

PENENTUAN KEMAMPUAN PENGGUNAAN ULANG KOMPOSIT KITOSAN-KARBON PADA PROSES ADSORPSI Ce(IV)

Ayu HERNING TYAS^{1*}, Titin ANITA ZAHARAH¹, Anis SHOFIYANI¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura,

Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi,

*email: aherningt@gmail.com

ABSTRAK

Adsorben komposit kitosan-karbon yang dihasilkan dari modifikasi kitosan terlapisi oleh karbon dalam bentuk beads terikat silang oleh glutaraldehid telah dibuat pada penelitian ini. Tujuan dari penelitian adalah untuk menghitung persen regenerasi dan menjelaskan stabilitas kimia dan termal adsorben komposit. Kemampuan penggunaan ulang adsorben ditentukan dengan cara mengontakkan adsorben dengan larutan $Ce(SO_4)_2$, kemudian adsorben diregenerasi dan digunakan kembali pada proses adsorpsi logam Ce(IV). Hasil karakterisasi komposit kitosan karbon menggunakan FTIR menunjukkan terjadi ikat silang antar gugus kitosan karena penambahan glutaraldehid, dengan terbentuknya imina (C=N) yang diindikasikan dengan munculnya puncak yang khas pada bilangan gelombang $1639,19\text{ cm}^{-1}$. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi adsorben pertama hasil regenerasi (93,26%) dan kapasitas adsorpsi adsorben kedua hasil regenerasi (100%) sama dengan kapasitas adsorpsi adsorben awal. Stabilitas terhadap asam menunjukkan bahwa adsorben awal dan adsorben hasil regenerasi stabil terhadap asam asetat dalam rentang konsentrasi 1-10%. Analisis DTA-TGA menunjukkan bahwa adsorben hasil regenerasi lebih stabil secara termal daripada adsorben awal.

Kata kunci: regenerasi, komposit kitosan-karbon, adsorpsi, Ce(IV)

PENDAHULUAN

Kitosan merupakan material yang telah dikenal luas sebagai adsorben yang selektif, terutama untuk ion logam golongan transisi. Selektivitas kitosan berhubungan dengan kandungan gugus $-NH_2$ dan $-OH$ yang dapat bertindak sebagai ligan bagi ion logam. Namun, penggunaan kitosan secara langsung sebagai adsorben kurang efektif, karena kitosan mudah larut dalam asam yang dapat mengganggu dalam proses adsorpsi. Selain itu gugus dari kitosan juga tidak stabil terhadap perubahan temperatur, sehingga perlu dilakukan modifikasi pada kitosan salah satunya dengan penambahan karbon sehingga terbentuk adsorben komposit yang dibuat dalam bentuk beads.

Karbon merupakan salah satu jenis adsorben yang mampu menyerap berbagai jenis ion logam karena memiliki struktur pori dalam jumlah besar. Penambahan karbon pada kitosan mampu meningkatkan sifat termal dari kitosan namun tidak dapat meningkatkan stabilitas kimia kitosan di dalam asam, sehingga perlu adanya suatu agen pengikat silang gugus-gugus dari kitosan untuk meningkatkan stabilitasnya di dalam asam. Salah satu agen pengikat silang yang biasa digunakan adalah glutaraldehid. Glutaraldehid dipilih karena dapat meningkatkan sifat mekanik dari kitosan sehingga stabilitas struktur kitosan meningkat dalam medium asam (Fathurrahman dkk., 2017).

Beberapa penelitian telah melaporkan pembuatan kitosan yang terlapisi oleh karbon seperti yang dilakukan oleh Lasindrang dkk., (2014). Pada penelitian tersebut dilakukan proses adsorpsi pencemaran limbah cair industri penyamakan kulit oleh kitosan terlapisi arang aktif tempurung kelapa. Penelitian yang dilakukan oleh Hydari dkk., (2012) melakukan pembuatan nanokomposit kitosan-karbon aktif yang berpotensi dalam penyerapan nitrofenol. Berdasarkan hasil tersebut maka modifikasi kitosan dalam bentuk komposit kitosan-karbon beads diharapkan juga mampu digunakan dalam proses adsorpsi ion LTJ jenis Ce(IV). LTJ merupakan logam tanah jarang yang terkandung di dalam limbah penambangan emas tanpa izin.

