

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

Sasmita Hanjaya, Darjito*, Danar Purwonugroho

*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

Pada penelitian ini telah dibuat adsorben yang memanfaatkan limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) sebagai pengadsorpsi ion Cd(II). Penelitian ini dilakukan dengan tujuan mengetahui pengaruh pH dan lama waktu kontak pada adsorpsi ion Cd(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi. Kitin hasil isolasi dari cangkang bekicot dikarakterisasi dengan FTIR dan dihitung derajat deasetilasinya. Adsorpsi ion Cd(II) oleh kitin terfosforilasi dilakukan menggunakan metode *Bach* dengan variasi pH larutan (3, 4, 5, 6, 7) dan lama waktu kontak (30, 60, 90, 120, 150 menit). Hasil adsorpsi ion Cd(II) oleh kitin terfosforilasi dianalisa dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil dari penelitian ini didapatkan derajat deasetilasi kitin sebesar 46,722%. Kondisi optimum adsorpsi ion Cd(II) oleh kitin fosforilasi terjadi pada pH 4, dan waktu kontak 60 menit dengan prosen adsorpsi masing-masing 92,3% dan 75,3%.

Kata kunci: adsorpsi, cangkang bekicot, fosforilasi, kadmium, kitin.

ABSTRACT

The adsorbent of Cd(II) ion from snail shell (*Achatina fulica*) waste had been made in this research. The aim of this research were to know the effect of pH and contact length on adsorption Cd(II) ions using phosphorylated chitin. The chitin from snail shell was characterized by FTIR and deacetylation degrees was counted. *Bach* method was used to adsorp Cd(II) ion with pH variation (3, 4, 5, 6, 7) and contact length (30, 60, 90, 120, 150 minutes). Then the adsorption results was measured with Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The results showed that adsorbent had deacetylation degree of 46.772%. Optimum condition of pH and contact length were occurred by 4 and 60 minutes with 92.3% and 75.3% respectively present of Cd(II) adsorption.

Keywords: adsorption, cadmium, chitin, phosphorylated, snail shells.

PENDAHULUAN

Pada era globalisasi ini banyak ditemukan pencemaran logam baik dilingkungan perairan, udara maupun di daratan. Hal ini dapat terjadi karena semakin berkembangnya teknologi yang digunakan. Kadmium merupakan salah satu logam berat yang sering dijumpai pada limbah-limbah pertambangan, pertanian, dan limbah industri [1]. Limbah logam berat yang mencemari lingkungan air secara berlebihan akan bersifat sebagai racun (*toxic*). Salah satu contohnya yaitu pada industri yang berpotensi mengeluarkan sisa-sisa pembuangan

limbah yang dapat mencemari lingkungan perairan disekitarnya [2]. Keracunan kadmium pada manusia dapat menyebabkan terganggunya sistem reproduksi, tidak berfungsinya ginjal, dan kerusakan sistem saraf [3], oleh sebab itu dibutuhkan metode yang efektif, ramah lingkungan, tidak mengandung toksik, dan prosesnya tidak membutuhkan biaya yang tinggi yaitu metode adsorpsi. Metode adsorpsi ini dapat digunakan dalam jumlah skala kecil untuk menganalisa kandungan logam pada pembuangan limbah akhir, selain itu mudah dalam perlakuannya. Metode adsorpsi terjadi proses interaksi antara ion logam dengan gugus fungsional yang terdapat pada bagian adsorben, dengan adanya interaksi pembentukan kompleks [4]. Adsorben yang dapat digunakan yaitu mempunyai banyak gugus hidroksil dan amida untuk bisa mengadsorpsi ion logam, seperti pada kitin.

Kitin merupakan bahan organik yang ada pada kelompok hewan mollusca, crustaceae, insekta, dan arthropoda, karena cangkang kepiting, udang, dan lobster kandungan kitinnya cukup tinggi sebanyak 20-50% [5]. Kitin juga diketahui terdapat pada kulit bekicot, siput, kepiting, dan kerang [6]. Pada penelitian ini memanfaatkan kitin yang diisolasi dari cangkang bekicot melalui proses demineralisasi dan deproteinasi. Kemudian kitin dilakukan proses fosforilasi dengan penambahan urea, asam fosfat, dan dinatrium hidrogen fosfat, dengan tujuan untuk menambah situs aktif kitin, sehingga diharapkan dapat meningkatkan daya adsorpsi dari adsorben terhadap ion Cd(II). Sesuai dengan teori asam-basa Lewis yaitu kitin yang telah terfosforilasi mengandung lebih banyak situs aktif yang bertindak basa, sehingga diharapkan mampu mengikat ion lebih kuat seperti ion Cd(II) yang bersifat asam [7]. Kondisi optimum adsorpsi ditentukan melalui variasi pH antara 3-7 dan lama waktu ion Cd(II) secara maksimum. Faktor-faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain, sifat dan konsentrasi adsorbat, luas permukaan, pH larutan, temperatur, dan lama kontak antara adsorbat dengan adsorben [8].

