

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ADSORBEN
KITOSAN–SILIKA DAN PENGAPLIKASIAN TERHADAP ADSORPSI ION Cd²⁺**

**THE MANUFACTURE AND CHARACTERIZATION OF CHITOSAN-SILICA ADSORBEN AND
THE APLICATION TO Cd²⁺ ION ADSORPTION**

Muflihatu Khoirotun Nisa*, Ika Yekti Liana Sari, Soerja Koesnarpardi

Program Studi S1 Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua, Samarinda, 75123
E-mail : nmuflihatu@gmail.com

Received: 20 January 2022, Accepted: 30 January 2022

ABSTRACT

The Research has been conducted on the synthesis of chitosan-silica adsorbents from chitosan and silica derived from TEOS (*Tetraethyl Orthosylicate*). The chitosan-silica was made by mixing chitosan solution and silica soles that were previously chitosan we were added with acetic acid and silica solution we were added with aqueous solution, ethanol and HCl_(p). The result from characterization of FT-IR chitosan-silica adsorbents indicates the presence of OH, NH₂, Si-O, Si-O-Si, chitosan adsorbents that only have OH and NH₂ groups and silica adsorbents that only have OH, Si-O and Si-O-Si groups. Application of chitosan, silica and chitosan-silica adsorbents to adsorp Cd²⁺ ion. Cd²⁺ ion concentration after adsorption was determined by atomic absorption spectrophotometer (AAS). Adsorption Cd²⁺ ion in chitosan-silica successfully indexed Cd²⁺ by 98.67% while for chitosan adsorbents by 97.87% and while silica adsorbents by 79.45%. The Sem results showed that when adsorbents before soaking with Cd²⁺ it was seen that the morphology of the surface of the pores adsorbent there is still a cavity then when after soaking with Cd²⁺ pores filled by ions Cd²⁺.

Keywords : *Adsorbent, Chitosan, TEOS, Cd²⁺ Ion.*

PENDAHULUAN

Pencemaran lingkungan merupakan salah satu dampak negatif yang disebabkan oleh perkembangan teknologi industry yang pesat. Salah satu pencemaran lingkungan terjadi di wilayah perairan yang merupakan sumber kehidupan makhluk hidup [1].

Limbah-limbah buangan industri yang mengandung logam berat tersebut harus ditangani secara tepat agar kadarnya sesuai baku mutu air limbah yang diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan. Pencemaran lingkungan oleh logam berat merupakan masalah yang serius seiring dengan penggunaan logam berat dalam bidang industry [2].

Logam berat seperti Cd merupakan salah satu polutan yang bersifat toksik dan berbahaya bagi lingkungan serta kehidupan manusia. Upaya penurunan konsentrasi logam tersebut di lingkungan merupakan salah satu usaha yang sangat penting dilakukan saat ini. Beberapa metode sendiri telah dikembangkan untuk mengurangi kadar logam berat dari air buangan, seperti pengendapan secara kimia, koagulasi, kompleksasi, ekstraksi pelarut, separasi dengan membran, pertukaran ion dan adsorpsi. digunakan karena prosesnya yang relatif sederhana dan biaya yang diperlukan relatif murah [3]. Beberapa

penelitian telah dilakukan untuk adsorpsi logam berat dengan menggunakan kitosan-silika yang berasal dari TEOS.

Adapun dilakukan penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan karakteristik pada masing masing adsorben kitosan, adsorben silika, dan kitosan-silika, lalu untuk mengetahui karakteristik morfologi pada adsorben kitosan-silika sesudah dikontakkan dengan Cd²⁺ dengan SEM serta untuk menentukan hasil persen adsorpsi ion Cd²⁺ pada masing-masing adsorben kitosan, adsorben silika, dan adsorbenkitosan-silika.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR), *Scanning Elektron Microscopy* (SEM), *magnetic stirrer*, *blender*, lumpang, alu, gelas beaker, corong kaca, pipet volume, pipet tetes, labu ukur, desikator, cawan petri, dan gelas ukur.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian adalah asam asetat 2% (CH₃COOH), Kitosan,

Tetraethyl Orthosilycate (TEOS), larutan induk Cd^{2+} , aquades, etanol, KOH 0.5 M, dan HCl(p).