Kitosan sendiri juga telah diketahui mampu mengadsorpsi ion LTJ lainnya dengan melakukan modifikasi seperti yang dilakukan Roosen dkk., (2014) dimana kitosan dimodifikasi dalam bentuk komposit DTPA-kitosan-silika yang mampu menyerap logam Nd(III) melalui mekanisme pembentukan kompleks. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Gilhoum dkk. (2015), adsorpsi logam La(III), Nd(III) dan Yb(III) menggunakan kitosan berbasis magnetik nano partikel yang dimodifikasi dengan cystein sehingga terjadi pembentukan khelat pada proses adsorpsi tersebut.

Salah satu faktor yang menjadi parameter efektivitas pengikatan ion logam pada suatu jenis adsorben adalah persen regenerasi adsorben yang menunjukkan kemampuan penggunaan ulang adsorben pada siklus adsorpsi sehingga dapat dikembangkan untuk adsorpsi kontinyu atau bertingkat. Hal yang terkait dengan kemampuan penggunaan ulang adsorben tersebut adalah stabilitasnya dalam medium asam maupun dalam perubahan temperatur (stabilitas termal). Pada penelitian ini dilakukan kajian kemampuan penggunaan ulang adsorben komposit kitosan-karbon dalam adsorpsi Ce(IV). Parameter yang dipelajari adalah persen regenerasi dalam penggunaan berulang serta stabilitas adsorben hasil regenerasi secara kimia dan termal.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu ayakan 300 mesh, seperangkat peralatan gelas kimia, *hot plate*, *shaker*, pH-meter, neraca analitik, oven, syringe. Sedangkan instrumentasi yang digunakan adalah FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) varian *Shimadzu IR Prestige21*, DTA-TGA (*Differential Analysis Thermal-Thermogravimetry Anlysis*) dan Spektrofotometer sinar tampak

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades (H_2O), alizarin red S, asam asetat glasial (CH_3COOH), asam sulfat (H_2SO_4), cerium(IV) sulfat ($Ce(SO_4)_2$), etanol (C_2H_5OH), indikator fenol merah, karbon, kitosan (dengan derajat deasetilasi > 85%), natrium hidroksida (NaOH) dan Na_2EDTA .

Prosedur Penelitian

Preparasi karbon

Karbon dicuci terlebih dahulu hingga air pencuci menjadi tak berwarna, kemudian karbon dikeringkan dengan oven pada suhu $110^\circ C$ selama 1 jam. Karbon yang telah kering digerus menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan 300 mesh. Karbon kemudian dikeringkan kembali dengan suhu $110^\circ C$ selama 1 jam menggunakan oven.

Pembuatan adsorben komposit kitosan-karbon *beads*

Komposit kitosan-karbon dibuat dengan melarutkan kitosan sebanyak 1 gram dalam 40mL larutan asam asetat 2%, sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan didiamkan semalaman, kemudian ditambahkan karbon dengan perbandingan komposisi (b/b) yaitu 1:1. Kitosan-karbon dimasukkan ke dalam *syringe* dan disuntikkan ke dalam larutan NaOH 0,1 M yang telah tercampur dengan 5 tetes etanol. Kitosan-karbon bentuk *beads* yang terbentuk disaring, kemudian direndam dalam glutaraldehid 5,5% (v/v) selama 24 jam. Kitosan-karbon *beads* yang telah terikat silang dengan glutaraldehid disaring dan dinetralkan sampai pH pencuci. Adsorben yang sudah netral dikeringkan pada suhu $60^\circ C$ hingga berat konstan (Indrawati dan Cahyaningrum, 2013)

Pembuatan kurva standar $Ce(SO_4)_2$ dengan kompleks alizarin sulfonat

Pembuatan kurva standar dilakukan mengacu pada Mansuri (2004), larutan $Ce(SO_4)_2$ dibuat dengan konsentrasi 2 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm dan 25 ppm, diambil masing-masing 1mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10mL, selanjutnya ditambahkan 2 tetes fenol merah, beberapa tetes NaOH hingga larutan berwarna merah, kemudian ditambahkan 2 tetes larutan alizarin red S sebagai pengompleks. Volume larutan ditepatkan hingga 10mL menggunakan H_2SO_4 0,1 M dan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

