

## **PENGARUH pH DAN LAMA KONTAK PADA ADSORPSI ION LOGAM Cu<sup>2+</sup> MENGUNAKAN KITIN TERIKAT SILANG GLUTARALDEHID**

**Eko Susanto Asto, Darjito (\*), Mohammad Misbah Khunur**

*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**

Telah dilakukan penelitian pengaruh pH dan lama kontak pada adsorpsi ion logam Cu<sup>2+</sup> menggunakan kitin terikat silang glutaraldehyd. Penelitian ini diawali dengan pembuatan kitin terikat silang glutaraldehyd. Hasil pembuatan kitin terikat silang glutaraldehyd diidentifikasi gugus fungsionalnya dengan FT-IR serta dihitung derajat deasetilasinya dan dilakukan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dari kitin terikat silang glutaraldehyd. Penentuan kondisi pH dilakukan melalui variasi pH 2, 3, 4, 5, dan 6, dan lama kontak 20, 40, 60, 80, 100, dan 120 menit. Nilai derajat deasetilasi kitin terikat silang glutaraldehyd sebesar 11,85%. Hasil identifikasi dengan SEM-EDX menunjukkan bahwa morfologi kitin terikat silang glutaraldehyd lebih tertata rapi dengan pengikat prosentase C dari 33% menjadi sebesar 50%. Kondisi optimum adsorpsi terjadi pada pH 4 dengan prosentase adsorpsi 66,24%, dan lama kontak terjadi pada menit ke-100 dengan prosentase adsorpsi 90,19%.

**Kata kunci :** adsorpsi, Cu<sup>2+</sup>, derajat deasetilasi, kitin terikat silang glutaraldehyd

### **ABSTRACT**

Research about the influence of pH and adsorption time toward Cu<sup>2+</sup> metal ion adsorption using glutaraldehyde crosslinked chitin has been performed. This research begins with the manufacture of glutaraldehyde crosslinked chitin. Identification of the results of glutaraldehyde crosslinked chitin's functional groups was done using FT-IR and its degree of deacetylation was also calculated, and also SEM-EDX was performed to determine the morphology of glutaraldehyde crosslinked chitin. Determination of pH the condition was done with pH of 2, 3, 4, 5, and 6, and the adsorption times of 20, 40, 60, 80, 100, and 120 minutes. Degree of deacetylation of glutaraldehyde crosslinked chitin was 11.85%. The results of identification with SEM-EDX showed that the morphology of glutaraldehyde crosslinked chitin more orderly with a percentage of C from 33% become 50%. Optimum condition of the adsorption was occurred at pH of 4 with adsorption percentage of 66.24%, and the adsorption time was occurred at 100 minutes with adsorption percentage of 90.19%.

**Keywords :** adsorption, Cu<sup>2+</sup>, degree of deacetylation, glutaraldehyde crosslinked chitin

### **PENDAHULUAN**

Indonesia merupakan salah satu negara maritim, dengan sebagian besar mata pencaharian penduduknya bertumpu pada sektor perikanan laut. Salah satu komoditas utama perikanan Indonesia adalah udang, yang hanya dimanfaatkan pada bagian tubuhnya dan diekspor dalam bentuk beku dengan volume 142.000 ton per tahun [1]. Hal ini menyebabkan terjadinya peningkatan limbah kulit udang, sebesar 65-85% dari berat udang [2]. Beberapa penelitian menyebutkan bahwa kulit udang mengandung kitin sebesar 15-20% [3]. Sehingga limbah kulit udang dapat diolah menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi tinggi, yaitu

sebagai kitin. Kitin ( $\beta$ -(1,4)-2-asetamida-2-dioksi-D-glukosa) adalah biopolimer golongan polisakarida yang dapat dimanfaatkan sebagai adsorben penyerap logam berat. Kitin memiliki dua gugus aktif, yaitu -OH dan  $\text{NHCOCH}_3$  yang dapat membentuk pengkhelat dengan logam berat [4]. Salah satu ion logam berat yang berasal dari limbah cair sisa pembuangan industri percetakan Koran maupun pelapisan logam yang dapat menimbulkan keracunan pada manusia, bahkan menyebabkan kematian adalah ion logam  $\text{Cu}^{2+}$ .

