

KOMPOSISI OPTIMUM PEMBUATAN ADSORBEN KITOSAN-Fe₃O₄ (K-Fe₃O₄) DAN KARAKTERISASINYA DENGAN MENGGUNAKAN FT-IR DAN XRD

Aris Munandar¹, Alimuddin², Ika Yekti Liana Sari^{2*} dan Soerja Koesnarpadi²

¹Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

²Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

*Corresponding Author: ikayektisari@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis adsorben K-Fe₃O₄ dari magnetit (Fe₃O₄) yang sebelumnya dibuat dari ferri amonium sulfat (III) dan ferro amonium sulfat (II) dengan perbandingan 3:1. Kemudian Fe₃O₄ dimodifikasi dengan kitosan yang dimanfaatkan untuk mengadsorpsi ion logam Pb²⁺. Adsorben diatur dengan perbandingan komposisi magnetit dan kitosan 1:1; 2:1 dan 1:2. Karakteristik adsorben K-Fe₃O₄ dan interaksi adsorben terhadap ion Pb²⁺ diketahui berdasarkan data *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *X-ray Powder Diffraction* (XRD). Untuk hasil FT-IR, K-Fe₃O₄ mengalami perubahan peak pada panjang gelombang 354,9 cm⁻¹ merupakan gugus O-Fe dan 1026 cm⁻¹ yang merupakan gugus fungsi dari C-O. Hasil XRD menunjukkan puncak-puncak karakteristik magnetit dan K-Fe₃O₄ terdapat di 2θ = 35,79° dan 36,01° dimana hasilnya tidak mengalami perubahan yang signifikan menandakan bahwa senyawa magnetit ini tetap ada di K-Fe₃O₄. Konsentrasi ion logam Pb²⁺ setelah adsorpsi ditentukan secara spektrofotometer serapan atom (SSA). Hasil penelitian didapatkan bahwa perbandingan komposisi yang ideal adalah 1:1 dengan % penyerapan sebesar 94,97 % untuk ion logam Pb²⁺.

Kata kunci: Adsorben, Magnetit, Kitosan, Ion Logam Pb²⁺, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-ray Powder Diffraction* (XRD), Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

PENDAHULUAN

Pencemaran lingkungan oleh logam berat merupakan masalah yang serius seiring dengan penggunaan logam berat dalam bidang industri. Efek logam berat dapat berpengaruh langsung pada kehidupan yakni terakumulasi pada rantai makanan bahkan pada konsentrasi yang sangat rendah [1]. Beberapa logam berat ternyata telah mencemari air, melebihi batas yang berbahaya bagi kehidupan [2].

Timbal bersifat toksik bagi kehidupan organisme air sehingga memiliki dampak negatif bagi lingkungan perairan. Teknik penanggulangan masalah pencemaran Pb(II) 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 Pb, nilai parameter yang diperbolehkan yaitu 0,1 mg/L. Analisa-analisa logam berat seperti logam Pb sangat beragam antara lain menggunakan AAS, UV-VIS dll. Salah satu metode yang paling sederhana dan paling sering digunakan adalah dengan metode adsorpsi atau penyerapan. Metode adsorpsi memiliki beberapa kelebihan diantaranya adalah prosesnya relatif sederhana, efektifitas dan

efisiensinya relatif tinggi, serta tidak memberikan efek samping berupa zat beracun [3].

Kitosan sebagai adsorben sering dimanfaatkan untuk proses adsorpsi ion logam berat. Besarnya afinitas kitosan dalam mengikat ion logam sangat bergantung pada karakteristik makrostruktur kitosan yang dipengaruhi oleh sumber dan kondisi pada proses isolasi. Perbedaan bentuk kitosan akan berpengaruh pada luas permukaannya. Semakin kecil ukuran kitosan maka luas permukaan kitosan akan semakin besar, dan proses adsorpsi pun dapat berlangsung lebih baik [4].

