

ISBN: 978-979-097-105-9

PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA 2010

"Eksplorasi dan Inovasi Sumber Daya Lokal Untuk Penguatan
Daya Saing Bangsa dalam Bidang Sains, Pendidikan,
Teknologi, dan Industri Kimia"



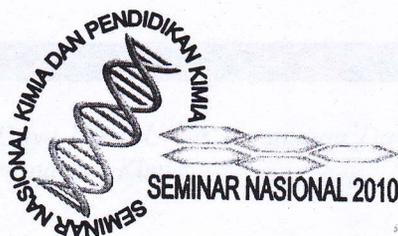
Semarang, 20 November 2010

Diselenggarakan oleh Jurusan Kimia



Badan Penerbit
Universitas Diponegoro

ISBN: 978-979-097-105-9



Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010

Eksplorasi dan Inovasi Sumber Daya Lokal Untuk Penguatan Daya Saing Bangsa dalam Bidang Sains, Pendidikan, Teknologi, dan Industri Kimia

Semarang, 20 Nopember 2010

**Terselenggara atas kerjasama
Jurusan Kimia**



Universitas Diponegoro Semarang_ Universitas Negeri Sebelas Maret Surakarta
Universitas Negeri Semarang_ Universitas Jenderal Soedirman Purwokerto

Diterbitkan oleh:

**Badan Penerbit
Universitas Diponegoro**



**PROSIDING SEMINAR NASIONAL
KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA 2010**

TEMA SEMINAR

Eksplorasi dan Inovasi Sumber Daya Lokal Untuk Penguatan Daya Saing Bangsa dalam Bidang Sains, Pendidikan, Teknologi, dan Industri Kimia

TUJUAN SEMINAR

Seminar ini bertujuan untuk menciptakan suatu sistem komunikasi ilmiah antar kimiawan dan pemerhati dari berbagai kalangan; merintis kerja sama riset antarperguruan tinggi, lembaga penelitian, industri, pemerintah, dan masyarakat bagi pengembangan penelitian kimia dan pendidikan kimia yang mendukung pada penguatan peran kimia dan pendidikan kimia dalam mengeksplorasi dan melakukan inovasi sumber daya lokal untuk penguatan daya saing bangsa

Diterbitkan Oleh

Badan Penerbit Universitas Diponegoro Semarang

**Tim Penyunting Prosiding Seminar Nasional
Kimia dan Pendidikan Kimia 2010**

Didik Setiyo Widodo, S.Si, M.Si.

Rahmad Nuryanto, S.Si., M.Si.

M. Asy'ari, S.Si., M.Si.

Ismiyarto, S.Si, M.Si

Sriatun, M.Si.

Alamat Tim Penyunting

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro Semarang

Telp. (024) 76480824 Fax. (024) 76480824

Email: chemistry@undip.ac.id

Web: www.kimia.undip.ac.id

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	iv
Kata Sambutan Ketua Panitia	v
Kata Sambutan Ketua Jurusan Kimia Universitas Diponegoro	vi
Kata Sambutan Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang	vii
Kata Sambutan Ketua Jurusan Kimia Universitas Sebelas Maret	viii
Kata Sambutan Ketua Jurusan Kimia Universitas Jenderal Soedirman	iv
Kata Sambutan Dekan MIPA Universitas Diponegoro	x
Daftar Isi	xi
[REDACTED]	
Membangun Sains dan Teknologi Kelas Dunia Berbasis pada Permasalahan dan Sumberdaya Lokal <i>Akhmaloka</i>	1
Modifikasi Struktur Kimia Senyawa Bahan Alam: Sintesis Seri Senyawa Kaliks[4]Resorsinarena dari Minyak Daun Cengkeh dan Minyak Adas serta Penerapannya Sebagai Adsorben dan Antidotum Logam Berat <i>Jumina</i>	2
Pemetaan Mikroorganisme dan Potensi Biomolekul dengan Pendekatan Molekuler <i>A.L.N Aminin</i>	3-4
Kelas A	
[REDACTED]	
Struktur Solvasi Ion Skandium(I) Triplet Dalam Air Dengan Metode Mekanika Molekuler <i>Crys Fajar Partana, Ria Armunanto, Harno Dwi Pranowo, M Utoro Yahya</i>	5-9
Aktivitas katalis Pt/ γ -Al ₂ O ₃ pada Reaksi Hydrodeoxygenation Tetrahydrofuran <i>Y. Hidayat, IF. Nurcahyo, Yanuar, Arifin, Ria Armunanto, Triyono</i>	10-13
Pemanfaatan Kaolinit Sebagai Matriks Padat Pembuatan Katalis Heterogen Untuk Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dalam Lumpur Sawit <i>Harlia, Thamrin Usman, Winda Rahmalia, Nelly Wahyuni</i>	14-18
Studi Optimasi Biosopis Logam Pb(II) dan Penentuan Orde Reaksi pada Rumput Laut <i>Eucheuma spinosum</i> <i>S. Widyaningsih, Eva Vaulina</i>	19-23
Pembuatan Membran Nata De Cassava Untuk Mengurangi Kadar Besi Pada Air Sumur <i>Senny Widyaningsih</i>	24-27
Penambahan Monmorillonit dan Zeolit pada Perlakuan Awal Dalam Sintesis Biodiesel dari Minyak Jelantah <i>D. Kartika</i>	28-31

