

FILTRASI ION LOGAM Fe(III) DENGAN MEMBRAN KOMPOSIT KITOSAN-GLISEROL

FILTRATION OF Fe(III) METAL ION WITH CHITOSAN-GLYCEROL COMPOSITE MEMBRANE

Yeni Indah Lestari * dan Dina Kartika Maharani

Department of Chemistry, Universitas Negeri Surabaya

Jl. Ketintang Surabaya(60231)telp.031-8298761

Korespondensi telp : 085655194225, email: yeni_lestariindah@yahoo.com

Abstrak. Membran komposit kitosan-gliserol telah dibuat dengan konsentrasi gliserol 0,5%. Membran komposit yang telah dihasilkan dibandingkan sifat mekaniknya dengan membran kitosan tanpa penambahan gliserol. Membran komposit kitosan-gliserol selanjutnya digunakan sebagai media filtrasi ion logam Fe(III). Pengujian karakter mekanik membran menggunakan autograph menunjukkan bahwa membran komposit kitosan gliserol memiliki sifat mekanik yang lebih baik dibanding membran kitosan, ditandai dengan modulus young mencapai 4,1 MPa sedangkan membran kitosan hanya 2,5 MPa. Kemampuan membran komposit kitosan-gliserol dalam menyaring ion logam Fe(III) dalam larutan yang dinyatakan sebagai koefisien rejeksi menunjukkan bahwa membran komposit kitosan-gliserol memiliki nilai koefisien rejeksi yang cukup tinggi yaitu 98,47 %.

Kata Kunci: Membran Kitosan-Gliserol, Filtrasi, Ion Logam Fe(III)

Abstract. Composite membrane of chitosan-glycerol has been made with glycerol concentration of 0.5%. Composite membrane was produced compared with the mechanical properties of chitosan membrane without the addition of glycerol. Composite membrane of chitosan-glycerol is then used as a filtration media of Fe(III) metal ion. Mechanical character test using autograph shows that chitosan-glycerol composite membrane has better mechanical properties than chitosan membrane, characterized by young modulus reached 4.1 MPa whereas only 2.5 MPa chitosan membrane. The ability of chitosan-glycerol composite membrane filter Fe (III) metal ions in solution expressed as a rejection coefficient indicates that the composite membrane of chitosan-glycerol has a high rejection coefficient value is 98.47%.

Keywords : Chitosan-Glycerol Membrane, Filtration, Fe(III) Metal Ion

PENDAHULUAN

Logam besi merupakan jenis logam yang kelimpahannya cukup banyak di alam. Zat besi sangat dibutuhkan oleh manusia untuk menghilangkan racun dalam tubuh. Senyawa besi dalam jumlah kecil di dalam tubuh manusia dapat berfungsi sebagai pembentuk sel-sel darah

merah, namun kadar ion logam besi yang melebihi dosis dari yang diperlukan oleh tubuh dapat menimbulkan masalah kesehatan. Besi dalam dosis besar dapat merusak dinding usus, yang selanjutnya mengakibatkan kematian. Hal ini dikarenakan tubuh manusia tidak dapat mengsekresi unsur Besi [1].

Kitosan merupakan hasil deasetilasi senyawa kitin yang didapat salah satunya dari hewan golongan *Crustacea*, diantaranya ialah kepiting. Kemampuan penyerapan logam berat oleh kitosan disebabkan karena kitosan memiliki satu kumpulan amina linier dalam setiap unit glukosanya. Kumpulan amina dalam kitosan tersebut memiliki pasangan elektron bebas yang dapat membentuk ikatan dengan kation logam, sehingga pemanfaatan kitosan dapat menjadi salah satu metode untuk mengatasi pencemaran logam berat[2].

Pembuatan kitosan dalam bentuk membran banyak dilakukan karena telah terbukti dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi kitosan. Besi di alam dalam bentuk ion Fe(III) yang merupakan golongan asam keras menurut klasifikasi HSAB Pearson, akan dapat diadsorpsi baik oleh adsorben yang memiliki gugus aktif yang termasuk dalam golongan basa keras[2].

Penggunaan membran yang terbuat dari polimer alami, misalnya kitosan memiliki sifat mekanik yang tidak terlalu baik, yaitu ketahanannya yang lemah terhadap tarikan dan regangan, serta strukturnya yang rapuh. Oleh karena itu, diperlukan modifikasi terhadap bahan dasar dari membran dengan menggunakan material lain sehingga diharapkan akan terbentuk membran dengan karakter yang lebih baik.