Penentuan kemampuan penggunaan ulang komposit kitosan-karbon *beads* dalam adsorpsi Ce(IV)

Larutan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ dibuat pada konsentrasi 10 ppm pH 1, diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam botol metro. Ditambahkan adsorben sebanyak 0,1 gram ke dalam larutan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$, selanjutnya dikocok menggunakan *shaker* selama 1 jam dengan kecepatan 150 rpm. Proses ini dilakukan secara duplo, kemudian larutan disaring, larutan $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ yang sudah dikontakkan dengan adsorben disimpan, adsorben hasil kontak selanjutnya dielusi dengan 10 mL larutan Na_2EDTA dengan konsentrasi 0,015 M dan larutan H_2SO_4 0,1 M sebanyak 5 kali. Larutan sebelum kontak, setelah kontak dengan adsorben dan setelah elusi sebanyak 5 kali dengan Na_2EDTA maupun dengan H_2SO_4 dan dianalisis dengan spektrofotometer sinar tampak dengan panjang gelombang 550 nm.

Proses regenerasi adsorben dilakukan dengan mencuci adsorben menggunakan 10 mL NaOH 0,1 M sebanyak 2 kali, kemudian dinetralkan dengan akuades dan dikeringkan. Adsorben dipakai kembali setelah proses regenerasi untuk melihat kemampuannya dalam menyerap logam Ce(IV). Elusi dilakukan dengan menggunakan larutan Na_2EDTA atau H_2SO_4 (dipilih larutan dengan kemampuan elusi terbaik) (Aulia dkk, 2017).

Penentuan stabilitas kimia adsorben komposit kitosan-karbon *beads*

Uji kelarutan asam dilakukan dengan mengontakkan adsorben yang belum di *crosslinking*, adsorben awal dan adsorben hasil regenerasi sebanyak 0,1 gram ke dalam asam asetat dengan konsentrasi 1%, 2%, 3%, 4%, 5% dan 10% dan dikocok dengan *shaker* selama 1 jam lalu ditimbang massa dari adsorben setelah dikontakkan dengan asam asetat. Adsorben terlarut kemudian disaring dan ditimbang sebagai persen stabilitas.

Penentuan stabilitas kimia adsorben komposit kitosan-karbon *beads*

Penentuan stabilitas termal dilakukan pada adsorben awal dan adsorben hasil regenerasi dengan menggunakan alat DTA/TGA. Analisis dilakukan pada temperatur 33-575°C dengan laju pemanasan sebesar 20 °C/menit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Fisikokimia Komposit Kitosan-Karbon

Kitosan yang digunakan dilarutkan dalam asam asetat untuk pembentukan gel kitosan. Pelarutan kitosan dapat mengakibatkan rantai polimer teregang, sehingga pori-pori kitosan akan terbuka dan dapat meningkatkan fleksibilitasnya (Zaharah dkk, 2015). Pelarutan kitosan terjadi karena adanya interaksi antara gugus karboksil dari asam asetat dengan gugus amina dari kitosan (Noralia dan Maharani, 2013). Asam asetat yang terionisasi menyumbangkan H^+ sehingga menyebabkan terjadinya proses protonasi gugus amina $-\text{NH}_2$ menjadi $-\text{NH}_3^+$ yang menyebabkan kepolaran kitosan meningkat (Hastuti dkk., 2011).

Kitosan yang telah terbentuk gel ditambahkan karbon untuk membentuk komposit kitosan-karbon. Karbon dapat meningkatkan sifat pori serta dapat meningkatkan daya tahan terhadap suhu tinggi. Komposit kitosan-karbon kemudian dibentuk *beads* dengan meneteskan gel komposit ke dalam larutan NaOH yang berfungsi untuk mengeraskan gel yang sudah terbentuk. Bentuk *beads* yang dihasilkan lebih baik jika ukurannya semakin kecil, karena semakin kecil ukuran maka semakin besar luas permukaan sehingga kemampuannya sebagai adsorben lebih efektif (Indrawati dan Cahyaningrum, 2013).