32-36	Pemanfaatan Lumut Hepaticae (<i>Dumortiera Hirsuta Sw. Nees</i>) untuk Mengadsorpsi Ion Tembaga (II) <i>M. A. Zulfikar dan A. Rohman</i>	112-114
37-40	Studi Penambahan Kitosan Secara Reaktif dalam Proses Daur Ulang Limbah Kemasan Polipropilen <i>C. Purnawan, Wibowo, A.H., Anang K.R.S., Samiyatun</i>	115-120
41-44	Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Buah Pala (<i>Myristica Fragan Houtt</i>) dengan Metode DPPH (1,1-Difenil-2-Pikrilhidrazil) <i>M. Alauhdin dan G. Mitayani</i>	121-124
45-47	Pigments Analysis On Seed Coat Of <i>Sansase (Bryonopsis Sp.)</i> by High Performance Liquid Chromatography <i>Anjela M. Jitmau, H. Semangun, F. Rondonuwu</i>	125-130
48-52	Pengaruh pH Dalam Proses Degradasi Zat Warna Tartrazin Limbah Cair Industri Mie Menggunakan Ferrat (FeO_4^{2-}) <i>D.W. Dwiasi dan T. Setyaningtyas</i>	131-134
53-58	Kajian Sebaran Partikulat Emisi Cerobong <i>Boiler</i> Batubara di Lingkungan Ambien <i>Sudalma, A. Hadiyanto, D. Sutrisnanto</i>	135-138
59-63	Sintesis Polieugenol Dengan Katalis BF_3 Dietil Eter untuk Ekstraktan Logam Berat <i>M. Cholid Djunaidi, R. Ariadi L, Nindya G. Kartikawati</i>	139-145
64-67	Elektroremediasi Perairan Tercemar: Dekolorisasi Larutan <i>Remazol Black B</i> dan Penurunan Polutan Cu dengan Elektroda PbO_2/Pb <i>D.S. Widodo, A. Haris, Setyowati, dan W.A. Kristianto</i>	146-149
68-70	Pengaruh Penambahan Serbuk Titanium Dioksida (TiO_2) Pada Fotoelektrokatalisis Fenol Dengan Elektroda PbO_2/Pb <i>A. Ariawan, D.S. Widodo, C. Djunaedi</i>	150-153
71-78	Efisiensi <i>Dye-Sensitized Solar Cell</i> (DCCS) dengan Zat Warna Alami Tumbuhan <i>A. Haris, D.S. Widodo, Gunawan</i>	154-159
79-84	Membran Kitosan Padat dari Cangkang Rajungan (<i>Portunus pelagicus</i>) dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Cu(II) dan Cr(III) <i>Khabibi, Gatot B.P., M. Cholid Djunaidi</i>	160-168
Kelas C		
85-92		
93-97	Screening Senyawa Metabolit Sekunder Dari Ekstrak Daun Kaca Piring (<i>Gardenia Augusta, Merr</i>) Dan Uji Aktivitas Hipoglikemiknya Terhadap Tikus Putih <i>Chusani Muchamad, Hartiwi Diastuti, Bayu Mahardika</i>	169-175
98-102	Isolasi dan Uji Aktivitas Minyak Atsiri Rimpang Temu Giring (<i>Curcuma Heyneana Val.</i>) Terhadap <i>Staphylococcus Aureus</i> dan <i>Eschericia Coli</i> <i>Ahmad Ainurofiq, Tri Yuliasutik, Nuryana, Tita Wahyu</i>	176-179
103-106	Preparasi ^{99m}Tc -MAB Anti Cea dan Studi Biodistribusi Pada Mencit <i>Widyastuti, Anna Roseliana, Cecep Taufik, Karyadi</i>	180-183
107-111	Isolasi dan Uji Potensi Enzim Ekstraseluler Bakteri Termofilik Sumber Air Panas Gedongsongo dengan Media Pengaya MB (Minimal Broth) dan TS (Taoge Sukrosa) <i>Parbowatiningrum Ria Sarjono, Dewi Nuritasari, Agustina L.N. Aminin</i>	184-188
	Fraksinasi dan Karakterisasi Biokimia Lipase Ekstraseluler Bakteri <i>Azospirillum Sp. PRD1</i> <i>Santi Nur Handayani, Puji Lestari, Oedjijono, Tri Joko Raharjo, Sabirin Matsjeh</i>	189-193

MEMBRAN KITOSAN PADAT DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus pelagicus*) SEBAGAI ADSORBEN ION LOGAM Cu(II) DAN Cr(III)

Khabibi¹, Gatot B.P.², M. Cholid Djunaidi³
^{1,2,3}Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang

ABSTRAK-Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan membran kitosan padat dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) sebagai adsorben ion logam Cu(II) dan Cr(III). Percobaan penelitian dimulai dengan mengisolasi kitin, kemudian kitin ditransformasikan menjadi kitosan dengan penambahan basa kuat. Membran kitosan dibuat dengan mencampurkan kitosan dengan PEG (*Poly Ethylene Glycol*) dan berbagai variasi PVA (*Poly Vinyl Alkohol*), kemudian membran diaplikasikan sebagai adsorben ion logam Cu(II) dan Cr(III). Analisis FTIR dilakukan untuk memperoleh gambaran spektra yang menunjukkan keberadaan kitin dan kitosan serta untuk menghitung DD (derajat deasetilasi), sedangkan analisis menggunakan AAS untuk menentukan Cu(II) dan Cr(III) yang teradsorpsi. Penentuan kapasitas adsorpsi maksimum menggunakan persamaan Langmuir. Hasil penelitian menunjukkan bahwa membran kitosan dapat dibuat dari cangkang rajungan yang nilai derajat deasetilasinya 76%. Komposisi membran optimum adsorpsi Cu(II) pada PVA 0,17 gram dan pH optimum 4, sedangkan pada Cr(III) pada PVA 0,17 gram dan pH optimum 3. Kapasitas adsorpsi maksimum yang diperoleh pada ion Cu(II) sebesar 1,351 mg/g sedangkan kapasitas adsorpsi maksimum untuk ion Cr(III) sebesar 2,809 mg/g. Pada penelitian ini, membran kitosan padat lebih baik mengadsorpsi Cr(III) dibanding mengadsorpsi Cu(II).

Kata kunci : membran kitosan, Cu(II), Cr(III), poly vinyl alkohol

PENDAHULUAN

Wilayah perairan Indonesia merupakan sumber cangkang hewan *invertebrate* laut berkulit keras (*Crustacea*) yang mengandung kitin secara berlimpah. Kitin yang terkandung dalam *Crustacea* berada dalam kadar yang cukup tinggi berkisar 20-60% tergantung spesies. Salah satu limbah yang banyak mengandung kitin adalah cangkang rajungan. Limbah ini belum dimanfaatkan secara baik dan berdaya guna, bahkan sebagian besar merupakan buangan yang turut mencemari lingkungan (Departemen Kelautan dan Perikanan, 2000).

