

**PENENTUAN VARIASI KOMPOSISI DAN pH OPTIMUM ADSORBEN KITOSAN-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> BERDASARKAN PERSEN PENYERAPAN ION Pb<sup>2+</sup>**

**DETERMINATION OF VARIATIONS COMPOSITION AND OPTIMUM pH FROM CHITOSAN-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ADSORBENT BASED ON PERCENT ABSORPTION OF Pb<sup>2+</sup> IONS**

**Ika Yekti Lianasari\*, Soerja Koesnarpadi, Djihan Ryn Pratiwi, Aris Munandar**

Program Studi S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman  
Jln. Barong Tongkok No. 4 Kampus Gn Kelua samarinda, Indonesia

\*Corresponding Author: ikayektilasari@gmail.com

*Received: 13 December 2022, Accepted: 31 December 2022*

**ABSTRACT**

Previously, the synthesis of Chitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adsorbent from magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) made from ferrous ammonium sulfate (III) and ferrous ammonium sulfate (II) in a ratio of 3:1 was carried out. The adsorbent is adjusted with the ratio of magnetite and chitosan composition 1:1; 1:2 and 2:1 with the help of glutaraldehyde as a crosslinker. The results showed that the ratio of the ideal composition is 1:1 with % absorption that is 94.97% in 24 hour, and the optimum pH is obtained at pH 5 with % absorption of 92.18% for Pb<sup>2+</sup> ions.

**Keywords:** *Adsorbent, Magnetite, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Chitosan, Pb<sup>2+</sup> Ions*

**PENDAHULUAN**

Logam berat secara langsung maupun tidak langsung dapat membahayakan manusia seperti halnya timbal (Pb), dengan mengkonsumsi biota perairan yang terakumulasi logam tersebut dapat mengakibatkan penghambatan sistem pembentukan hemoglobin (Hb). Adapun jumlah timbal (Pb) yang diserap oleh tubuh jumlahnya hanya sedikit, sehingga logam ini sangat berbahaya. Hal ini disebabkan senyawa-senyawa timbal (Pb) memberikan efek racun terhadap banyak organ yang terdapat dalam tubuh manusia. Timbal bersifat toksik bagi kehidupan organisme air sehingga memiliki dampak negatif bagi lingkungan perairan. Teknik penanggulangan masalah pencemaran ion Pb<sup>2+</sup> di lingkungan yang dapat dilakukan antara lain dengan cara adsorpsi, pertukaran ion dan sistem membran. Berdasarkan peraturan pemerintah lingkungan hidup republik Indonesia No. 5 tahun 2014 yaitu baku mutu ion Pb<sup>2+</sup>, nilai parameter yang diperbolehkan yaitu 0,1 mg/L [1].

Kitosan merupakan turunan dari kitin melalui proses deasetilasi dengan menggunakan basa kuat pada temperatur yang cukup tinggi. Kitosan merupakan polimer yang pemanfaatannya telah banyak digunakan sebagai adsorben untuk penyerapan logam-logam di perairan. Kitosan mempunyai sifat tidak beracun dan dapat mengalami

degradasi secara biologis. Kitosan juga memiliki gugus fungsi yang dapat digunakan sebagai ligan untuk berkoordinasi dan bereaksi. Selain karena karakteristik kitosan yang istimewa, pemanfaatan kitosan juga didukung oleh bahan bakunya yang berlimpah. Kitosan diperoleh dari deasetilasi kitin yang merupakan salah satu material penyusun eksoskeleton dari serangga golongan crustacea seperti udang dan kepiting [2].

Penggunaan kitosan sebagai adsorben susah dipisahkan dari cairan limbah. Oleh karena itu untuk mempermudah dalam pemisahannya, dapat dilakukan modifikasi adsorben dengan cara mengkompositkan kitosan dengan material yang bersifat magnetik. Dengan adanya sifat magnet dari Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> diharapkan kitosan beserta kontaminan yang terserap dapat dipisahkan dari air menggunakan magnet sederhana, sehingga dapat diperoleh air yang bebas dari kontaminan. Partikel nano magnetik memiliki sifat fisis dan kimia yang bervariasi dan dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang. Salah satu partikel magnetik tersebut yang dapat dijadikan berukuran nanometer adalah besi oksida seperti magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) [3].