Prosedur Penelitian

Sintesis Adsorben Kitosan

Sebanyak 100 mL larutan asam asetat 2% disiapkan dengan komposisi 2 mL asam asetat 25% ditambahkan 98 mL aquades, setelah itu diaduk dan dimasukkan 1,5 g kitosan ke dalam larutan asam asetat 2% kemudian diaduk hingga homogen, campuran ini dinamakan larutan kitosan. Larutan kitosan yang terbentuk diteteskan ke dalam NaOH 0,5 M dengan pipet tetes lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Larutan sol-gel kitosan yang terbentuk didiamkan selama 30 menit lalu disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Setelah pH netral lalu dikeringkan dan dihaluskan dan selanjutnya kitosan di karakterisasi dengan FT-IR.

Sintesis Adsorben Silika dari TEOS

Sebanyak 30 mL etanol ditambahkan 1 mL aquades dan 0,5 mL HCl pekat. Campuran tersebut ditambahkan ke dalam 46,5 mL *Tetraethyl Orthosilycate* (TEOS). Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Sol silika yang telah homogen kemudian dimasukkan ke dalam petridish dan didiamkan. Silika yang terbentuk dicuci dengan aquades hingga netral, setelah netral silika dikeringkan. Setelah sol silika kering selanjutnya dihaluskan dan di karakterisasi dengan FT-IR [4].

Sintesis Adsorben Kitosan-Silika

Pembuatan Larutan Kitosan

Sebanyak 100 mL larutan asam asetat 2% disiapkan dengan komposisi 2 mL asam asetat 25% ditambahkan 98 mL aquades, setelah itu diaduk dan 18 dimasukkan 1,5 g kitosan ke dalam larutan asam asetat 2% kemudian diaduk hingga homogen, campuran ini dinamakan larutan kitosan.

Pembuatan Sol Silika

Sebanyak 30 mL etanol ditambahkan 1 mL aquades dan 0,5 mL HCl pekat. Campuran tersebut ditambahkan ke dalam 46,5 mL *Tetraethyl Orthosilycate* (TEOS). Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Selanjutnya sol silika diteteskan secara perlahan ke dalam 100 mL larutan kitosan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen [4].

Pembuatan Adsorben Kitosan-Silika

Larutan kitosan-silika yang terbentuk diteteskan ke dalam 500 mL NaOH 0,5 M dengan menggunakan pipet tetes dan diaduk selama 24 jam [4]. Larutan Kitosan-Silika yang terbentuk didiamkan selama 30 menit kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai netral. Selanjutnya dikeringkan dan

dihaluskan [5]. Kitosan-Silika yang terbentuk selanjutnya di karakterisasi dengan FT-IR dan SEM [6].

Adsorpsi Ion Cd^{2+} dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Disiapkan sebanyak 0,5 gram adsorben kitosa, adsorben silika, dan adsorben kitosan-silika ke dalam gelas kimia, lalu ditambahkan dengan larutan ion Cd^{2+} sebanyak 25 mL dengan konsentrasi 2 ppm selama 24 jam. Filtrat lalu disaring dan diukur adsorbennya dengan SSA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

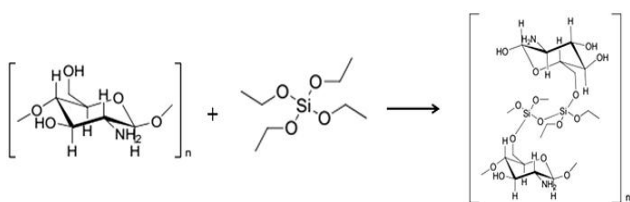
Sintesis Adsorben Kitosan, Silika dan Kitosan-Silika

Pembuatan adsorben kitosan dilakukan dengan cara melarutkan kitosan 0,5% dalam asam asetat 2%, dimana pelarutan dilakukan karena kitosan sangat larut dalam asam. Hal tersebut dikarenakan adanya interaksi hidrogen antara gugus karboksil dari asam asetat dengan gugus amina kitosan sehingga mempermudah pelarutan kitosan dalam air. Larutan kitosan yang telah terbentuk kemudian diteteskan ke larutan NaOH 0,5 M, dimana larutan NaOH sendiri berfungsi untuk mengeraskan gel yang berasal dari kitosan yang diteteskan, sehingga terjadi repolimerisasi kitosan. Adapun polimerisasi pada kitosan lebih tertata sehingga struktur yang terbentuk lebih teratur sehingga saat diaplikasikan sebagai adsorben kitosan akan menghasilkan interaksi yang lebih efektif dibanding dengan kitosan [7]. Adapun hasil adsorben kitosan yang didapat adalah berupa bubuk coklat muda.

