



**PEMANFAATAN KITOSAN CANGKANG KEONG BAKAU (*Telescopium sp*)
SEBAGAI PENGIKAT ION LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM LARUTAN**

**USE OF CHITOSAN THE MANGROVE CONECH SHELL (*Telescopium sp.*) AS A
BINDING METAL IONS OF LEAD IN SOLUTION**

Darman P^{1*)}, Syaiful Bahri¹⁾, Ni Ketut Sumarni¹⁾

¹⁾*Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Tadulako, Palu*

Diterima 15 Oktober 2015, Disetujui 18 Desember 2015

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pemanfaatan kitosan cangkang keong bakau (*Telescopium sp*) sebagai pengikat ion logam timbal (Pb) dalam larutan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu terbaik penyerapan ion logam timbal (Pb) oleh kitosan cangkang keong bakau (*Telescopium sp*) dengan metode pengocokan tetap 150 rpm. Penelitian ini dilakukan dengan rancangan acak lengkap (RAL) dan 4 variasi waktu pengocokan yaitu 50, 55, 60, dan 65 menit. Setiap perlakuan diulang sebanyak tiga kali (triplo). Hasil penelitian yang diperoleh adalah pengikatan Pb (II) oleh kitosan tertinggi pada waktu pengocokan 65 menit yaitu 98,27 %.

Kata kunci : *Kitosan, penyerapan, timbal*

ABSTRACT

Research utilization of mangrove snail chitosan conech shell (*Telescopium sp*) as a binding metal ions of lead (Pb) in solution. This study aims to determine the best time of the metal ion absorption of lead (Pb) by a conch shell chitosan mangrove (*Telescopium sp*) with the remains of 150 rpm shaking method. This research was conducted by completely randomized design (CRD) and 4 variations of shaking time is 50, 55, 60 and 65 minutes. Each treatment was repeated three times. The results obtained are binding Pb (II) by the highest chitosan during 65 minutes agitation is 98.27%.

Key words: *Chitosan, absorption, lead*

**) Corresponding Author : darmanpanggalo@gmail.com*

LATAR BELAKANG

Kitosan adalah poli - (2-amina-2-deoksi - β - (1-4) - D -glukopiranososa yang merupakan turunan kitin dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$. Menurut Sugita dkk. (2009), unsur-unsur yang menyusun kitosan hampir sama dengan unsur-unsur yang menyusun kitin yaitu 47% C, 6% H, 7% N, 40% O dan unsur-unsur lainnya. Perbedaan antara kitin dan kitosan terletak pada derajat deasetilasi dan kadar nitrogennya. Menurut Hartati dkk, (2002) dalam Savitri dkk. (2010), derajat deasetilasi kitin 10% dan kitosan lebih dari 70%, sedangkan kadar nitrogen kitin kurang dari 7% dan kitosan lebih dari 7%.

Derajat deasetilasi merupakan suatu hal penentu pada gugus amino yang terdapat dalam kitosan. Besarnya proporsi gugus amino pada kitosan menyebabkan kitosan dapat membentuk ikatan dengan beberapa ion logam. Kemampuan adsorpsi kitosan dihubungkan dengan adanya gugus hidroksi (-OH) dan amina (-NH₂), serta adanya gugus amida (-NHCOCH₃) pada kitin yang masing-masing dapat bertindak sebagai ligan jika berintraksi dengan logam (Sukarjo dan Mawarni, 2011).

Gugus amino dan hidroksil yang terdapat pada kitosan, menyebabkan kitosan menjadi lebih reaktif yang disebabkan sifat polielektrolit kation yang dimiliki sehingga berperan sebagai penukar ion (*ion exchange*) serta dapat berperan sebagai adsorben untuk

mengadsorpsi logam ataupun limbah organik (Marganof, 2007 dalam Permanasari dkk., 2010). Gugus amino merupakan kation yang mampu berikatan dengan logam timbal. Gugus amino sebagai *chelating agent* akan mengikat logam timbal yang terdapat pada berbagai sumber bahan makanan salah satunya daging kerang tahu. Logam timbal yang terikat dengan gugus amino (NH₂) akan membentuk Pb(NH₂)₂, yang mana pada kondisi tersebut logam timbal bersifat stabil (Riswanda dkk., 2014).