Hargono [2] melakukan penelitian menggunakan kitosan yang berasal dari kulit udang sebagai adsorben untuk menyerap limbah yang mengandung ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  dengan konsentrasi 0,78 ppm. Hasil yang diperoleh yaitu pada kondisi pH optimum 3 persentase penyerapan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  sebesar 80%, dan pada waktu optimum 30 menit persentase penyerapan sebesar 78%. Akan tetapi, sampai saat ini belum pernah dilakukan penelitian mengenai penyerapan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  menggunakan adsorben kitin. Pada umumnya, adsorben yang digunakan untuk menyerap ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  dan logam berat lainnya adalah berasal dari senyawa turunan kitin, yaitu kitosan.

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian mengenai modifikasi permukaan kitin yang terkandung dalam limbah kulit udang sebagai adsorben logam berat, khususnya ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  melalui ikatan silang kitin dan glutaraldehid dengan melakukan dua variasi, yaitu variasi pH dan lama kontak pada daya adsorpsi adsorben kitin terikat silang glutaraldehida terhadap ion logam  $\text{Cu}^{2+}$ .

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitin yang berasal dari kulit udang, glutaraldehid, NaOH p.a., HCl 37%,  $\text{HNO}_3$  60%,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , NaCl p.a., dan aquades.

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah labu ukur 100 dan 1000 mL, gelas ukur 100 mL, pipet tetes, pipet ukur, gelas arloji, neraca analitik, desikator, magnetik *stirrer*, kertas saring, botol semprot, *shaker*, sentrifugasi, oven, spektrofotometer IR Shimadzu FTIR-8601 PC, spektrofotometer serapan atom Shimadzu AA-6200 dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

## **Prosedur**

### **Pembuatan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid**

Sebanyak 10 g kitin ditambah dengan 600 mL NaOH 0,07 N dan diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnetik. Kemudian ditambahkan 18 mL glutaraldehid dan 5 g NaCl, diaduk pada temperatur 40 °C selama 5 jam. Padatan yang diperoleh dicuci dengan air bebas ion hingga pH netral dan didiamkan hingga kering pada udara terbuka selama 30 menit. Kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 70 °C selama 1 jam, disimpan dalam desikator, dan ditimbang hingga konstan.

### **Penentuan Pengaruh pH pada Adsorpsi Ion Logam $\text{Cu}^{2+}$ Menggunakan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid**

Sebanyak 20 mL larutan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  1000 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan larutan HCl 0,1 M hingga mencapai pH 2, 3, 4, 5, dan 6. Kemudian ditambah aquades dengan pH yang sama hingga mencapai tanda batas. Larutan dipipet sebanyak 25 mL dan dipindahkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Ditambah dengan kitin terikat silang glutaraldehid sebanyak 0,1 g. Dikocok menggunakan *shaker* pada kecepatan 125 rpm selama 60 menit dan disentrifugasi. Filtrat hasil sentrifugasi dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 1 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan ditambahkan dengan aquades hingga tanda batas. Dipindahkan larutan ke dalam botol sampel dan diukur konsentrasi larutan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  sisa menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

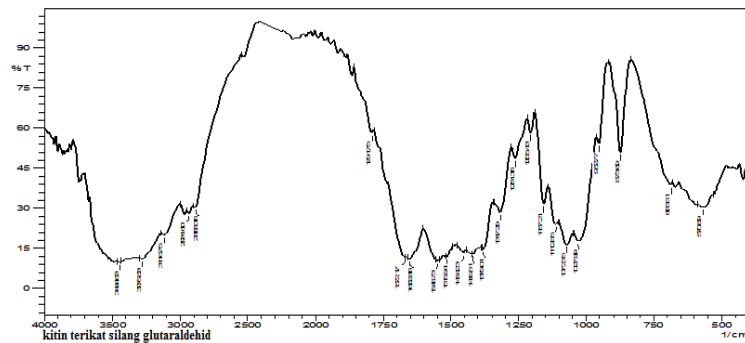
### **Penentuan Pengaruh Lama Kontak pada Adsorpsi Ion Logam $\text{Cu}^{2+}$ Menggunakan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid**

Sebanyak 20 mL larutan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  1000 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HCl 0,1 M hingga mencapai pH 4 dari prosedur sebelumnya. Kemudian ditambah aquades pH 4 hingga tanda batas. Larutan dipipet sebanyak 25 mL dan dipindahkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Ditambahkan kitin terikat silang glutaraldehid sebanyak 0,1 g. Dikocok menggunakan shaker pada kecepatan 125 rpm selama 20, 40, 60, 80, 100, 120 menit dan disentrifugasi. Filtrat hasil sentrifugasi dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 1 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan ditambahkan dengan aquades pH 4 hingga tanda batas. Dipindahkan larutan ke dalam botol sampel dan diukur konsentrasi larutan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  sisa menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Preparasi Adsorben Kitin Terikat Silang Glutaraldehyd