Pembuatan adsorben silika dilakukan dengan cara pembuatan sol silika dimana 30 mL etanol, 1 mL aquades dan 0,5 mL HCl pekat ditambahkan ke dalam 46,5 mL *Tetraethyl Orthosilycate* (TEOS). TEOS berfungsi sebagai prekursor, dimana TEOS berguna untuk memberikan ion-ion radikal silika pada saat proses hidrolisis. Pada pembuatan sol silika sendiri TEOS yang dilarutkan dalam etanol akan bereaksi lambat sehingga diperlukan katalis asam yaitu HCl untuk memulai reaksi hidrolisis kondensasi [8]. Hasil adsorben silika yang diperoleh berupa bubuk putih.

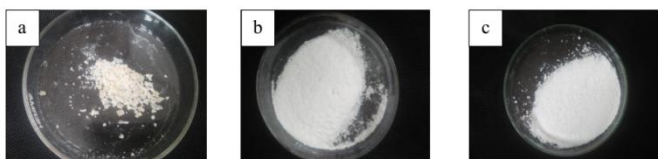
Proses pembuatan kitosan-silika dilakukan dengan dengan cara mencampurkan larutan kitosan 0,5% dan sol silika. Hasil sintesis kitosan-silika berupa bubuk putih. Ketika kitosan dilarutkan dalam asam asetat terjadi reaksi protonasi dimana hal tersebut menyebabkan hasil berupa garam amina pada gugus kitosan. Penambahan silika pada sintesis kitosan-silika berasal dari TEOS, yang dimana TEOS sendiri berfungsi sebagai prekursor. Penambahan silika ke dalam larutan kitosan berfungsi sebagai porogen atau untuk membentuk pori pada kitosan sehingga luas permukaan kitosan menjadi semakin besar dan

menyebabkan daya adsorpsi kitosan dapat semakin baik. [3] Silika memiliki gugus aktif Si-OH (Silanol) dan Si-O-Si (Siloksan) karena itulah silika ditambahkan ke dalam kitosan. Selain itu silika juga memiliki sifat tahan terhadap asam, sehingga pada saat silika ditambahkan ke dalam kitosan-silika dapat menyebabkan bertambahnya ketahanan kitosan dalam asam. Pada prosesnya silika akan membentuk pori dengan ikatan antara silika dengan oksigen pada gugus -OH (membentuk ikatan Si-O-H) [6]. Adapun penambahan silika pada kitosan-silika dapat mempertahankan bentuk fisik sehingga kitosan-silika yang dihasilkan lebih stabil dan teratur. Adapun reaksi antara larutan kitosan dengan silika ditunjukkan pada Gambar 1.



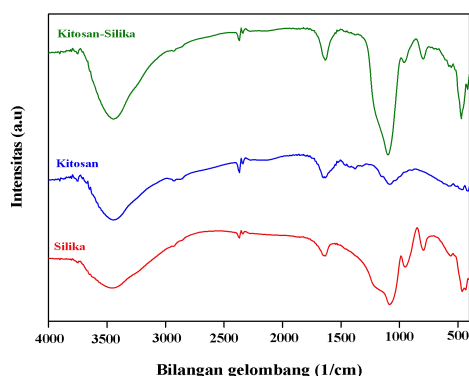
Gambar 1. Reaksi Larutan kitosan dengan silika

Hasil sintesis adsorben kitosan, silika dan kitosan-silika ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Bentuk fisik adsorben kitosan (a), silika (b) dan kitosan-silika (c)

Selanjutnya dilakukan analisa FT-IR untuk mengetahui gugus fungsional pada adsorben kitosan, silika, serta adsorben kitosan-silika. Adapun hasil FT-IR dapat dilihat pada gambar 3 dan tabel 1



Gambar 3. Spektrum FT-IR adsorben kitosan, silika dan kitosan-silika

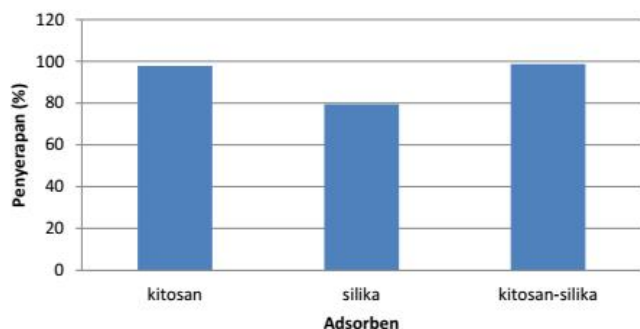
Tabel 1. Hasil Analisa dengan FT-IR adsorben kitosan, silika dan kitosan-silika

