serapan Larutan Baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,014
0,7999	0,030
0,9999	0,039
1,4998	0,056
1,9998	0,075
2,9996	0,108

$$r_{xy} = 0,9991; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0360 x + 1,4539 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.2. b.

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>+2</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>18</sub>, berat SXJP<sub>18</sub> (g), KPK SXJP<sub>18</sub> (meq./g) pada pH 3 dan 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,038	0,027	1,0152	0,7096	0,3056	0,4979	2,9622.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,028	1,0052	0,7374	0,2778	0,4985	2,9716.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,026	1,0429	0,6818	0,3611	0,4991	2,9959.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,028	1,0429	0,7374	0,3055	0,4994	2,9521.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,028	1,0429	0,7374	0,3055	0,4980	2,9606.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,9685.10 <sup>-4</sup>	
2.	4	0,038	0,030	1,0152	0,7929	0,2223	0,5001	1,9132.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,031	1,0152	0,8207	0,1945	0,4997	1,8735.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,032	1,0429	0,8485	0,1944	0,5004	1,8749.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,031	1,0152	0,8207	0,1945	0,5003	1,8763.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,031	1,0429	0,8207	0,2222	0,4989	2,0494.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,9374.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 8.3.a.  
Serapan Larutan Baku Pb<sup>+2</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1999	0,006
0,3999	0,014
0,9999	0,037
1,4998	0,053
1,9998	0,075
2,9996	0,114
3,9995	0,151
5,9992	0,230

$$r_{xy} = 0,9999 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,0386 x - 2,22782 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.3.b.

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>+2</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>15</sub>, berat SXJP<sub>15</sub> (g), KPK SXJP<sub>15</sub> (meq./g) pada pH 3 dan 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,037	0,033	1,0163	0,8867	0,1296	0,5100	1,2264.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,032	1,0163	0,8867	0,1296	0,4880	1,2817.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,033	1,0422	0,9126	0,1296	0,5020	1,2460.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,033	1,0422	0,9126	0,1296	0,4875	1,2830.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,033	1,0489	0,9126	0,1296	0,4930	1,2687.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,2612.10 <sup>-4</sup>	
2.	4	0,037	0,034	1,0163	0,9126	0,1037	0,4885	1,0245.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,035	1,0422	0,9385	0,1037	0,4971	1,0068.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,034	1,0163	0,9126	0,1037	0,5010	9,9896.10 <sup>-5</sup>
		0,038	0,035	1,0422	0,9385	0,1037	0,4842	1,0337.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,034	1,0163	0,9126	0,1037	0,4910	1,0193.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,0167.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 8.4.a.  
Serapan larutan baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,015
0,7999	0,031
0,9999	0,040
1,4998	0,058
1,9998	0,080
2,9996	0,115

$$r_{xy} = 0,9993 ; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0386 x + 5,1101 \cdot 10^{-4}$$

Tabel 8.4. b.

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>+2</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXMK<sub>20</sub>, berat SXMK<sub>20</sub> (g), KPK SXMK<sub>20</sub> (meq./g) pada pH 3 dan 4

No.	pH	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,041	0,017	1,0489	0,4272	0,6217	0,4996	6,0058.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,020	1,0489	0,5049	0,5440	0,4887	6,0816.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,018	1,0230	0,4531	0,5699	0,4982	5,9638.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,017	1,0230	0,4272	0,5958	0,4992	5,7602.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,017	1,0489	0,4272	0,6217	0,5004	6,0080.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							5,9639.10 <sup>-4</sup>	
2.	4	0,040	0,024	1,0230	0,6085	0,4145	0,5000	4,0001.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,025	1,0489	0,6344	0,4145	0,5005	3,9969.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,024	1,0230	0,6085	0,4145	0,5015	3,9890.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,025	1,0489	0,6344	0,4145	0,4998	4,0025.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,024	0,9971	0,6085	0,3886	0,4990	3,8968.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							3,9771.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 5 a.  
Serapan Larutan Baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1999	0,008
0,3999	0,015
0,9999	0,040
1,4998	0,058
1,9998	0,075
2,9996	0,113
3,9995	0,149

$$r_{xy} = 0,9998 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,0371 x + 1,3010 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 5 b.

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXMK<sub>18</sub>, berat SXMK<sub>18</sub> (g), KPK SXMK<sub>18</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,041	0,029	1,0701	0,7466	0,3235	0,4992	3,5191.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,030	1,0701	0,7736	0,2965	0,4988	3,4670.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,028	1,0431	0,7197	0,3234	0,4990	3,3739.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,026	1,0162	0,6658	0,3504	0,4987	3,4339.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,028	1,0162	0,7197	0,2965	0,4990	3,4150.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							3,4418.10 <sup>-4</sup>	
2.	4	0,039	0,029	1,0162	0,7466	0,2696	0,4989	2,5937.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,031	1,0701	0,8005	0,2696	0,5005	2,6761.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,032	1,0431	0,8275	0,2156	0,5010	2,6767.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,032	1,0431	0,8275	0,2156	0,5007	2,6000.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,032	0,9892	0,8275	0,1617	0,4991	2,6081.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,6309.10 <sup>-4</sup>	



Tabel 8.6.a  
Serapan larutan baku  $Pb^{++}$

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,016
0,9999	0,140
1,4998	0,161
1,9998	0,082
2,9996	0,115

$$r_{xy} = 0,9991 ; r \text{ tabel} = 0,959$$

$$y = 0,0413 X - 8,3593 \cdot 10^{-4}$$

Tabel 8.6.b

Serapan dan konsentrasi  $Pb^{++}$  sebelum dan sesudah diperlakukan dengan  $SXMK_{15}$ , berat  $SXMK_{15}$  (g) dan KPK  $SXMK_{15}$  pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,040	0,033	0,9888	0,8193	0,1695	0,5007	$1,6315 \cdot 10^{-4}$
		0,040	0,033	0,9888	0,8193	0,1695	0,4993	$1,6407 \cdot 10^{-4}$
		0,041	0,034	1,0130	0,8435	0,1695	0,4996	$1,6374 \cdot 10^{-4}$
		0,040	0,032	0,9888	0,7951	0,1937	0,5001	$1,6683 \cdot 10^{-4}$
		0,041	0,032	1,0130	0,7951	0,2179	0,5002	$1,6521 \cdot 10^{-4}$
Rata <sup>2</sup>							$1,6460 \cdot 10^{-4}$	
2.	4	0,041	0,034	1,0130	0,8435	0,1695	0,4996	$1,4637 \cdot 10^{-4}$
		0,041	0,033	1,0130	0,8193	0,1937	0,4989	$1,3887 \cdot 10^{-4}$
		0,040	0,036	0,9888	0,8919	0,0969	0,4990	$1,4709 \cdot 10^{-4}$
		0,040	0,035	0,9888	0,8677	0,1271	0,5010	$1,5322 \cdot 10^{-4}$
		0,041	0,035	1,0130	0,8677	0,1453	0,5003	$1,4017 \cdot 10^{-4}$
Rata <sup>2</sup>							$1,4514 \cdot 10^{-4}$	