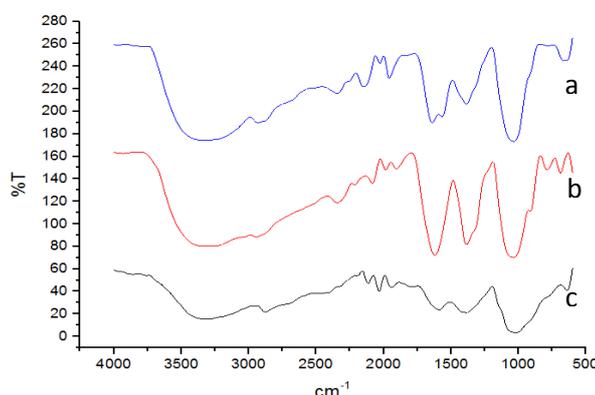
Proses *crosslinking* pada komposit kitosan-karbon *beads* bertujuan untuk meningkatkan stabilitas kimia adsorben oleh asam-asam kuat atau basa-basa kuat. Proses adsorpsi pada kitosan akan terganggu dengan suasana asam dalam larutan, karena suasana asam akan menyebabkan berkurangnya gugus amina bebas yang merupakan gugus aktif yang mampu berikatan dengan ion-ion logam.

Hasil analisis gugus fungsi pada Tabel 1 menunjukkan bahwa pada kitosan karbon *beads* tidak terdapat vibrasi ulur $\text{C}=\text{N}$ yang terdapat pada kitosan karbon *beads* terikat silang pada bilangan gelombang 1639,19 cm^{-1} . Ikatan $\text{C}=\text{N}$ merupakan vibrasi imina yang terbentuk dari tautan silang antara kitosan karbon dan glutaraldehyd. Hal ini dinyatakan oleh hasil penelitian Prasad dkk., (2017) dan Ramachandran dkk., (2011) yang menunjukkan bahwa terjadi

pembentukan imina pada bilangan gelombang 1631cm⁻¹ dan 1610 cm⁻¹ sebagai hasil *crosslinking* kitosan dengan glutaraldehid. Spektrum FTIR pada kitosan karbon *beads crosslinking* hasil regenerasi menunjukkan vibrasi imina pada bilangan gelombang 1620,39 cm⁻¹, mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah dengan puncak yang terbentuk lebih tajam. Hal ini mengindikasikan terjadi kenaikan massa molekul dan gugus C=N yang muncul lebih banyak. Puncak yang dihasilkan dari analisis FTIR dapat dilihat pada Gambar 1.

Tabel 1. Gugus Fungsi Karakteristik pada Komposit Kitosan-Karbon

| Bilangan gelombang (cm ⁻¹) | | | |
|--|--|---|--|
| Kitosan karbon <i>beads</i> | Kitosan karbon <i>beads crosslinking</i> | Kitosan karbon <i>beads crosslinking</i> regenerasi | Jenis vibrasi (Ngah dan Fathinathan, 2006) |
| 3249,07 | 3341,84 | 3312,73 | Tumpang tindih O-H dan N-H stretching |
| 2877,81 | 2931,28 | 2939,93 | C-H stretching |
| - | 1639,19 | 1620,39 | C=N bending |
| 1384,93 | 1386,93 | 1386,43 | C-N bending |
| 1023,03 | 1039,67 | 1039,24 | C-O stretching |



Gambar 1. Hasil spektrum FTIR komposit kitosan karbon *beads* (a) kitosan karbon *beads crosslinking* regenerasi (b) dan kitosan karbon *beads crosslinking* (c)

Kemampuan Penggunaan Ulang Komposit Kitosan-Karbon pada Adsorpsi Ce(IV)

Logam Ce(IV) terikat di dalam adsorben melalui mekanisme pembentukan kompleks dengan gugus aktif yang terdapat di dalam kitosan. Karbon yang dikompositkan dengan kitosan juga mampu menyerap logam Ce(IV) karena sifat dari karbon yang mampu menyerap berbagai jenis adsorbat. Logam tersebut ditarik oleh karbon dan terakumulasi pada permukaan karbon secara fisik sehingga gugus aktif yang dapat mengikat logam Ce(IV) tidak hanya berasal dari situs-situs aktif pada kitosan saja (Lasindrang dkk, 2014).