Ada banyak senyawa yang dapat digunakan untuk adsorpsi logam berat antara lain zeolit, arang aktif dan magnetit. Magnetit adalah salah satu senyawa yang telah banyak digunakan dan dikembangkan oleh ilmuwan. Magnetit (Fe₃O₄) dapat digunakan untuk pemurnian air seperti adsorpsi arsen, krom, dan nikel. Selain itu, Fe₃O₄ juga bisa digunakan untuk menghilangkan kesadahan, kebasahan, zat garam, zat warna, dan senyawa organik. Kelebihan Magnetit (Fe₃O₄) yaitu dapat dipisahkan dari media dengan proses magnetik yang sederhana, efisien, ekonomis dan tidak beracun. Daya adsorpsi yang cukup besar terhadap logam berat ini dapat dimanfaatkan

sebagai adsorben logam berat pada limbah industri [5].

Berdasarkan penguraian di atas maka tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum dari sintesis dan karakterisasi adsorben kitosan magnetit (Fe_3O_4) terhadap ion Pb^{2+} . Dari hasil sintesis K- Fe_3O_4 kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD. Kondisi Optimum dari sintesis K- Fe_3O_4 yaitu variasi komposisi kitosan dan magnetit (Fe_3O_4).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain instrument Spektrofotometer Serapan Atom (AAS), *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR), *X-Ray Differection* (XRD), *Waterbath Shakker*, Magnetik stirer, blender, lumpang, alu, oven, ayakan 140 mesh, Gelas beker, spatula, batang pengaduk, botol semprot, pipet volume, labu ukur, corong, desikator dan pipet tetes.

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan, akuades, larutan yang berkategori pro analisis terdiri dari larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, standar amonium besi (II) sulfat, amonium besi (III) sulfat, Glutaraldehyd 50%, amonium hidroksida (NH_4OH 2M), Asam asetat 25% (CH_3COOH), buffer asam, buffer basa, buffer netral, natrium hidroksida (NaOH).

Prosedur Penelitian

Preparasi Magnetit (Fe_3O_4)

Pada tahapan ini Magnetit (Fe_3O_4) disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi. Perbandingan FAS (III) dan FAS (II) dibuat 3:1. Pertama-tama FAS(III) ditimbang sebanyak 8,97 gr dan FAS (II) sebanyak 3,18 gr kemudian dicampur dan dilarutkan serbuk nya ke dalam 150 ml aquades hingga larut. Selanjutnya diaduk dan ditambahkan sedikit demi sedikit larutan NH_4OH 2M berlebih ($\text{pH} > 7$) dan reaksi berlangsung hingga mencapai pH 9. Sambil dipanaskan dan diaduk menggunakan *waterbath shakeer*. Suhu yang digunakan sebesar 70°C Selama 30 menit . Larutan kemudian didiamkan dan terbentuk endapan magnetit (Fe_3O_4) kemudian dibilas menggunakan aquades hingga pH netral sesuai dengan pH aquades yang digunakan lalu dikeringkan lalu disaring menggunakan kertas saring lalu di keringkan ke dalam desikator selama 24 jam. Nanopartikel Fe_3O_4 yang terbentuk selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

Sintesis K- Fe_3O_4

Pembuatan Larutan Kitosan

Sebanyak 50 mL larutan asam asetat 1% disiapkan dengan komposisi 10 mL asam asetat 10% ditambahkan 40 mL aquades, setelah itu diaduk dan dimasukkan 0,5 gr kitosan ke dalam larutan asam asetat 1% kemudian diaduk hingga merata campuran ini dinamakan larutan kitosan.

Preparasi K- Fe_3O_4

Larutan kitosan yang telah dibuat kemudian diaduk menggunakan magnetit stirer dan ditambahkan 2 mL glutaraldehyd 50% diaduk selama 30 menit kemudian diaduk kembali secara manual pada saat penambahan magnetit sebanyak 0,5 gram hingga tercampur rata dan diredam menggunakan larutan NaOH 1M selama 12 jam kemudian dicuci menggunakan aquades hingga netral lalu di simpan dalam desikator hingga kering dan terbentuk adsorben magnetite-kitosan selanjutnya dilakukan di karakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

Variasi Komposisi K- Fe_3O_4

Tabel 1. Komposisi pada pembuatan K- Fe_3O_4

Kitosan : Magnetit	Kitosan	Magnetit	Massa
2 : 1	1 gr	0,5 gr	1,65 gr
1 : 1	0,5 gr	0,5 gr	1 gr
1 : 2	0,5 gr	1 gr	1,62 gr

Pada pembuatan kitosan-magnetit (Fe_3O_4), larutan kitosan ditambahkan dengan larutan magnetit dengan perbandingan seperti pada prosedur preparasi K- Fe_3O_4 di atas dan K- Fe_3O_4 yang terbentuk diaplikasikan dalam penurunan ion logam Pb sehingga didapatkan komposisi yang tepat. K- Fe_3O_4 setelah menyerap ion logam selanjutnya dikarakterisasi menggunakan AAS [6].