Magnetit merupakan salah satu jenis mineral oksida besi yang memiliki kemampuan adsorpsi cukup baik. Salah satu kelebihan magnetit sebagai adsorben adalah sifat ferromagnetiknya sehingga

selain mampu mengadsorpsi ion logam melalui mekanisme ikatan koordinasi maupun ionik, zat ini juga dapat mengadsorpsi melalui kemagnetan yang dimilikinya. Selain itu, magnetit dapat secara efektif dan mudah dipisahkan dengan menggunakan medan magnet eksternal. Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) memiliki interaksi yang lebih kuat di dalam medan magnet [4].

Kitosan dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sama-sama mempunyai sifat adsorpsi dimana saat melakukan sintesis kitosan dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditambahkan glutaraldehid yang berfungsi sebagai *crosslinker* atau sebagai pengikat silang [5].

Adsorpsi merupakan salah satu cara yang paling sederhana dan sering digunakan, karena memiliki kelebihan-kelebihan seperti tidak memberikan efek samping berupa zat beracun, prosesnya relatif sederhana dan efisiensi serta efektifitasnya relatif tinggi [1].

Berdasarkan penjabaran di atas maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui kondisi optimum dari sintesis adsorben kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap persen penyerapan ion  $\text{Pb}^{2+}$  dilihat dari variasi komposisi kitosan dalam proses sintesis serta pH optimum adsorben yang telah terbentuk dalam hal ini kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (AAS), *water bath shaker*, *magnetic stirer*, blender, lumpang, alu, oven, ayakan 140 mesh, Gelas kimia, pipet volume, labu ukur, corong, desikator dan pipet tetes.

### **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu amonium besi (II) sulfat (FAS), amonium besi (III) sulfat (FAS), glutaraldehid 50%, larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$  2M), asam asetat 25% ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), buffer sitrat, natrium hidroksida (NaOH), kitosan, dan akuades.

### **Prosedur Penelitian**

#### **Preparasi Pembuatan Adsorben Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )**

Pada tahapan ini Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi. Perbandingan FAS (III) dan FAS (II) dibuat 3:1. Pertama-tama FAS(III) ditimbang sebanyak 8,97 gram dan FAS (II) sebanyak 3,18 gram kemudian dicampur dan dilarutkan serbuk nya ke dalam 150 ml akuades hingga larut. Selanjutnya diaduk dan ditambahkan sedikit demi sedikit larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  2M berlebih ( $\text{pH} > 7$ ) dan reaksi berlangsung hingga

mencapai pH 9. Sambil dipanaskan dan diaduk menggunakan *waterbath shaker*. Suhu yang digunakan sebesar  $70^\circ\text{C}$  Selama 30 menit. Larutan kemudian didiamkan dan terbentuk endapan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) kemudian dibilas menggunakan akuades hingga pH netral lalu dikeringkan dan disaring menggunakan kertas saring dan dimasukkan ke dalam desikator selama 24 jam [6].

#### **Pembuatan Adsorben Kitosan Sebagai Pemanding**

Sebanyak 50 mL larutan asam asetat 1% disiapkan dengan komposisi 10 mL asam asetat 10% ditambahkan 40 mL akuades, setelah itu diaduk dan dimasukkan 0,5 gram kitosan ke dalam larutan asam asetat 1% kemudian diaduk hingga merata campuran ini dinamakan larutan kitosan. Larutan kitosan ini kemudian direndam menggunakan larutan NaOH 1M selama 12 jam, endapan putih yang terbentuk kemudian disaring, dikeringkan lalu disimpan dalam desikator selama 24 jam [5].