Salah satu alternatif upaya pemanfaatan cangkang rajungan agar lebih memiliki nilai ekonomi dan daya guna adalah pengolahan menjadi kitin dan kitosan. Kitin adalah biopolimer tersusun oleh unit-unit N-asetil-D-glukosamin berikatan $\beta(1-4)$ yang paling banyak dijumpai di

alam setelah selulosa. Senyawa ini dijumpai sebagai komponen eksoskeleton kelompok *Crustaceae*, dinding sel insekta, kapang dan kamir (Patil *et al*, 2000). Kitosan merupakan senyawa hasil deasetilasi kitin, terdiri dari unit N-glukosamin. Adanya gugus reaktif amino dan gugus hidroksil yang memiliki pasangan elektron bebas pada kitosan dapat mengadsorpsi kation logam. Protonasi dari gugus amino dengan larutan asam dan menyebabkan daya tarik elektrostatik dari kompleks anionik dengan kation-kation (Sun, 2005) sehingga bermanfaat dalam aplikasinya yang luas yaitu sebagai adsorben ion-ion logam berat seperti Cu(II) dan Cr(III) (Muzzarelli *et al*, 1997; Shahidi *et al*, 1999).

Beberapa metode yang sering digunakan untuk mengurangi beban pencemaran limbah logam berat yaitu *ion-exchange*, tekanan osmosis, adsorpsi, pengompleksan, dan presipitasi (Wu dkk, 2007). Dibandingkan metode-metode yang lain, adsorpsi merupakan salah satu metode yang efektif dan ekonomis untuk membuang polutan dari limbah air.

Beberapa penelitian terdahulu telah menggunakan kitin/kitosan sebagai adsorben, Amaral (2005) melaporkan bahwa kitosan yang dimodifikasi dengan cara fosforilasi dapat digunakan sebagai adsorben ion-ion logam. Dekawati (2007), melaporkan kitosan dapat digunakan sebagai adsorben ion logam Cd(II) dan Cu(II). Pemanfaatan kitosan tersebut sebagian besar dalam bentuk serbuk, oleh karena itu perlu dicoba apabila kitosan dibuat dalam bentuk membran padat. Keuntungan dibuat membran adalah lebih praktis, mudah dibersihkan dan dapat digunakan kembali (regenerasi) (Mulder, 1996). Membran kitosan merupakan membran organik yang mempunyai kelebihan yaitu biaya pembuatannya murah tetapi mempunyai kelemahan pada pengoperasiannya tidak bisa pada suhu tinggi. Vieira dkk (2005) melaporkan bahwa kitosan yang dibuat membran dengan asam asetat yang di *crosslinked* dengan glutaraldehid dan *ephichlorohidrin* dapat mengadsorpsi ion Hg(II). Jiahao dkk (2003) melaporkan bahwa membran kitosan dapat dijadikan adsorben untuk mengadsorpsi urea. Berdasarkan pada penelitian-penelitian di atas maka peneliti mencoba memanfaatkan membran kitosan padat menggunakan bahan pendukung, yaitu campuran *Poly Vinyl Alkohol* (PVA) yang berfungsi sebagai bahan pembentuk membran dan *Poly Ethylen Glykol* (PEG) yang berfungsi sebagai *emulsifier*

dengan variasi yang tepat, sehingga terbentuk membran padat yang kuat dengan susunan pori-pori yang bagus, sebagai adsorben ion Cr(III) dan Cu(II), dengan mempelajari beberapa parameter seperti variasi pH, variasi komposisi PVA dan variasi konsentrasi larutan logam.

METODOLOGI

Pembuatan kitin.

Limbah cangkang rajungan dicuci dan dikeringkan. Selanjutnya dibuat bubuk rajungan dengan cara digiling kemudian diayak dengan ukuran 150 mesh. Serbuk cangkang kepiting kering sebanyak 100 g ditambahkan 500 mL NaOH 1M kemudian dipanaskan selama 3 jam pada suhu 80 °C dengan diaduk menggunakan magnetik stirer. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades sampai netral, kemudian ditambahkan 500 mL HCl 1M, didiamkan selama 12 jam pada temperatur ruang. Campuran yang didapat lalu disaring dan residu dicuci dengan akuades hingga netral. Residu kemudian direndam dengan 100 mL H₂O₂ 3% selama 24 jam. Campuran disaring kemudian dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80° C selama 4 jam. Hasil yang diperoleh kemudian dianalisis dengan spektrofotometer FTIR.

Transformasi kitin menjadi kitosan dilakukan dengan penambahan NaOH 60 % sebanyak 500 mL sambil diaduk selama 4 jam pada suhu 80°C dengan magnetik stirer. Campuran disaring kemudian dicuci dengan akuades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 4 jam. Untuk mengetahui apakah kitosan sudah terbentuk maka dilakukan analisa dengan menggunakan spektrofotometer FTIR.

Pembuatan Variasi Larutan PVA.

Sebanyak 6, 8, 10, 12 gram PVA dicampurkan dengan aquadest 190 mL, diaduk pada magnetik stirer selama 2 jam dengan dihangatkan.

Pembuatan Membran Kitin/Kitosan.

Sebanyak 5 gram kitin/kitosan, ditambah PEG 0,3 gram dan 5 mL akuades. Pengadukan hingga larut. Setelah larut ditambahkan larutan PVA 0.10; 0.14; 0.17 dan 0.19 gram (setara dengan 3.4 gram larutan PVA pada poin 3.2.2). Campuran kemudian diaduk hingga homogen selanjutnya dicetak dalam cetakan dengan ukuran tebal 6 mm dan diameter 10 mm dengan diberikan beban seberat 50 gram dan dikeringkan secara biasa selama 2 hari, kemudian membran dioven pada suhu 80 °C selama 1 jam. Membran yang sudah jadi dianalisis dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

Tabel 1 Komposisi pembuatan membran kitosan

Jenis Membran	Kitosan (gram)	PVA (gram)	PEG (gram)
A	5	0.10	0.3
B	5	0.14	0.3
C	5	0.17	0.3
D	5	0.19	0.3

Optimasi Adsorpsi Cu(II) dan Cr(III) menggunakan membran kitosan.

Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Cu(II) dan Cr(III).

Sebanyak 10 mL larutan Cu(II) dan Cr(III) 50 ppm sebanyak 10 mL diatur pH-nya dari 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 dengan menambahkan larutan buffer tetes demi tetes. Masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam tabung. Adsorpsi dilakukan dengan mengalirkan larutan logam pada membran kitosan A, yang telah direkatkan pada kolom. Hasil larutan setelah adsorpsi diuji menggunakan AAS.

Pengaruh Komposisi Membran Terhadap Adsorpsi Cu(II) dan Cr(III).

Sebanyak 10 mL larutan Cu(II) dan Cr(III) 30 ppm sebanyak 10 mL pada pH optimumnya. Selanjutnya masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam tabung. Adsorpsi dilakukan dengan mengalirkan larutan logam pada setiap jenis membran kitosan, yang telah direkatkan pada kolom. Hasil larutan setelah adsorpsi diuji menggunakan AAS.

Pengaruh Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Ion Cu(II) dan Cr(III).

Sebanyak 10 mL larutan Cu(II) dan larutan Cr(III) masing-masing dengan konsentrasi 10, 30, 50, 70 dan 90 ppm pada pH dan membran optimumnya, kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam tabung. Adsorpsi dilakukan dengan mengalirkan larutan logam pada membran kitosan yang telah direkatkan pada kolom. Hasil larutan setelah adsorpsi diuji menggunakan AAS.

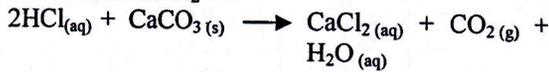
HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Kitin dan Transformasi Kitosan

Proses pembuatan kitin melalui tiga tahap yang dilakukan. Tahap pertama adalah deproteinasi yaitu tahap untuk menghilangkan protein yang terdapat pada cangkang rajungan. Tahap ini dilakukan dengan menambahkan NaOH 1M. Reaksi antara NaOH dengan protein akan membentuk natrium proteinat yang larut. Hal ini ditunjukkan dengan perubahan warna larutan dari jernih menjadi coklat. Reaksinya adalah sebagai berikut.

Tahap kedua adalah demineralisasi yaitu tahap untuk menghilangkan mineral pada

cangkang rajungan. Mineral yang dihilangkan dengan menggunakan HCl 1M adalah kalsium yang terikat pada kitin. Kalsium terlepas membentuk CaCl₂:



(Suhardi, 1993)

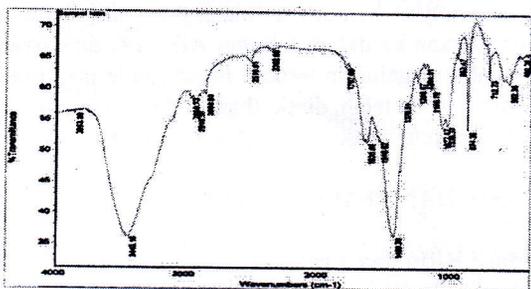
Pada reaksi di atas dihasilkan gas karbondioksida yang ditunjukkan dengan timbulnya gelembung gas selama reaksi berlangsung.

Tahap yang ketiga adalah depigmentasi yaitu tahap untuk menghilangkan pigmen atau warna pada serbuk kitin yang diperoleh. Tahap ini dilakukan dengan menambahkan H₂O₂ 3% sebagai oksidator kuat. Kitin yang dihasilkan diidentifikasi dengan FTIR. Menurut Sastrohamidjojo (2001) dan Amaral (2005) bilangan gelombang dan gugus - gugus pada spektra FTIR menunjukkan adanya kitin, dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2 Bilangan gelombang dan gugus yang ada pada kitin.

Bil. Gelombang (Cm ⁻¹)	Prediksi Gugus
3443,18	Uluran N-H amida primer
2959,56 dan 2918,56	Uluran C-H aldehyd
1635,65	Uluran C=O amida
1379,51	C-H alkil
1072,87 dan 1030,37	Regangan C-N
1155,78	Regangan C-O eter

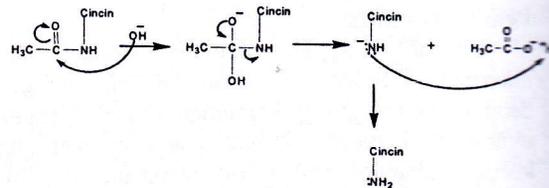
Berikut ini adalah spektra FTIR dari kitin hasil isolasi:



Gambar 1 Spektra FTIR Kitin

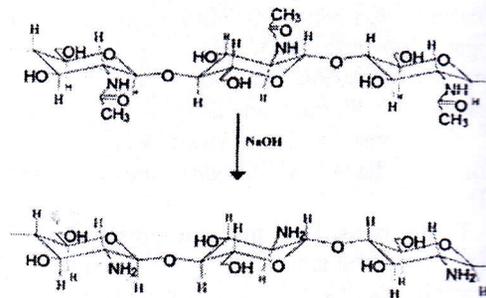
Gambar 1 menunjukkan adanya beberapa puncak pada bilangan gelombang tertentu sesuai dengan prediksi gugus seperti pada tabel 2, menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh adalah kitin. Kitin yang diperoleh dari hasil proses sebelumnya, selanjutnya dideasetilasi menggunakan NaOH 60%. Tahap ini merupakan proses penghilangan atau pengurangan gugus

asetil (-COCH₃) dan digantikan oleh atom hidrogen sehingga gugus amida (-NHCOCH₃) berubah menjadi gugus amina (-NH₂). Prinsip deasetilasi adalah hidrolisis amida dalam larutan basa yang meliputi 2 tahap yaitu tahap adisi OH dan tahap eliminasi yang disertai serah terima proton. Mekanisme deasetilasi diperkirakan sebagai berikut :



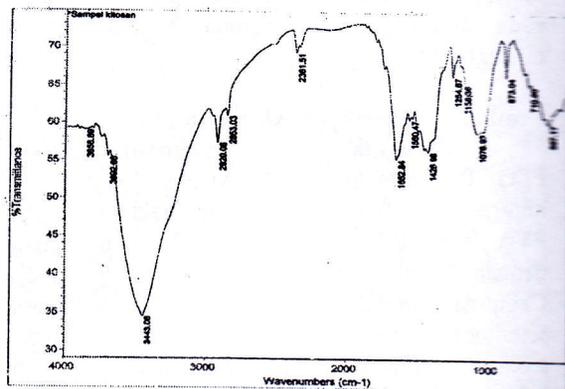
Gambar 2 Mekanisme deasetilasi gugus asetil (Robert, 1992)

Transformasi kitin menjadi kitosan dapat ditunjukkan oleh gambar berikut :



Gambar 3 Transformasi kitin menjadi kitosan (Burke, 1999).