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Cangkang keong bakau, larutan NaOH, HCl, NaOCl, larutan standar Pb(NO₃)₂ dan akuades. Adapun peralatan yaitu lumpang dan alu besar, ayakan 60 mesh, kertas saring biasa, kertas saring Whatman, botol semprot, kertas pH, neraca analitik, desikator, hot plate stirrer, oven, shaker, alat refluks, Spektrofotometer Infra Merah (FTIR SHIMADSU), Spektrofotometer Serapan Atom (SSA AA500 Spectrophotometer), batang pengaduk, dan alat-alat gelas yang umum digunakan dilaboratorium.

Prosedur Penelitian

Penyiapan Sampel

Cangkang keong bakau ditumbuk hingga menjadi tepung dan diayak dengan menggunakan ayakan 60 mesh. Serbuk yang diperoleh dioven selama ± 12 jam untuk mengurangi kadar air.

Ekstraksi Kitin (Junaidi dkk, 2008)

Proses ekstraksi kitin dari cangkang keong bakau dilakukan dalam beberapa tahapan sebagai berikut :

Deproteinasi

Serbuk cangkang keong bakau ditambahkan NaOH 4 % (perbandingan 1:10 b/v) ke dalam erlenmeyer. Kemudian campuran dikocok dengan kecepatan 520 rpm selama 1 jam menggunakan hot plate stirier pada suhu 80°C. Campuran yang telah dipanaskan disaring, setelah itu residu yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga pH-nya netral dan residu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama ±8 jam, kemudian ditimbang.

Demineralisasi

Proses berikutnya adalah menghilangkan kandungan mineral seperti kalsium karbonat, magnesium fosfor dan mineral-mineral lain. pada serbuk kering yang telah dideproteinasi. Demineralisasi dilakukan dengan penambahan HCl 1 M ke dalam erlenmeyer yang berisi serbuk hasil dideproteinasi dengan perbandingan 1:15 (b/v). Campuran dikocok dengan kecepatan 520 rpm menggunakan hot plate stirier pada suhu ruang selama 3 jam. Setelah itu campuran disaring dan residu yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga pH-nya netral. Residu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C ±8 jam, kemudian ditimbang.

Depigmentasi

Hasil demineralisasi ditambahkan dengan NaOCl 4 % perbandingan 1:10 (b/v). Campuran dikocok dengan

kecepatan 520 rpm menggunakan hot plate stirier selama 60 menit pada suhu ruang. Selanjutnya campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades sampai pH-nya netral. Residu yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C ±8 jam untuk mendapatkan serbuk kitin murni.

Pembuatan Kitosan (Junaidi dkk, 2008).

Serbuk kitin direaksikan dengan larutan NaOH 60% dengan perbandingan 1:10 (v/b). Selanjutnya dikocok dengan hot plate stirier sambil dipanaskan pada suhu 120°C selama 180 menit. Campuran disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH-nya netral. Padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering (±12 jam), kemudian ditimbang.

Hasil deasetilasi yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi infra merah untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada daerah bilangan gelombang 4500–400 cm⁻¹ (Rahmawati, 2007).

Pengaruh Waktu Kontak Terhadap Adsorpsi (Sanjaya dan Yuanita, 2007)

20 ml larutan Pb 100 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing 12 buah erlenmeyer 100 ml sebanyak 12 buah, masing-masing ditambahkan 0,8 gram kitosan keong bakau pH larutan diatur pada pH 5 dengan penambahan HCl pekat pada suhu kamar. Campuran dikocok menggunakan shaker dengan variasi waktu pengocokan 50, 55, 60, dan 65 menit. Selanjutnya campuran disaring

dan filtratnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Analisis dilakukan secara triplo. Persen ion logam yang teradsorpsi dihitung dengan rumus :

$$C_t = \frac{C_o - C_s}{C_o} \times 100\%$$

Keterangan:

C_t = Persentase adsorpsi (%)

C_o = Konsentrasi awal (mg/L)

C_s = Konsentrasi ion sisa (mg/L).

