



INNOVATIVE: Journal Of Social Science Research

Volume 4 Nomor 1 Tahun 2024 Page 6736-6752

E-ISSN 2807-4238 and P-ISSN 2807-4246

Website: <https://j-innovative.org/index.php/Innovative>

Modifikasi Kitosan Dari Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*) Kitosan Kulit Udang (*Penaeus Monodon*) Terlapis Pasir Besi Dan Silika Dengan (3-Chloropropyl) Trimethoxysilane (Cptms) Sebagai Adsorben Magnetik

Marwiah^{1✉}, Ummu Kalsum², A. Artiningsih³

Teknik Kimia, Universitas Muslim Indonesia,

Email: marwiah@gmail.com^{1✉}

Abstrak

Karakterisasi adsorben dilakukan dengan Scanning Electron Microscope (SEM) dan Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) serta analisa gugus fungsi dengan FTIR (Fourier Transform Infrared). Berdasarkan hasil FTIR, variasi rasio antara 3-chloropropyltrimethoxysilane (CPTMS) dan Kitosan yaitu (0:4, 1:4, 2:4, 3:4, 4:4) mmol tidak banyak mempengaruhi gugus fungsi dari adsorben magnetik yang dihasilkan karena memberikan spektrum IR dan pita IR yang sesuai dengan vibrasi deformasi amina sekunder yang cukup mirip. Hasil SEM-EDX menunjukkan struktur morfologi permukaan pada rasio 0:4 dan 1:4 cukup homogen, dimana kedua adsorben magnetik tersebut memiliki bentuk yang tidak beraturan dan tidak ada perbedaan morfologi yang signifikan. Komposisi permukaan Fe secara signifikan menurun dan sebaliknya Si meningkat, menunjukkan bahwa permukaan partikel magnetik hampir seluruhnya tertutup oleh lapisan silika. Adsorben sangat stabil dalam larutan asam dengan pH 3 atau lebih tinggi. Semakin tinggi perbandingan CPTMS menyebabkan sedikit peningkatan stabilitas. Uji Adsorpsi dengan sistem Batch terhadap logam As dan Pb dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi adsorbat 5, 10, 20, 30 dan 40 mg/L. Konsentrasi As dan Pb dianalisis menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). Efisiensi penyisihan logam As yang didapatkan adalah 18.5 – 48.7% dan Kapasitas adsorpsi 2,31 – 8,21 ug/g, Sedangkan Efisiensi penyisihan untuk logam Pb yang didapatkan adalah 69.5 – 129.3% dan Kapasitas adsorpsi 1.73 – 19.98 ug/g, Dengan demikian perbandingan rasio 1 mmol CPTMS terhadap 4 mmol kitosan pada pH 5 memberikan adsorben magnetik terbaik dalam hal stabilitas dan kapasitas adsorpsi, dimana maksimum adalah 8,21 ug/g untuk logam As dan 19.98 ug/g untuk logam Pb.

Kata Kunci : *Adsorpsi; Logam berat; Pasir besi; CPTMS; Kitosan.*

Abstract

Adsorbent characterization was carried out using Scanning Electron Microscope (SEM) and Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) as well as functional group analysis using FTIR (Fourier Transform Infrared). Based on the FTIR results, variations in the ratio between 3-chloropropyltrimethoxysilane (CPTMS) and Chitosan, namely (0:4, 1:4, 2:4, 3:4, 4:4) mmol, do not greatly affect the functional groups of the magnetic adsorbent produced because they provide The IR spectrum and IR bands corresponding to the damping vibrations of secondary amines are quite similar. SEM-EDX results show that the surface morphology structure at a ratio of 0:4 and 1:4 is quite homogeneous, where the two magnetic adsorbents have irregular shapes and there are no significant morphological differences. The surface composition of Fe significantly decreased and conversely, that of Si increased, indicating that the surface of the magnetic particles was almost completely covered by a layer of silica. The adsorbent is very stable in acidic solutions with a pH of 3 or higher. The higher CPTMS ratio causes a slight increase in stability. Adsorption tests using the Batch system on metals as and Pb were carried out by varying the adsorbate concentrations of 5, 10, 20, 30, and 40 mg/L. As and Pb concentrations were analyzed using an Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). The removal efficiency for As metal obtained was 18.5 – 48.7% and the adsorption capacity was 2.31 – 8.21 ug/g, while the removal efficiency for Pb metal obtained was 69.5 – 129.3% and the adsorption capacity was 1.73 – 19.98 ug/g. Thus The ratio of 1 mmol CPTMS to 4 mmol chitosan at pH 5 provides the best magnetic adsorbent in terms of stability and adsorption capacity, where the maximum is 8.21 ug/g for As metal and 19.98 ug/g for Pb metal.

Keywords: *Adsorption; Heavy metal; iron sand; CPTMS; Chitosan.*

PENDAHULUAN

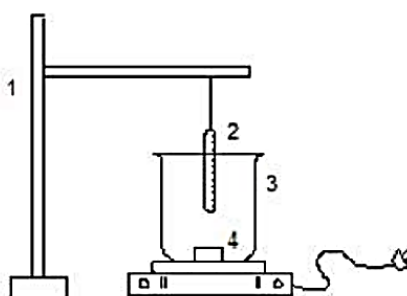
Revolusi industri dan perkotaan telah menyebabkan meningkatnya pencemaran lingkungan oleh logam berat. Pelepasan berlebihan logam berat ke lingkungan (saluran air, sungai dan sumur), menyebabkan masalah lingkungan. Logam berat sangat beracun bagi makhluk hidup sehingga perlu untuk meminimalkan kehadirannya (Ifa and Syarif, 2021). Logam berat juga terdiri dari unsur-unsur nonesensial, termasuk arsenik, kadmium, nikel, timbal, merkuri, dan antimon (Khan et al., 2015). Ion logam berat dalam ekosistem memiliki dampak berbahaya yang serius bagi semua organisme hidup jika terpapar dalam waktu lama karena bersifat racun, kumulatif, dan tidak dapat dikomposkan (Demcak, Balintova and Demcakova, 2017). Ada beberapa metode untuk menghilangkan keberadaan logam berat secara kimia seperti pengendapan kimia, ekstraksi pelarut, koagulasi, pewarnaan, pertukaran ion, pemisahan membran, reverse osmosis dan adsorpsi (Yusmaniar et al., 2017). Metode adsorpsi adalah yang paling banyak digunakan karena efektif untuk menurunkan konsentrasi logam berat di dalam air (Zhu et al., 2017). Metode ini memiliki keunggulan dibandingkan dengan yang lain, yaitu desainnya sederhana, ramah lingkungan, tidak