Tabel 8.7.a  
Serapan larutan baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,016
0,7999	0,033
0,9999	0,041
1,4998	0,059
1,9998	0,081
2,9996	0,115

$$r_{xy} = 0,9991 ; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0381 X + 2,2303 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.7.b

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>15</sub> dan SXMK<sub>15</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	SJP	0,039	0,034	0,9651	0,8339	0,1312	0,4983	0,7597.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,034	0,9913	0,8339	0,1574	0,5020	0,7597.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,035	0,9651	0,8601	0,1050	0,5002	0,7502.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,036	0,9913	0,8863	0,1050	0,5007	0,7611.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,034	0,9913	0,8339	0,1574	0,5015	0,7330.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							0,7527.10 <sup>-4</sup>	
2.	SMK	0,040	0,030	0,9913	0,7289	0,2624	0,5000	1,0170.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,031	1,0176	0,7551	0,2625	0,5006	1,0095.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,030	0,9913	0,7289	0,2624	0,4993	1,0131.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,030	1,0176	0,7289	0,2887	0,4997	0,9856.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,030	1,0176	0,7289	0,2887	0,4990	0,9988.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,0048.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 8.8.a  
Serapan larutan baku  $Pb^{+2}$

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,013
0,7999	0,029
0,9999	0,038
1,4998	0,056
1,9998	0,078
2,9996	0,113

$$r_{xy} = 0,9993; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 3,8548 \cdot 10^{-1}X - 1,2632 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.8.b

Serapan dan konsentrasi  $Pb^{++}$  sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SJP pH 5

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	5	0,038	0,038	1,0186	1,0186	0,0000	0,4895	0,0000
		0,039	0,039	1,0445	1,0186	0,0000	0,5002	0,0000
		0,039	0,039	1,0445	1,0445	0,0000	0,4986	0,0000
		0,038	0,038	1,0186	1,0186	0,0000	0,5010	0,0000
Rata <sup>2</sup>								0,0000

Tabel 8.9.a  
Absorbansi larutan baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,3999	0,014
0,7999	0,030
0,9999	0,039
1,4998	0,057
1,9998	0,079
2,9996	0,114

$$r_{xy} = 0,9993; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0386.X - 4,8891.10^{-4}$$

Tabel 8.9.b

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SJP  
berat (g) SJP pH 3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,039	0,039	1,0226	1,0226	0,0259	0,4998	0,0000
		0,040	0,040	1,0484	1,0484	0,0258	0,5020	0,0000
		0,039	0,039	1,0484	1,0484	0,0000	0,4982	0,0000
		0,039	0,039	1,0226	1,0226	0,0000	0,4995	0,0000
		Rata <sup>2</sup>						
2.	4	0,040	0,040	1,0484	1,0484	0,0000	0,5010	0,0000
		0,040	0,040	1,0484	1,0484	0,0000	0,4898	0,0000
		0,039	0,039	1,0226	1,0226	0,0000	0,5100	0,0000
		0,038	0,039	0,9967	0,9767	0,0000	0,4890	0,0000
		0,040	0,040	1,0484	1,0484	0,0000	0,5100	0,0000
Rata <sup>2</sup>							0,0000	

MILIK  
PERPUSTAKAAN  
"UNIVERSITAS AIRLANGGA"  
SURABAYA

Tabel 8.10.a  
Serapan larutan baku Pb<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1999	0,008
0,2999	0,013
0,3999	0,016
0,9999	0,040
1,4998	0,057
1,9998	0,075

$$r_{xy} = 0,9996 ; r \text{ tabel} = 0,917$$

$$y = 0,0375 x + 1,2864 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 8.10.b

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>18</sub> dan SXMK<sub>18</sub>, berat (g) SXJP<sub>18</sub> dan SXMK<sub>18</sub>, KPK (meq./g) SXJP<sub>18</sub> dan SXMK<sub>18</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	SMK	0,041	0,032	1,0590	0,8190	0,2400	0,4925	2,4419.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,030	1,0324	0,7657	0,2667	0,4810	2,4847.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,031	1,0324	0,7924	0,2400	0,5000	2,4697.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,030	1,0590	0,7657	0,2933	0,5010	2,5111.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,032	1,0590	0,8190	0,2400	0,4870	2,4699.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,4755.10 <sup>-4</sup>	
2.	SJP	0,040	0,035	1,0324	0,8990	0,1334	0,5010	1,2851.10 <sup>-4</sup>
		0,041	0,036	1,0590	0,9257	0,1333	0,5025	1,2803.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,034	1,0324	0,8724	0,1600	0,5145	1,3078.10 <sup>-4</sup>
		0,040	0,035	0,0324	0,8990	0,1334	0,4980	1,2928.10 <sup>-4</sup>
		0,039	0,034	1,0057	0,8724	0,1333	0,4975	1,2931.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,2918.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 8.11.a  
Serapan larutan baku Pb<sup>++</sup>.

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1999	0,008
0,2999	0,012
0,3999	0,015
0,9999	0,040
1,4998	0,057
1,9998	0,075
2,9996	0,113

$$r_{xy} = 0,9994 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,0375 X + 7,8642 \cdot 10^{-4}$$

Tabel 8.11.b

Serapan dan konsentrasi Pb<sup>+2</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>20</sub> dan SXMK<sub>20</sub>, berat (g) SXJP<sub>20</sub> dan SXMK<sub>20</sub>, KPK (meq./g) SXJP<sub>20</sub> dan SXMK<sub>20</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	SMK	0,037	0,019	0,9655	0,6190	0,3465	0,5010	3,3378.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,020	0,9657	0,5657	0,4000	0,5005	3,5718.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,018	0,9924	0,5657	0,4267	0,4995	3,4128.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,019	0,9657	0,6190	0,3467	0,5015	3,3373.10 <sup>-4</sup>
		0,038	0,018	0,9924	0,5924	0,4000	0,5025	3,4178.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							3,4155.10 <sup>-4</sup>	
2.	SJP	0,038	0,030	0,9924	0,7799	0,2134	0,5011	1,9055.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,031	0,9657	0,8057	0,1600	0,5002	1,8543.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,031	0,9657	0,8057	0,1600	0,5007	1,8542.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,032	0,9657	0,8324	0,1333	0,4993	1,8852.10 <sup>-4</sup>
		0,037	0,030	0,9657	0,7790	0,1867	0,5000	1,9021.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,8603.10 <sup>-4</sup>	

## LAMPIRAN 9

Hasil pengukuran larutan baku Cd (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, serapan sampel sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP, SXMK, SJP terhadap logam Cd :