HASIL DAN PEMBAHASAN

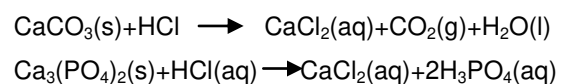
Kitosan Hasil Isolasi dari Cangkang Keong Bakau (*Telescopium sp*)

Kitosan diperoleh dari proses deasetilasi kitin menggunakan NaOH 60%. Kitin dalam keong bakau (*Telescopium sp*) diperoleh dengan tahap deproteinasi dan demineralisasi.

Proses deproteinasi dilakukan untuk menghilangkan protein yang terkandung di dalam cangkang keong bakau (*Telescopium sp*) menggunakan NaOH 4 % dengan pengadukan tetap 520 rpm selama 60 menit pada suhu 80°C dan nisbah padatan-pelarut 1:10 (b/v). Proses deproteinasi merupakan proses mengubah protein menjadi garam natrium proteinat yang larut air. Berdasarkan rendemen yang dihasilkan, kandungan protein yang terdapat dalam keong bakau (*Telescopium sp*) telah terhidrolisis secara maksimal, dimana rendemen deproteinasi yang diperoleh yaitu 69, 13% sehingga protein yang terlarut 30,87%. Berdasarkan Johnson dan Peniston, (1982) dalam Sugita dkk, (2009) bahwa kandungan

protein pada jenis krustacea yaitu 30-40%. Selain jenis basa proses deproteinasi juga dipengaruhi oleh konsentrasi, suhu dan waktu pengocokan (Sugita dkk., 2009).

Proses demineralisasi merupakan tahap untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam sampel seperti CaCO₃ dan Ca₂(PO₄)₂ dan bahan anorganik lainnya. Proses demineralisasi dilakukan dengan HCl 1 M perbandingan padatan-pelarut 1:15 (b/v). Menurut Wiyarsi dan Priyambodo, 2011, reaksi demineralisasi yang terjadi adalah sebagai gambar berikut:



Gambar 1. Reaksi demineralisasi

Proses reaksi yang terjadi dapat terlihat adanya gelembung-gelembung gas yang terbentuk pada system yang menandakan terjadinya reaksi antara asam klorida dengan mineral yang terkandung dalam sampel, gas ini diindikasikan sebagai CO₂. Berdasarkan rendemen yang diperoleh dari hasil demineralisasi sebesar 27,72% membuktikan bahwa kandungan mineral pada cangkang keong bakau sangat tinggi yaitu 41,41%. Johnson dan Peniston (1982) dalam Sugita, dkk (2009) melaporkan bahwa kandungan mineral pada cangkang krustacea 30-50% dengan mineral terbanyak CaCO₃ dan 8-10% Ca₃(PO₂)₂ dari total bahan anorganik, sehingga kandungan mineral pada

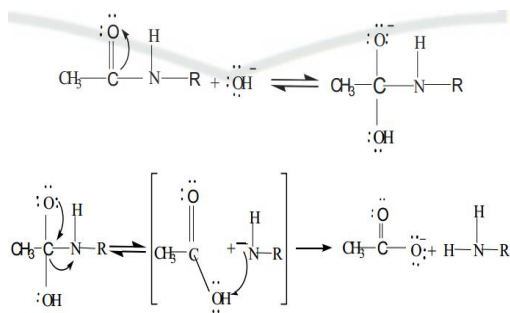
cangkang keong bakau hampir terlarut secara keseluruhan.