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cangkang bekicot, Kadmium (Cd), NaOH, HCl, Urea, H₃PO₄, Na₂HPO₄, HNO₃ pekat 65%, dimetilformamida (DMF), dan akuades. Peralatan yang digunakan antara lain timbangan Ohaus PA214, pH indikator *Merck*, spektrofotometer *FTIR* Shimadzu 8400S, Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA 6200, *shaker* WiseShake SHO-2D.

Prosedur

Preparasi adsorben kitin terfosforilasi

Adsorben kitin sebanyak 10 g ditambahkan 5 g urea dan campuran fosfat (dengan komposisi 2 mL H_3PO_4 dan 3 g Na_2HPO_4). Campuran didiamkan pada udara terbuka sampai 30 menit setelah itu dikeringkan dalam oven pada temperatur 70 °C selama 1 jam, kemudian ditambahkan 100 mL DMF dan direaksikan selama 5 jam pada temperatur 100 °C dalam penangas air. Larutan disaring dan residu dicuci dengan akuades untuk menghilangkan pereaksi berlebih. Hasil yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C selama 3 jam kemudian didinginkan dalam desikator. Kitin yang terfosforilasi dianalisa dengan menggunakan alat spektrofotometer *FTIR*.

Penentuan pengaruh pH pada adsorpsi Cd(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi

Larutan Cd(II) 100 ppm sebanyak 10 mL diatur menjadi pH 3 dengan HCl 0,1 M. Larutan dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades pH 3 hingga tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi, kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 60 menit. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dimasukkan kedalam botol sampel, ditambah 1 mL HNO_3 pekat 65%. Larutan yang sudah diasamkan kemudian diukur konsentrasi ion Cd(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom. Perlakuan diulang dengan variasi pH 4, 5, 6, dan 7.

Penentuan pengaruh waktu kontak pada adsorpsi Cd(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi

Larutan Cd(II) 100 ppm sebanyak 10 mL diatur menjadi pH optimum, dengan penambahan HCl 0,1 M. Setelah itu dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan dengan akuades pH 4 hingga tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi. Kemudian dilakukan pengocokan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 30 menit. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dimasukkan kedalam botol sampel, ditambah 1 mL HNO_3 pekat 65%. Larutan yang sudah diasamkan kemudian diukur konsentrasi ion Cd(II) sisa dengan spektrofotometer serapan atom. Perlakuan diulang dengan variasi waktu kontak 60, 90, 120, dan 150 menit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi adsorben kitin terfosforilasi

Proses preparasi adsorben kitin terfosforilasi dari cangkang bekicot terdiri dari dua tahapan yaitu isolasi kitin dan fosforilasi. Proses isolasi kitin dilakukan dengan menambahkan larutan NaOH 3,5% untuk menghilangkan kandungan protein, kemudian demineralisasi dengan menambahkan HCl 1M untuk menghilangkan kandungan mineral dalam cangkang bekicot. Proses fosforilasi dengan menambahkan urea dan fosfat yang terdiri dari H_3PO_4 dan Na_2HPO_4 . Penambahan gugus fosforilasi pada kitin ini bertujuan untuk meningkatkan situs negatifnya, sehingga nantinya ikatan elektrostatik antara ion logam dengan kitin fosforilasi semakin kuat. Kitin fosforilasi yang diperoleh diidentifikasi gugus fungsinya dengan menggunakan spektrofotometer *FTIR*.

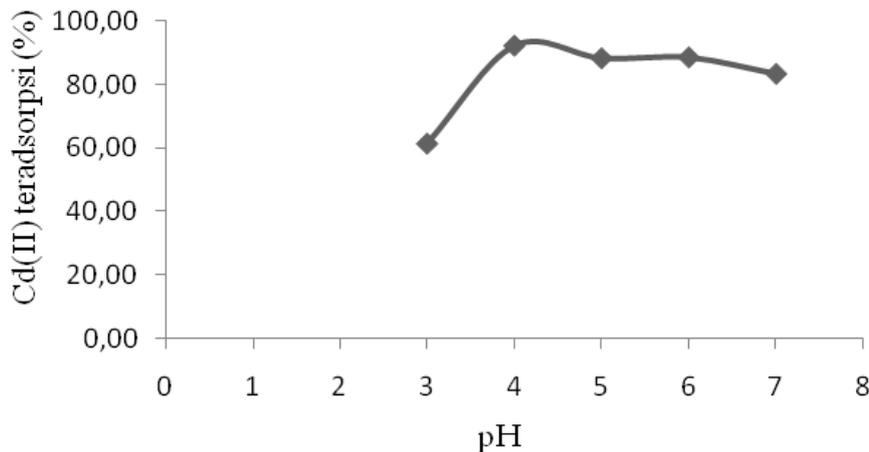
Tabel 1. Data spektra IR kitin hasil isolasi dan kitin terfosforilasi