Kapasitas Adsorpsi

Analisis data pada penelitian ini adalah dengan menghitung kapasitas adsorpsi dari adsorben kitosan-magnetit dengan menggunakan persamaan:

$$q = \frac{C_0 - C_e}{w} \times \text{volume} \quad (1)$$

Keterangan:

q = mg logam/gr adsorben

C_0 = konsentrasi awal logam (mg/L)

C_e = konsentrasi akhir logam (mg/L)

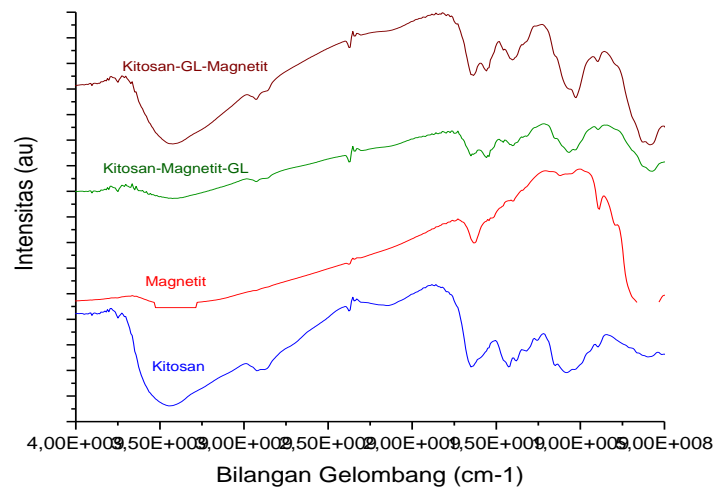
W = massa adsorben (g)
V = Volume larutan (L) [7]

HASIL DAN PEMBAHASAN

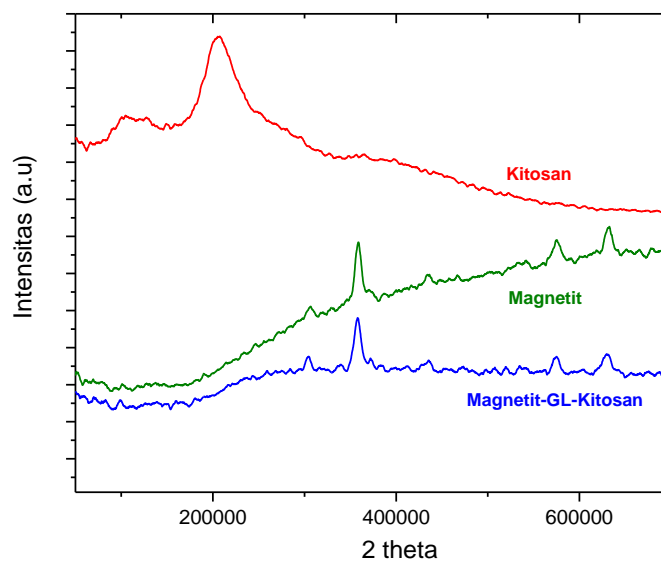
Hasil karakterisasi pada adsorben kitosan, magnetit dan K-Fe₃O₄ yang dianalisa menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dapat ditunjukkan seperti pada **gambar 1**. Berdasarkan **gambar 1** dapat dilihat pada hasil sintesis bertujuan untuk mengetahui puncak khas dari suatu ikatan kimia pada partikel hasil sintesis. Identifikasi jenis ikatan dilakukan menggunakan FTIR. Daerah serapan FTIR pada senyawa

Magnetit hasil sintesis ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak vibrasi pada daerah 354,9 cm⁻¹ dan 1026 cm⁻¹. Serapan pada daerah ini menunjukkan bahwa terdapat ikatan gugus logam dengan oksigen yaitu ikatan Fe-O dari Fe₃O₄ yang terbentuk. Pada daerah 1080-1300 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus C-O.