Untuk membuktikan bahwa residu yang diperoleh adalah kitosan maka dilakukan analisis hasil dengan menggunakan spektrofotometer FTIR seperti pada gambar di bawah.



Gambar 4 Spektra FTIR Kitosan

Tabel 3 Bilangan gelombang dan gugus yang ada pada kitosan.

Bil. Gelombang (Cm ⁻¹)	Prediksi Gugus
3443,08	Uluran N-H amida primer
2920,08	Regangan C-H aldehid
1076,93	Regangan C-N
1652,84	Uluran C=O amida
1158,36	Regangan C-O eter

Dari gambar 4 dan tabel 3, menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh adalah kitosan. Dari data hasil spektra FTIR kitin dan kitosan dapat diketahui perbedaan yang utama antara kitin dan kitosan adalah terletak pada puncak yang menunjukkan ikatan C=O dan N-H. Puncak C=O pada kitin memiliki %transmitansi (51.470%) lebih tinggi dari pada kitosan (55.325%) dan pada puncak N-H juga mengalami penurunan %transmitansinya yaitu pada kitin (36,058%) sedangkan pada kitosan (34.490%). Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak gugus asetil yang terputus dan semakin banyak gugus -NH₂ yang terbentuk. Berdasarkan metode *base-line* didapatkan derajat deasetilasi kitosan sebesar 76 % (perhitungan terdapat di lampiran).

Pembuatan Membran Kitin dan Kitosan Padat

Pada pembuatan membran padat ini, terlebih dahulu dibuat larutan PVA (*Poly Vinyl Alcohol*) dengan empat macam variasi. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan komposisi pembuatan membran yang tepat sehingga menghasilkan adsorpsi logam yang tinggi. PVA merupakan zat aditif yang memiliki daya regang dan fleksibilitas yang tinggi, mempunyai sifat pembentuk lapisan tipis yang baik dan sebagai perekat antara serbuk-serbuk kitin maupun kitosan sehingga menjadi suatu membran padat yang kuat dan tidak mudah rapuh/rusak.

Larutan PVA sebanyak 0,10; 0,14; 0,17 dan 0,19 gram kemudian dicampurkan dengan 0,3 gram PEG, 5 mL akuades dan 5 gram serbuk kitosan. PEG (*Poly Ethylene Glycol*) berfungsi sebagai zat pengemulsi (emulgator) antara larutan PVA dan serbuk kitosan. Campuran yang telah homogen dicetak dalam cetakan dengan diameter 10 mm dan tebal 6 mm, didiamkan pada suhu kamar selama 2 hari disertai pembebanan 50 gram. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan airnya dan dihasilkan membran yang padat. Membran yang telah jadi dikeluarkan dari cetakan dan dioven selama 1 jam pada suhu 70 °C. Pemakaian suhu 70 °C, diharapkan untuk menghilangkan kadar air yang masih ada dalam membran serta untuk menguatkan membran padat tersebut, apabila suhu pengovenan lebih dari 70 °C dikhawatirkan PVA dan PEG dalam membran akan meleleh kembali sebelum terbentuk ikatan

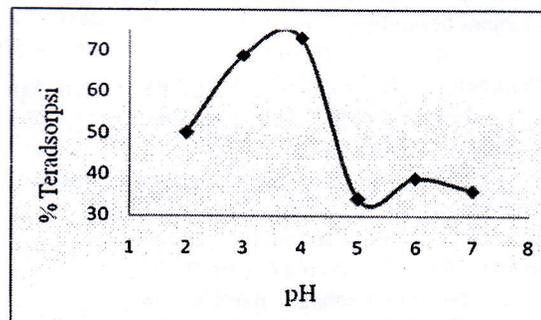
yang kuat antara kitosan, akibatnya membran padat akan menjadi lembek.

Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Cr(III) Oleh Membran Kitosan Padat

Proses adsorpsi ion logam Cu(II) dan Cr(III) dilakukan pada membran kitosan padat. Kitosan yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari hasil ekstraksi limbah rajungan dengan derajat deasetilasi 76 %. Untuk mengetahui kemampuan kitin dan kitosan dalam menyerap ion logam Cu(II) dan Cr(III) dilakukan beberapa variasi variabel yaitu variasi pH, komposisi membran dan konsentrasi larutan logam.

Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Cr(III) Oleh Membran Kitosan

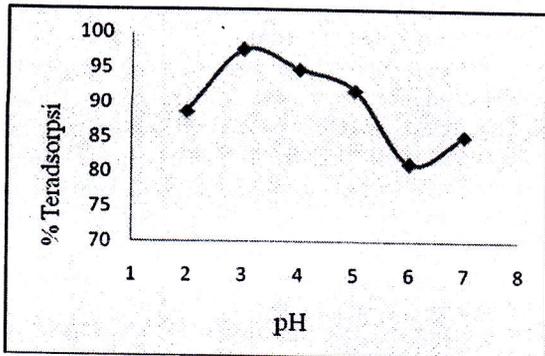
Menurut Chiou dk., 2003, proses adsorpsi logam sangat dipengaruhi oleh pH. Pada proses adsorpsi ion logam oleh kitosan, pengkondisian pH larutan secara signifikan akan mempengaruhi proses adsorpsi. Untuk mengetahui pH optimum adsorpsi Cu(II) dan Cr(III) menggunakan membran kitosan dilakukan variasi pH. Hasil penelitian adsorpsi ion logam Cu(II) oleh membran kitosan dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 5 Grafik hubungan antara pH dengan Cu(II) yang teradsorpsi