menghasilkan zat beracun, serta efektivitas dan efisiensi tinggi, relatif hemat biaya, mengurangi kemungkinan menghasilkan bahan kimia yang tidak diinginkan (Choi et al., 2018). Beberapa penelitian menunjukkan bahwa kitosan sangat efisien dalam menghilangkan berbagai logam beracun dan strategis, seperti kromium, kadmium, merkuri, molibdenum, uranium, vanadium, platinum, dan paladium (Gerente et al., 2007). Kitosan telah menunjukkan potensi untuk menyerap sejumlah besar ion logam, dan ini telah meningkatkan minat yang besar dalam menilai kelayakannya untuk menghilangkan ion logam pada berbagai sistem dan jenis limbah (Gerente et al., 2007). Metode adsorpsi telah dilaporkan sebagai metode yang ekonomis, efisien untuk menghilangkan logam berat air limbah karena efektivitasnya bahkan pada konsentrasi rendah (Amuda et al., 2013). Di antara adsorben berbiaya rendah ini, kitosan memiliki kapasitas penyerapan tertinggi untuk beberapa ion logam (Amuda, Giwa and Bello, 2007). Pemanfaatan bahan dan bahan limbah yang efektif adalah salah satu tanggung jawab terbesar dalam hal pembangunan berkelanjutan (Ifa and Syarif, 2021). Cangkang bekicot dan kulit udang merupakan limbah yang dapat mencemari lingkungan, selama ini limbah kulit udang hanya dikeringkan dan dimanfaatkan sebagai pakan dengan nilai yang rendah. Mengolahnya menjadi kitosan akan memberikan nilai tambah yang tinggi karena kulit krustase mengandung 14-35 % kitin, sedangkan cangkang bekicot mengandung zat kitin sekitar 70% - 80% (Tarigan et al., 2021),

Partikel nano Fe_3O_4 (magnetit) merupakan bahan yang saat ini banyak dikembangkan di berbagai bidang karena keunggulan karakteristiknya. Sebagai bahan yang mempunyai sifat-sifat magnet, optik, dan katalitik yang unik, magnetit banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, di antaranya pemisah logam berat untuk keperluan pemurnian air (Lakshmanan, 2013). Penelitian tentang sintesis partikel magnetik alami yang difungsikan dengan kitosan dan silika dimodifikasi dengan (3-kloropropil) trimetoksisilana (CPTMS) sebagai adsorben magnetik yang sangat stabil untuk ion $\text{Au}(\text{III})$ telah dilakukan oleh (Nuryono et al., 2020) dan untuk ion sulfat (SO_4) oleh (Sukamto et al., 2021), tetapi pengujian terhadap ion Pb dan As dengan bahan Kitosan dari cangkang Bekicot dan kulit udang dengan variasi konsentrasi belum pernah dilakukan. Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini dilakukan sintesis partikel magnetik alami yang difungsikan dengan kitosan dan silika dimodifikasi dengan (3-kloropropil)trimetoksisilana (CPTMS) sebagai adsorben magnetik terhadap logam Pb dan As dalam air limbah. Sintesis dilakukan dengan metode sol-gel pada kondisi suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam dengan variasi pH, waktu kontak dan konsentrasi adsorbat untuk mengetahui kemampuan adsorpsi dari adsorben magnetik tersebut.

METODE PENELITIAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah termometer, botol pereaksi, pipet ukur, gelas beker, gelas ukur, erlenmeyer, spatula, botol timbang, blender, ayakan 200 mesh, oven Merek Mettler Toledo, desikator, pengaduk magnetik, bola hisap, hot plate (IKA C-MAG), sentrifuge, magnet separator, mortar stamper, timbangan analitik elektronik (Mettler Toledo) dan pencatat waktu. Peralatan instrumentasi untuk karakterisasi hasil sintesis adalah Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR) Merek SHIMADZU 8400s Tahun 2010, Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX) Merek JEOL Neoscope JCM-6000Plus Benchtop SEM, Spektrofotometer UV-Vis 1800 Merek SHIMADZU, Spektrofotometer serapan atom (AAS) Merek AGILENT 240-ZAA. Alat utama pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut:



Gambar 3.1 Rangkaian Alat Pembuatan Kitosan dan Adsorben Magnetik

Keterangan : 1. Statif, 2. Termometer, 3. Gelas Beaker, 4. Pengaduk Magnet, 5. Motor Pemanas

Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Pasir besi alami, Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*), Kitosan Kulit Udang Komersial (Sigma Aldrich), Aquadest (H_2O), Asam klorida (HCl) p.a (Merck), Asam Asetat Glacial (CH_3COOH) p.a (Merck), Ammonia 27% p.a (Merck), Natrium Hidroksida ($NaOH$) p.a (Merck), larutan standar (1000 mg/L) Pb standart from NIST (Merck) dan As (1000 mg/L) standart from NIST (Merck), Natrium silikat (25,5–28,5% SiO_2 dan 7,5–8,5% Na_2O) p.a (Merck) dan (3-Kloropropil)trimetoksisilana (CPTMS) p.a (Merck), Asam Hidrofluorat (HF) 10% p.a (Merck) dan Kertas pH Universal (Merck).

Persiapan Sampel Cangkang Bekicot

Cangkang Bekicot dibersihkan kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama 2 x 24 jam. Setelah kering, kemudian digrinder sampai menjadi serbuk dan selanjutnya diayak dengan ukuran 200 mesh dan hasilnya berupa serbuk yang digunakan sebagai bahan baku dalam penelitian ini.

Pembuatan Kitosan dari kitin Cangkang Bekicot

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan kitosan dari cangkang bekicot dengan mengikuti prosedur penelitian dari (Ifa L et al.,2019). Bubuk Cangkang bekicot yang telah diayak dengan ayakan 100 mesh kemudian ditimbang sebanyak 500 gram untuk di deproteinasi. Deproteinasi bertujuan untuk menghilangkan/mengurangi kadar protein, dikarenakan protein larut dalam alkali encer dan pemanasan. Hasil deproteinasi kemudian disaring dan diperoleh endapan berwarna putih kecoklatan. Selanjutnya dilakukan proses dimineralisasi yang bertujuan untuk menghilangkan/mengurangi kadar mineral, hasil dari dimineralisasi berupa bubuk kitin yang memiliki bentuk fisik berwarna putih kecoklatan.