Penambahan material polimer lain seperti *plasticizer* diketahui dapat memperbaiki sifat mekanik membran. Penambahan gliserol 0,4% pada *edible film* aginat dan kitosan dapat menaikkan plastisitas film aginat dan kitosan sehingga film menjadi lebih fleksibel, lebih kuat, dan tidak mudah pecah[3]. Penambahan *plasticizer* Dimetil Ftalat dapat menaikkan fleksibilitas membran selulosa asetat[4]. Pengaruh tersebut disebabkan karena molekul *plasticizer* dapat melemahkan gaya intermolekul polimer sehingga membran akan lebih kuat dan tidak mudah pecah selama digunakan dalam proses pemisahan logam berat.

Pemilihan *plasticizer* gliserol disebabkan gliserol merupakan salah satu dari berbagai macam jenis *plasticizer* organik yang relatif mudah didapat, dapat diperbaharui karena merupakan *plasticizer* nabati dari asam lemak

kelapa sawit, juga tidak bersifat racun dan tidak berbahaya bagi lingkungan.

Pada penelitian ini akan dibuat membran komposit kitosan-gliserol dan membran kitosan sebagai pembanding sifat mekanik sehingga akan diperoleh karakteristik sifat mekanik membran, yang selanjutnya membran komposit kitosan-gliserol akan diaplikasikan sebagai media filtrasi ion logam Fe(III) sehingga seberapa besar kemampuan membran dalam menyaring ion logam Fe(III) akan diketahui dari nilai koefisien rejeksinya.

METODE PENELITIAN

Bahan

Beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini: Limbah cangkang kepiting spesies *Scylla sp*, NaOH 60%, HCl 1M, asam asetat 1%, Gliserol (p.a), AgNO₃, FeCl₃.6H₂O, indikator universal, kertas saring, akuades.

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah: Satu set alat refluks, *Hot Plate stirrer*, pengaduk magnet, cawan porselen, cawan petri, mortar, gelas ukur, gelas kimia, statif dan klem, kaca arloji, termometer raksa, neraca analitik, blender, ayakan 100 mesh, FTIR, AAS, *Autograph*, dan instrumen *dead-end*

PROSEDUR PENELITIAN

Isolasi Kitin dan Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau

Tahap Deproteinasi

Sebanyak 233,4 gram serbuk cangkang kepiting bakau berukuran 100 mesh direaksikan dengan NaOH 4% 1:10(b/v) selama 1 jam pada suhu 80°C menggunakan alat refluks.

Tahap Demineralisasi

Demineralisasi dilakukan dengan mereaksikan serbuk hasil deproteinasi dengan HCl 1M 1:15(b/v) selama 3 jam.

Tahap Deasetilasi

Kitin yang diperoleh dari proses deproteinasi-demineralisasi dideasetilasi menggunakan NaOH 50% (1:15 b/v) dan direfluks selama 2 jam pada suhu 100°C.

Karakterisasi Kitosan

Kitosan hasil sintesis dikarakterisasi meliputi uji gugus fungsional menggunakan FTIR, kadar air, kadar abu, uji ninhidrin dan derajat deasetilasi kitosan.

Pembuatan Membran Komposit Kitosan-Gliserosol dan Karakterisasi Sifat Mekaniknya

Larutan komposit dibuat dengan perbandingan larutan kitosan 2% dan larutan gliserol (1:1 v/v). Konsentrasi larutan gliserol yang digunakan ialah 0% dan 0,5%. Sebanyak 20 mL larutan komposit dituang pada media cetak (cawan petri) dan dikeringkan pada suhu ruang selama 3 hari hingga benar-benar kering kemudian dinetralkan menggunakan aquades. Pengujian sifat mekanik membran menggunakan *autograph* dilakukan dengan memotong membran hingga berukuran 1 x 6 cm, selanjutnya membran dijepit pada alat *autograph* kemudian dicatat nilai tegangan dan regangan pada saat membran putus.

Filtrasi Ion Logam Fe (III) Menggunakan Membran Komposit Kitosan-Gliserosol

Filtrasi ion logam Fe(III) dari 0, 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm dilakukan menggunakan sel *dead end*. Sisa larutan hasil filtrasi (*permeate*) diukur konsentrasinya menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*). Koefisien rejeksi (R) membran dapat dihitung menggunakan persamaan:

$$R\% = \left[1 - \frac{C_p}{C_f} \right] \times 100$$

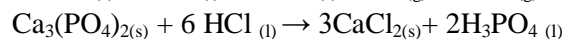
Dengan C_p ialah konsentrasi *permeate* dan C_f ialah konsentrasi larutan umpan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Kitin dan Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau

Proses isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau terdiri dari dua tahapan, yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Deproteinasi menyebabkan protein dalam cangkang kepiting bakau menjadi terekstrak dalam bentuk Na-proteinat (ion Na^+ mengikat ujung rantai protein yang bermuatan negatif) yang dapat larut, yang ditandai filtrat berwarna kuning. Pada proses demineralisasi,

mineral-mineral yang terdapat pada cangkang seperti CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dalam jumlah yang kecil akan hilang. Proses demineralisasi dinyatakan melalui reaksi berikut:



Terjadinya proses demineralisasi ditandai dengan terbentuknya gelembung-gelembung pada saat serbuk cangkang kepiting bakau hasil deproteinasi ditambahkan dengan HCl 1 M, yang merupakan gas CO_2 .

