

**PENGARUH pH DAN WAKTU KONTAK PADA ADSORPSI Pb(II)
MENGUNAKAN ADSORBEN KITIN TERFOSFORILASI DARI LIMBAH
CANGKANG BEKICOT (*Achatina fulica*)**

Yogi Rifki Wijayanto, Darjito* dan Yuniar Ponco Prananto

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya,
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email : darjito@ub.ac.id

ABSTRAK

Limbah cangkang bekicot mengandung kitin yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben ion logam berat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi kitin terhadap ion Pb(II) dengan cara fosforilasi dan juga mempelajari pengaruh pH dan waktu kontak larutan terhadap adsorpsi Pb(II) pada kitin terfosforilasi. Kitin diisolasi dari cangkang bekicot melalui proses deproteinasi dan demineralisasi. Kitin difosforilasi dengan asam fosfat dan dinatrium hidrogen fosfat. Penelitian dilakukan dengan variasi pH 2, 3, 4 dan 5 serta variasi waktu kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit. Hasil yang diperoleh yaitu adsorpsi ion Pb(II) secara maksimum diperoleh pada pH 4 sebesar 86,45% dan waktu kontak selama 60 menit.

Kata kunci: adsorpsi, kitin, fosforilasi, Pb(II).

ABSTRACT

Waste snail shells contain chitin that can be used as adsorbent of heavy metal ions. The purpose of this research is to increase the adsorption capacity of chitin against ion Pb (II) by phosphorylation and also study the effects of solution pH and contact time on the adsorption of Pb (II) on chitin phosphorylated. Chitin was isolated from snail shells through deproteinasi and demineralization. Phosphorylated chitin with phosphoric acid and disodium hydrogen phosphate. The study was conducted with variation of pH 2, 3, 4 and 5 as well as the variation in contact time 20, 40, 60, 80, 100 and 120 minutes. The results obtained by the adsorption Pb (II) the maximum obtained at pH 4 by 86.45% and a 60 minute contact time.

Keywords: adsorption, chitin, phosphorylation, Pb (II).

PENDAHULUAN

Logam berat merupakan suatu jenis unsur yang dapat membahayakan kehidupan jika konsentrasinya melebihi ambang batas yang telah ditentukan. Menurut Darmono [1] logam berat yang biasanya ditemukan sebagai zat pencemar adalah logam berat yang mudah menguap dan larut dalam air, seperti timbal (Pb).

Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No. 51/MenLH/10/1998 tentang baku mutu limbah cair bagi kegiatan industri ambang batas logam timbal (Pb) adalah 0,1-1 mg/L. Pb relatif dapat melarut dalam air dengan pH < 5 dimana air yang bersentuhan dengan timbal dalam suatu periode waktu dapat mengandung > 1 µg Pb/dm³, sedangkan batas kandungan dalam air minum adalah 50 µg Pb/dm³ [2].

Cabuk, dkk dalam Sunarya [3] menyatakan berbagai usaha dilakukan untuk mengatasi pencemaran logam berat ini, diantaranya dengan metode fisika kimia seperti presipitasi kimia, osmosis balik, pertukaran ion, dan bioreduksi. Akan tetapi, metode tersebut mahal dan tidak efektif terutama pada konsentrasi 1-100 ppm. Sebagai alternatif dapat dilakukan dengan metode adsorpsi.

Metode adsorpsi umumnya berdasar interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang ada pada permukaan adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks [4]. Salah satu padatan yang kaya akan gugus fungsi tersebut adalah kitin. Kitin memiliki gugus hidroksil dan amida yang reaktif sehingga cukup baik digunakan sebagai adsorben.

Kitin memiliki beberapa keunggulan dibanding kitosan, untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi kitin, dapat dilakukan dengan memodifikasi gugus hidroksil melalui reaksi xanthanasi dan fosforilasi seperti dilaporkan oleh Kim, dkk [5].

Sebagaimana yang telah disampaikan Sawyer dan Mc Carty pada tahun 1978 [6] proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu luas permukaan, sifat adsorbat, konsentrasi adsorbat, pH larutan, waktu kontak dan temperatur. Pada penelitian kali ini akan dipergunakan dua parameter yaitu pH larutan dan waktu kontak.