Proses selanjutnya untuk mendapatkan kitosan yaitu dengan mengisolasi kitosan dari kitin. isolasi kitosan dari kitin dilakukan dengan proses deasetilasi. Proses deasetilasi dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 50% (b/v) hal ini bertujuan untuk memutuskan ikatan antara karbon pada gugus asetil dengan atom nitrogen pada kitin, sehingga berubah menjadi gugus amina (-NH₂). Hasil deasetilasi yaitu berupa endapan yang kering berwarna putih kekuningan. Proses deasetilasi bertujuan untuk menghilangkan gugus asetil dari kitin sehingga menjadi kitosan, dikarenakan kitosan merupakan kitin yang kehilangan gugus asetil, dimana terjadi perubahan gugus asetil (-HCOCH₃) menjadi gugus amina (-NH₂). (Artiningsih dan Kasmudin, 2021).

Pembuatan larutan kitosan

Sebelum digunakan pada proses pembuatan adsorben magnetik, kitosan dengan perbandingan (80:20)% antara kitosan cangkang bekicot dan kitosan kulit udang komersial (Sigma Aldrich) dihomogenkan terlebih dahulu dalam mortir, kemudian dilarutkan dengan menggunakan asam asetat 1% dengan mengikuti prosedur penelitian dari (Artiningsih and Kasmuddin, 2021). Adapun gambar dari diagram alir pembuatan larutan kitosan dapat dilihat pada gambar 3.5.

Sintesis adsorben magnetik

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis Adsorben Magnetik dengan mengikuti prosedur penelitian dari (Nuryono, 2020 dan Sukamto, 2021) , MP (0,5 g) dilarutkan dalam 1,0 mL Natrium Silikat dengan 1 mL air suling, pH suspensi yang dihasilkan diatur hingga 10 dengan penambahan asam klorida tetes demi tetes. Suspensi kemudian dituangkan ke dalam larutan berair yang dibuat dengan mencampurkan 0,18 mL (1,0 mmol) CPTMS dan 33 mL (4,0 mmol) larutan kitosan 2% berat dengan asam asetat 1%. Amonia 0.5 M ditambahkan

ke dalam campuran sampai pH 7 dan kemudian gel yang diperoleh didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam. Padatan dipisahkan dengan menerapkan magnet, kemudian dikeringkan pada suhu 60 oC selama 24 jam. Adsorben yang diperoleh dilambangkan sebagai MP@SiO₂/CPTMS1/Chi, Adsorben dengan CPTMS/kitosan 1/4, 2/4, 3/4, dan 4/4 dibuat dengan cara yang sama dengan MP@SiO₂/CPTMS1/Chi, tetapi jumlah CPTMS ditingkatkan dengan mempertahankan konstanta kitosan (Tabel 3.1). Sintesis juga dilakukan tanpa CPTMS, dan tanpa CPTMS maupun kitosan dan adsorben yang diperoleh dilambangkan sebagai MP@SiO₂/Chi.

Tabel 3.1 Berbagai perbandingan rasio mol CPTMS terhadap kitosan

RASIO PERBANDINGAN		KODE
CPTMS	KITOSAN	
0,00 mL (0 mmol)	(33 ml) 4 mmol	MP@SiO ₂ /Chi
0,18 mL (1 mmol)	(33 ml) 4 mmol	MP@SiO ₂ /CPTMS1/Chi
0,36 mL (2 mmol)	(33 ml) 4 mmol	MP@SiO ₂ /CPTMS2/Chi
0,54 mL (3 mmol)	(33 ml) 4 mmol	MP@SiO ₂ /CPTMS3/Chi
0,72 mL (4 mmol)	(33 ml) 4 mmol	MP@SiO ₂ /CPTMS4/Chi

Uji stabilitas dalam larutan asam

Pada penelitian ini akan dilakukan uji stabilitas dalam larutan asam pada Adsorben Magnetik dengan mengikuti prosedur penelitian dari (Nuryono, 2020 dan Sukamto, 2021). Adsorben magnetik (20 mg) ditambahkan ke dalam larutan berair (10 mL) dengan pH berbeda (1, 2, 3, 4 dan 5), yang disesuaikan dengan penambahan asam klorida (0,1 M) atau larutan berair NaOH (0,1 M). Suspensi dikocok pada suhu kamar selama 2 jam. Kemudian, padatan dipisahkan dengan magnet, dikeringkan pada suhu 110 oC selama 4 jam dan ditimbang untuk memperkirakan kehilangan berat dalam larutan. Konsentrasi Fe(III) yang terlarut dalam larutan diukur dengan spektrometri serapan atom (AAS) dengan mengikuti prosedur pada SNI 06-6989.50-2005. Adapun gambar dari diagram alir uji stabilitas dalam larutan asam dapat dilihat pada Gambar 3.7.

Karakterisasi Hasil Sintesis

- Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR), Analisa FTIR dilakukan untuk mengetahui keberadaan jenis gugus fungsi pada material hasil sintesis. Spektra FTIR dideteksi pada bilangan gelombang 400 hingga 4000 cm⁻¹
- Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive XRay (SEM-EDX) Material hasil sintesis dikarakterisasi struktur morfologi kristal, ukuran partikel dan persebaran unsurnya

dengan instrument SEM-EDX.

Uji Adsorpsi

Pada penelitian ini akan dilakukan pengukuran terhadap logam Pb dan As dengan mengikuti prosedur SNI 06-6989.46-2005 untuk logam Pb dan SNI 06-6989.54-2005 untuk logam As.

Persiapan Contoh Uji

1. Pada penelitian ini akan dilakukan pengambilan sampel uji (air limbah) dengan mengikuti prosedur SNI 06-6989.59-2008 secara grab sampling.
2. Homogenkan contoh uji, masukkan 50 mL contoh uji ke dalam gelas piala 100 mL
3. Tambahkan 5 mL HNO₃ pekat dan panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
4. Tambahkan lagi 5 mL HNO₃ pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan lagi;
5. Lanjutkan penambahan asam dan pemanasan sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
6. Tambah lagi 2 mL HNO₃ pekat dan panaskan kira-kira 10 menit;
7. Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
8. Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL dan tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera.

Pembuatan larutan baku timbal (Pb) dan Arsen (As) 10 mg/L

1. Pipet 0.5 mL larutan induk timbal 1000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 50 mL;
2. Tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan kerja timbal dan Arsen

1. Pipet 0,05 ml, 0.1 mL; 0.2 mL; 0.3 mL dan 0.5 ml dari larutan baku Timbal dan Arsen masing-masing 10 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
2. Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan
3. Sehingga diperoleh kadar timbal 5 µg/L , 10 µg/L; 20 µg/L; 30 µg/L dan 50 ug/L.