#### **Sintesis Adsorben Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Larutan kitosan yang telah dibuat kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* dan ditambahkan 2 mL glutaraldehid 50% diaduk selama 30 menit kemudian diaduk kembali secara manual pada saat penambahan magnetit sebanyak 0,5 gram hingga tercampur rata dan direndam menggunakan larutan NaOH 1M selama 12 jam kemudian dicuci menggunakan akuades hingga netral lalu disimpan dalam desikator hingga kering dan terbentuk adsorben Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [5].

#### **Optimasi Adsorben Variasi Komposisi Kitosan**

Pada pembuatan Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , larutan kitosan ditambahkan dengan magnetit dengan perbandingan seperti pada Tabel 1 dan dilakukan prosedur preparasi adsorben Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Adsorben Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terbentuk diaplikasikan langsung ke ion  $\text{Pb}^{2+}$ . Adsorben Kitosan,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  setelah menyerap ion logam selanjutnya dianalisis menggunakan AAS [7].

#### **Optimasi Adsorben Variasi pH**

Adsorben Kitosan- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dengan menambahkan pH yang berbeda yaitu 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 sebanyak 20 mL. pH diatur dengan cara menambahkan larutan *buffer* dengan asam sitrat untuk suasana asam dan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk suasana basa. Kemudian masing-masing larutan direndam selama 24 jam. Setelah itu adsorben dipisahkan dengan kertas saring. Adsorben yang

sudah memiliki pH kemudian direndam ke dalam larutan ion  $Pb^{2+}$  sebanyak 20 mL dan dilakukan perendaman selama 24 jam. Larutan akan diukur absorbansinya dengan AAS untuk menentukan kadar ion  $Pb^{2+}$  dalam larutan setelah adsorpsi [5].

**Tabel 1.** Komposisi bahan pada pembuatan Kitosan- $Fe_3O_4$

Keterangan	Kitosan (g)	Magnetit (g)
$Fe_3O_4$	-	1
Kitosan	1	-
Kitosan- $Fe_3O_4$ (2 : 1)	1	0,5
Kitosan- $Fe_3O_4$ (1 : 1)	0,5	0,5
Kitosan- $Fe_3O_4$ (1 : 2)	0,5	1

**Analisis Data Persen Penyerapan**

Analisis data pada penelitian ini adalah dengan menghitung % penyerapan dari adsorben Kitosan- $Fe_3O_4$ , pH dan waktu kontak dengan menggunakan persamaan:

$$R (\%) = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\%$$

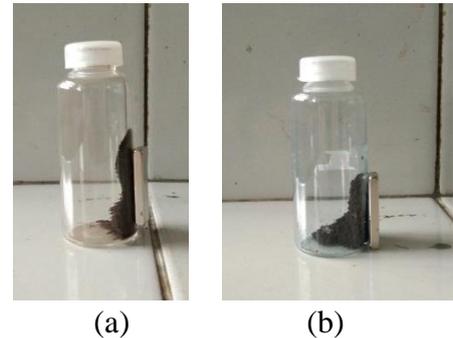
Dimana R adalah % yang terserap,  $C_o$  adalah konsentrasi awal logam (mg/L) dan  $C_e$  adalah konsentrasi akhir logam (mg/L)

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Sintesis Magnetit ( $Fe_3O_4$ )**

Pada proses pembuatan magnetit dengan menggabungkan amonium besi (II) sulfat dengan amonium besi (III) sulfat yang dilarutkan menggunakan akuades sehingga terbentuk larutan berwarna jingga kemudian digunakan perbandingan komposisi 3:1 dan dipanaskan selama 30 menit pada suhu  $70^\circ C$  kemudian ditambahkan  $NH_4OH$  2M, ditambahkan  $NH_4OH$  sendiri berfungsi untuk membuat endapan  $Fe_3O_4$ , ditambahkan hingga pH berlebih yaitu  $pH > 7$  dan didapatkan pH 9. Setelah itu endapan magnetit yang terbentuk di diamkan dan dipisahkan, pada proses pemisahan dapat menggunakan bantuan magnet eksternal dari luar gelas kimia yang ditempelkan di dinding gelas. Otomatis endapan yang ada di dalam campuran tersebut akan menempel di dinding bila dia memiliki sifat magnetis, proses dilakukan berulang ulang hingga diperoleh endapan  $Fe_3O_4$ . Kemudian dilakukan pencucian hingga pH menjadi netral dan dikeringkan menggunakan desikator hingga benar-