Tabel 9.1.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,012
0,0999	0,031
0,1999	0,067
0,4999	0,179
0,5999	0,215
0,7999	0,300
0,9999	0,351
1,9997	0,700

$$r_{xy} = 0,9994 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,3525x + 1,0116 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.1.b  
Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SJP, berat SJP (g), KPK SJP pH3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
1.	3	0,179	0,179	0,5055	0,5055	0,0000	0,5031	0,0000
		0,178	0,178	0,5026	0,5026	0,0000	0,4875	0,0000
		0,178	0,178	0,5026	0,5026	0,0000	0,5124	0,0000
		0,179	0,179	0,5055	0,5055	0,0000	0,5060	0,0000
		0,179	0,179	0,5055	0,5055	0,0000	0,5112	0,0000
Rata <sup>2</sup>							0,0000	
2.	4	0,180	0,180	0,5140	0,5140	0,0000	0,5117	0,0000
		0,179	0,179	0,5083	0,5083	0,0000	0,5060	0,0000
		0,179	0,179	0,5083	0,5083	0,0000	0,5060	0,0000
		0,179	0,179	0,5083	0,5083	0,0000	0,5089	0,0000
		0,179	0,179	0,5083	0,5083	0,0000	0,5089	0,0000
Rata <sup>2</sup>							0,0000	

Tabel 9.2.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,032
0,1999	0,067
0,4999	0,178
0,5999	0,216.
0,7999	0,287.
0,9999	0,351
1,9997	0,699

$$r_{xy} = 0,9998 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,3508X + 7,5855 \cdot 10^{-4}$$

Tabel 9.2.b

Absorbansi dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>20</sub>, berat SXJP<sub>20</sub> (g), KPK SXJP<sub>20</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	3	0,179	0,136	0,5081	0,3855	0,1226	0,4992	2,1848.10 <sup>-4</sup>
	3	0,179	0,134	0,5081	0,3788	0,1293	0,4983	2,3064.10 <sup>-4</sup>
	3	0,177	0,129	0,5024	0,3651	0,1373	0,5010	2,3432.10 <sup>-4</sup>
	3	0,178	0,135	0,5052	0,3833	0,1219	0,4980	2,1775.10 <sup>-4</sup>
	3	0,177	0,144	0,5024	0,3745	0,1279	0,4990	2,2801.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>								2,2585.10 <sup>-4</sup>
10.	4	0,177	0,144	0,5024	0,4093	0,0931	0,4981	1,6592.10 <sup>-4</sup>
	4	0,177	0,144	0,5024	0,4093	0,0931	0,4989	1,6601.10 <sup>-4</sup>
	4	0,178	0,145	0,5052	0,4115	0,0937	0,4921	1,6939.10 <sup>-4</sup>
	4	0,179	0,146	0,5081	0,4139	0,0842	0,4820	1,7386.10 <sup>-4</sup>
	4	0,178	0,145	0,5052	0,4115	0,0837	0,4915	1,6959.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>								1,6895.10 <sup>-4</sup>



Tabel 9.3.a`  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,013
0,0999	0,030
0,1999	0,065
0,4999	0,178
0,5999	0,210
0,7999	0,283
0,9999	0,345

$$r_{xy} = 0,9996 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,3525X - 2,5411 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.3.b  
Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>18</sub>, berat SXJP<sub>18</sub> (g), KPK SXJP<sub>18</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	3	0,179	0,143	0,5150	0,4129	0,1021	0,4985	1,8220.10 <sup>-3</sup>
		0,178	0,144	0,5122	0,4157	0,0965	0,4980	1,7238.10 <sup>-3</sup>
		0,179	0,142	0,5150	0,4100	0,1050	0,5020	1,8607.10 <sup>-3</sup>
		0,180	0,141	0,5178	0,4072	0,1106	0,5000	1,7968.10 <sup>-3</sup>
		0,178	0,141	0,5122	0,4072	0,1050	0,4990	1,8719.10 <sup>-3</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,8150.10 <sup>-3</sup>	
10.	4	0,179	0,146	0,5150	0,4224	0,0926	0,4975	1,6558.10 <sup>-3</sup>
		0,178	0,150	0,5122	0,4229	0,0793	0,5050	1,6396.10 <sup>-3</sup>
		0,180	0,148	0,5178	0,4971	0,0907	0,5006	1,6095.10 <sup>-3</sup>
		0,180	0,151	0,5178	0,4395	0,0782	0,5010	1,6774.10 <sup>-3</sup>
		0,179	0,152	0,5150	0,4384	0,0766	0,5020	1,7132.10 <sup>-3</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,6591.10 <sup>-3</sup>	

Tabel 9.4.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,030
0,1999	0,068
0,4999	0,180
0,5999	0,215
0,7999	0,300
0,9999	0,358

$$r_{xy} = 0,9993 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,3678 x - 3,7601 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.4.b  
Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>15</sub>, berat (g) SXJP<sub>15</sub>, KPK SXJP<sub>15</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	3	0,180	0,155	0,4996	0,4316	0,0680	0,5050	1,1979.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,153	0,4969	0,4262	0,0707	0,4990	1,2604.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,156	0,5023	0,4344	0,0679	0,4870	1,2403.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,153	0,4996	0,4262	0,0734	0,4970	1,3138.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,155	0,4996	0,4316	0,0680	0,5100	1,2861.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,2597.10 <sup>-4</sup>	
10.	4	0,181	0,160	0,5023	0,4452	0,0571	0,4985	0,9019.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,162	0,4996	0,4507	0,0489	0,4780	0,9101.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,163	0,5023	0,4534	0,0489	0,4880	0,8914.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,163	0,5023	0,4534	0,0489	0,5000	0,8970.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,161	0,4996	0,4480	0,0516	0,4970	0,9236.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							0,9048. 10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.5.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,012
0,0999	0,030
0,1999	0,065
0,4999	0,177
0,5999	0,215
0,7999	0,288
0,9999	0,349
1,9997	0,799

$$r_y = 0,9995 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,3526 X - 2,0371 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.5.b  
Serapan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXMK<sub>20</sub>, berat SXMK<sub>20</sub> (g), KPK SXMK<sub>20</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
3.	3	0,179	0,059	0,5077	0,1669	0,3408	0,4985	5,3724.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,066	0,5020	0,1879	0,4141	0,5017	5,3427.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,062	0,5020	0,1747	0,4273	0,5021	5,5228.10 <sup>-4</sup>
		0,178	0,060	0,5049	0,1711	0,4338	0,4979	5,3638.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,060	0,5077	0,1713	0,3364	0,4981	5,3696.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							5,3943.10 <sup>-4</sup>	
4.	4	0,179	0,121	0,5077	0,3419	0,1658	0,5020	3,1938.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,115	0,5106	0,3250	0,1856	0,5015	3,2923.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,112	0,5077	0,3179	0,1898	0,5001	3,3762.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,117	0,5020	0,3317	0,1703	0,5000	3,3762.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,115	0,5077	0,3252	0,1825	0,4905	3,3099.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							3,2404.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.6.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,033
0,1999	0,070
0,4998	0,181
0,5999	0,218
0,7999	0,299
0,9999	0,348
1,9997	0,701

$$r_{xy} = 0,9995 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,3511X + 3,0531 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.6.b