No	Gugus Fungsi	Bilangan gelombang Kitin isolasi	Bilangan gelombang Kitin Terfosforilasi
1	Vibrasi ulur gugus -OH	3423,41	3422,45
2	Vibrasi ulur gugus -CH ₃ dan -CH ₂ -	2981,74 dan 2852,52	2920,99 dan 2853,49
3	Gugus C=O suatu amida (-NHCO)	1787,89	1787,89
4	Gugus -CH ₃ yang terikat pada amida (-NHCOCH ₃)	1475,44	1473,51
5	Vibrasi ulur gugus -C-O-	1083,92	1033,77

Dari data Tabel 1 terlihat bahwa kitin yang telah dimodifikasi menjadi kitin terfosforilasi tidak menghilangkan gugus-gugus yang ada pada kitin isolasi, akan tetapi hanya menambahkan gugus fosfat yang terikat pada -OH dari kitin isolasi. Dilihat dari analisis gugus yang didapat dari spektra IR nampak jelas perbedaan pada bilangan gelombang 1083,92 cm^{-1} menjadi 1033,77 cm^{-1} adanya fosfat yang terikat, hal tersebut dapat dikatakan bahwa serbuk yang diperoleh adalah kitin terfosforilasi.

Penentuan pengaruh pH pada adsorpsi Cd(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi

Penentuan pengaruh pH terhadap adsorpsi Cd(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi dilakukan variasi pada pH 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan waktu kontak masing-masing 60 menit. Hubungan antara variasi pH terhadap persen Cd(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 1:



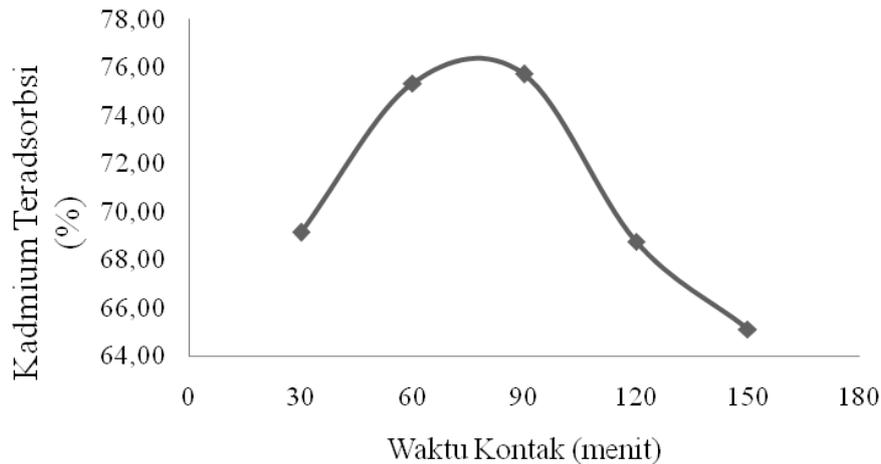
Gambar 1. Kurva hubungan variasi pH terhadap persen Cd(II) teradsorpsi

Berdasarkan grafik pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa persen Cd(II) teradsorpsi mengalami peningkatan dari pH 3 sampai pH 4, hal ini dipengaruhi oleh penambahan HCl pada larutan Cd(II). Pada pH 3 dan 4 penambahan HCl pelarutan relatif banyak sehingga menyebabkan peningkatan jumlah ion H^+ pada larutan, dan terjadi persaingan antara ion H^+ dengan Cd(II) untuk berikatan dengan pasangan elektron bebas pada kitin fosforilasi yaitu elektron bebas dari -O- pada gugus fosfat (PO_4^{3-}) maupun amida. Pada variasi pH 5, 6, dan 7 terlihat persen Cd(II) teradsorpsi menurun, hal ini dikarenakan ion H^+ juga mulai mengalami penurunan sehingga adsorpsi Cd(II) lebih menguntungkan.

Dari hasil perhitungan uji statistik bahwa pH memberikan pengaruh yang nyata terhadap persen Cd teradsorpsi. Pada uji BNT, perlakuan variasi pH 3, 6, dan 7 menunjukkan beda nyata pada persen Cd teradsorpsi. Dari hasil analisis pada pH 4 dan 5 menunjukkan tidak beda nyata, rata-rata prosen teradsorpsi pada pH 4 sebesar 92,3% dan pH 5 sebesar 88,4%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pH optimumnya yaitu pH 4.