benar kering dan bebas dari air dan terbentuklah serbuk  $Fe_3O_4$ . Hal ini dapat dilihat pada Gambar 1. sifat magnetisasi ini juga akan berlaku terhadap adsorben Kitosan- $Fe_3O_4$  yang akan disintesis selanjutnya.

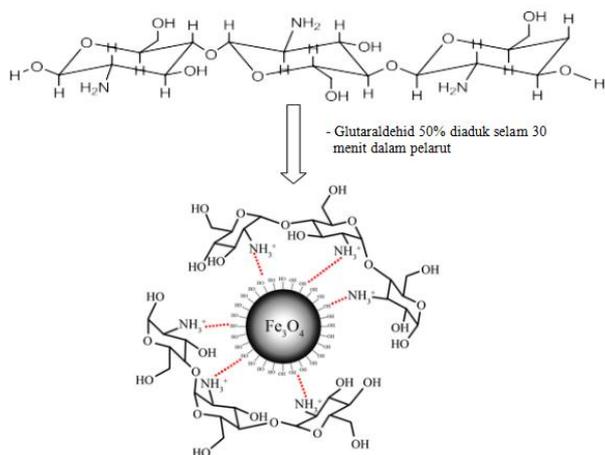


**Gambar 1.** (a) Adsorben Magnetit ( $Fe_3O_4$ ), (b) Adsorben Kitosan -  $Fe_3O_4$  [5]

**Sintesis Adsorben Kitosan- $Fe_3O_4$**

Proses pembuatan Adsorben Kitosan- $Fe_3O_4$  dilakukan dengan melarutkan kitosan ke dalam larutan asam asetat 1% hingga terbentuk gel kitosan. Larutan kitosan kemudian ditambahkan dengan yang bertindak sebagai agen pengikat silang yang membentuk ikatan jaringan. Senyawa glutaraldehid akan tersubstitusi pada kitosan sehingga membentuk gugus karbonil (C=O). Pembentukan basa Schiff umumnya dikatalisis oleh asam atau basa, ataupun dengan pemanasan. Basa Schiff merupakan ligan yang disintesis dari kondensasi senyawa amina dan senyawa karbonil, dimana gugus karbonil digantikan dengan gugus imina atau azometin [8].

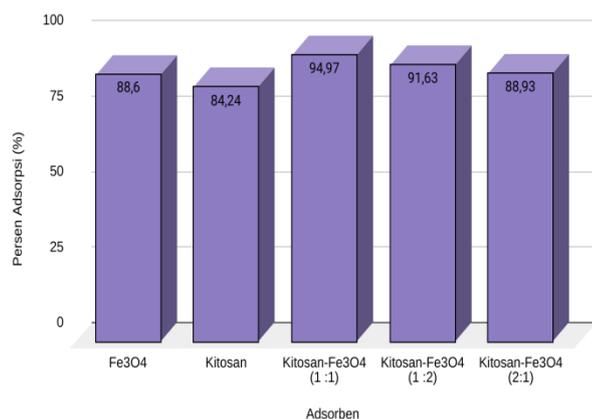
Reaksi yang terjadi adalah terbentuknya ikatan imine antara gugus amina kitosan dengan aldehid melalui reaksi basa Schiff dapat dilihat pada Gambar 2. Terbentuknya Kit- $Fe_3O_4$  ditandai dengan perubahan adsorben dari kuning kecoklatan menjadi hitam, seperti penelitian yang telah dilakukan oleh [9] menunjukkan bahwa kitosan yang telah dimodifikasi dengan glutaraldehid (GLA) telah terinduksi ion-ion  $Fe^{3+}$  dan  $Fe^{2+}$  tersebut dipresipitasi dengan NaOH yang menghasilkan ferrogel yang berwarna hitam, warna hitam menunjukkan terbentuknya  $Fe_3O_4$  yang berada di dalam matriks hidrogel kitosan dan kemudian dinetralkan pH nya menggunakan akuades [5].