Selanjutnya dilakukan proses depigmentasi untuk menghilangkan pengotor dan zat warna yang mungkin terdapat dalam kitin dengan menambahkan NaOCl 4%. Hasil rendemen depigmentasi yang diperoleh sebesar 13,37 gram dan berwarna putih kekuningan seperti berikut:



Gambar 2. Hasil depigmentasi

Tahap terakhir adalah tahap deasetilasi gugus asetil yang terikat pada N-amida menggunakan NaOH 60%. Deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil (-CH₃COO⁻) dari gugus asetamida (-NHCOCH₃) sehingga terbentuk gugus amina (-NH₂). Adapun reaksi yang terjadi pada proses deasetilasi yaitu sebagai berikut :



Gambar 3. Mekanisme hidrolisis kitin menjadi kitosan (Anjayani M, 2009)

Hasil deasetilasi di keringkan dalam oven dengan suhu tetap 60^oC selama 12 jam untuk mengurangi kadar air yang

tersisa. Rendemen kitosan yang diperoleh berdasarkan hasil perhitungan adalah 9,907% berbentuk kristal dan berwarna putih. Rendemen yang diperoleh lebih besar dari rendemen kitosan cangkang bekicot yaitu 6,95% berbentuk Kristal dan berwarna putih kecoklatan (Kusumaningsih dkk, 2004).



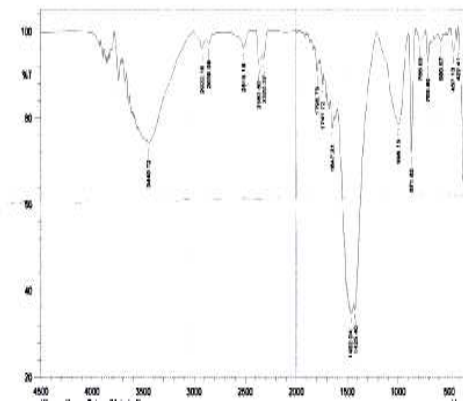
Gambar 4. Kitosan keong bakau

Gugus Fungsi dan Derajat Deasetilasi Kitosan Hasil Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR)

Proses Analisis gugus fungsi berfungsi untuk mengetahui karakteristik pita serapan kitosan dengan menggunakan spektrofotometri IR. Analisis spektrum dipusatkan pada penentuan ada tidaknya sejumlah gugus fungsional. Sastrohamidjojo (1992) dalam Rizqiyah (2007), gugus fungsional pada kitin dan kitosan yaitu gugus karbonil, gugus amida, gugus hidroksi, aldehida, dan amina primer.

Dari spektrum (Gambar 5) yang dihasilkan terlihat adanya serapan pada bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ yang menandakan adanya gugus fungsi OH dan NH. Menurut Fessenden (1986), gugus OH dan NH terdapat antara bilangan gelombang 3000 – 3700 cm⁻¹. Serapan yang dihasilkan oleh gugus

fungsi OH tersebut lebar dan mengalami pergeseran dari bilangan gelombang pada kitin. Hal ini disebabkan adanya tumpang tindih dengan gugus NH dari amina. Serapan pada bilangan gelombang 2922,16 cm^{-1} , dan 2856,58 mengindikasikan adanya gugus C-H dari alkana yaitu menunjukkan vibrasi ulur gugus $-\text{CH}_2$, sedangkan pita serapan lemah pada bilangan gelombang 2515,18 cm^{-1} , 2362,8 cm^{-1} dan 2320,37 cm^{-1} merupakan akibat dari vibrasi rentangan NH dari amina.