METODOLOGI PERCOBAAN

Alat dan bahan

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA 6200, Spektrofotometer *FTIR* JASCO FT/IR – 5300, oven Fisher Scientific 655 F dan *shaker* rotator type H-SR-200.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu cangkang bekicot, NaOH 3,5%, HCl 37%, padatan urea, H₃PO₄, padatan Na₂HPO₄, padatan lantan LaCl₃.6H₂O, HNO₃ pekat, padatan Pb(NO₃)₂, dimetilformamida (DMF).

Isolasi kitin dari limbah cangkang bekicot

Cangkang bekicot ditumbuk menggunakan mortar. Selanjutnya dilakukan pengayakan 120-150 mesh, serbuk ditambah larutan NaOH 3,5% perbandingan 1:10 (b/v), dipanaskan pada suhu 65 °C selama 2 jam. Lalu disaring dengan kertas whatman dan residu dicuci dengan akuades. Dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam.

Serbuk hasil deproteinasi ditambahkan larutan HCl 1 M perbandingan 1:15 (b/v), kemudian dipanaskan pada suhu 60 °C selama 30 menit. Lalu larutan disaring dan hasilnya

dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. Serbuk yang dihasilkan dianalisis dengan spektroskopi *FT-IR* untuk memastikan gugus fungsi serbuk tersebut adalah kitin.

Fosforilasi adsorben kitin

Adsorben kitin hasil isolasi dari limbah cangkang bekicot sebanyak 10 gram dicampur dengan 5 gram urea dan 5 gram campuran fosfat (dengan komposisi 2 gram H₃PO₄ dan 3 gram Na₂HPO₄). Campuran dibiarkan pada udara terbuka sampai 30 menit lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 1 jam. Kemudian dicampur dengan 100 mL dimetilformamida dan direaksikan selama 5 jam pada suhu 100 °C dalam penangas air. Larutan disaring dan residu dicuci dengan akuades. Hasil dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. Kitin yang terfosforilasi dianalisa dengan spektroskopi infrared.

Pengaruh variasi pH pada adsorpsi Pb(II) dengan adsorben kitin terfosforilasi

Larutan Pb(II) 100 ppm sebanyak 10 mL diatur menjadi pH 2, 3, 4 dan 5 dengan penambahan HCl 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 gram adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan pada kecepatan 125 rpm dengan waktu kontak 60 menit lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 25 mL. Kemudian ditambah 1 mL HNO₃ pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditambahkan akuades. Diukur konsentrasi ion Pb(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

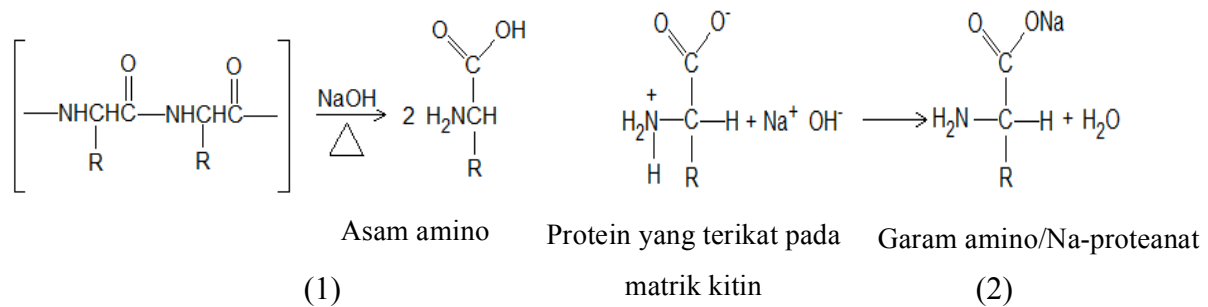
Pengaruh variasi waktu kontak pada adsorpsi Pb(II) dengan adsorben kitin terfosforilasi

Larutan Pb(II) 100 ppm sebanyak 10 mL diatur menjadi pH 4 dengan penambahan HCl 0,1 M. kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 gram adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan pada kecepatan 125 rpm dengan variasi waktu kontak 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 menit lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 25 mL. Kemudian ditambah 1 mL HNO₃ pekat dan 5 tetes larutan lantan lalu ditambahkan akuades. Diukur konsentrasi ion Pb(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom.