**Gambar 2.** Skema crossling Kitosan dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>••••• (glutaraldehyd) [9]

**Optimasi Adsorben Variasi Komposisi Kitosan**

Pada penelitian ini dilakukan variasi perbandingan komposisi dari Kitosan dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dimana dalam penelitian ini digunakan perbandingan 1:1, 1:2, 2:1 agar didapatkan dikomposisi manakah daya serap adsorben Kit-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menyerap lebih baik, selain itu digunakan pula adsorben magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan kitosan sebagai pembanding. Hasil penyerapan yang terbaik terhadap ion Pb<sup>2+</sup> dapat dilihat pada Gambar 3.



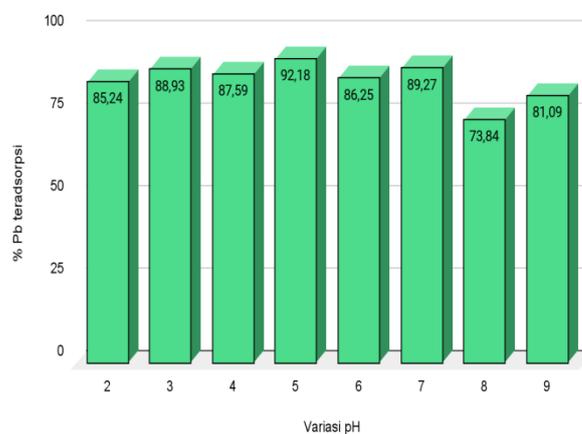
**Gambar 3.** Grafik Variasi Komposisi Adsorben Terhadap Adsorpsi Ion Pb<sup>2+</sup>

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 3 menunjukkan bahwa, untuk kitosan dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ternyata memiliki daya serap lebih rendah dibandingkan dengan Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan untuk daya adsorpsi Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mengalami perubahan nilai persen adsorpsi tertinggi berturut dari komposisi kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1:2, 1:1, dan 2:1. Pemilihan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai bahan tambahan untuk modifikasi kitosan sangat tepat, karena Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki gugus aktif Fe-O. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> juga memiliki sifat tahan terhadap asam-

asam lemah. Berdasarkan uraian di atas komposisi yang paling baik untuk menyerap ion Pb<sup>2+</sup> adalah komposisi Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1:1 dengan daya adsorpsi sebesar 94,97 % [5].

**Optimasi Adsorben Variasi pH**

Pada penelitian ini dilakukan variasi pH. Dimana dalam penelitian ini digunakan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 yang diatur menggunakan larutan buffer untuk pH asam menggunakan asam sitrat sedangkan untuk pH basa menggunakan penambahan larutan NH<sub>4</sub>OH yang diberi sedikit demi sedikit. Adsorben Kit-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber pH diatur sebanyak 0,1 gram dalam 20 mL larutan ion Pb<sup>2+</sup> 0,7 mg/L yang direndam dalam 24 jam. Dimana hasil penelitian dapat dijelaskan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Grafik Variasi pH Terhadap Adsorpsi Ion Pb<sup>2+</sup>