Penentuan pengaruh waktu kontak pada adsorpsi Cd(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi

Menurut hasil penelitian Purnawasiwi yaitu proses adsorpsi dipengaruhi oleh waktu kontak antara adsorben kitin fosforilasi dengan larutan kadmium [9]. Penelitian ini dilakukan pH 4 sebagai pH optimum, untuk variasi waktu kontak yaitu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Hubungan antara waktu kontak dengan persen kadmium tersaji pada Gambar 2:



Gambar 2. Kurva hubungan variasi waktu kontak terhadap persen Cd(II) teradsorpsi

Berdasarkan grafik pada Gambar 2 terlihat bahwa Cd(II) teradsorpsi meningkat dari waktu kontak menit ke 30, 60, dan 90. Hal tersebut dikarenakan oleh faktor kesetimbangan dari kemampuan adsorpsi kitin fosforilasi terhadap Cd(II) yang tersisa dalam larutan, sehingga terjadi ketidak stabilan antara pengikatan antar ion. Setelah mencapai kestabilan dalam proses pengikatan gugus aktif antara adsorben dengan Cd(II), maka grafik akan menunjukkan penurunan. Kitin fosforilasi tidak akan mengikat logam Cd(II) lagi, karena permukaan dari fosfat pada kitin sudah terpenuhi oleh Cd(II). Hal ini dapat dilihat pada waktu kontak setelah 90, 120, dan 150 menit terjadi penurunan persen Cd(II) yang teradsorpsi. Selain itu jika waktu kontak sudah melebihi ambang batas daya adsorpsi, maka ikatan elektrostatik yang terjadi antara gugus amida maupun gugus fosfat sebagai gugus aktif pada kitin terfosforilasi dengan Cd(II) akan terganggu, sehingga terjadi penurunan persen Cd(II) teradsorpsi.

Dari perhitungan uji statistik dapat disimpulkan bahwa waktu kontak memiliki pengaruh yang nyata terhadap persen Cd(II) teradsorpsi, seperti pada waktu kontak 30, 120, dan 150 diperoleh hasil perbedaan yang nyata. Hasil analisis waktu kontak 60 menit dengan persen Cd(II) teradsorpsi rata-rata sebesar 75,3% dan 90 menit sebesar 75,7%. Hal tersebut dapat disimpulkan bahwa waktu kontak optimum yaitu 60 menit, karena dari perbedaan waktu 60 dan 90 tidak beda nyata, sehingga diambil waktu kontak yang lebih cepat.

KESIMPULAN

Adsorpsi ion Cd(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi dipengaruhi oleh pH larutan dan waktu kontak. Kondisi pH optimum adsorpsi Cd(II) terjadi pada pH 4 dengan persen adsorpsi 92,3% sedangkan untuk waktu kontak optimum yaitu 60 menit persen adsorpsinya 75,3%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada laboratorium Anorganik Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang yang telah mendanai sebagian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Dantas, T.N.C., et.al., 2003, *Heavy Metal Extraction by Microemulsion*, Water Research 37 (2003) 2709- 2717.
2. Said, N.I., 2010, *Metoda Penghilangan Logam Merkuri di Dalam Air Limbah Industri*, JAI Vol 6. No. 1. 2010, Pusat Teknologi Lingkungan, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT), Jakarta Pusat.
3. Ratnaningsih, A., 2004, *Pengaruh Kadmium terhadap Gangguan Patologik pada Ginjal Tikus Percobaan*, Jurnal Matematika, Sains dan Teknologi, Vol. 5 No. 1, Maret 2004.
4. Deden, R.W., 2009, *Pengaruh konsentrasi waktu tinggal, ekstraksi kitin dari kulit udang melalui proses Demineralisasi dan Deproteinasi*, Skripsi, FT Universitas Indonesia, Jakarta.
5. Kusumaningsih, T., A. Masykur, dan U. Arief, 2006, *Pembuatan Kitosan Dari Kitin Cangkang Bekicot (Achatina Fulica)*, vol.2, Halaman 64-68, Jurusan Biologi FMIPA UNS Surakarta.
6. Srijanto, B., 2003, *Kajian Pengembangan Teknologi Proses Produksi Kitin dan Kitosan Secara Kimiawi*, *Prosiding seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003*, Vol. I, hal. F01-1 – F01-5.
7. Sugiyarto, K.H., 2000, *Kimia Anorganik I*, Jurdik Kimia, FMIPA UNY Yogyakarta.
8. Setyawan, F.L., Darjito, dan Purwonugroho, D., 2013, *Pengaruh pH dan Lama Kontak pada Adsorpsi Ca^{2+} menggunakan adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (Achatina fulica)*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Malang.
9. Adha, P., Darjito, dan Khunur, M.M., 2012, *Pengaruh pH, Lama Kontak dan Konsentrasi Pada Adsorpsi Ca^{2+} Menggunakan Adsorben Kitin Dari Limbah Cangkang Keong Mas (Pomacea canaliculata)*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Malang.