Pengaruh Variasi Konsentrasi Adsorbat

Dilakukan adsorpsi dengan variasi konsentrasi adsorbat untuk mendapatkan kapasitas adsorpsi yang maksimum dari masing-masing adsorben. Pada masing-masing logam Pb

dan As disiapkan konsentrasi awal sebesar 20 ug/L, Kondisi adsorpsi kedua logam dilakukan pada kondisi yang sama yaitu selama 2 jam, pH normal 3, temperatur ± 30 °C dengan dosis adsorbat 5, 10, 20, 30, dan 40 ug/L. Kemudian larutan diukur dengan spektrometri serapan atom (AAS) mengikuti prosedur SNI 06-6989.46-2005 untuk logam Pb dan SNI 06-6989.54-2005 untuk logam As.

Pengaruh Variasi pH

Efek pH larutan diselidiki dengan mengatur pH awal pada kisaran 1-5 menggunakan HCl (0,1 M) dan NaOH (0,1 M). Adsorben magnetik (20 mg) ditambahkan ke dalam larutan sampel (10 mL) dengan pH berbeda (1, 2, 3, 4 dan 5), yang disesuaikan dengan penambahan asam klorida (0,1 M) atau larutan berair NaOH (0,1 M). Suspensi dikocok pada suhu kamar selama 2 jam. Kemudian larutan diukur dengan spektrometri serapan atom (AAS) mengikuti prosedur SNI 06-6989.46-2005 untuk logam Pb dan SNI 06-6989.54-2005 untuk logam As.

Pengaruh Variasi Waktu Kontak

Pengaruh variasi waktu kontak dilakukan untuk mengetahui waktu optimum proses adsorpsi. Proses adsorpsi kedua logam dilakukan dalam erlemeyer tertutup dengan dosis adsorben 20mg/10mL dan konsentrasi awal adsorbat sebesar 50 ug/L. Variasi waktu kontak dilakukan selama 120, 140, 180, 200 dan 240 menit. Konsentrasi dari larutan kemudian diukur menggunakan AAS-Furnace.

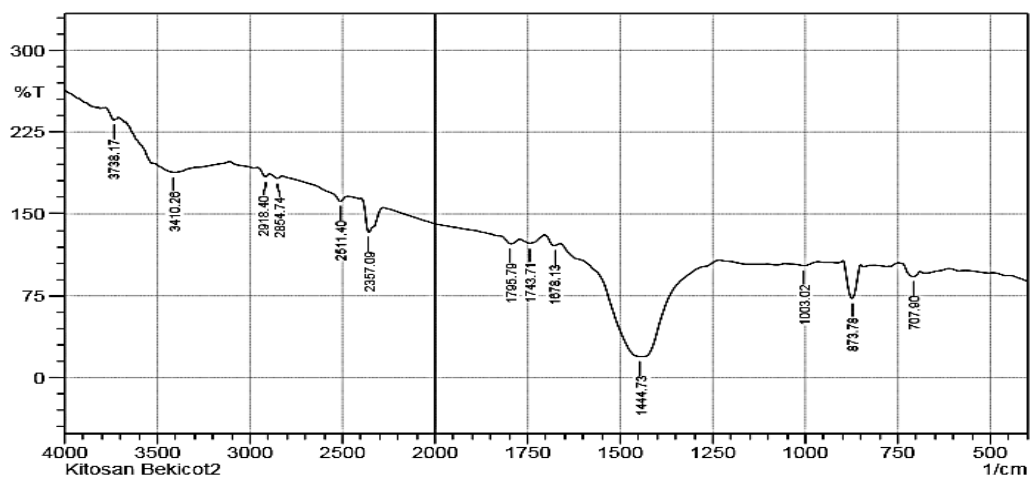
HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan

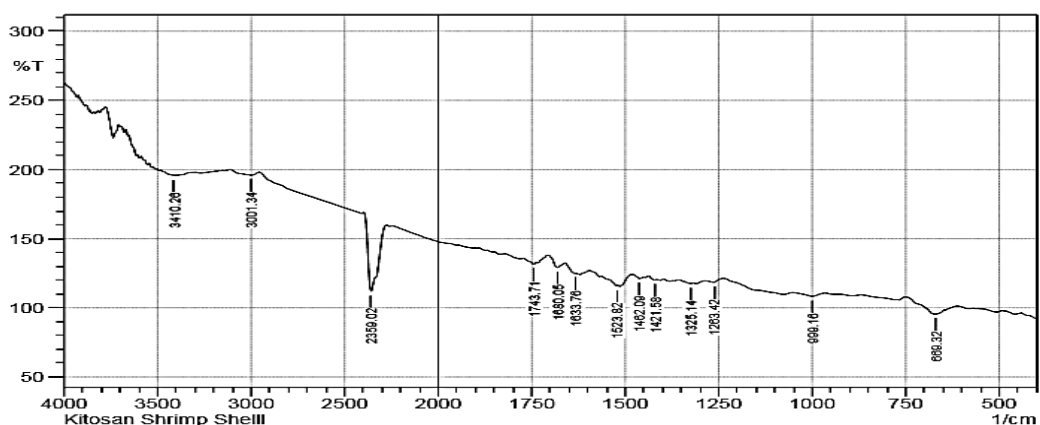
Reaksi Hidrolisis yang terjadi dalam proses perubahan kitin menjadi kitosan. Masuknya gugus hidroksil (OH^-) dari Larutan NaOH kedalam atom karbon (C) merupakan mekanisme reaksi awal yang terjadi. Gugus hidroksil memiliki pasangan elektron bebas yang bersifat nukleofilik mengakibatkan hal tersebut dapat terjadi. Adanya efek induksi menyebabkan gugus hidroksil masuk pada atom C karbonil. Hal ini menyebabkan elektron pada atom C karbonil menuju ke atom O sehingga atom C karbonil bersifat sangat elektropositif. Akibat hal tersebut ikatan π pada ikatan rangkap $\text{C}=\text{O}$ karbonil menjadi terputus. Pada hidroksil (OH^-) terdapat atom O yang mampu menarik elektron pada H sehingga terbentuklah proton. Ion Ammonium terbentuk akibat satu pasang elektron bebas Atom N menarik proton yang telah terbentuk. Untuk membentuk kitosan maka harus menstabilkan atom N dengan cara memutuskan ikatan N-C yang diikuti dengan terbentuknya ikatan rangkap $\text{C}=\text{O}$. Proses diasetilasi bertujuan untuk menghilangkan gugus asetil dari kitin sehingga

menjadi kitosan, dikarenakan kitosan merupakan kitin yang kehilangan gugus asetil. Dimana terjadi perubahan gugus asetil (-HCOCH₃) menjadi gugus amina (-NH₂). (Artiningsih and Kasmuddin, 2021)