Gambar 5. menunjukkan bahwa adsorpsi ion logam tembaga oleh membran kitosan meningkat dari pH 2 sampai pH 4 dan kemudian adsorpsi mulai menurun sampai pH 7. Hal ini dikarenakan kitosan mempunyai gugus amina (NH₂) yang memiliki sepasang elektron bebas pada atom N. Gugus amina ini bertindak sebagai basa lewis dengan mendonorkan pasangan elektron bebasnya sehingga pada pH rendah/asam akan memungkinkan terdapat banyak proton H⁺ yang mengikat NH₂ menjadi (NH₃⁺). Pada pH yang sangat asam (pH=2) jumlah ion hidrogen (H⁺) sangat banyak sehingga akan mengurangi Cu(II) yang terikat pada NH₂. pH optimum untuk ion logam Cu(II) yaitu pada pH 4, dimana pada pH 4 adsorpsi ion logam Cu(II) paling banyak yaitu sebesar 36,5 ppm atau 73 %.

Hasil adsorpsi maksimum untuk logam Cr(III) oleh membran kitosan dapat dilihat pada gambar berikut :



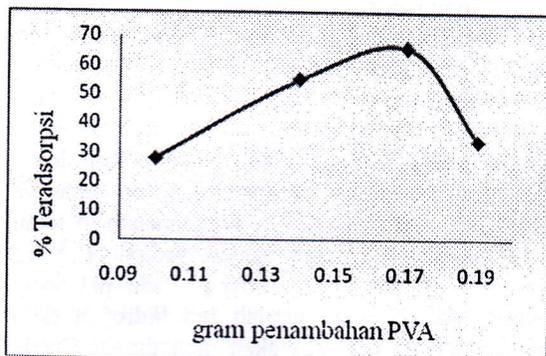
Gambar 6 Grafik hubungan antara pH dengan Cr(III) yang teradsorpsi

Pada gambar 4.6. menunjukkan hasil adsorpsi maksimum logam Cr(III) terjadi pada pH 3 sebesar 48,8 ppm atau 97,6%. Dengan bertambahnya pH larutan dari pH 2 sampai pH 3 adsorpsi semakin bertambah, hal ini dikarenakan pada pH rendah/asam (pH=2) akan memungkinkan terdapat banyak proton H⁺ menjadi (NH₃⁺), sehingga terjadi kompetisi antara ion logam Cr(III) dengan ion hidrogen untuk menempati sisi aktif (NH₂), akibatnya adsorpsi menjadi berkurang.

Pengaruh Komposisi Membran Kitosan Terhadap Adsorpsi Ion Logam Cu(II) dan Cr(III)

Variasi komposisi membran kitosan yaitu pada banyaknya PVA (*Poly Vinyl Alcohol*) yang digunakan untuk membuat membran kitosan sebesar 0.10; 0.14; 0.17 dan 0.19 gram. PVA sendiri berfungsi sebagai perekat dan pengemulsi yang memiliki sifat fleksibilitas yang tinggi, sehingga diharapkan membran yang terbentuk menjadi lebih kuat dan tidak mudah rusak/rapuh.

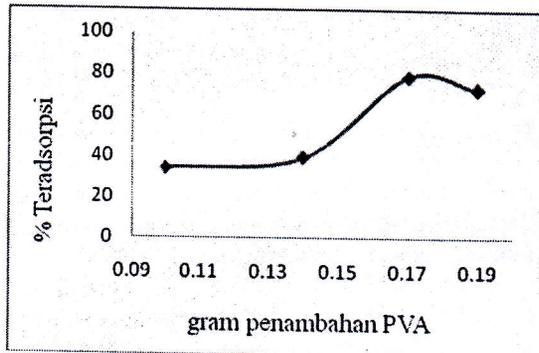
Hasil adsorpsi ion logam Cu(II) pada variasi membran kitosan adalah sebagai berikut :



Gambar 7 Grafik hubungan antara komposisi membran (berat PVA) dengan Cu(II) yang teradsorpsi

Gambar 7 menunjukkan hasil komposisi membran optimum untuk ion Cu(II) oleh membran kitosan yaitu pada PVA 0.17 gram dengan adsorpsi sebesar 66 %.

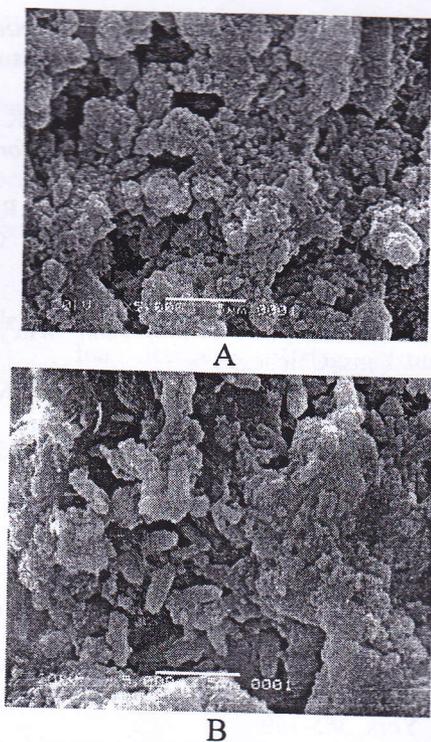
Hasil adsorpsi ion logam Cr(III) pada variasi PVA adalah sebagai berikut :



Gambar 8 Grafik hubungan antara komposisi membran (berat PVA) dengan Cr(III) yang teradsorpsi

Gambar 8 menunjukkan hasil komposisi membran optimum untuk ion logam Cr(III) oleh membran kitosan yaitu pada PVA 0,17 gram sebesar 79 %. Jika dilihat dari hasil adsorpsi antara logam Cu(II) dan Cr(III), keduanya teradsorpsi maksimum pada membran dengan PVA 0,17 gram. Hal ini dikarenakan jari-jari kedua ion logam tersebut tidak terlalu jauh perbedaannya (Cu = 1,28 Å sedangkan Cr=1,25 Å). Dari hasil SEM ukuran pori membran kitosan dengan PVA 0.17 gram memiliki ukuran pori yaitu lebar ± 3.33 x 10⁻⁵ mm dan panjang ± 6.46 x 10⁻³ mm. Dilihat dari jari-jari ion logam dengan ukuran pori membran, jari-jari ion logam lebih kecil daripada ukuran pori membran, sehingga ion logam akan masuk dan terjerat di dalam membran karena pori membran yang tidak teratur dan multilayer, sehingga ion logam teradsorpsi oleh membran.