Proses elusi untuk melepas Ce(IV) di dalam adsorben diuji menggunakan 2 jenis eluen yaitu H₂SO₄ dan Na₂EDTA. Hasil penelitian menunjukkan bahwa elusi lebih efektif menggunakan larutan Na₂EDTA dibandingkan dengan menggunakan larutan H₂SO₄ dengan hasil yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Hasil pada Tabel 2 menunjukkan bahwa elusi menggunakan Na₂EDTA hanya memerlukan 3 kali elusi dengan persen terelusi sebesar maksimal 93,93%, sedangkan menggunakan H₂SO₄ memerlukan elusi sebanyak 5 kali untuk melepas logam Ce(IV) sebanyak 92,38%. Hal ini membuktikan bahwa elusi oleh larutan Na₂EDTA lebih efektif mengeluarkan logam Ce(IV) di dalam adsorben dibandingkan dengan menggunakan larutan H₂SO₄. Mekanisme diduga melibatkan proses pembentukan senyawa kompleks antara Ce(IV) dengan EDTA saat proses elusi, Na₂EDTA bertindak sebagai ligan yang memberikan elektron bebasnya kepada Ce(IV) sebagai atom pusat yang menyediakan orbital kosong. Elusi menggunakan H₂SO₄ hanya akan terjadi proses pertukaran ion antara atom hidrogen dan Ce(IV).

Tabel 2. Hasil Adsorpsi-Desorpsi Logam Ce(IV)

| | Konsentrasi Ce(IV) teradsorpsi (mg/L) menggunakan : | |
|--------------------|---|--------------------------------|
| | Na ₂ EDTA | H ₂ SO ₄ |
| Konsentrasi awal | 9,44 | 9,44 |
| Konsentrasi akhir | 0,56 | 2,22 |
| Elusi 1 | 2,78 | 1,11 |
| Elusi 2 | 2,78 | 2,22 |
| Elusi 3 | 2,78 | 0,00 |
| Elusi 4 | 0,00 | 1,67 |
| Elusi 5 | 0,00 | 1,67 |
| %Elusi | 93,93% | 92,38% |
| Kapasitas adsorpsi | 0,89 mg/g | 0,72 mg/g |

Proses regenerasi dari adsorben bertujuan untuk melihat kemampuan penggunaan ulang adsorben yang akan digunakan untuk proses adsorpsi kembali. Regenerasi bertujuan untuk mengembalikan fungsi situs aktif kitosan sehingga adsorben dapat mengikat logam Ce(IV) kembali dan terjadi penataan ulang kembali gugus-gugus kitosan yang telah digunakan dalam proses adsorpsi dan elusi (Aulia dkk., 2017). Hasil yang didapatkan pada Tabel 3 menunjukkan bahwa adsorben hasil regenerasi memiliki kemampuan sama seperti adsorben awal dengan kapasitas adsorpsi sebesar masing-masing 93,26% dan 100%, namun persen elusi yang dihasilkan semakin menurun. Hal ini terjadi karena adsorben mampu menyerap logam Ce(IV) meskipun proses elusi tidak mampu mengeluarkan secara sempurna logam Ce(IV) yang terikat secara kompleks di dalam adsorben. Regenerasi menggunakan NaOH belum mampu secara maksimal mengeluarkan sisa adsorbat yang terdapat di dalam adsorben.

Stabilitas Kimia Adsorben Komposit Kitosan-Karbon *Beads*

Hasil dari stabilitas kimia adsorben komposit kitosan-karbon *beads* dalam asam asetat pada Tabel 4 menunjukkan bahwa glutaraldehid mampu mengikat silang gugus-gugus pada kitosan sehingga kitosan yang telah terikat silang lebih tahan terhadap asam daripada kitosan yang tidak terikat silang. *Crosslinking* membuat ikatan intramolekul melalui jembatan *crosslinker* dengan gugus aktif kitosan sehingga struktur kitosan menjadi lebih kuat dan meningkatkan stabilitasnya di dalam asam (Li dan Bai, 2005). Proses regenerasi yang melibatkan penggunaan EDTA yang sedikit asam secara berulang relatif tidak merusak struktur hasil *crosslinking* kitosan dengan glutaraldehid, sehingga adsorben komposit tetap stabil dalam penggunaan berulang.