Dari grafik di atas dapat dijelaskan bahwa pH optimum didapatkan pada pH 5 dengan % adsorpsi sebesar 92,17 %. Didapatkan konsentrasi ion H<sup>+</sup> yang tinggi pada pH diatas dari 7. Semakin tinggi konsentrasi ion H<sup>+</sup> maka kecenderungan protonasi gugus aktif dari adsorben dengan adanya OH untuk kitosan yaitu dari NH<sub>2</sub><sup>+</sup> menjadi NH<sub>3</sub><sup>+</sup> maka semakin besar menyebabkan adsorpsi terhadap ion Pb menurun, karena tidak ada lagi pasangan elektron bebas yang dapat berikatan. Sedangkan pada pH 5, ion Pb<sup>2+</sup> diduga memiliki afinitas lebih tinggi untuk dapat berikatan dengan gugus aktif adsorben, sehingga terjadi peningkatan jumlah ion yang teradsorpsi. Selanjutnya, jumlah ion Pb<sup>2+</sup> yang teradsorpsi akan semakin menurun dengan kenaikan pH larutan. Hal tersebut terjadi akibat dari menurunnya kelarutan logam dalam larutan, karena ion Pb<sup>2+</sup> mengalami penambahan OH sehingga menjadi PbOH dan masih dalam bentuk senyawa

Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> yang stabil. Pasangan elektron bebas yang terdapat pada gugus aktif seperti Kitosan, magnetit pada Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kurang efektif mengikat ion Pb<sup>2+</sup> [10]. Sedangkan pH dibawah 5 kemampuan adsorben dalam menyerap logam masih belum optimal.

#### **KESIMPULAN**

Berdasarkan penelitian didapatkan hasil optimum untuk komposisi optimum pembuatan adsorben Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang layak digunakan sebagai adsorben yaitu dengan perbandingan 1 : 1 dengan % penyerapan yaitu 94,97 %. Dan didapatkan hasil optimum untuk ion Pb<sup>2+</sup> ialah pada pH 5 dengan persen penyerapan 92,18 %.

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Volesky, B. dan Naja. 2005. Biosorption Application Strategies. In: *Proceedings of the 16th Internat, Biotechnol, Symp. (S.T.L.Harrison; DE. Rawlings and J. Petersen) (eds.)* Capetown South Africa: IBS Compress Co. 531-542.
- [2] Siregar, M. 2009. *Pengaruh Berat Molekul Kitosan Nanopartikel Untuk menurunkan Kadar Logam Besi (Fe) dan Zat Warna Pada Limbah industri Tekstil Jeans. Tesis.* Universitas Sumatera Utara. Medan.
- [3] Sholihah, L. K. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang Berasal dari Pasir Besi dan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Bahan Komersial (Aldrich).* Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- [4] Yuniarti, M. 2013. *Studi Adsorpsi-Reduksi Ion [AuCl<sub>4</sub>] pada Magnetit Terlapisi Asam Humat (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/HA).* Skripsi. Yogyakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada.
- [5] Munandar, Aris., Alimuddin., Sari, Ika Y.L., dan Koesnarpadi, Soerja. 2019. Komposisi Optimum Pembuatan Adsorben Kitosan-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (K-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dan Karakterisasinya Menggunakan FT-IR dan XRD. *Prosiding Seminar Nasional 2019 Jurusan Kimia FMIPA UNMUL.* 17-20. <http://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/prosiding/article/view/853/498>.
- [6] Sari, Ika Y. L. 2014. *Prakonsentrasi Ion Logam Berat Dengan Menggunakan Magnetik – Alginat (MNPs – ALG).* Tesis. Institut Teknologi Bandung.
- [7] Sari, M.Y., dan E. B Susatyo. 2017. Sintesis Kitosan – Silika Bead Serta Aplikasinya Untuk Menurunkan Kadar Ion Cr(VI) Dalam Larutan. *Jurnal Universitas Semarang.* Semarang.
- [8] Maher, K. A., dan Mohammed, S. R. 2015. Metal Complexes Of Schiff Base Derived From Salicylaldehyde –A Review. *IJCRR.* 7(2): 6.
- [9] Agrin, F.P. 2015. Sintesis dan Pencirian Koloid Nanoferrigel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Kitosan Sebagai Bahan Pengontras MRI. *Tesis Program Studi Kimia.* Institut Pertanian Bogor.
- [10] Riskadita, R. 2017. *Pengaruh pH, Lama Kontak, dan Konsentrasi pada Adsorpsi Ion Logam Cd<sup>2+</sup> Menggunakan Kitosan-Silika.* Malang: Skripsi Universitas Brawijaya.