Dari proses deproteinasi-demineralisasi dihasilkan senyawa kitin. Pada penelitian ini diperoleh serbuk kitin sebanyak 75,25 gram dari 233,4 gram serbuk cangkang kepiting awal yang direaksikan, sehingga diperoleh rendemen kitin sebanyak 32,24 %.

Proses untuk mensintesis kitin menjadi kitosan sebagai bahan dasar pembuatan membran dilakukan melalui proses deasetilasi atau penghilangan gugus asetil yang masih terkandung dalam kitin. Proses deasetilasi menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan antara karbon dengan nitrogen pada gugus asetil kitin tersubstitusi menjadi gugus amina. Rendemen kitosan yang diperoleh pada penelitian ini ialah sebesar 17,52%.

Karakterisasi Kitosan

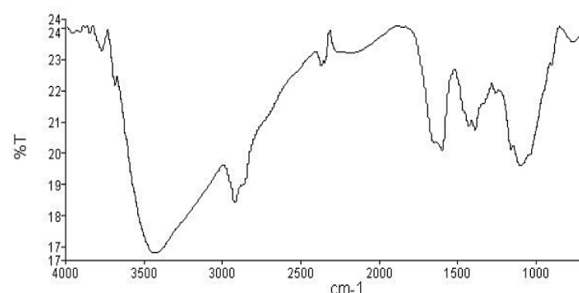
Kitosan hasil sintesis dikarakterisasi untuk membuktikan bahwa kitosan yang dihasilkan pada penelitian telah memenuhi parameter standar kitosan. Berikut adalah data karakter kitosan standar [5] dan kitosan hasil sintesis.

Tabel 1. Perbandingan Karakter Kitosan Standar dengan Kitosan Hasil Penelitian

Karakter	Kitosan Standar	Kitosan
Derajat Deasetilasi	Lebih dari 60 %	71,33%
Kadar Air	2-10%	5 %
Kadar Abu (750°C)	Kurang dari 1 %	0,96%
Uji ninhidrin	Ungu (+)	Ungu (+)

Analisis gugus fungsional kitosan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 1 berikut.

Spectrum Graph

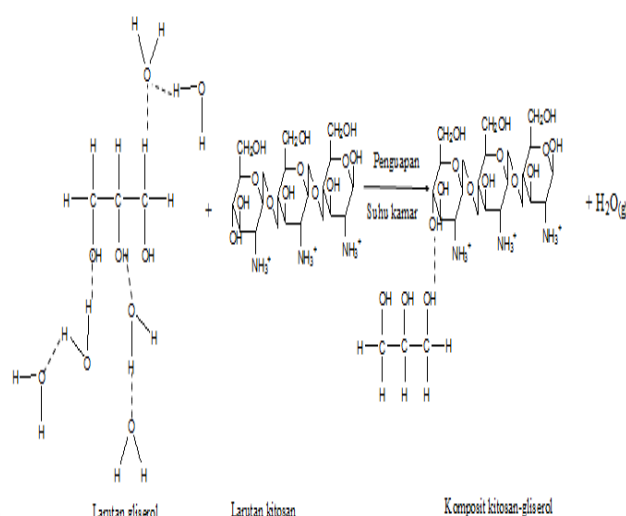


Gambar 1. Spektra kitosan hasil sintesis

Berdasarkan Gambar 1 Terlihat puncak-puncak serapan yang dapat diidentifikasi sebagai puncak khas gugus fungsional dalam senyawa kitosan, yaitu vibrasi ulur -OH di daerah bilangan gelombang $3433,95\text{cm}^{-1}$, serapan yang khas untuk gugus karbonil -C=O yang berasal dari gugus asetamida pada kitosan diidentifikasi pada bilangan gelombang 1650 cm^{-1} dan diperkuat oleh serapan pada bilangan gelombang $1385,64\text{ cm}^{-1}$. Terlihat juga adanya serapan di daerah $1094,16\text{ cm}^{-1}$ yang ditimbulkan oleh ikatan C-N (serapan dari 1350 cm^{-1} sampai 1000cm^{-1}). Adanya serapan C-H alkana ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang $2924,42\text{cm}^{-1}$, serta adanya gugus N-H primer yang ditandai dengan munculnya serapan medium di daerah $1598,79\text{ cm}^{-1}$. Dari data karakter serta data gugus fungsional yang teramati, maka dapat disimpulkan bahwa kitosan hasil sintesis telah memenuhi parameter kitosan standar.