Hasil karakterisasi pada adsorben magnetit dan K-Fe₃O₄ yang dianalisa menggunakan *X-ray Powder Diffraction* (XRD) dapat ditunjukkan seperti pada **gambar 2**.



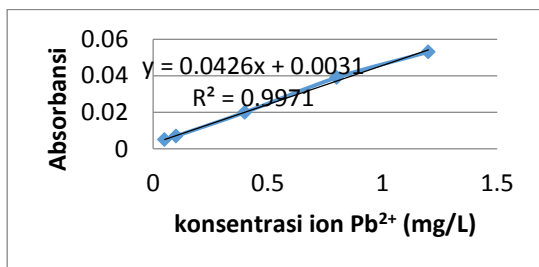
Gambar 1. Spektrum FTIR dari Kitosan, Magnetit dan K-Fe₃O₄



Gambar 2. Spektrum XRD dari Kitosan, Magnetit dan K-Fe₃O₄

Analisis XRD yang dilakukan untuk mengidentifikasi fasa suatu produk dengan mengacu pada pola puncak standar difraksi sinar X untuk magnetit dan K-Fe₃O₄. Hasil yang didapatkan disajikan pada Gambar 2. Dari Gambar tersebut tampak bahwa ada lima puncak khas Magnetit dan K-Fe₃O₄ yang bersesuaian antara sudut 35,79° dan 36,01° antara pola XRD magnetit hasil sintesis dengan pola XRD K-Fe₃O₄. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa Magnetit telah berhasil disintesis dan tidak ada perubahan yang signifikan yang terjadi.

Penentuan Variasi Komposisi K-Fe₃O₄



Gambar 3. Grafik kurva larutan standar ion Pb (II)

Berikut ini merupakan kurva larutan standar ion Pb(II) dimana konsentrasi akhir dari perbandingan K-Fe₃O₄ yang di dapat yaitu

Tabel 2. Konsentrasi Akhir K-Fe₃O₄

Kitosan : Magnetit	Kons	Abs	R (%)
2 : 1	0,018	0,0033	88,93
1 : 1	0,047	0,0046	94,97
1 : 2	0,050	0,0047	94,63

Dimana pada perhitungan % penyerapan didapat hasil untuk perbandingan diatas yang paling efisien adalah sebesar 94,97 % di perbandingan 1 : 1.

KESIMPULAN

1. Adsorben K-Fe₃O₄ memiliki karakter fisik berwarna hitam kecoklatan. Dan pada karakteristik kimia dari adsorben K-Fe₃O₄ ditampilkan pada hasil spektrum IR ditunjukkan dengan adanya gugus aktif Fe-O.
2. Berdasarkan dengan hasil penelitian didapatkan variasi komposisi yang efisien yaitu di perbandingan 1:1 dengan persen penyerapan ion Pb sebesar 94,97 %.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Asmadi dan Suharno. *Dasar-dasar Teknologi Pengolahan Air Limbah*. Gosyen Publishing: Yogyakarta.
- [2] Cahyaningrum, S. E., Narsito., Santoso, S. J., Agustini, R. 2008. Adsorption of Zink (II) Metal Ion on Chitosan Bead from Shell Shrimp (*Penaeus monodon*). *Jurnal of Chemistry*. 2(1) : 1.
- [3] Darsini, dkk. 2018. Penentuan kapasitas adsorpsi logam Ce (IV) pada adsorben kitosan-karbon beads terikat silang glutaraldehid. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. Pontianak.
- [4] Sari, Y. 2017. Sintesis Kitosan – Silika Bead Serta Aplikasinya Untuk Menurunkan Kadar Ion Cr(VI) Dalam Larutan. *Jurnal Universitas Semarang*. Semarang.
- [5] Teja, A. S. & Koh, P. Y. 2009. *Synthesis Properties and Applications of Magnetit Iron Oxide Nanoparticles*. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55(2), 22-45.
- [6] Volesky B & 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.
- [7] Wisnu, A. Wardhana. 1995. *Dampak Pencemaran Lingkungan*. Yogyakarta: Penerbit Andi.