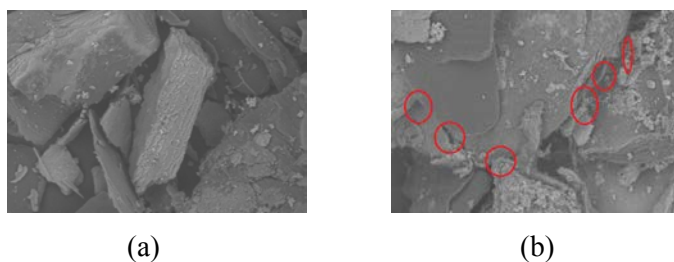
Kitin yang telah terikat silang glutaraldehyda berbentuk serbuk berwarna coklat muda dengan rendemen sebesar 8,5 g. Untuk mengetahui gugus fungsi penyusun senyawa kitin terikat silang glutaraldehyd, maka dilakukan identifikasi menggunakan Spektrofotometer Inframerah (IR). Spektra IR kitin terikat silang glutaraldehyda disajikan pada **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Spektra IR Kitin Terikat Silang Glutaraldehyd

Pada kitin terikat silang glutaraldehyd, serapan gugus  $\text{-OH}$  muncul pada bilangan gelombang  $3481,27 \text{ cm}^{-1}$ . Puncak serapan pada bilangan gelombang  $2931,60 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2879,52 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{CH}_3$  dan vibrasi ulur  $\text{C-H}$ . Serapan lain, yaitu pada bilangan gelombang  $1662,88 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{C=O}$  yang menandakan adanya gugus asetil. Vibrasi tekuk  $\text{N-H}$  berada pada bilangan gelombang  $1556,45 \text{ cm}^{-1}$ . pada bilangan gelombang  $1419,51 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur  $\text{C-N}$  yang juga menunjukkan adanya kitin ( $\text{-NH}_2$ ) berikatan dengan glutaraldehyd. Berdasarkan perhitungan Domszy dan Roberts, derajat deasetilasi (DD) kitin terikat silang glutaraldehyd sebesar 11,85%.

Untuk memastikan bentuk morfologi kitin yang telah terikat silang glutaraldehyd, maka dilakukan identifikasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Identifikasi dengan SEM bertujuan untuk mengamati bentuk morfologi kitin yang telah terikat silang glutaraldehyd, serta mengidentifikasi unsur-unsur yang terkandung dalam kitin. Selain itu, dari hasil identifikasi dengan SEM juga dapat diketahui besarnya ukuran pori dari kitin yang telah terikat silang glutaraldehyd. Bentuk morfologi permukaan dari kitin sebelum dan sesudah terikat silang glutaraldehyd disajikan pada **Gambar 2**.



**Gambar 2.** Bentuk Morfologi (a) Kitin dan (b) Kitin Terikat Silang Glutaraldehid menggunakan SEM

Berdasarkan hasil identifikasi dengan SEM, dapat diketahui bahwa bentuk morfologi kitin yang belum terikat silang glutaraldehid tidak beraturan, sedangkan morfologi kitin terikat silang glutaraldehid lebih beraturan serta lebih tertata. Hal ini dikarenakan ketika dilakukan penambahan NaOH dan glutaraldehid pada kitin, maka gugus amina ( $\text{NH}_2$ ) akan terikat silang dengan glutaraldehid. Glutaraldehid yang berikatan silang dengan kitin ditandai dengan adanya bintik putih pada permukaan kitin yang terlihat dari hasil identifikasi dengan SEM.

Selanjutnya dilakukan karakterisasi dari kitin kulit udang dan kitin terikat silang glutaraldehid dengan EDX untuk mengetahui kandungan unsur logam dan nonlogam. Kandungan unsur karbon kitin kulit udang dan kitin terikat silang glutaraldehid terjadi penambahan yaitu 33% menjadi 50% disajikan pada **Tabel 1**.