Tabel 3. Hasil Regenerasi Adsorben Komposit Kitosan-Karbon *Beads*

| | Konsentrasi Ce(IV) (mg/L) | |
|--------------------|---------------------------|--------------|
| | Regenerasi 1 | Regenerasi 2 |
| Konsentrasi awal | 9,44 | 9,44 |
| Konsentrasi akhir | 1,11 | 0,56 |
| Kapasitas adsorpsi | 0,83 mg/g | 0,89 mg/g |
| % regenerasi | 93,26% | 100% |
| %Elusi | 73,35% | 43,81% |

Stabilitas Termal Adsorben Komposit Kitosan-Karbon *Beads*

Berdasarkan termogram TGA yang ditampilkan pada Gambar 2, terdapat puncak yang menunjukkan adanya perubahan massa yang mengindikasikan kalor yang terlihat pada setiap proses perubahan massa. Puncak I pada termogram menunjukkan bahwa pada kurva DTA (Tabel 5) terjadi proses endotermik yang ditunjukkan oleh munculnya puncak kebawah termogram DTA pada rentang suhu 49,30°C-171,78°C untuk adsorben awal dan 44,72°C-158,97°C untuk adsorben regenerasi. Hal tersebut menunjukkan bahwa terjadi proses dehidrasi atau lepasnya molekul air yang terdapat di dalam adsorben. Selain itu, berdasarkan termogram TGA dapat dilihat bahwa massa yang hilang pada adsorben awal lebih besar dibandingkan dengan adsorben regenerasi.

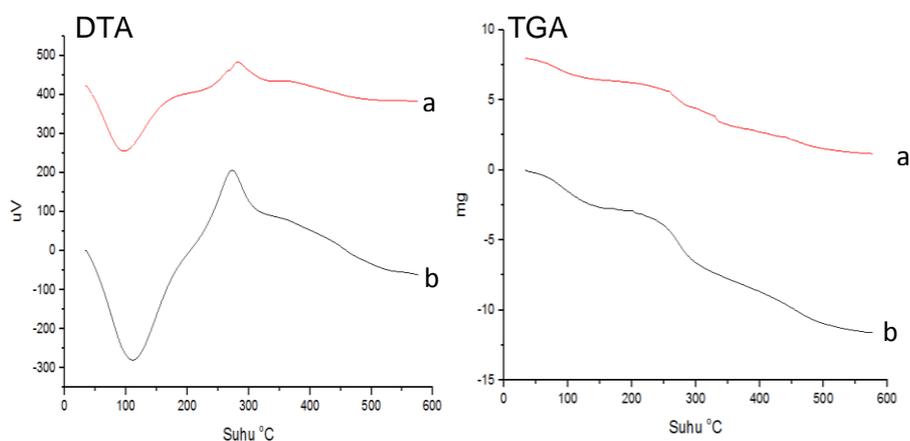
Tabel 4. Penentuan Stabilitas Kimia Adsorben Komposit Kitosan Karbon *Beads*

| Konsentrasi asam asetat yang digunakan | Kestabilan terhadap asam | | |
|--|---|-------------------------------------|---|
| | Kitosan-karbon <i>beads</i> tanpa crosslinking | Kitosan-karbon <i>beads</i> awal | Kitosan-karbon <i>beads</i> regenerasi |
| 1% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |
| 2% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |
| 3% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |
| 4% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |
| 5% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |
| 10% | Tidak stabil | Stabil | Stabil |