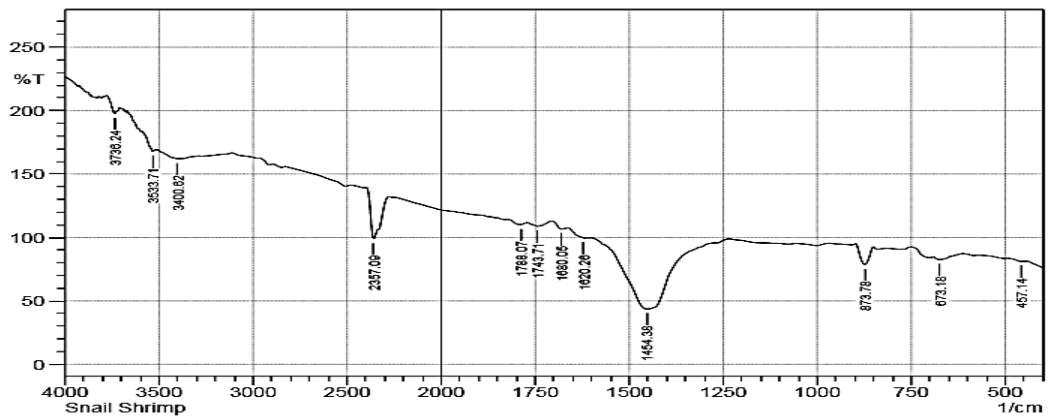
Hasil deasetilasi diperoleh kitosan dengan kadar derajat deasetilasi 68%. dimana menurut SNI No. 7949-2013 Tahun 2019 tentang Syarat Mutu Kitosan yaitu DD \geq 75%. hal ini disebabkan karena bahan yang digunakan yaitu cangkang bekicot berasal dari bekicot liar serta tidak adanya keseragaman ukuran dan ketebalan cangkang sehingga kualitas kandungan kitin rendah menyebabkan hasil yang didapat tidak memuaskan. Untuk mendapatkan kitosan dengan derajat deasetilasi 75% maka di buat modifikasi campuran kitosan antara kitosan dari cangkang bekicot dan kitosan dari kulit udang (Sigma Aldrich) dengan perbandingan 80:20 (%). Gambar hasil analisa Gelombang menggunakan alat FTIR dapat dilihat pada Gambar 2, Gambar 3 dan Gambar 4, serta Grafik Derajat Deasetilasi Kitosan pada Gambar 5 :



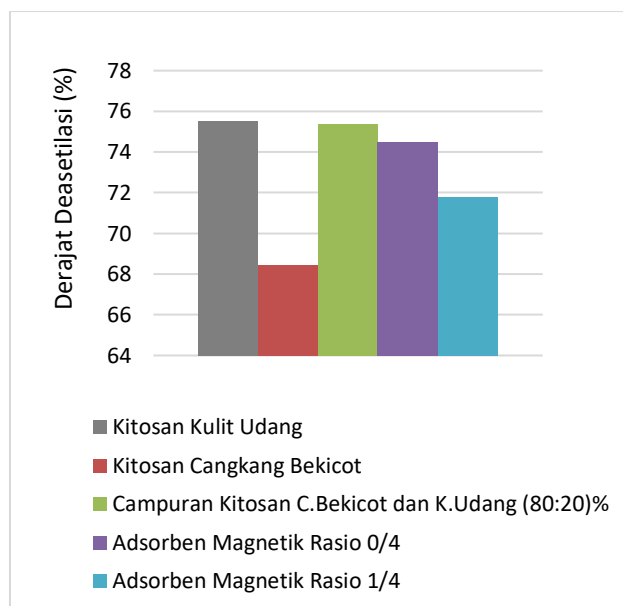
Gambar 2. Kitosan Cangkang Bekicot



Gambar 3. Kitosan Kulit Udang



Gambar 4. Kitosan Campuran (Cangkang Bekicot : Kulit Udang 80:20%)



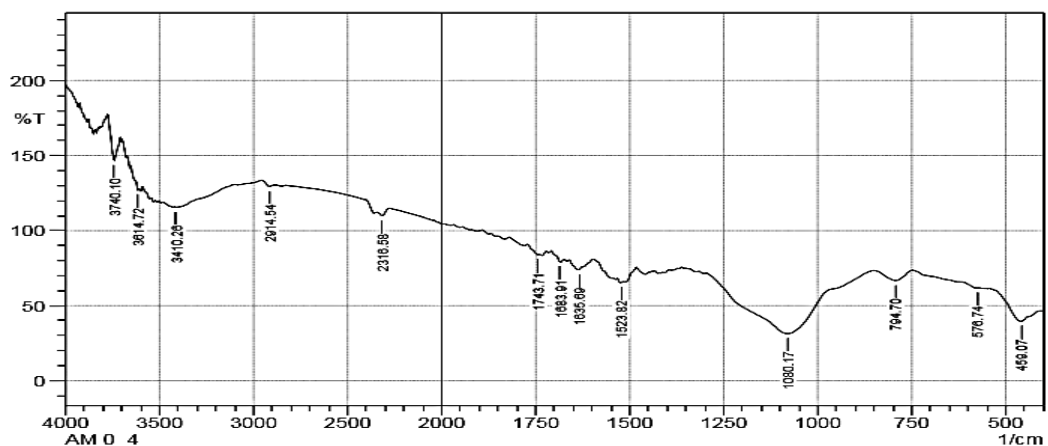
Gambar 5. Grafik Derajat Deasetilasi Kitosan

Karakterisasi Adsorben Magnetik

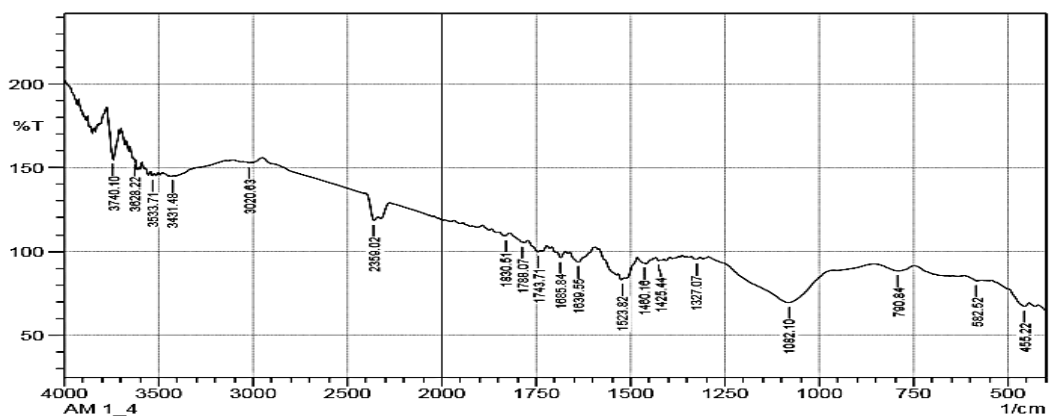
Hasil FTIR Kitosan pada adsorben magnetik rasio 0:4 dapat dilihat pada Gambar 5. Daerah serapan terjadi pada bilangan gelombang 2000 – 1000 cm^{-1} . Daerah serapan juga terjadi pada bilangan gelombang 1743 cm^{-1} yang menunjukkan gugus fungsi C=O asimetri dan pada 1430 cm^{-1} terjadi gugus fungsi C=O simetri dari kitosan. Daerah bilangan gelombang 2315 cm^{-1} gugus fungsi C-OH bending. Daerah bilangan gelombang 1651 – 600 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C=O, sedangkan daerah bilangan gelombang 3000 - 2500 cm^{-1} terbentuk gugus C-H bending. Puncak 3500 cm^{-1} membentuk gugus fungsi O-H bending, menunjukkan gugus fungsi O-H terjadi pada bilangan gelombang 3410 cm^{-1} . Gugus fungsi C-H (stretching) terjadi pada bilangan gelombang 2915 cm^{-1} dan pada bilangan gelombang 1327 cm^{-1} terjadi C-H bending. Untuk daerah gelombang 1683 cm^{-1} terjadi gugus fungsi C=O. Sedangkan daerah gelombang 1080 cm^{-1} terjadi gugus fungsi C-