Gambar 5. Spektrum Infra Merah Kitosan Keong Bakau

Bilangan gelombang pada pita serapan lemah 1741,72 cm^{-1} merupakan serapan gugus C=O dari amida, sedangkan pada bilangan gelombang pita lemah 1647, 21 cm^{-1} merupakan vibrasi dari NH amida primer. Menurut Silverstein, (1986) dalam Rakhmawati, (2007) daerah bilangan gelombang 1680 – 1630 cm^{-1} merupakan daerah khas dari kitosan. Pita serapan tajam pada panjang gelombang 1462,04 cm^{-1} merupakan vibrasi dari rentangan C-H asimetris dari $-\text{CH}_3$. Hilangnya rentangan C-O asimetri alifatik

eter pada bilangan gelombang 999,13 cm^{-1} , dan 871,82 cm^{-1} . Vibrasi pembentukan NH_2 dari amida primer terjadi pada pita lemah bilangan gelombang 709,8 cm^{-1} , dan serapan O=N-C tekukan alifatik amida primer pada serapan lemah 709,8 cm^{-1} , 580,57 cm^{-1} , 457,13 cm^{-1} , dan 422,41 cm^{-1} .

Derajat Deasetilasi

Penentuan derajat deasetilasi dilakukan untuk mengetahui terbentuknya kitosan dari kitin. Penentuan derajat deasetilasi kitosan dihitung dengan metode *base line* seperti yang diusulkan oleh Baxter dkk (Khan dkk, 2002 dalam Wiyarsi dan Priyambodo, 2011).

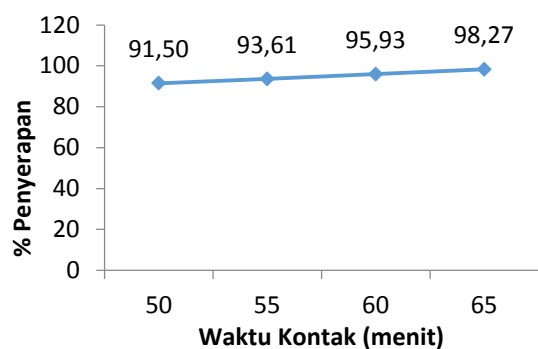
Metode *base line* dilakukan dengan cara membandingkan adsorpsi pada bilangan gelombang $-\text{NHCO}$ (1650 cm^{-1} – 1500 cm^{-1}) dengan absorbansi bilangan gelombang gugus amina primer $-\text{NH}_2$ (3500 cm^{-1} – 3200 cm^{-1}) (Basttaman, 1989 dalam Rezqiyah, 2007), dari perbandingan tersebut diperoleh nilai derajat deasetilasi (DD) kitosan keong bakau (*Telescopium sp*) yaitu 64 %.

Menurut Hayes dalam Rizqiyah (2007), jika derajat deasetilasi <60 % disebut kitin, dan apabila lebih dari >60 % disebut kitosan. Berdasarkan ketentuan niaga kitosan keong bakau pada penelitian ini belum dapat di pasarkan, karena derajat deasetilasi kitosan standar harus ≥ 70 %. Menurut Suhardi (1993) dalam Sanjaya dan Yunita (2007) kitosan dengan derajat deasetilasi >60 % telah memenuhi

standar untuk digunakan sebagai adsorben.

Penyerapan Ion Logam Timbal

Hasil penyerapan ion Pb (II) oleh kitosan dengan variasi waktu pengocokan seperti Gambar 6.



Gambar 6. Grafik persentase penyerapan kitosan terhadap waktu pengocokan.

Dari grafik terlihat bahwa semakin lama waktu pengocokan, jumlah persentase ion Pb yang terikat juga semakin besar. Hal ini menandakan bahwa waktu pengocokan mempengaruhi daya adsorpsi logam Pb terhadap adsorben. Semakin lama dikocok maka intraksi adsorben dengan logam semakin besar sehingga menyebabkan ion-ion Pb^{2+} mudah berikatan dengan gugus amino (NH_2) yang terdapat pada kitosan (Riswanda dkk, 2014).

Berdasarkan uji statistik, menunjukkan perbedaan tiap perlakuan yang dapat dilihat dari nilai *harmonic mean* dalam kolom *homogeneous subsets* yang sama atau berbeda. Setelah dilakukan uji *Duncan* menunjukkan bahwa persentase penyerapan pada waktu kontak 50, 55, 60, dan 65 menit berbeda

nyata, dimana persentase diperoleh pada waktu kontak masing-masing, 91,50; 93,61; 95,27; dan 98,27 %.