Tabel 5. Analisis DTA-TGA adsorben komposit kitosan karbon *beads*

| | Puncak | Rentang suhu | Proses | Massa yang hilang (mg) |
|--|--------|-------------------|----------|------------------------|
| Kitosan karbon <i>beads</i> awal | I | 49,30°C-171,78°C | Endoterm | 2,637 |
| | II | 233,41°C-303,11°C | Eksoterm | 4,222 |
| | III | 340,3°C-595,81°C | Eksoterm | 3,942 |
| Kitosan- karbon <i>beads</i> regenerasi | I | 44,72°C-158,97°C | Endoterm | 1,586 |
| | II | 257,20°C-315,23°C | Eksoterm | 5,191 |

Puncak II menunjukkan proses dekomposisi pada gugus ikatan C-N yang terjadi antara atom karbon dengan gugus amina (R-NH₂) yang melibatkan proses eksotermik pada rentang suhu 233,41 – 303,11°C untuk adsorben awal dan 257,20-315,23°C untuk adsorben regenerasi. Hal ini didasarkan pada nilai energi ikatan rata-rata yang kecil untuk ikatan C-N yaitu sebesar 66,24 kkal/mol (Fathurrahman dkk., 2007). Proses ini ditunjukkan oleh puncak ke atas termogram DTA. Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian Jiao dkk. (2011) yang menyatakan bahwa terjadi proses dekomposisi gugus imina yang dimulai pada suhu 214,3 - 351,3°C melalui proses pelepasan kalor (eksoterm). Penelitian yang sama oleh Fathurrahman dkk., (2017) juga melaporkan proses dekomposisi ikatan imina terjadi pada rentang suhu 240 - 340°C. Massa yang hilang pada adsorben hasil regenerasi lebih besar yaitu 5,191 mg dibandingkan dengan massa adsorben awal. Terjadi penurunan massa kembali pada adsorben awal yaitu sebesar 3,942 mg pada rentang suhu 340,3– 595,81°C. Proses yang terjadi adalah pemutusan ikatan C-C atau terjadi degradasi unit-unit kitosan. Hal ini diperkuat oleh penelitian yang dilakukan oleh Fathurrahman dkk (2017) yang menyatakan bahwa terjadi pemutusan ikatan C-C dari gugus kitosan pada rentang suhu 330-400°C. Sedangkan pada adsorben regenerasi tidak terjadi penurunan massa seperti adsorben awal.



Gambar 2. Termogram DTA/TGA (a) kitosan-karbon *beads* regenerasi (b) kitosan-karbon *beads* awal

Analisis TGA menunjukkan bahwa total pengurangan massa adsorben regenerasi lebih kecil dibandingkan dengan adsorben awal. Analisis pergeseran temperatur juga menunjukkan bahwa adsorben regenerasi mulai terdekomposisi pada suhu yang lebih tinggi dibandingkan dengan adsorben awal. Berdasarkan kedua hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa adsorben regenerasi mempunyai stabilitas termal yang lebih tinggi dibandingkan adsorben awal yang belum diregenerasi. Hal ini dikarenakan kemungkinan masih terdapat logam Ce(IV) yang terikat pada adsorben sehingga gugus dari kitosan lebih kuat karena terjadi pembentukan kompleks pada gugus-gugus kitosan dengan logam Ce(IV).

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa regenerasi adsorben menunjukkan bahwa adsorben komposit kitosan karbon *beads* dapat teregenerasi dengan hasil persen efisiensi regenerasi 1 sebesar 93,26% dan regenerasi 2 sebesar 100%. Stabilitas adsorben terhadap asam asetat menunjukkan adsorben komposit kitosan karbon *beads crosslinking* awal dan kitosan karbon *beads crosslinkin* regenerasi stabil terhadap asam asetat. Berdasarkan stabilitas termalnya kitosan karbon *beads crosslinking* regenerasi lebih stabil secara termal dibandingkan dengan kitosan karbon *beads crosslinking* awal.