O dan NH₃. Daerah gelombang 795 cm⁻¹ menunjukkan gugus fungsi C-O-C dan 578 – 459 cm⁻¹ merupakan gugus fungsi C-C. (Nuryono et al., 2020)

Hasil FTIR Kitosan pada adsorben magnetik rasio 1:4 dapat dilihat pada Gambar 6. Daerah serapan terjadi pada bilangan gelombang 2000 – 1000 cm⁻¹. Daerah serapan juga terjadi pada bilangan gelombang 1743 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus fungsi C=O asimetri dan pada 1425 cm⁻¹ terjadi gugus fungsi C=O simetri dari kitosan. Daerah bilangan gelombang 2358 cm⁻¹ gugus fungsi C-OH bending. Daerah bilangan gelombang 1651 – 600 cm⁻¹ menunjukkan gugus fungsi C=O, sedangkan daerah bilangan gelombang 3000 - 2500 cm⁻¹ terbentuk gugus C-H bending. Puncak 3500 cm⁻¹ membentuk gugus fungsi O-H bending, menunjukkan gugus fungsi O-H terjadi pada bilangan gelombang 3431 cm⁻¹. Gugus fungsi C-H (stretching) terjadi pada bilangan gelombang 3021 cm⁻¹ dan pada bilangan gelombang 1327 cm⁻¹ terjadi C-H bending. Untuk daerah gelombang 1685 cm⁻¹ terjadi gugus fungsi C=O. Sedangkan daerah gelombang 1082 cm⁻¹ terjadi gugus fungsi C-O dan NH₃. Daerah gelombang 791 cm⁻¹ menunjukkan gugus fungsi C-O-C dan 583 – 455 cm⁻¹ merupakan gugus fungsi C-C. (Nuryono et al., 2020).



Gambar 6. Adsorben Magnetik Rasio 0:4

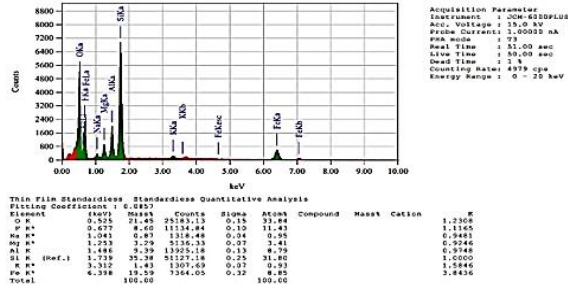
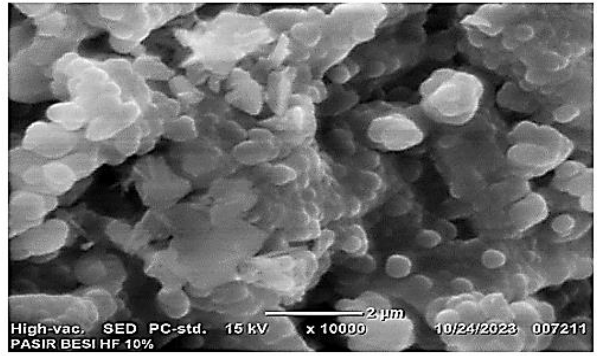


Gambar 7. Adsorben Magnetik Rasio 1:4

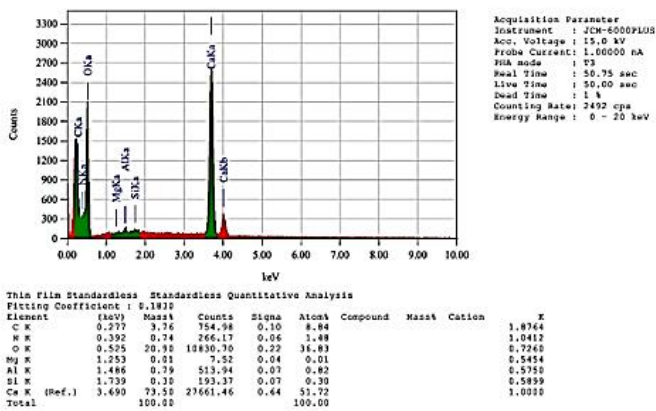
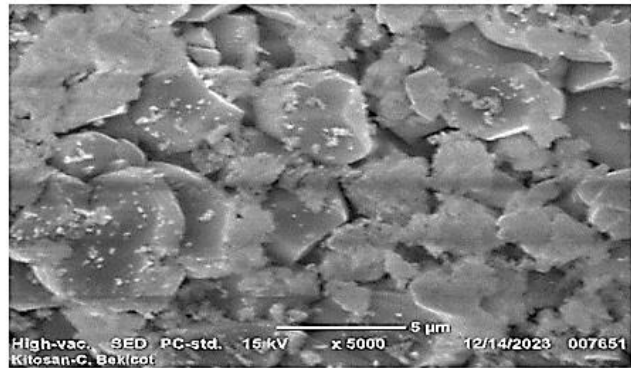
Hasil Karakterisasi SEM & EDS

Hasil SEM Pasir Besi, Kitosan dan Adsorben Magnetik dapat dilihat pada Gambar 7,

Gambar 8, Gambar 9, Gambar 10 dan Gambar 11.