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		
	Kitosan-silika	Kitosan	Silika
OH	3448,72	3448,72	3448,72
NH ₂	1635,64	1635,64	-
Si-O pada	1095,57	-	1087,85
Si-O-Si	470,63	-	455,20

Hasil analisa FT-IR pada adsorben kitosan menunjukkan beberapa puncak khas pada bilangan gelombang 3448,72 Hasil analisa FT-IR pada adsorben kitosan menunjukkan beberapa puncak khas pada bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ yang dimana bilangan tersebut menunjukkan adanya gugus fungsi berupa OH *stretching* serta bilangan 1635,64 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus fungsi NH₂. Hasil analisa FT-IR pada adsorben silika juga menunjukkan beberapa puncak khas yang mendeteksi adanya gugus fungsi, diantaranya pada bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus OH, lalu pada bilangan gelombang 1087,85 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus Si-O, dan bilangan gelombang 455,20 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus Si-O-Si.

Hasil analisis FT-IR yang didapat pada adsorben kitosan-silika menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi yang terdeteksi diantaranya adalah OH, Si-O-Si, Si-O dan NH₂, untuk membuktikan karakterisasi berhasil dapat dilihat bahwa terdapat gugus fungsi NH₂ yang berasal dari kitosan dan Si-O-Si, Si-O yang berasal dari silika. Menurut [9] serapan dengan pita lebar pada daerah 3550-3200 cm⁻¹ sendiri merupakan puncak yang khas dari vibrasi gugus OH, adapun pada hasil spektrum IR adsorben kitosan-silika ikatan O-H ditunjukkan pada bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ yang dimana hal tersebut menandakan adanya *stretching* ikatan hidrogen pada gugus OH. Nilai Pita serapan untuk OH adalah 1635,64 cm⁻¹ berdasarkan dengan [9] dimana NH₂ nilai pita serapan berkisar antara 1650 cm⁻¹, 580 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan NH₂. Dimana nilai pita serapan tersebut menunjukkan bahwa adanya gugus amina pada kitosan-silika, gugus amina sendiri berasal dari kitosan dan gugus amina tersebut berfungsi sebagai situs aktif yang membantu kitosan agar dapat mengadsorpsi logam berat. Serapan yang terdapat pada bilangan gelombang 1095,57 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur simetri Si-O pada siloksan Si-O-Si. Gugus Si-O-Si yang terdapat pada kitosan-silika berasal dari silika. Gugus Si-O-Si merupakan gugus aktif silika yang membentuk pori dengan ikatan silika-oksigen antar molekul sehingga membentuk rantai panjang Si-O₂ [6].

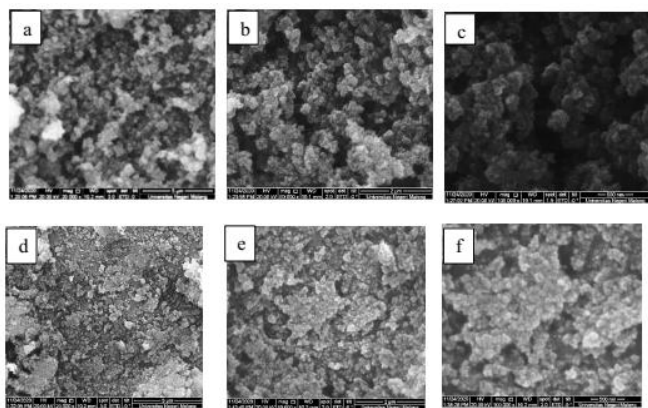
Adsorpsi ion Cd^{2+} pada adsorben kitosan, silika dan kitosan-silika ditunjukkan pada Gambar 4 berikut:



Gambar 4. Presentase adsorpsi Cd^{2+} pada kitosan, silika dan kitosa-silika

Presentase adsorpsi pada kitosan-silika lebih besar daripada kitosan dan silika yaitu sebesar 98,67%, hal ini berarti kemampuan adsorpsi kitosan-silika pada ion Cd^{2+} memiliki daya serap yang lebih baik, dikarenakan adsorben kitosan-silika selain memiliki gugus NH_2 juga memiliki pori-pori yang dapat menjerap ion Cd sehingga hasil adsorpsi lebih maksimal dibandingkan dengan adsorben kitosan yang hanya memiliki gugus NH_2 saja dan adsorben silika yang hanya memiliki pori-pori penjerap sehingga adsorpsi yang dilakukan tidak terlalu maksimal [6].