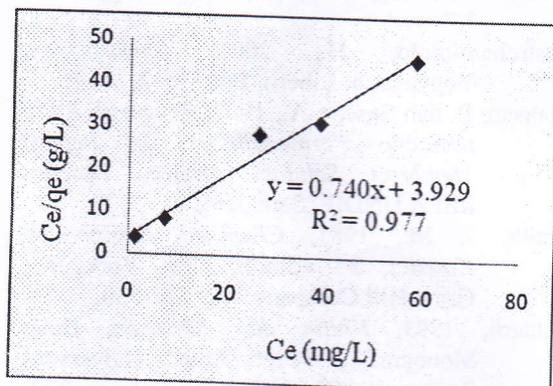
Berdasarkan gambar 9, tampak pada komposisi membran dengan penambahan PVA 0,17 gram lebih terlihat teratur dibandingkan pada penambahan PVA 0,14 gram sehingga ion-ion logam teradsorpsi lebih baik pada membran dengan komposisi PVA 0,17 dibandingkan membran pada komposisi PVA 0,14 gram.



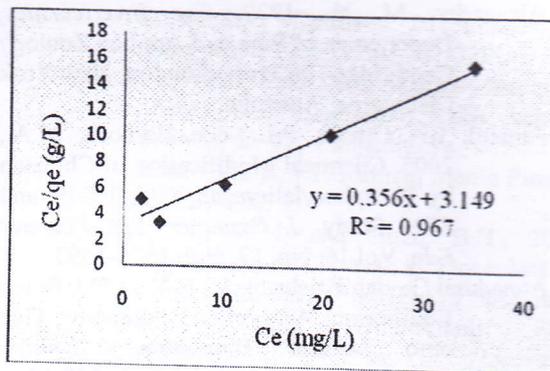
Gambar 9 Citra SEM morfologi membran kitosan dengan pemberian PVA 0,14 gram (A) dan PVA 0,17 gram (B)

Pengaruh Variasi Konsentrasi Terhadap Adsorpsi Ion Cu(II) dan Cr(III) Oleh membran Kitosan

Hasil adsorpsi Cu(II) dan Cr(III) mengalami peningkatan sebanding dengan peningkatan konsentrasi awal larutan logam. Semakin besar konsentrasi larutan logam maka kemampuan adsorpsi kitin juga semakin besar. Hasil penelitian adsorpsi Cu(II) dan Cr(III) pada variasi konsentrasi analit kemudian diinterpretasikan isoterm adsorpsi Langmuir, seperti pada gambar 10 dan 11.



Gambar 10 Grafik adsorpsi isoterm logam Cu(II) pada membran kitosan



Gambar 11 Grafik adsorpsi isoterm logam Cr(III) pada membran kitosan

Kapasitas adsorpsi maksimum dapat diperoleh dari persamaan grafik isoterm adsorpsi oleh membran kitosan padat untuk ion Cu(II) sebesar 1,351 mg/g, sedangkan untuk ion Cr(III) sebesar 2,809 mg/g. Hasil perhitungan dari grafik tersebut diperoleh kapasitas adsorpsi maksimum logam kromium lebih besar dari pada logam tembaga. Hal ini dikarenakan logam kromium merupakan logam golongan asam keras sedangkan logam tembaga merupakan logam golongan *borderline*. Menurut teori HSAB (*Hard Soft Acid base*) yaitu asam keras akan kuat berikatan dengan basa keras sedangkan asam lemah akan berikatan dengan basa lemah. Sehingga logam Cr(III) akan lebih kuat tertarik oleh sisi aktif dari kitosan yaitu gugus $-NH_2$ (amina) dan gugus hidroksi ($-OH$) yang merupakan basa keras (Robert, 1992).

KESIMPULAN

Membran kitosan padat dapat dibuat dengan mencampurkan kitosan dengan campuran PVA dan PEG. Kitosan yang digunakan berasal dari cangkang rajungan dengan derajat deasetilasi sebesar 76%. Komposisi membran optimum dan pH optimum untuk adsorpsi ion Cu(II) pada PVA 0,17 gram dan pH 4, sedangkan kondisi optimum untuk adsorpsi ion Cr(III) pada PVA 0,17 gram dan pH 3. Kapasitas adsorpsi maksimum ion Cu(II) pada membran kitosan sebesar 1,351 mg/g, sedangkan pada ion Cr(III) sebesar 2,809 mg/g sehingga membran kitosan lebih baik mengadsorpsi Cr(III) dibandingkan mengadsorpsi Cu(II).

DAFTAR PUSTAKA

- Afrianto, E. dan Liviawaty, E., 1992, *Pemeliharaan Kepiting*, Kanisius, Yogyakarta, hal. 12, 18
 Alberty R.A. and Daniels, F., 1980, *Physical Chemistry*, 1st edition, John Wiley: New York, 134-140.