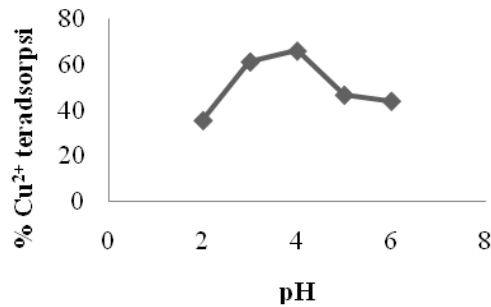
**Tabel 1.** Kandungan Unsur Logam dan Nonlogam dalam Kitin Kulit Udang dan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid

Unsur	Kandungan (%)	
	Kitin Hasil Isolasi	Kitin glutaraldehid
Karbon	33	50
Oksigen	46	46
Kalsium	17	3
Fosfor	3	0
Platina	0	1

### Penentuan Pengaruh pH pada Adsorpsi Ion Logam $\text{Cu}^{2+}$ Menggunakan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid

Derajat keasaman atau pH merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi jumlah adsorbat yang terserap pada permukaan adsorben. Hasil uji daya adsorpsi terhadap variasi pH menunjukkan terjadinya peningkatan prosentase ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  dari pH 2 sampai pH 4 secara berturut-turut, yaitu 35,819%; 61,500%; 66,236%. Nilai prosentase adsorpsi yang tidak terlalu besar ini dikarenakan pada kondisi tersebut banyak ion  $\text{H}^+$  dalam larutan yang

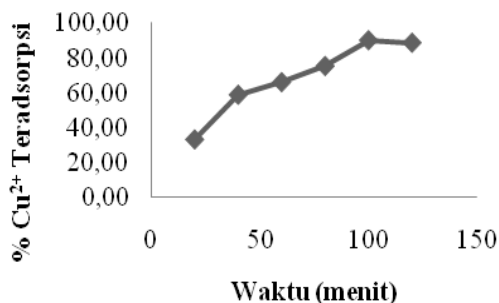
dapat mengganggu interaksi antara ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  dengan elektron bebas dari O pada gugus amida. Sedangkan pada pH 5 dan 6 terjadi penurunan prosentase adsorpsi sebesar 46,958% dan 44,278% yang disebabkan adanya perubahan ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  menjadi  $\text{Cu}(\text{OH})^+$ . Hasil uji daya adsorpsi terhadap variasi pH dapat disajikan pada **Gambar 4**.



**Gambar 4.** Kurva Hubungan pH dengan Prosentase  $\text{Cu}^{2+}$  Teradsorpsi

### Penentuan Pengaruh Lama Kontak pada Adsorpsi Ion Logam $\text{Cu}^{2+}$ Menggunakan Kitin Terikat Silang Glutaraldehid

Waktu kontak merupakan waktu yang dibutuhkan oleh kitin terikat silang glutaraldehid sebagai adsorben untuk berinteraksi dengan adsorbatnya, yaitu ion logam  $\text{Cu}^{2+}$ . Pengaruh lama kontak terhadap daya adsorpsi ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  disajikan pada **Gambar 5**.



**Gambar 5.** Kurva Hubungan Lama Kontak terhadap Adsorpsi Ion Logam  $\text{Cu}^{2+}$  (%)

Pada **Gambar 5** terlihat bahwa peningkatan waktu kontak dari 20 menit ke 100 menit menyebabkan meningkatnya jumlah ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  yang teradsorpsi. Akan tetapi, setelah 100 menit ke 120 menit jumlah ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  yang teradsorpsi semakin berkurang. Penurunan prosentase adsorpsi pada waktu kontak ke-100 menit dikarenakan adanya perubahan bentuk pada struktur kitin terikat silang glutaraldehid yang berakibat pada melemahnya kemampuan mengadsorpsi ion logam  $\text{Cu}^{2+}$ , sehingga ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  mudah terlepas dari kitin terikat silang glutaraldehid. Hal ini terbukti dengan menurunnya prosentase adsorpsi pada waktu 120 menit.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kitin terikat silang glutaraldehid berbentuk serbuk berwarna coklat muda dengan derajat deasetilasi (DD) sebesar 11,85%. Morfologi kitin terikat silang glutaraldehid hasil uji SEM-EDX tertata rapi dengan prosentase C sebesar 50%. Kondisi optimum adsorpsi ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  terjadi pada pH 4 dengan prosentase adsorpsi 66,24%, dan lama kontak terjadi pada menit ke-100 dengan prosentase adsorpsi 90,19%.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Biro Pusat Statistik, 2002, **Jurnal Ekspor Perdagangan Luar Negeri Indonesia**, Jakarta.
2. Hargono, Abdullah, dan Sumantri I., 2008, **Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Udang serta Aplikasinya dalam Mereduksi Kolesterol Lemak Kambing**, *Reaktor*, 12 (1) : 53-57.
3. Marganov, 2003, **Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium, dan Tembaga) di Perairan**, Diakses melalui [http://rudycr.topcities.com/ppp702\\_71034/marganov.htm](http://rudycr.topcities.com/ppp702_71034/marganov.htm), Tanggal 1 Maret 2014.
4. Robert, G.A.F., 1992, **Chitin Chemistry**, The Macmilan Press LTD, London.