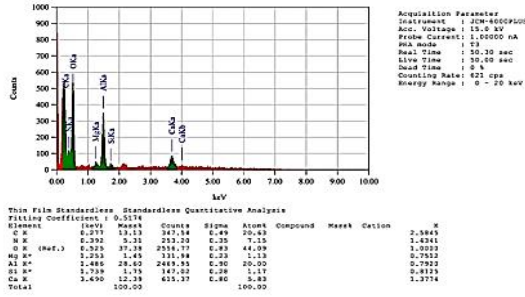
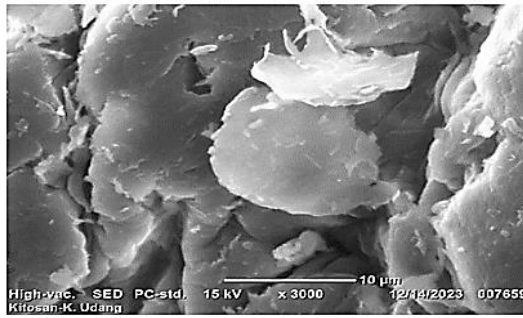


(a)



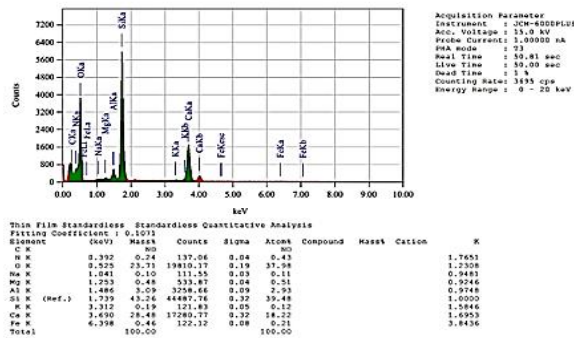
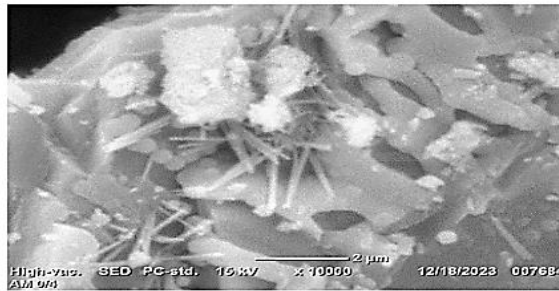
(b)

Gambar 9. Kitosan Cangkang Bekicot



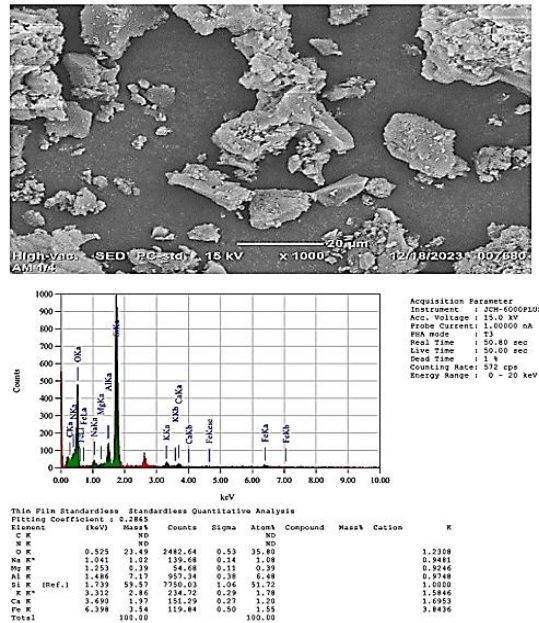
(c)

Gambar 10. Kitosan Kulit Udang



(d)

Gambar 11. Adsorben Magnetik Rasio 0:4



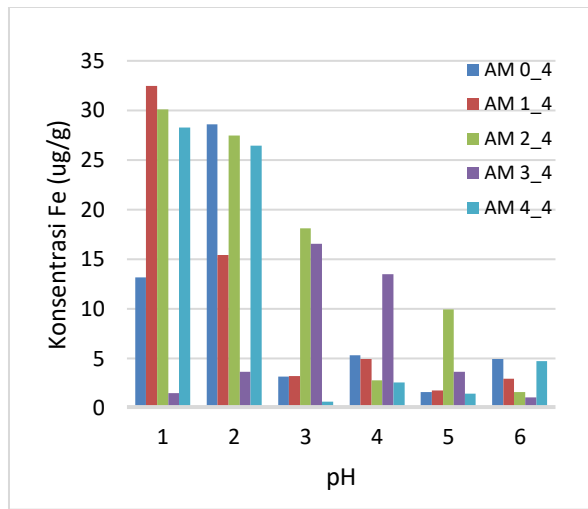
(e)

Gambar 12. Adsorben Magnetik Rasio 1:4

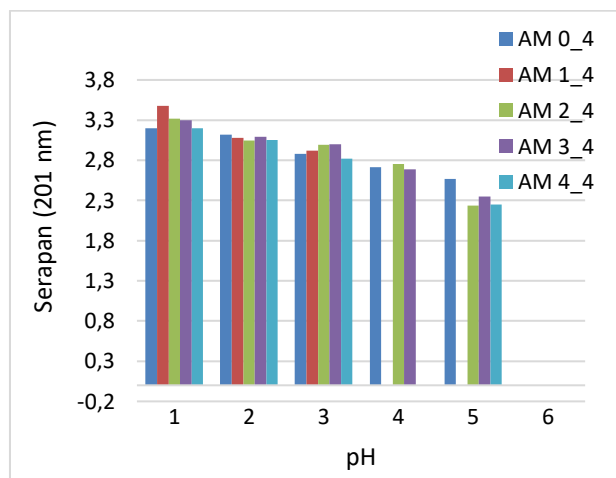
Gambar 11 dan Gambar 12 menunjukkan struktur morfologi permukaan terdiri dari distribusi butiran menyebar homogen dan aglomerasi antara molekul-molekul penyusun adsorben serta cenderung berpori. Perubahan struktur permukaan membran disebabkan masuknya ion $-NH_3$ ke dalam pori-pori yang bisa memudahkan kontak antar partikel dalam membran. Kontak antar partikel tersebut akan menyebabkan membran lebih fleksibel, stabil ukuran, dimensi dan memiliki kation atau anion bebas bergerak yang akan berfungsi sebagai pembawa muatan serta tidak bersifat higroskopis. (Sari *et al.*, 2020). Berdasarkan hasil foto SEM, dapat dilihat struktur morfologi permukaannya sudah homogen. Hal ini ditandai dengan terbentuknya grain (butiran) yang hampir sama. Berdasarkan hasil EDX dapat diketahui komposisi kimia adsorben magnetik rasio 0:4 terdiri dari unsur Fe sebanyak 0.46%, unsur Si sebanyak 58.81%, unsur O sebanyak 23.71% dan untuk adsorben magnetik rasio 1:4 terdiri dari unsur Fe sebanyak 3.54%, unsur Si sebanyak 66.22%, unsur O sebanyak 23.49%.

