

## **PENGARUH pH DAN WAKTU KONTAK PADA ADSORPSI Ni(II)**

### **MENGGUNAKAN ADSORBEN KITIN TERFOSFORILASI DARI LIMBAH**

#### **CANGKANG BEKICOT (*Achatina fulica*)**

**Tunjung Nourman Sasono Ardhi, Darjito\* dan Rachmat Triandi Tjahjanto**

*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**

Pemanfaatan kitin sebagai adsorben untuk limbah logam berat telah banyak dilakukan. Kitin dipilih karena ketersediaanya yang melimpah di alam. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum melalui variasi pH dan waktu kontak. Adsorben kitin diperoleh dari hasil isolasi limbah cangkang bekicot melalui proses deproteinasi dan demineralisasi. Proses fosforilasi dilakukan dengan menambahkan asam fosfat dan natrium bifosfat pada kitin. Hasil adsorpsi Ni(II) oleh kitin terfosforilasi dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Penelitian dilakukan dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 serta variasi waktu kontak 40, 60, 80, 100, 120, dan 150 menit. Adsorpsi ion Ni(II) secara maksimum diperoleh pada pH 5 dan waktu kontak selama 80 menit dengan jumlah Ni(II) teradsorpsi sebesar 9,21 mg/g.

**Kata kunci:** adsorpsi, fosforilasi, kitin, Ni(II).

#### **ABSTRACT**

Utilization of chitin as adsorbents for heavy metal wastes have been carried out. Chitin was chosen because of its abundance in nature. The aims of this research is to determine the optimum conditions at variation of pH and contact time. Adsorbent chitin was obtained from isolation of the snail shell waste through deproteination and demineralization process. Phosphorylation process was done by adding phosphoric acid and disodium hydrogen phosphate to chitin. The research was held at variation of pH 2, 3, 4, 5, 6, and 7 as well as the variation of contact time 40, 60, 80, 100, 120, and 150 minutes. The results of adsorption Ni(II) adsorption by phosphorylated chitin were analyzed using Atomic Absorption Spectrophotometer. The maximum of Ni(II) adsorption was obtained at pH 5 and contact time at 80 min. with the amount of Ni(II) adsorbed at 9.21 mg/g.

**Keywords:** adsorption, phosphorylation, chitin, Ni(II).

#### **PENDAHULUAN**

Logam berat merupakan suatu jenis unsur yang dapat mencemari perairan sehingga menyebabkan penurunan kualitas air. Logam seperti nikel jika terakumulasi dalam tubuh akan menyebabkan gangguan sistem pernafasan dan menurunkan kemampuan sel darah dalam mengikat oksigen [1]. Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No. 51/MenLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair bagi kegiatan industri ambang batas logam nikel (Ni) adalah 1 mg/L [2].

Berbagai cara digunakan untuk mengatasi pencemaran logam pada perairan. Beberapa metode konvensional seperti koagulasi, presipitasi kimia, pertukaran ion, adsorpsi, dan filtrasi telah dilakukan [3], dari berbagai metode tersebut, adsorpsi merupakan metode efektif yang sederhana dengan biaya operasional rendah.

Bekicot merupakan golongan hewan lunak (*mollusca*) yang termasuk dalam kelas *gastropoda*. Badannya lunak dan dilindungi oleh cangkang yang keras. Cangkang bekicot terbuat dari kalsium karbonat dimana pada bagian luarnya dilapisi zat tanduk. Besarnya manfaat dan pertumbuhan perdagangan bekicot menyebabkan timbulnya limbah cangkang bekicot dalam jumlah yang cukup besar sehingga pemanfaatan dari limbah cangkang bekicot ini perlu dilakukan [4].

Kitin merupakan suatu molekul polisakarida yang disintesis dari N-asetilglukosamin atau N-asetil-D-glukos-2-amin yang terdapat pada kulit luar hewan seperti *anthropoda*, *mollusca*, dan *crustacea* [5].

Daya adsorpsi kitin dapat ditingkatkan dengan proses modifikasi gugus hidroksil lewat reaksi xanthanasi dan fosforilasi. Proses fosforilasi dapat meningkatkan situs negatif dari kitin sehingga memperkuat ikatan elektrostatik antara ion logam dengan kitin [6]. Selain itu, penambahan gugus anion fosfat pada kitin diharapkan dapat digunakan untuk mereduksi logam lebih banyak. Adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu pH larutan, temperatur, konsentrasi adsorbat, dan waktu kontak [7]. Pada penelitian kali ini akan digunakan dua parameter yaitu pH larutan dan waktu kontak. Parameter ini dipilih karena pH dapat berpengaruh pada kondisi larutan adsorbat yang akan diadsorpsi sedangkan waktu kontak berpengaruh pada waktu kesetimbangan dari adsorben dalam mengadsorpsi larutan Ni(II).

## **METODOLOGI PERCOBAAN**

### **Alat dan bahan**

Alat yang digunakan adalah neraca analitik tipe PA214, Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu AA 6800, Spektrofotometer FTIR Shimadzu 8400S, oven Fisher Scientific 655 F dan pengocok rotator tipe SHO-2D. Bahan yang digunakan yaitu cangkang bekicot, kertas saring Whatman 40, larutan NaOH 3,5% berderajat proanalisis, larutan HCl 37% berderajat proanalisis, padatan urea, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, padatan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> pekat, padatan NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, dan dimetilformamida (DMF).