Presentase adsorpsi ion Cd^{2+} pada kitosan-silika yang dominan tersebut kemudian dianalisis morfologi permukaan sebelum dan setelah interaksi dengan ion Cd^{2+} menggunakan SEM yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Morfologi permukaan kitosan-silika sebelum interaksi dengan Cd^{2+} perbesaran (a) 20.000× (b) 50.000× (c) 100.000× dan setelah interaksi dengan Cd^{2+} perbesaran (a) 20.000× (e) 50.000× (f) 100.000×

Adsorben kitosan-silika sebelum dikontakkan dengan ion Cd^{2+} memiliki pori-pori material yang terlihat tidak terlalu rapat, berbeda dengan ketika

adsorben kitosan-silika setelah interkasi dengan ion Cd^{2+} yakni partikel-partikelnya merapat dan menutupi pori-pori, hal ini membuktikan bahwa ion Cd^{2+} diserap dengan baik oleh adsorben kitosan-silika.

KESIMPULAN

Hasil karakterisasi adsorben kitosan-silika dengan menggunakan FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi OH, NH_2 , Si-O-Si, dan Si-O dengan nilai pita serapan $3448,72\text{ cm}^{-1}$, $1635,64\text{ cm}^{-1}$, $1095,57\text{ cm}^{-1}$ dan $470,63\text{ cm}^{-1}$, pada adsorben kitosan terdapat gugus NH_2 dan OH, dengan nilai pita serapan $3448,72\text{ cm}^{-1}$ dan $1635,64\text{ cm}^{-1}$ serta pada hasil FT-IR adsorben silika menunjukkan gugus OH, Si-O-Si dan Si-O dengan nilai pita penyerapan $3448,72\text{ cm}^{-1}$, $1087,85\text{ cm}^{-1}$ dan $455,20\text{ cm}^{-1}$. Kemampuan penyerapan ion Cd^{2+} pada adsorben kitosan-silika lebih besar dibanding kitosan dan silika. Morfologi permukaan kitosan-silika setelah interaksi dengan ion Cd^{2+} terjadi perubahan rongga-rongga semakin lebih rapat dibanding sebelum interkasi. hal ini tersebut membuktikan adsorben menyerap ion Cd^{2+} dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Yuniarti, Shofiyah dan Maharani, Dina Kartika. 2012. *Pemanfaatan Membran Kitosan-Silika untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Pb(II) dalam Larutan*
- [2] Fahmiati, Nuryono dan Narsito. 2004. *Kajian Kinetika Adsorpsi Cd(II), Ni(II) dan Mg(II) Pada Silika Gel Termodifikasi*.
- [3] Buhani, Narsito, Nuryono, dan Kunarti, Eko Sri. 2009. *Hibrida Amino-silika dan Merkpto-silika sebagai Adsorben untuk Adsorpsi Ion Cd(II) dalam Larutan*
- [4] Wan Ngah, W.S. dan S. Fatinathan. 2009. Pb(II) Biosorption using Chitosan and Chitosan Derivatives Beads: Equilibrium, Ion Exchange and Mechanism Studies. *Journal of Environmental Sciences*.
- [5] Roosen, J., J. Spooren, dan K. Binnemans. 2014. Adsorption Performance of Functionalized Chitosan-Silica Hybrid Materials toward Rare Earths. *Journal of Materials Chemistry*
- [6] Susilowati, Endang F. Widhi Mahatmanti, Sri Haryani. 2018. *Sintesis Kitosan Silika Bead Sebagai Pengadsorpsi Ion Logam Pb(II) Pada Limbah Cair Batik*. Semarang : Universitas Negeri Semarang.
- [7] Cahyaningrum, S.E. dan D. Kartika. 2014. Adsorption Rate Constant and Capacities of Lead(II) Removal from Synthetic Wastewater using Chitosan Silica. *Prosiding of International Conference on Research*,

Implementation and Education of Mathematics and Sciences. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.

- [8] Noralia, E. dan D.K. Maharani. 2013. *Filtrasi Ion Logam Cr⁶⁺ dengan Membran Komposit Kitosan-Silika*. *UNESA Journal of Chemistry*, 2(1): 24-28
- [9] Silverstein, R. M, Bassler, G. Clayton, dan Morrill, Terence C. 2013. *Spectrometric Identification Of Organic Compounds*. New York : John Wiley & Sons, INC.