Hasil Uji Stabilitas Adsorben Magnetik Dalam Larutan Asam

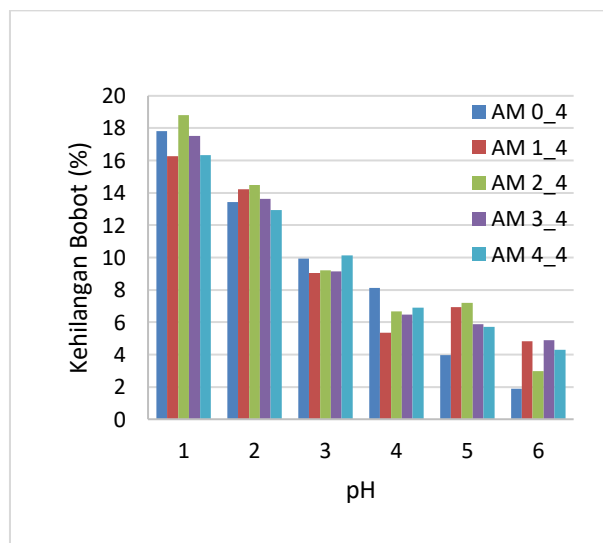
Kehilangan bobot adsorben, Kelarutan kitosan, dan jumlah Fe terlarut meningkat dengan penurunan pH larutan untuk semua adsorben. Karena gugus amino dalam kitosan terprotonasi dalam larutan asam, kelarutan kitosan meningkat, menyebabkan eliminasi kitosan dari adsorben magnetik. (Nuryono *et al.*, 2020). Seperti yang ditunjukkan dengan jelas pada Gambar 12, Gambar 13 dan Gambar 14.



Gambar 13. Grafik Hubungan Kelarutan Logam Fe Pada Adsorben Magnetik Terhadap Variasi pH



Gambar 14. Grafik Hubungan Kelarutan Kitosan Pada Adsorben Magnetik Terhadap Variasi pH



Gambar 15. Grafik Hubungan Kehilangan Bobot Pada Adsorben Magnetik Terhadap Variasi pH

Menunjukkan bahwa CPTMS meningkatkan stabilitas adsorben dalam larutan asam.

Hasilnya, adsorben dengan CPTMS menunjukkan stabilitas tinggi dalam larutan dengan pH 3 atau lebih tinggi. Karena klorin di salah satu ujung CPTMS berinteraksi kuat dengan atau membentuk ikatan kovalen dengan gugus amino dalam kitosan dan gugus methoxysilyl di ujung lainnya bereaksi dengan gugus silanol pada silika dianggap bahwa CPTMS bertindak sebagai penghubung antara kitosan dan lapisan silika pada adsorben magnetik (Nuryono et al., 2020)

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut : 1). Berdasarkan hasil FTIR, variasi rasio antara 3-chloropropyltrimethoxysilane (CPTMS) dan Kitosan yaitu (0:4, 1:4, 2:4, 3:4, 4:4) mmol tidak banyak mempengaruhi gugus fungsi dari adsorben magnetik yang dihasilkan karena memberikan spektrum IR dan pita IR yang sesuai dengan vibrasi deformasi amina sekunder yang cukup mirip. 2). Hasil SEM-EDX menunjukkan struktur morfologi permukaan pada rasio 0:4 dan 1:4 cukup homogen, dimana kedua adsorben magnetik tersebut memiliki bentuk yang tidak beraturan dan tidak ada perbedaan morfologi yang signifikan. Komposisi permukaan Fe secara signifikan menurun dan sebaliknya Si meningkat, menunjukkan bahwa permukaan partikel magnetik hampir seluruhnya tertutup oleh lapisan silika. 3). Adsorben magnetik menunjukkan stabilitas tinggi dalam larutan asam dengan pH 3 atau lebih tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Amuda, O.S., Giwa, A.A. and Bello, I.A. (2007) 'Removal of heavy metal from industrial wastewater using modified activated coconut shell carbon', 36, pp. 174–181. Available at:
- Anwana, E.E. and Ewemoje, O.E. (2021) 'Oil Sorption Performance of Sorbent Materials Examined Under Static and Dynamic Conditions', *European Journal of Engineering and Technology Research*, 6(5), pp. 107–110.
- Artiningsih, A. (2017) 'Pembuatan Kitosan Dari Cangkang Kepiting Menggunakan Mikroba', *Journal Of Chemical Process Engineering*, 2(1), p. 30.
- Artiningsih, A. and Kasmuddin, K. (2021) 'Pemanfaatan Kitosan Dari Cangkang Bekicot (*Achatina Fullica*) Untuk Menurunkan Salinitas Air Payau', *ILTEK: Jurnal Teknologi*, 16(01), pp. 24–28.
- Budiyanto, F. (2017) 'Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry Sebagai Metode Analisis Logam Berat', *Oseana*, 42(3), pp. 9–20. Available at: <https://doi.org/10.14203/oseana.2017.vol.42no.3.80>.

- Chen, B. et al. (2019) 'A magnetically recyclable chitosan composite adsorbent functionalized with EDTA for simultaneous capture of anionic dye and heavy metals in complex wastewater', *Chemical Engineering Journal*, 356(September 2018), pp. 69–80.
- Choi, K. et al. (2018) 'Chromium removal from aqueous solution by a PEI-silica nanocomposite', *Scientific Reports*, 8(1).
- Demcak, S., Balintova, M. and Demcakova, M. (2017) 'Study of heavy metals removal from model solutions by wooden materials', *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 92(1).
- Ebisike, K., Okoronkwo, A.E. and Alaneme, K.K. (2020) 'Synthesis and characterization of Chitosan–silica hybrid aerogel using sol-gel method', *Journal of King Saud University - Science*, 32(1), pp. 550–554.
- .Goldstein, J.I. et al. (2017) *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Available at:
- Huang, R. et al. (2017) 'Adsorption of methyl orange onto protonated cross-linked chitosan', *Arabian Journal of Chemistry*, 10(1), pp. 24–32. Available at:
- Ifa, L. et al. (2019) 'Pengaruh Penambahan Volume Kitosan dari Cangkang Bekicot terhadap Penurunan Kadar Tembaga Air Lindi', *Media Pengembangan Ilmu dan Aplikasi Teknik*, 18(02), pp. 109–113.
- Ifa, L. and Syarif, T. (2021) *Bioadsorben dan Aplikasinya*.
- Sari, K. et al. (2020) 'Analisis struktur morfologi membran kitosan/peo dan kitosan/PEG4000', 3, pp. 138–141.