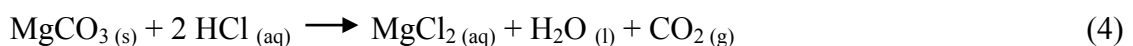
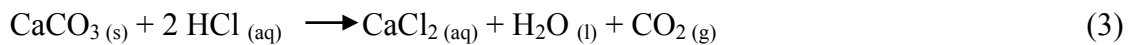
HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi kitin dari limbah cangkang bekicot

Proses pemurnian kitin yang berasal dari limbah cangkang bekicot melalui tahap deproteinasi dan demineralisasi. Proses deproteinasi dilakukan dengan menambah NaOH 1M 3,5% dengan perbandingan 1:10 (b/v) pada serbuk cangkang bekicot yang lolos ayakan 120 mesh dan tertahan pada ayakan 150 mesh. Rendemen yang dihasilkan sebesar 98,02% dari 100 gram serbuk cangkang bekicot diperoleh 98,02 gram hasil deproteinasi. Reaksi yang terjadi seperti pada persamaan 1 dan 2.



Pada proses demineralisasi dilakukan penambahan HCl 1 M pada serbuk hasil deproteinasi dengan perbandingan 1:15 (b/v). Rendemen yang dihasilkan sebesar 24,08% dari 60 gram serbuk hasil deproteinasi diperoleh serbuk kitin sebesar 14,45 gram. Reaksi yang terjadi seperti pada persamaan reaksi 3 dan 4.



Data spektra kitin hasil isolasi dengan kitin literatur tersaji pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan karakteristik gugus fungsional kitin dari literatur dengan hasil pengukuran

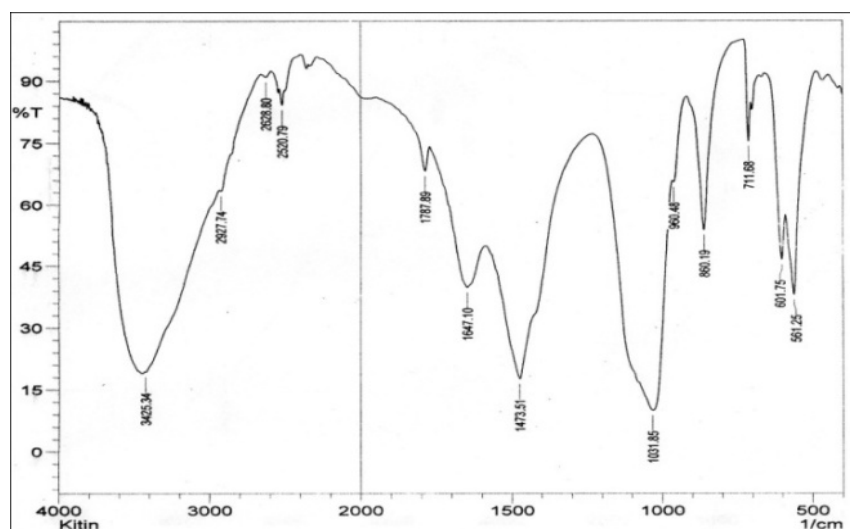
Bilangan Gelombang Kitin (cm ⁻¹)		Keterangan
Literatur	Hasil Penelitian	
3401	3411,84	Vibrasi ulur gugus -OH
1082,0	1083,92	Vibrasi ulur gugus -C-O-
2921 dan 2853	2918,1 dan 2852,52	Vibrasi ulur gugus -CH ₃ dan -CH ₂ -
1483	1479,30	Gugus -CH ₃ yang terikat pada amida (-NHCOCH ₃)
1647,1	1647,1	Gugus C = O suatu amida (-NHCO)

Berdasarkan perbandingan pada Tabel 1, terdapat banyak kemiripan antara gugus fungsi kitin. Hal ini dapat dilihat dari puncak pada bilangan gelombang 1479,30 cm⁻¹ yang merupakan gugus dari CH₃ yang terikat pada amida (NHCOCH₃) dan puncak pada bilangan gelombang 1647,1 cm⁻¹ yang merupakan bilangan gelombang dari gugus C=O suatu amida.