Absorbansi dan konsentrasi Cd<sup>+2</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXMK<sub>18</sub>, eras SXMK<sub>18</sub> (g), KPK SXMK<sub>18</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
5.	3	0,180	0,091	0,5040	0,2504	0,2536	0,4992	3,1293.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,108	0,5068	0,2994	0,2074	0,5002	2,8689.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,094	0,5068	0,2612	0,2456	0,4995	3,1278.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,994	0,5040	0,2612	0,2428	0,4998	2,9311.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,096	0,5068	0,2729	0,2339	0,5013	2,8678.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,9850.10 <sup>-4</sup>	
6.	4	0,181	0,128	0,5068	0,3559	0,1509	0,5015	2,5767.10 <sup>-4</sup>
		0,182	0,128	0,5097	0,3559	0,1538	0,5013	2,5636.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,131	0,5040	0,3653	0,1387	0,5000	2,4677.10 <sup>-4</sup>
		0,183	0,125	0,5125	0,3470	0,1655	0,4998	2,5457.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,126	0,5068	0,3199	0,1869	0,4991	2,5333.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,5374.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.7.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,015
0,0999	0,034
0,1999	0,070
0,4999	0,182
0,5999	0,218
0,7999	0,300
0,9999	0,360
1,9997	0,702

$$r_{xy} = 0,9995 ; r \text{ tabel} = 0,834$$

$$y = 0,3526X + 4,1953 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.7.b  
Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXMK<sub>15</sub>, berat (g) SXMK<sub>15</sub>, KPK SXMK<sub>15</sub> pada pH 3 dan pH 4

No.	pH	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
7.	3	0,180	0,151	0,4986	0,4170	0,0816	0,4992	1,4541.10 <sup>-4</sup>
		0,182	0,152	0,5043	0,4192	0,0851	0,4989	2,5774.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,151	0,4966	0,4166	0,0800	0,5000	3,4223.10 <sup>-4</sup>
		0,182	0,153	0,5043	0,4211	0,0832	0,5010	2,4617.10 <sup>-4</sup>
		0,182	0,152	0,5043	0,4205	0,0835	0,5001	2,4853.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,4684.10 <sup>-4</sup>	
8..	4	0,180	0,160	0,4986	0,4431	0,0555	0,4991	2,9892.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,161	0,4994	0,4438	0,0556	0,4985	2,9222.10 <sup>-4</sup>
		0,182	0,163	0,5043	0,4505	0,0538	0,5010	2,9553.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,155	0,4994	0,4267	0,0727	0,5020	2,9325.10 <sup>-4</sup>
		0,160	0,160	0,4986	0,4430	0,0556	0,5002	2,9888.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,9576.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.8.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,030
0,1999	0,068
0,4999	0,180
0,5999	0,215
0,7999	0,300
0,9999	0,358

$$r_{xy} = 0,9993 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,3678 x - 3,7601 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.8.b  
Absorbansi dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>20</sub> dan SMK<sub>20</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Absorbansi		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	SMK	0,180	0,128	0,4996	0,3582	0,1414	0,5020	2,5057.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,130	0,4942	0,3637	0,1305	0,5015	2,3149.10 <sup>-4</sup>
		0,181	0,129	0,5023	0,3610	0,1413	0,4985	2,5216.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,128	0,4996	0,3582	0,1414	0,4880	2,5776.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,127	0,4996	0,3555	0,1441	0,4795	2,6734.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,5186.10 <sup>-4</sup>	
10.	SJP	0,179	0,148	0,4969	0,4126	0,0843	0,5002	1,4992.10 <sup>-4</sup>
		0,178	0,150	0,4942	0,4181	0,0761	0,4986	1,4578.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,147	0,4996	0,4099	0,0897	0,4985	1,4607.10 <sup>-4</sup>
		0,179	0,150	0,4969	0,4181	0,0788	0,4876	1,4377.10 <sup>-4</sup>
		0,180	0,149	0,4996	0,4153	0,0843	0,4800	1,4523.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							1,4615.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.9.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,029
0,1999	0,065
0,4999	0,175
0,5999	0,208
0,7999	0,298
0,9999	0,355

$$r_{xy} = 0,9991 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,3669X - 5,9458.10^{-3}$$

Tabel 9.9.b  
Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>18</sub> dan SXMK<sub>18</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	SMK	0,176	0,128	0,4959	0,3651	0,1308	0,4765	2,3639.10 <sup>-4</sup>
		0,175	0,125	0,4932	0,3569	0,1363	0,4880	2,3166.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,122	0,4986	0,3487	0,1499	0,4995	2,3768.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,124	0,4959	0,3542	0,1417	0,5020	2,3682.10 <sup>-4</sup>
		0,175	0,126	0,4932	0,3596	0,1336	0,5015	2,3417.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							2,3533.10 <sup>-4</sup>	
10.	SJP	0,175	0,150	0,4932	0,4250	0,0571	0,4985	0,9018.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,145	0,4959	0,4507	0,0489	0,4780	0,9101.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,147	0,4986	0,4534	0,0489	0,4880	0,8914.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,143	0,4959	0,4534	0,0489	0,5000	0,8700.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,144	0,4959	0,4480	0,0516	0,4970	0,9238.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							0,8994.10 <sup>-4</sup>	

Tabel 9.10.a  
Serapan larutan baku Cd<sup>++</sup>

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,0399	0,014
0,0999	0,029
0,1999	0,065
0,4999	0,175
0,5999	0,200
0,7999	0,295
0,9999	0,360

$$r_{xy} = 0,9987 ; r \text{ tabel} = 0,874$$

$$y = 0,3656 X - 6,6346 \cdot 10^{-3}$$

Tabel 9.10.b

Serapan dan konsentrasi Cd<sup>++</sup> sebelum dan sesudah diperlakukan dengan SXJP<sub>15</sub> dan SXMK<sub>15</sub>, berat (g) SXJP<sub>15</sub> dan SXMK<sub>15</sub>, KPK (meq./g) SXJP<sub>15</sub> dan SXMK<sub>15</sub> pada pH 5