- Alexander, M. N., 1979, *The Invertebrates*, Departemen of Pure and Applied Zoology, Cambridge Uni Press, London, New York, Melbourne, Australia.
- Amaral, I.F., Granja, P.L., dan Barbosa, M.A., 2005, Chemical Modification of Chitosan by Phosphorylation: an XPS, FT-IR and SEM Study, *J. Biomater. Sci. Polymer Edn*, Vol.16, No. 12, Hal. 1575-1593
- Annadurai G., dan Krishnan, M. R.V., 1997, Batch Equilibrium Adsorption of Reactive Dye onto Natural Biopolymer, *Iranian Polymer Journal*, Vol. 6, No. 3, 169-175.
- Burke, Ayer., Yilmaz, Evan., Hasirc, Nesrin, 1999, Evaluation of Chitosan As a Potential Medical Iron (III) Ion Adsorbent, *Turk J. Med Sci.*, Vol. 30, No. 2000, 341-348.
- Bailey, S. E., Olin, T. J., Bricka, R. M. dan Adrian, D. D., 1999, A Review of Potentially Low-Cost Sorbents for Heavy Metals, *J. Wat Res.*, Vol. 33, No. 11, pp.2469-2479.
- Cowd, M. A., 1991, *Kimia Polimer*, ITB, Bandung.
- Chiou, M.S., Ho, P. Y., Li, H. Y., 2003, Adsorption Behavior of Dye AAVN and RB4 in Acid Solutions on Chemically Cross-Linked Chitosan Beads, *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, Vol. 34, No. 6, 625-634.
- Darmono, 1995, *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, UI-Press, Jakarta, hal. 7, 109-113,130.
- Dekawati, L., 2007, KITOSAN dari Limbah Udang Putih (*Panaeus Merguensis*) Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium (Cd^{2+}) dan Tembaga (Cu^{2+}), *Skripsi*, FMIPA, UNDIP
- Departemen Kelautan dan Perikanan, 2000, Statistik Data Perikanan, Departemen Kelautan dan Perikanan. Jakarta.
- Hartono, E.S., 1993, *Pengaruh Lama Kontak dan pH Terhadap Kemampuan Chitosan Menyerap Ion Logam*, Warta Akab, Bogor, hlm 25-28
- Jiahao, L., Chen, X., Shao, Z., and Zho, P., 2003, Preparation and Characterization of Chitosan/Cu(II) Affinity Membrane for Urea Adsorption, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 90, 1108-1112.
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, alih bahasa A. Saptorahardjo, UI Press: Jakarta, hal. 237, 275-280.
- Mulder, M., 1996, *Basic Principles of Membrane Technology*, Kluwer Academic Publisher, London.
- Mulyatna, L., Pradiko, H., dan Nasution, U. K., 2003, *Pemilihan Persamaan Adsorpsi Isotrm Pada Penentuan Kapasitas Adsorpsi Kulit Kacang Tanah Terhadap Zat Warna Remazol Golden Yellow 6*, volume 5 nomor 3, Universitas Pasundan, 131-140.
- Muzzarelli R.A.A., Rochetti R., Stanic R., dan Weckx M., 1997. *Methods for the determination of the degree of acetylation of chitin and chitosan*. Di Dalam R.A.A. Muzzarelli dan M.G. Peter (ed). Chitin Handbook. European Chitin Soc., Grottamare
- Oscik, J., 1982, *Adsorption*, John Wiley and Sons: Chichester
- Patil, R. S., Chormade V., and Desphande M. V., 2000. Chitinolytic enzymes an exploration. *Enz Microb Technol* 26:473-483.
- Reynold, T.D., 1982, *Unit Operations and Process in Enviromental Engineering*, Wadsworth Inc, California.
- Robert, G. A. F., 1992, *Chitin Chemistry*, The Mac Milan Press LTD, London, hal 1.
- Roger, A., 1977, *Encyclopedia of Science and Tecnology*, 4th edision, Mc Graw Hill: New York, 365-369
- Shahidi F, Arachchi JKV, and Jeon Y-J. 1999. Food Applications of Chitin and Chitosans. Trends in Food Science and Technology 10 : 37- Slepecky, R. A. and H. E. Hemphill. 1991. The genus Bacillus-nonmedical the prokaryotes. In Balows, A. (ed). *The Procaryotes*, 2nd. Edn., Chapter 76, pp. 1663-1696. Springer Verlag. NY.
- Samosir, N., 1998, *Teknik Analisis Dengan Menggunakan Scanning Electro Microscope (SEM) dan Spektrometer*, PEBN-BATAN, Serpong.
- Santoso, U., 1990, *Studi Tentang Khitin Cangkang Udang (Panaeus merguensis) I: Isolasi Menggunakan Actinase E dan EDTA*, Agritech, Vol.10, No.3, Majalah Ilmu dan Teknologi Pertanian, UGM, Yogyakarta, 3,7.
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Yogyakarta: Liberti, Edisi ke-2, hal 46.
- Siahaan, P. dan Suseno A., 1997, *Pengaruh Aditif terhadap Permeabilitas dan Rejeksi Membran Selulosa Asetat*, Penerbit MIPA UNDIP, Semarang.
- Smith, J. M., 1981, *Chemical Engineering Kinetics*, 3rd edition, New York: Mc Graw-Hill Company. Inc, 512-530.
- Suhardi, 1993, *Khitin dan Khitosan*, Buku Monograf, Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi UGM, Yogyakarta, 272-278.
- Sun, S., dan Wang, A., 2006, Adsorption Properties of Carboxymethyl-Chitosan and Cross-Linked Carboxymethyl-

- Chitosan Resin With Cu(II) as Template, *J. Separation and Purification technology*, Vol. 49, hal. 197-204.
- Underwood, A.L. dan Day, Jr., R.A., a.b. Soendoro, *Analisa Kuantitatif, Edisi ke-4*, John Willey & Sons, New York, 1988, 441-459, 427-428.
- Victor, O.S., 2000, *Indirect Food Additives and Polymers: Migration and Toxicology*, CRC, page. 1114-1116.
- Vieira, R.S. and BEPPU, M.M., 2005, Mercury Ion Recovery Using Natural and Crosslinked Chitosan Membranes, *J. Adsorption*, Vol. 11, hal 731-736
- Vogel, A. I., 1990, *Buku Teks Analisis Anorganik Makro dan Semimikro*, alih bahasa: Setiono, Ir. L., Pudjaatmaka, Dr. A. H., Edisi Kelima, PT. Kalman Media Pusaka, hal 229-230.
- Wu, Z.B., Ni, W.N. and Guan, B.H., 2007, Application of Chitosan as Flocculant for Coprecipitation of Mn(II) and Suspended Solids from Dual-Alkali FGD Regenerating Process, *J. Hazardous Materials* vol. 42, No.7, hal. 8.