DAFTAR PUSTAKA

- Aulia, D.A.N., Shofiyani, A. dan Zaharah, T.A., 2017, Penentuan Stabilitas Kimia dan Termal Membran Komposit Kitosan Tercetak Ion Logam pada Permukaan Karbon, *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 6, 4 23-24.
- Fathurrahman, M., Sugita, P. dan Purwaningsih, H., 2017, Sintesis dan Karakterisasi Kitosan Bertaut Silang Glutaraldehyda Sebagai Adsorben Pemurnian Minyak Akar Angi, *Jurnal Kimia dan Pendidikan*, 2, 1: 109-113.
- Gilhoum, A.A., Mafhouz, M.G., Rehem, S.T.A., Gomaa, N.A., Atia, A.A., Vincent, T. Dan Guibal, E., 2015, Cysteine-Functionalized Chitosan Magnetic Nano-Based Particles for the Recovery of Light and Heavy Rare Earth Metals : Uptake Kinetics and Sorption, *Journal Nanomaterials*, 5, 1: 154-179.
- Hastuti, B., Masykur, A. dan Ifada, F., 2011, Modifikasi Kitosan Melalui Proses Swelling dan Crosslinking Menggunakan Glutaraldehyt Sebagai Pengadsorpsi Logam Cr (Vi) pada Limbah Industri Batik, *Jurnal EKOSAINS*, 3, 3: 15-17.
- Hydari,S., Sharifard, H., Nabavinia, M. Dan Parvizi, M.R., 2012, A Comparative Investigation on Removal Performances of Commercial Activated Carbon, Chitosan Biosorbent and Chitosan/Activated Carbon Composite for Cadmium, *Journal Chemical Engineering*, 193 : 276-282
- Indrawati, D. dan Cahyaningrum, S.E., 2013, Pengaruh Perbandingan Komposisi Kitosan dan Silika Terhadap Karakterisasi Adsorben Kitosan-Silika *Bead*, *UNESA Journal of Chemistry*, 2, 1: 8-13.
- Jiao, T.F., Zhou, J., Gao, L., Xing, Y. dan Li X, 2011, Synthesis and Characterization of Chitosan-based Schiff Base Compounds with Aromatic Substituent Groups, *Iranian Polymer Journal*, 20, 2: 123-136.
- Lasindrang, M., Suwarno., Hadisusanto., Tandjung, S.D. dan Nitisastro, K.M., 2014, Adsorpsi Pencemaran Limbah Cair Industri Penyamakan Kulit oleh Kitosan yang Melapisi Arang Aktif Tempurung Kelapa, *Jurnal Tekno Sains*, 3, 2: 81-166.
- Mansuri, A., 2004, Peisahan Logam Tanah Jarang dari Mineral Monasit dengan Teknik Membran Cair Berpendukung, Institut Teknologi Bandung, Bandung (Skripsi).
- Ngah, W.S.W. dan Fathinathan, S., 2006, Chitosan Flakes and Chitosan-GLA for Adsorption of Nitrophenol in Aqueous Solution, *Colloids and Surf A Physicochem, Journal Colloid Surf*, 277 : 217-222.
- Li, N and Bai, R., 2005, Copper Adsorption on Chitosan Cellulose Hydrogel Beads:Behaviors and Mechanisms, *J. Separation and Purification Technology*, 42: 237–247.
- Noralia, E. dan Maharani, D.K, 2013, Filtrasi Ion Logm Cr⁶⁺ dengan Membran Komposit Kitosan Silika, *Journal of Chemistry*, 2: 24-28.

- Prasad, P.S., Gomathi, T. Dan Sudha, P.N., 2017, Synthesis and Characterization Chitosan Schiff Base (CSB) and its Polyethylene Glycol (PEG) Blend, *International Journal of Novel Trend in Pharmaceutical Sciences*, 7, 2: 57-63.
- Ramachandran, S., Nandhakumar, S. dan Dhanaraju, M.D., 2011, Formulation and Characterization of Glutaraldehyde Cross-Linked Chitosan Biodegradable Microspheres Loaded with Famitidine, *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 10, 3: 1-8.
- Roosen, J., Spooren, J. dan Binnemans, K., 2014, Adsorption Performance of Funtionalized Chitosan-Silica Hybrid Materials Toward Rare Earths, *Journal of Materials Chemistry A*, 2: 1941-19426.
- Zaharah, T.A., Shofiyani, A. dan Sayekti, E., 2015, Karakteristik Biomassa *Chlorella sp* Terimobilisasi pada Kitosan untuk Adsorpsi Kromium (III) dalam Larutan, *Jurnal Penelitian Kimia*, 11, 1: 15-28.