No.	Sampel	Serapan		Konsentrasi (ppm)			Berat (g)	KPK (meq./g)
		Sebelum	Sesudah	Sebelum	Sesudah	Selisih		
9.	SMK	0,176	0,135	0,4995	0,3874	0,1121	0,4750	0,6841.10 <sup>-4</sup>
		0,175	0,128	0,4968	0,3683	0,1285	0,4775	0,6645.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,125	0,5023	0,3601	0,1422	0,4990	0,6828.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,126	0,4995	0,3628	0,1367	0,5030	0,6808.10 <sup>-4</sup>
		0,175	0,130	0,4968	0,3683	0,1285	0,5009	0,6781.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							0,6781.10 <sup>-4</sup>	
10.	SJP	0,176	0,160	0,4995	0,4558	0,0437	0,4958	0,5618.10 <sup>-4</sup>
		0,175	0,158	0,4968	0,4503	0,0465	0,4785	0,5976.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,163	0,5023	0,4640	0,0383	0,4990	0,5660.10 <sup>-4</sup>
		0,177	0,163	0,5023	0,4640	0,0383	0,5010	0,5828.10 <sup>-4</sup>
		0,176	0,160	0,4995	0,4558	0,0437	0,4975	0,6039.10 <sup>-4</sup>
Rata <sup>2</sup>							0,5824.10 <sup>-4</sup>	



**LAMPIRAN 10****Analisis Statistik Pengaruh Kadar NaOH terhadap Kadar Sulfur SXJP**

	<b>sx</b>	<b>naoh</b>	<b>s</b>
1	1.00	15.00	.5666
2	1.00	15.00	.5501
3	1.00	15.00	.5461
4	1.00	15.00	.5884
5	1.00	18.00	.7809
6	1.00	18.00	.7381
7	1.00	18.00	.7128
8	1.00	18.00	.7604
9	1.00	20.00	.9341
10	1.00	20.00	.9017
11	1.00	20.00	.8519
12	1.00	20.00	.8753

**Keterangan:**

**SX1** = Selulosa xantat dari jerami padi

**NaOH18** = Larutan NaOH 15%

**NaOH18** = Larutan NaOH 15%

**NaOH18** = Larutan NaOH 15%

**S** = Kadar sulfur hasil xantasi (%)

## \* \* \* ANALYSIS OF VARIANCE \* \* \*

137

S  
by NAOH

UNIQUE sums of squares  
All effects entered simultaneously

Source of Variation	Sum of Squares	DF	Mean Square	F	Sig of F
Total Effects	.216	2	.108	131.002	.000
NAOH	.216	2	.108	131.002	.000
Unexplained	.216	2	.108	131.002	.000
Residual	.007	9	.001		
Total	.224	11	.020		

cases were processed.  
cases (.0 pct) were missing.

\*\*\*\*\* MULTIPLE REGRESSION \*\*\*\*\*

twise Deletion of Missing Data

ation Number 1 Dependent Variable.. S

ck Number 1. Method: Enter NAOH

iable(s) Entered on Step Number

1.. NAOH

Multiple R	.98246
Adjusted R Square	.96523
Standard Error	.02789

Analysis of Variance

Regression	DF	Sum of Squares	Mean Square
	1	.21596	.21596
Residual	10	.00778	.00078

277.59883      Signif F = .0000

Covar Matrix of Regression Coefficients (B)

Lower Diagonal: Covariance      Above: Correlation

NAOH

1.535E-05

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	95% Confidence Interval B	Beta
(Constant)	.065287	.003918	.056556      .074018	.982461
	-.419534	.069693	-.574820      -.264249	

----- in -----

Variable	T	Sig T
(Constant)	16.661	.0000
	-6.020	.0001

Block Number 1 All requested variables entered.

**Lampiran 10.a.**  
**Analisis Statistik *Simple Linier Regression***  
**Pengaruh Kadar NaOH terhadap Kadar Sulfur**

n	x	y	x <sup>2</sup>	y <sup>2</sup>	xy
1	15.00	0.5666	225	0.3210	8.4990
2	15.00	0.5501	225	0.3026	8.2515
3	15.00	0.5461	225	0.2982	8.1915
4	15.00	0.5884	225	0.3462	8.8260
5	18.00	0.7809	324	0.6098	14.0562
6	18.00	0.7381	324	0.5448	13.2858
7	18.00	0.7128	324	0.5081	12.8304
8	18.00	0.7604	324	0.5782	13.6872
9	20.00	0.9341	400	0.8725	18.6820
10	20.00	0.9017	400	0.8131	18.0340
11	20.00	0.8519	400	0.7257	17.0380
12	20.00	0.8753	400	0.7662	17.5060
Jumlah	212.0000	8.8064	3796.0000	6.6865	158.8876
rata-rata	17.6667	0.73387			

**Keterangan :** x = kadar NaOH  
y = kadar Sulfur hasil xantasi

$$\begin{aligned}
 n &= 12 \\
 \Sigma x &= 212 \\
 \Sigma y &= 8.8064 \\
 \Sigma x^2 &= 3796 \\
 y &= 0,7339 \\
 x &= 17,6667 \\
 \Sigma y^2 &= 6,864 \\
 \Sigma xy &= 158,8876
 \end{aligned}$$

$$S_{xx} = 3796 - \frac{(212)^2}{12} = 3796 - 3745,3 = 50,6667$$

$$S_{xy} = 158,8876 - \frac{(212)(88064)}{12} = 158,8876 - 155,5797 = 3,3079$$

$$\beta_1 = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} = \frac{3,3079}{50,6667} = 0,0653$$

$$\beta_0 = y = 0,7339$$

$$\begin{aligned} y &= 0,7339 + 0,0653(x-17,6667) \\ &= 0,7339 + 0,0653x - 1,1534 \\ &= -0,4195 + 0,0653 \end{aligned}$$

$$S_{yy} = 6,6864 - \frac{(8,8064)^2}{12} = 6,6864 - 6,4627 = 0,2237$$

$$SS_E = 0,2237 - (0,0653 \times 3,3079) = 0,2237 - 0,2160 = 0,0077$$

$$\tau^2 = \frac{0,0077}{n-2} = \frac{0,0077}{10} = 0,00077 = 7,7 \cdot 10^{-4}$$

### Analysis of Variance

Source of Variation	Sum of Squares	Degrees of Freedom	Mean Square	$F_0$
Regression	0,2160	1	0,2160	280,5195
Error	0,0077	10	0,00077	
total	0,2237	11		

$$F_0 = \frac{0,2160}{0,00077} = 280,5195$$

$$F_{tab} = 4,96$$

**LAMPIRAN 11**  
**Analisis Statistik Pengaruh Kadar NaOH dan Selulosa**  
**terhadap Kadar Sulfur SXJP**

	sx	naoh	s
1	1.00	15.00	.5666
2	1.00	15.00	.5501
3	1.00	15.00	.5461
4	1.00	15.00	.5884
5	1.00	18.00	.7809
6	1.00	18.00	.7381
7	1.00	18.00	.7128
8	1.00	18.00	.7604
9	1.00	20.00	.9341
10	1.00	20.00	.9017
11	1.00	20.00	.8519
12	1.00	20.00	.8753
13	2.00	15.00	.7998
14	2.00	15.00	.7634
15	2.00	15.00	.7439
16	2.00	15.00	.7828
17	2.00	18.00	.9265
18	2.00	18.00	.8872
19	2.00	18.00	.8255
20	2.00	18.00	.9047
21	2.00	20.00	1.0572
22	2.00	20.00	.9734
23	2.00	20.00	1.0732
24	2.00	20.00	.9771