Hal ini juga diperkuat oleh adanya serapan pada daerah $1083,92\text{ cm}^{-1}$. Derajat deasetilasi (DD) dari kitin hasil sebesar 52,21%. Nilai DD ini juga mendukung pernyataan bahwa suatu kitin memiliki nilai DD kurang dari 60%.

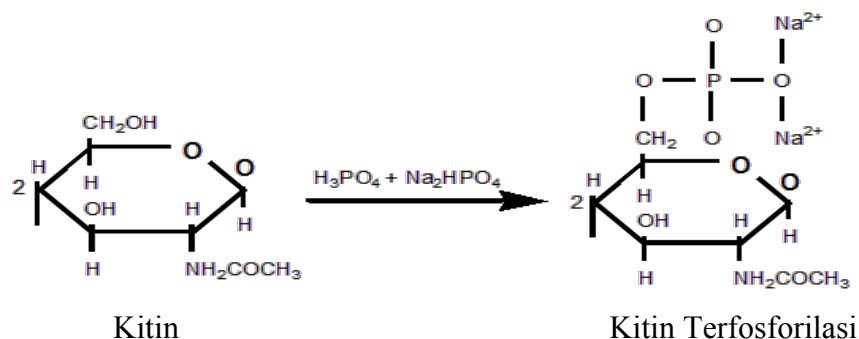
Fosforilasi adsorben kitin

Proses fosforilasi kitin dilakukan dengan menambahkan urea dan campuran fosfat yang terdiri dari H_3PO_4 dan Na_2HPO_4 pada adsorben kitin dalam pelarut dimetilformamida (DMF). Adsorben kitin hasil dari proses fosforilasi dilakukan identifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Data spektra IR kitin terfosforilasi tersaji pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektra IR kitin terfosforilasi

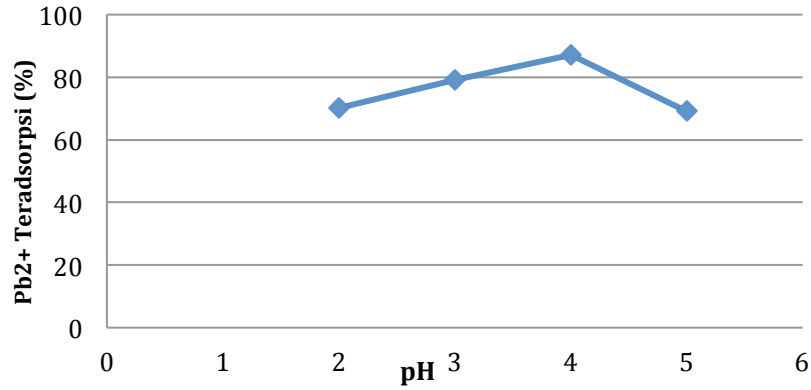
Berdasarkan spektra IR kitin terfosforilasi pada Gambar 2, jika dibandingkan dengan hasil penelitian pada Tabel 1, terdapat perbedaan spektrum pada bilangan gelombang $1031,85\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus dari fosfat (PO_4^{3-}). Reaksi yang terjadi seperti tersaji pada Gambar 2.



Gambar 2. Reaksi fosforilasi kitin

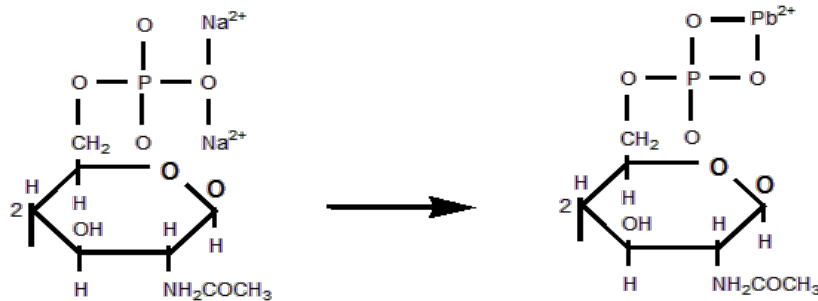
Pengaruh pH pada adsorpsi Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi

Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan variasi pH 2, 3, 4, dan 5 dengan waktu kontak 60 menit. Hubungan antara variasi pH terhadap persen Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Kurva hubungan pH terhadap persen Pb²⁺ teradsorpsi

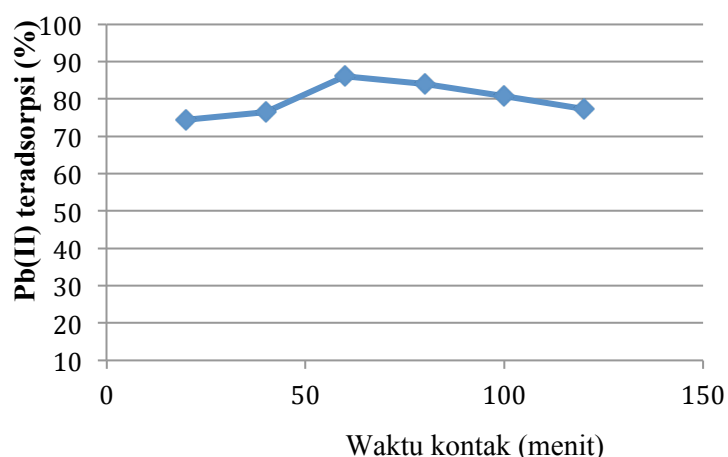
Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa persen Pb(II) teradsorpsi, terus mengalami peningkatan dari pH 2 sampai pH 4. Sedangkan pada pH 5 persen Pb(II) teradsorpsi menurun. Sehingga dapat disimpulkan bahwa Pb(II) teradsorpsi sebesar 86,46±1,04%. Reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi Pb(II) adalah seperti tersaji pada Gambar 4.



Gambar 4. Reaksi pengikatan Pb(II) oleh kitin terfosforilasi

Pengaruh waktu kontak pada adsorpsi Pb(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi

Hubungan antara waktu kontak dengan persen Pb(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 5. Berdasarkan grafik pada Gambar 5 terlihat bahwa persen Pb(II) teradsorpsi meningkat dari waktu kontak 20 menit sampai 60 menit. Pada waktu kontak 80 sampai 120 menit, terjadi penurunan persen Pb(II) teradsorpsi. Dari hasil analisis dapat disimpulkan bahwa waktu kontak optimum terjadi pada waktu kontak 60 menit dengan persen Pb(II) teradsorpsi sebesar 86,11±0,24%.



Gambar 5. Kurva hubungan waktu kontak terhadap persen Pb(II) teradsorpsi

KESIMPULAN

Proses fosforilasi kitin mampu meningkatkan daya adsorpsi kitin terhadap ion Pb(II). Kondisi pH optimum adsorpsi Pb(II) yaitu pada pH 4 sebesar 86,45% dengan waktu kontak selama 60 menit.

UCAPAN TERIMAKASIH

Sebagian dana dari penelitian ini diperoleh dari Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya dan terimakasih kepada Hadi Kurniawan selaku laboran Laboratorium UPT Instrumentasi atas bantuannya dalam analisa dengan spektrofotometer inframerah dan Aprial selaku laboran Laboratorium Anorganik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Darmono, 1995, Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup, UI-press, Jakarta.
2. Herman, D. Z., 2006, Tinjauan Terhadap Tailing Mengandung Unsur Pencemar Arsen (As), Merkuri (Hg), Timbal (Pb), Dan Kadmium (Cd) Dari Sisa Pengolahan Bijih Logam, Pusat Sumber Daya Geologi, Bandung.
3. Sunarya, A. I., 2006, Biosorpsi Logam Berat Pb(II) dan Cd(II) Menggunakan Kulit Jeruk Siam (*Citrus reticulata*), Skripsi, FMIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
4. Stum W, dan Morgan, J.J., 1996, Aquatic Chemistry, John Wiley and Sons, New York.
5. Kim, S.H., Song, H., Nisola, G.M., and, Ahn, J., 2006, Adsorption of Lead(II) Ion using Surface-Modified Chitins, *J. Ind. Eng. Chem*, Vol 12., No3, 469-475.
6. Sawyer, C.N dan P.L Mc Carty, 1987, Chemistry of Engineering, Third Ed., Mc Graw Hill, Kogakusha Ltd., Tokyo.