KESIMPULAN

Dapat disimpulkan bahwa waktu penyerapan tertinggi kitosan keong bakau (*Telescopium sp*) (DD 64%) terhadap ion logam timbal (Pb) terjadi pada menit ke 65 dengan persentase penyerapan 98,27%.

DAFTAR PUSTAKA

- Anjayani, M., 2009. *Karakterisasi Benang Kitosan Yang Terbuat Dari Kitin Iradiasi Dan Tanpa Iradiasi*. [Skripsi]. Ciputat: UIN Syarif Hidayatullah.
- Fessenden, RJ., dan Fessenden, JS., 1986. *Kimia Organik*. edisi Ketiga, Jilid 1. Jakarta: Erlangga.
- Junaidi, BA., Kartini, I., Rusdiarso, B., 2008. Efek Kitin Secara Bertahap Terhadap Derajat Deasetilasi dan Berat Molekul Kitosan. *Jurnal Sains dan Kimia*. 2(1): 36-43.
- Kusumaningsih, T., Maskur, A., Arief, U., 2004. Pembuatan Kitosan Dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina fulika*). *Biofarmasi*. 2 (2): 64–68.
- Permanasari, A., Siswaningsih, W., Wulandari, I., 2010. Uji Kinerja Adsorben Kitosan-Bentonit Terhadap Logam Berat dan Diazinon Secara Simultan. *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*. 1(2): 121-134.
- Rakhmawati, E., 2007. *Pemanfaatan Kitosan Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot Sebagai Adsorben Zat Wana Remazol Yellow*. [Skripsi]. Surakarta: Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Sebelas Maret.

- Rizqiyah, R., 2007. *Isolasi Dan Identifikasi Kitin, Kitosan Dari Cangkang Hewan MIMI (Horseshoe Crab) Menggunakan Spektrofotometri Infra Merah*. [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri (UIN) Malang.
- Riswanda, T., Rachmadiarti, F., Kantjoro, S., 2014. Pemanfaatan Kitosan Udang Putih (*Lithopannaeus vannamei*) Sebagai Bioadsorben Logam Berat Timbal (Pb) pada Daging Kerang Tahu di Muara Sungai Gunung Anyar. *LenteraBio*. 3(3): 266-271.
- Sanjaya, I., dan Yuanita, L., 2007. Adsorpsi Pb (II) oleh Kitosan Hasil Isolasi Kitin Cangkang kepiting Bakau (*Scylla sp*). *Jurnal Dasar* 8 (1): 30-36.
- Savitri, E., Soeseno, N & Adiarto, T., 2010. Sintesis Kitosan, Poli(2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), Skala Pilot Project dari Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Baku Alternatif Pembuatan Biopolimer. Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan". Yogyakarta, 26 Januari 2010. Yogyakarta: Program Studi Teknik Kimia FTI UPN "Veteran". Hlm 1-10.
- Sugita P., Wukirsari, T., Sjahriza, A., Wahyono, D., 2009. *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*. IPB Pres. Bogor.
- Sukarjo, JS., dan Mawarni, NG., 2011. Sintesis Kitosan Dari Cangkang Kepiting dan Kitosan yang Dimodifikasi Melalui Pembentukan Bead Kitosan Berikatan Silang Dengan Asetaldehid Sebagai Agen Pengikat Silang Untuk Adsorpsi Ion Logam Cr(VI). *Jurnal EKOSAINS*. 3(3): 1-13.
- Wiyarsi, A., dan Pryambodo, E., 2011. *Pengaruh Konsentrasi Kitosan dari Cangkang Udang Terhadap Efisiensi Penherapan Logam Berat*. [Skripsi]. Yogyakarta: Jurusan Pendidikan Kimia. FMIPA UNY.