\*\*\*\*\* MULTIPLE REGRESSION \*\*\*\*\*

twise Deletion of Missing Data

ation Number 1 Dependent Variable.. S

ck Number 1. Method: Enter NAOH SX

iable(s) Entered on Step Number

1.. SX  
2.. NAOH

Multiple R .96668  
Adjusted R Square .93447  
Standard Error .04006

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	2	.48046	.24023
Residual	21	.03369	.00160

149.72590 Signif F = .0000

Covariance Matrix of Regression Coefficients (B)

Below Diagonal: Covariance Above: Correlation

	SX	NAOH
SX	2.674E-04	.00000
NAOH	.00000	1.583E-05

\*\*\*\*\* MULTIPLE REGRESSION \*\*\*\*\*

Equation Number 1    Dependent Variable..    S

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	95% Confidence Interval B		Beta
H	.056956	.003979	.048681	.065231	.799595
	.159025	.016353	.125018	.193032	.543245
Constant)	-.431380	.074902	-.587147	-.275612	

----- in -----

Variable	T	Sig T
H	14.314	.0000
	9.725	.0000
Constant)	-5.759	.0000

Block Number 1    All requested variables entered.



**LAMPIRAN 12****Analisis Statistik Pengaruh pH, Logam, Sulfur terhadap KPK SXJP**

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
1	1.00	1.00	2.00	3.00	1.1979
2	1.00	1.00	2.00	3.00	1.2604
3	1.00	1.00	2.00	3.00	1.2403
4	1.00	1.00	2.00	3.00	1.3138
5	1.00	1.00	2.00	3.00	1.1861
6	1.00	1.00	2.00	4.00	1.0190
7	1.00	1.00	2.00	4.00	.9101
8	1.00	1.00	2.00	4.00	.8914
9	1.00	1.00	2.00	4.00	.8700
10	1.00	1.00	2.00	4.00	.9236
11	1.00	1.00	2.00	5.00	.5618
12	1.00	1.00	2.00	5.00	.6297
13	1.00	1.00	2.00	5.00	.5660
14	1.00	1.00	2.00	5.00	.5828
15	1.00	1.00	2.00	5.00	.6039
16	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8220
17	1.00	1.00	3.00	3.00	1.7238
18	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8607
19	1.00	1.00	3.00	3.00	1.9678
20	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8719
21	1.00	1.00	3.00	4.00	1.6558
22	1.00	1.00	3.00	4.00	1.3969
23	1.00	1.00	3.00	4.00	1.6095
24	1.00	1.00	3.00	4.00	1.7744
25	1.00	1.00	3.00	4.00	1.7132
26	1.00	1.00	3.00	5.00	1.0189
27	1.00	1.00	3.00	5.00	.9101
28	1.00	1.00	3.00	5.00	.8914
29	1.00	1.00	3.00	5.00	.8700
30	1.00	1.00	3.00	5.00	.9236

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
31	1.00	1.00	4.00	3.00	2.1848
32	1.00	1.00	4.00	3.00	2.3064
33	1.00	1.00	4.00	3.00	2.4379
34	1.00	1.00	4.00	3.00	2.1775
35	1.00	1.00	4.00	3.00	2.2801
36	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6592
37	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6601
38	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6939
39	1.00	1.00	4.00	4.00	1.7386
40	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6959
41	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4992
42	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4578
43	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4607
44	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4377
45	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4523
46	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2264
47	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2817
48	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2460
49	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2830
50	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2687
51	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0245
52	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0068
53	1.00	2.00	2.00	4.00	.9990
54	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0337
55	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0193
56	1.00	2.00	2.00	5.00	.7597
57	1.00	2.00	2.00	5.00	.7597
58	1.00	2.00	2.00	5.00	.7502
59	1.00	2.00	2.00	5.00	.7611
60	1.00	2.00	2.00	5.00	.7330

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
61	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9622
62	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9716
63	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9959
64	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9521
65	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9606
66	1.00	2.00	3.00	4.00	1.9132
67	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8785
68	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8749
69	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8763
70	1.00	2.00	3.00	4.00	2.1494
71	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2851
72	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2803
73	1.00	2.00	3.00	5.00	1.3078
74	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2928
75	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2931
76	1.00	2.00	4.00	3.00	4.3832
77	1.00	2.00	4.00	3.00	4.6486
78	1.00	2.00	4.00	3.00	4.1137
79	1.00	2.00	4.00	3.00	4.6533
80	1.00	2.00	4.00	3.00	4.3313
81	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0089
82	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0168
83	1.00	2.00	4.00	4.00	2.7456
84	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0081
85	1.00	2.00	4.00	4.00	2.7292
86	1.00	2.00	4.00	5.00	2.0554
87	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8543
88	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8542
89	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8852
90	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8021

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
91	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
92	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
93	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
94	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
95	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
96	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
97	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
98	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
99	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
100	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
101	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
102	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
103	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
104	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
105	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
106	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
107	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
108	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
109	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
110	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
111	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
112	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
113	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
114	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
115	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
116	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
117	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
118	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000

**Keterangan :**

Selulosa 1	=	SJP
Logam 1	=	Cd
Logam 2	=	Pb
Sulfur 1	=	S dari SXJP <sub>0</sub>
Sulfur 2	=	S dari SXJP <sub>15</sub>
Sulfur 3	=	S dari SXJP <sub>18</sub>
Sulfur 4	=	S dari SXJP <sub>20</sub>
pH 3	=	pH3
pH 4	=	pH4
pH 5	=	pH5

## \* \* \* \* MULTIPLE REGRESSION \* \* \* \*

## Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1      Dependent Variable..      KPK

Block Number 1. Method: Enter      LOGAM      SULFUR      PH

## Variable(s) Entered on Step Number

1..      PH  
 2..      LOGAM  
 3..      SULFUR

Multiple R                      .92013  
 R Square                        .84663  
 Adjusted R Square              .84260  
 Standard Error                 .43535

## Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	3	119.27401	39.75800
Residual	114	21.60644	.18953

F =      209.77137              Signif F =      .0000

Var-Covar Matrix of Regression Coefficients (B)  
 Below Diagonal: Covariance      Above: Correlation