Pembuatan Membran Komposit Kitosan-Gliserol dan Karakterisasi Sifat Mekaniknya

Dengan menggunakan metode inversi fasa, larutan komposit dicetak menjadi membran berfase padat. Interaksi yang terjadi antara kitosan dan gliserol dijelaskan seperti Gambar 2 berikut



Gambar 2. Interaksi hipotetik komposit kitosan-gliserol

Gliserol sangat mudah larut dalam air disebabkan struktur gliserol yang mengandung banyak gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dalam air. Larutan gliserol kemudian dicampur dengan larutan kitosan. Gliserol dapat berinteraksi dengan kitosan melalui pembentukan ikatan hidrogen antar molekul. Atom hidrogen dalam gugus hidroksil kitosan yang elektropositif dapat berinteraksi dengan atom oksigen pada gugus hidroksil gliserol yang elektronegatif sehingga terbentuk ikatan hidrogen. antara molekul kitosan dan molekul gliserol.

Membran komposit kitosan-gliserol yang telah dibuat diuji karakter mekaniknya dengan menggunakan *Autograph* dan dibandingkan dengan karakter mekanik membran kitosan tanpa penambahan gliserol. Pengujian sifat mekanik membran menggunakan *Autograph* menghasilkan data pada Tabel 1 berikut:

Tabel 2. Data sifat mekanik membran komposit kitosan-gliserol

Konsentrasi Gliserol (%)	Tegangan (N)	ΔL (mm)	Regangan (%)	Modulus Young (MPa)
0	7,30	1,76	2,94	2,50
0,5	37,30	5,53	9,21	4,10

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa penambahan gliserol dapat meningkatkan elastisitas membran dengan ditandai semakin tinggi nilai modulus young. Adanya molekul gliserol yang bertindak sebagai *plasticizer* akan dapat melemahkan gaya tarik antarmolekul sepanjang rantai kitosan sehingga dapat melunakkan struktur membran dan membran menjadi lebih tidak kaku atau lebih elastis[6]. Penambahan gliserol dapat mengakibatkan jarak antarmolekul menjadi semakin rapat karena adanya struktur gliserol yang menyisip di antara rantai kitosan. Dengan semakin rapat struktur membran, sehingga mengakibatkan struktur membran menjadi lebih teratur dan membran mempunyai kuatan tarik yang lebih bagus[7].

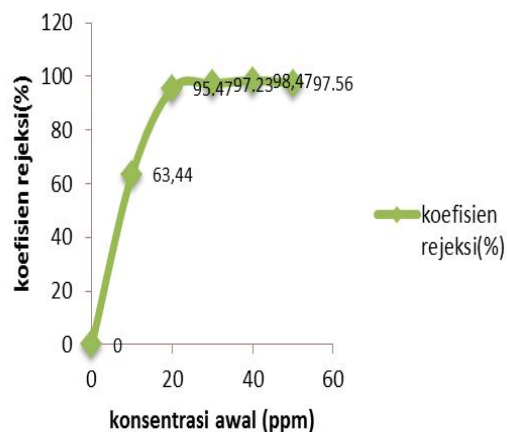
Filtrasi Ion Logam Fe (III) Menggunakan Membran Komposit Kitosan-Gliserol

Larutan umpan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi konsentrasi awal 0, 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm dilewatkan melalui membran komposit kitosan-gliserol dengan sistem aliran *dead-end*. Hasil filtrasi dinyatakan sebagai *permeate* dihitung konsentrasinya menggunakan spektrofotometer AAS menghasilkan data yang ditampilkan pada Tabel 3 berikut.

Tabel 3. Data konsentrasi ion logam Fe(III) sebelum dan sesudah difiltrasi.

Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi permeate (ppm)	Koef.rejeksi (%)
10	2,33	63,44
20	0,53	95,47
30	0,81	97,23
40	0,49	98,47
50	1,18	97,56

Berdasarkan Tabel 3, dapat dibuat grafik pengaruh konsentrasi awal larutan FeCl_3 terhadap koefisien rejeksi membran ion logam Fe(III) oleh membran komposit kitosan-gliserol seperti pada Gambar 3 berikut.