	PH	LOGAM	SULFUR
PH	.00240	-.01036	.01423
LOGAM	-4.068E-05	.00643	-1.474E-04
SULFUR	2.518E-05	-4.267E-07	.00130

## \* \* \* \* MULTIPLE REGRESSION \* \* \* \*

Equation Number 1 Dependent Variable.. KPK

## ----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	95% Confdnce Intrvl B	Beta
LOGAM	.504783	.080159	.345988 .663577	.230988
SULFUR	.806315	.036105	.734791 .877838	.819213
PH	-.454568	.048991	-.551619 -.357517	-.340380
(Constant)	.343455	.250917	-.153610 .840519	

## ----- Variables in the Equation -----

Variable	Tolerance	VIF	T	Sig T
LOGAM	.999893	1.000	6.297	.0000
SULFUR	.999797	1.000	22.333	.0000
PH	.999690	1.000	-9.279	.0000
(Constant)			1.369	.1738

## Collinearity Diagnostics

Number	Eigenval	Cond Index	Variance Proportions			
			Constant	LOGAM	SULFUR	PH
1	3.77025	1.000	.00176	.00655	.01021	.00270
2	.14054	5.180	.00368	.15836	.82255	.01228
3	.07231	7.221	.02801	.70225	.08985	.20601
4	.01690	14.937	.96655	.13284	.07739	.77900

End Block Number 1 All requested variables entered.

**Analisis Statistik Pengaruh pH, Selulosa, Logam, Sulfur terhadap KPK SXJP**

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
1	1.00	1.00	2.00	3.00	1.1979
2	1.00	1.00	2.00	3.00	1.2604
3	1.00	1.00	2.00	3.00	1.2403
4	1.00	1.00	2.00	3.00	1.3138
5	1.00	1.00	2.00	3.00	1.1861
6	1.00	1.00	2.00	4.00	1.0190
7	1.00	1.00	2.00	4.00	.9101
8	1.00	1.00	2.00	4.00	.8914
9	1.00	1.00	2.00	4.00	.8700
10	1.00	1.00	2.00	4.00	.9236
11	1.00	1.00	2.00	5.00	.5618
12	1.00	1.00	2.00	5.00	.6297
13	1.00	1.00	2.00	5.00	.5660
14	1.00	1.00	2.00	5.00	.5828
15	1.00	1.00	2.00	5.00	.6039
16	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8220
17	1.00	1.00	3.00	3.00	1.7238
18	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8607
19	1.00	1.00	3.00	3.00	1.9678
20	1.00	1.00	3.00	3.00	1.8719
21	1.00	1.00	3.00	4.00	1.6558
22	1.00	1.00	3.00	4.00	1.3969
23	1.00	1.00	3.00	4.00	1.6095
24	1.00	1.00	3.00	4.00	1.7744
25	1.00	1.00	3.00	4.00	1.7132
26	1.00	1.00	3.00	5.00	1.0189
27	1.00	1.00	3.00	5.00	.9101
28	1.00	1.00	3.00	5.00	.8914
29	1.00	1.00	3.00	5.00	.8700
30	1.00	1.00	3.00	5.00	.9236



	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
31	1.00	1.00	4.00	3.00	2.1848
32	1.00	1.00	4.00	3.00	2.3064
33	1.00	1.00	4.00	3.00	2.4379
34	1.00	1.00	4.00	3.00	2.1775
35	1.00	1.00	4.00	3.00	2.2801
36	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6592
37	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6601
38	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6939
39	1.00	1.00	4.00	4.00	1.7386
40	1.00	1.00	4.00	4.00	1.6959
41	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4992
42	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4578
43	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4607
44	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4377
45	1.00	1.00	4.00	5.00	1.4523
46	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2264
47	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2817
48	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2460
49	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2830
50	1.00	2.00	2.00	3.00	1.2687
51	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0245
52	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0068
53	1.00	2.00	2.00	4.00	.9990
54	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0337
55	1.00	2.00	2.00	4.00	1.0193
56	1.00	2.00	2.00	5.00	.7597
57	1.00	2.00	2.00	5.00	.7597
58	1.00	2.00	2.00	5.00	.7502
59	1.00	2.00	2.00	5.00	.7611
60	1.00	2.00	2.00	5.00	.7330

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
61	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9622
62	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9716
63	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9959
64	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9521
65	1.00	2.00	3.00	3.00	2.9606
66	1.00	2.00	3.00	4.00	1.9132
67	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8785
68	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8749
69	1.00	2.00	3.00	4.00	1.8763
70	1.00	2.00	3.00	4.00	2.1494
71	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2851
72	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2803
73	1.00	2.00	3.00	5.00	1.3078
74	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2928
75	1.00	2.00	3.00	5.00	1.2931
76	1.00	2.00	4.00	3.00	4.3832
77	1.00	2.00	4.00	3.00	4.6486
78	1.00	2.00	4.00	3.00	4.1137
79	1.00	2.00	4.00	3.00	4.6533
80	1.00	2.00	4.00	3.00	4.3313
81	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0089
82	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0168
83	1.00	2.00	4.00	4.00	2.7456
84	1.00	2.00	4.00	4.00	3.0081
85	1.00	2.00	4.00	4.00	2.7292
86	1.00	2.00	4.00	5.00	2.0554
87	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8543
88	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8542
89	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8852
90	1.00	2.00	4.00	5.00	1.8021

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
91	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
92	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
93	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
94	1.00	2.00	1.00	3.00	.0000
95	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
96	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
97	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
98	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
99	1.00	2.00	1.00	4.00	.0000
100	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
101	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
102	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
103	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
104	1.00	2.00	1.00	5.00	.0000
105	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
106	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
107	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
108	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
109	1.00	1.00	1.00	3.00	.0000
110	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
111	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
112	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
113	1.00	1.00	1.00	4.00	.0000
114	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
115	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
116	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
117	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
118	1.00	1.00	1.00	5.00	.0000
119	2.00	1.00	2.00	3.00	1.4541
120	2.00	1.00	2.00	3.00	1.5174

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
121	2.00	1.00	2.00	3.00	1.4233
122	2.00	1.00	2.00	3.00	1.4617
123	2.00	1.00	2.00	3.00	1.4853
124	2.00	1.00	2.00	4.00	.9892
125	2.00	1.00	2.00	4.00	.9222
126	2.00	1.00	2.00	4.00	.9553
127	2.00	1.00	2.00	4.00	.9325
128	2.00	1.00	2.00	4.00	.9888
129	2.00	1.00	2.00	5.00	.6841
130	2.00	1.00	2.00	5.00	.6645
131	2.00	1.00	2.00	5.00	.6828
132	2.00	1.00	2.00	5.00	.6808
133	2.00	1.00	2.00	5.00	.6781
134	2.00	1.00	3.00	3.00	3.1293
135	2.00	1.00	3.00	3.00	2.8689
136	2.00	1.00	3.00	3.00	3.1278
137	2.00	1.00	3.00	3.00	2.9311
138	2.00	1.00	3.00	3.00	2.8678
139	2.00	1.00	3.00	4.00	2.5767
140	2.00	1.00	3.00	4.00	2.5636
141	2.00	1.00	3.00	4.00	2.4677
142	2.00	1.00	3.00	4.00	2.5457
143	2.00	1.00	3.00	4.00	2.5333
144	2.00	1.00	3.00	5.00	2.3634
145	2.00	1.00	3.00	5.00	2.3166
146	2.00	1.00	3.00	5.00	2.3768
147	2.00	1.00	3.00	5.00	2.3682
148	2.00	1.00	3.00	5.00	2.3417
149	2.00	1.00	4.00	3.00	5.3724
150	2.00	1.00	4.00	3.00	5.3427

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
151	2.00	1.00	4.00	3.00	5.5228
152	2.00	1.00	4.00	3.00	5.3638
153	2.00	1.00	4.00	3.00	5.3696
154	2.00	1.00	4.00	4.00	2.9381
155	2.00	1.00	4.00	4.00	3.2923
156	2.00	1.00	4.00	4.00	3.3762
157	2.00	1.00	4.00	4.00	3.0300
158	2.00	1.00	4.00	4.00	3.3099
159	2.00	1.00	4.00	5.00	2.5057
160	2.00	1.00	4.00	5.00	2.3149
161	2.00	1.00	4.00	5.00	2.5216
162	2.00	1.00	4.00	5.00	2.5776
163	2.00	1.00	4.00	5.00	2.6734
164	2.00	2.00	2.00	3.00	1.6315
165	2.00	2.00	2.00	3.00	1.6407
166	2.00	2.00	2.00	3.00	1.6374
167	2.00	2.00	2.00	3.00	1.6683
168	2.00	2.00	2.00	3.00	1.6521
169	2.00	2.00	2.00	4.00	1.6374
170	2.00	2.00	2.00	4.00	1.3887
171	2.00	2.00	2.00	4.00	1.4709
172	2.00	2.00	2.00	4.00	1.5322
173	2.00	2.00	2.00	4.00	1.4017
174	2.00	2.00	2.00	5.00	1.0170
175	2.00	2.00	2.00	5.00	1.0095
176	2.00	2.00	2.00	5.00	1.0131
177	2.00	2.00	2.00	5.00	.9856
178	2.00	2.00	2.00	5.00	.9988
179	2.00	2.00	3.00	3.00	3.5191
180	2.00	2.00	3.00	3.00	3.4670

	selulosa	logam	sulfur	ph	kpk
181	2.00	2.00	3.00	3.00	3.3739
182	2.00	2.00	3.00	3.00	3.4339
183	2.00	2.00	3.00	3.00	3.4150
184	2.00	2.00	3.00	4.00	2.5937
185	2.00	2.00	3.00	4.00	2.6761
186	2.00	2.00	3.00	4.00	2.6767
187	2.00	2.00	3.00	4.00	2.6000
188	2.00	2.00	3.00	4.00	2.6081
189	2.00	2.00	3.00	5.00	2.4419
190	2.00	2.00	3.00	5.00	2.4847
191	2.00	2.00	3.00	5.00	2.4697
192	2.00	2.00	3.00	5.00	2.5111
193	2.00	2.00	3.00	5.00	2.4699
194	2.00	2.00	4.00	3.00	6.0058
195	2.00	2.00	4.00	3.00	6.0816
196	2.00	2.00	4.00	3.00	5.9638
197	2.00	2.00	4.00	3.00	5.7602
198	2.00	2.00	4.00	3.00	6.0080
199	2.00	2.00	4.00	4.00	4.0001
200	2.00	2.00	4.00	4.00	3.9969
201	2.00	2.00	4.00	4.00	3.9890
202	2.00	2.00	4.00	4.00	4.0025
203	2.00	2.00	4.00	4.00	3.8968
204	2.00	2.00	4.00	5.00	3.3378
205	2.00	2.00	4.00	5.00	3.5718
206	2.00	2.00	4.00	5.00	3.4128
207	2.00	2.00	4.00	5.00	3.3373
208	2.00	2.00	4.00	5.00	3.4178

## Keterangan :

Selulosa 1	=	SJP
Selulosa 2	=	SMK
Logam 1	=	Cd
Logam 2	=	Pb
Sulfur 1	=	S dari SXJP <sub>0</sub>
Sulfur 2	=	S dari SXJP <sub>15</sub>
Sulfur 3	=	S dari SXJP <sub>18</sub>
Sulfur 4	=	S dari SXJP <sub>20</sub>
pH 3	=	pH3
pH 4	=	pH4
pH 5	=	pH5

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1    Dependent Variable..    KPK

Block Number 1.    Method:    Enter            SELULOSA LOGAM    SULFUR    PH

Variable(s) Entered on Step Number

- 1..    PH
- 2..    SELULOSA
- 3..    LOGAM
- 4..    SULFUR

Multiple R            .92468  
 Square                .85503  
 Adjusted R Square    .85217  
 Standard Error        .54235

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	4	352.16213	88.04053
Residual	203	59.71103	.29414

F = 299.31201            Signif F = .0000

Cor-Covar Matrix of Regression Coefficients (B)

Below Diagonal: Covariance    Above: Correlation

	PH	SELULOSA	LOGAM	SULFUR
PH	.00212	.00292	-.00588	.00903
SELULOSA	1.048E-05	.00608	-1.717E-05	-.23020
LOGAM	-2.035E-05	-1.007E-07	.00566	-5.310E-05
SULFUR	1.572E-05	-6.795E-04	-1.511E-07	.00143



\*\*\*\*\* MULTIPLE REGRESSION \*\*\*\*\*

Equation Number 1 Dependent Variable.. KPK

----- Variables in the Equation -----

Variable	B	SE B	95% Confdnce	Intrvl B	Beta
SELULOSA	.884586	.077997	.730798	1.038375	.311451
OGAM	.477751	.075212	.329455	.626048	.169755
OLFUR	.989098	.037842	.914485	1.063711	.717811
	-.560336	.046006	-.651046	-.469626	-.325512
(constant)	-.538220	.257205	-1.045356	-.031084	

----- in -----

Variable	T	Sig T
SELULOSA	11.341	.0000
OGAM	6.352	.0000
OLFUR	26.138	.0000
	-12.180	.0000
(constant)	-2.093	.0376

Model Block Number 1 All requested variables entered.

\*\*\*\*\* MULTIPLE REGRESSION \*\*\*\*\*

Equation Number 1      Dependent Variable..      KPK

Residuals Statistics:

	Min	Max	Mean	Std Dev	N
RESID	-.9885	4.4618	1.9027	1.3043	208
PRED	-.9220	1.6198	.0000	.5371	208
RESID	-2.2166	1.9620	.0000	1.0000	208
PRED	-1.7000	2.9866	.0000	.9903	208

Total Cases =      208

Durbin-Watson Test =      .34813