Gambar 6. Grafik data koefisien rejeksi membran

Berdasarkan grafik dapat dilihat bahwa koefisien rejeksi tertinggi diperoleh pada konsentrasi larutan awal Fe(III) 40 ppm yaitu sebesar 98,466%. Dari nilai koefisien rejeksi tersebut dapat diketahui bahwa membran komposit kitosan-gliserol dapat menahan ion-ion Fe(III) dalam larutan sebanyak 98,466% dan sisanya lolos tidak dapat ditahan oleh membran atau berdifusi melewati membran. Semakin tinggi konsentrasi larutan umpan, mengakibatkan benturan antar molekul zat terlarut semakin besar, dalam hal ini ialah ion logam Fe(III). Semakin banyak benturan molekul zat terlarut maka akan dapat mengakibatkan peluang molekul zat terlarut untuk lolos melewati membran semakin berkurang atau semakin banyak tertahan pada permukaan membran [8]. Dari konsentrasi 10 ppm hingga 40 ppm nilai koefisien rejeksi semakin meningkat disebabkan antar ion Fe(III) semakin banyak mengalami tumbukan sehingga dapat tertahan pada permukaan membran dan tidak lolos melewati membran. Namun pada konsentrasi 50 ppm nilai koefisien rejeksi mengalami penurunan nilai rejeksi. Dimungkinkan karena permukaan membran sudah jenuh dan tidak dapat menyaring ion logam Fe(III) lagi, sehingga nilai koefisien rejeksinya cenderung konstan atau turun.

Saat membran komposit kitosan-gliserol diinteraksikan dengan ion logam Fe(III) pada proses filtrasi, ion logam Fe(III) akan tertahan pada permukaan membran akibat adanya interaksi ion logam dengan gugus aktif yang terdapat pada membran komposit kitosan-

gliserol, yaitu gugus amina(NH₂) dan gugus hidroksil (OH). Hal tersebut disebabkan gugus fungsional NH₂ dan OH yang ada pada membran komposit kitosan-gliserol dapat bertindak sebagai ligan yang memiliki pasangan elektron bebas dan dapat mendonorkan pasangan elektronnya. Dalam hal ini ligan NH₂ maupun OH merupakan basa keras yang dapat dengan kuat mempolarisasi ion logam Fe(III) yang merupakan asam keras dan kemudian membentuk kompleks kitosan-logam.

KESIMPULAN

Sifat mekanik membran semakin meningkat dengan penambahan gliserol jika dibandingkan tanpa penambahan gliserol, membran kitosan memiliki modulus young 2,5 MPa sedangkan membran komposit kitosan-gliserol dapat mencapai 4,1 MPa. Membran komposit kitosan-gliserol dapat menurunkan kadar ion logam Fe(III) dalam larutan hingga mencapai persen rejeksi 98,446%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ridwan, Saifudin. 2005. Kombinasi Media Filter untuk Menurunkan Kadar Besi(Fe). *Jurnal Penelitian Sains dan Teknologi*. Vol.Y.No.1.2005.
2. Hewanto, Bimbing. dan Eko Santoso. 2006. Adsorpsi Ion Logam Pb(II) Pada Membran Selulosa-Khitosan Terikat Silang. *Akta Kimindo Vol. 2 No. 1 Oktober 2006: 9 – 24*
3. Laksono, E.W., Prodjosantoso, A.K., dan Jaslin Ikhsan. 2008. Koadsorpsi Cr-Fe oleh Kitosan. *Jurnal Penelitian Saintek, Vol. 13, No. 1, April 2008: 95-109*.
4. Pranoto, Yudi. 2007. Kajian Sifat Fisik-Mekanik dan Mikrostruktur Edible Film Alginat dan Kitosan dengan Penambahan Gliserol. *Prosiding Seminar Nasional PATPI Bandung, 2007*.
5. Suhardi. 1993. Khitin dan Khitosan. Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi. Yogyakarta.UGM
6. Suyatma, E.N., Tighzert, Lan and Copinet, Alien. 2005. Effects of Hydrophilic Plasticizers on Mechanical, Thermal, and Surface Properties of Chitosan Films. *Journal of Agricultural and Food Chemistry 2005, 53, 3950-3957*.
7. Meriatna, 2008. *Penggunaan Membran Kitosan Untuk Menurunkan Kadar Logam Krom (Cr) dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Industri Pelapisan Logam*. Tesis Universitas Sumatera Utara.
8. Ahmad, Syahril. 2010. Aplikasi Membran Osmosa Balik Untuk Pengolahan Limbah Cair Logam Berat. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol.11 No.3 Juni 2012 Hal 164-167.