### **Prosedur**

#### **Isolasi kitin dari limbah cangkang bekicot**

Limbah cangkang bekicot ditumbuk menggunakan mortar. Cangkang diayak menggunakan ayakan 120-150 mesh, serbuk yang tertampung ditambah larutan NaOH 3,5% perbandingan 1:10 (b/v), dipanaskan pada temperatur 65 °C selama dua jam, lalu disaring dengan kertas saring. Residu dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada temperature 60 °C selama tiga jam.

Serbuk hasil deproteinasi selanjutnya ditambahkan larutan HCl 1 M dengan perbandingan 1:15 (b/v), kemudian dipanaskan pada temperatur 60 °C selama 30 menit, larutan disaring dan serbuk dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C selama tiga jam. Serbuk yang didapatkan dianalisa menggunakan Spektrofotometer *FT-IR*.

### **Fosforilasi adsorben kitin**

Kitin hasil isolasi dari limbah cangkang bekicot sebanyak 10 g dicampur dengan 5 g urea dan 5 g campuran fosfat (2 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan 3 g Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>). Campuran dibiarkan pada udara terbuka selama 30 menit lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur 70 °C selama satu jam. Campuran kemudian ditambahkan 100 mL dimetilformamida dan direaksikan selama lima jam pada temperatur 100 °C dalam penangas air, selanjutnya larutan disaring menggunakan kertas saring dan residu dicuci dengan akuades. Serbuk yang didapatkan lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C selama tiga jam. Kitin yang terfosforilasi dianalisa menggunakan Spektrofotometer *FT-IR*.

### **Pengaruh pH pada adsorpsi Ni(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi**

Larutan Ni(II) 100 ppm sebanyak 10 mL dengan pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 (diatur dengan HCl 0,1 M) dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Larutan ini dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambah 0,1 g adsorben kitin terfosforilasi. Setelah dikocok pada kecepatan 125 rpm selama 60 menit, campuran disaring menggunakan kertas saring. Sebanyak 1 mL filtrat, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambah 1 mL HNO<sub>3</sub> pekat. Larutan ini kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Konsentrasi ion Ni(II) sisa diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

### **Pengaruh waktu kontak pada adsorpsi Ni(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi**

Larutan Ni(II) 100 ppm sebanyak 10 mL diatur menjadi pH 5 dengan penambahan HCl 0,1 M, selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Larutan dimasukkan dalam erlenmeyer 100 mL, ditambah 0,1 g kitin terfosforilasi kemudian dilakukan pengocokan pada kecepatan 125 rpm dengan waktu kontak 40, 60, 80, 100, 120 dan 150 menit lalu disaring menggunakan kertas saring. Sebanyak 1 mL filtrat,

dimasukkan labu ukur 25 mL, ditambah 1 mL HNO<sub>3</sub> pekat, ditambah akuades hingga tanda batas. Konsentrasi ion Ni(II) sisa diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Isolasi kitin dari limbah cangkang bekicot

Proses isolasi kitin dari limbah cangkang bekicot terdiri dari dua tahapan yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Proses deproteinasi 50 g serbuk cangkang bekicot menghasilkan rendemen sebesar 97,34%. Proses demineralisasi pada serbuk hasil deproteinasi ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan mineral yang terdapat dalam serbuk cangkang bekicot. Rendemen yang dihasilkan sebesar 26% dari 48,67 g serbuk hasil deproteinasi.

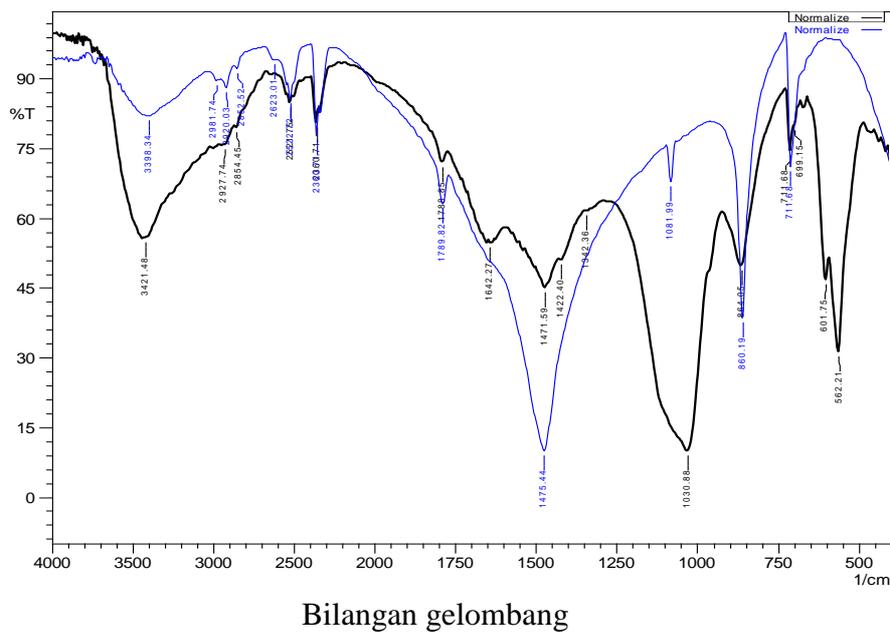
### Fosforilasi adsorben kitin

Proses fosforilasi kitin melalui penambahan urea, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> bertujuan untuk meningkatkan situs negatif dari adsorben kitin. Fosfat yang terikat pada gugus -OH dari kitin ini menyebabkan reaksi pengikatan ion logam terjadi selain pada gugus amida (-NHCOCH<sub>3</sub>) tetapi juga pada gugus fosfat tersebut. Data perbandingan spektra IR kitin dan kitin terfosforilasi seperti tersaji pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Data Spektra IR Kitin Hasil Isolasi dan Kitin Terfosforilasi

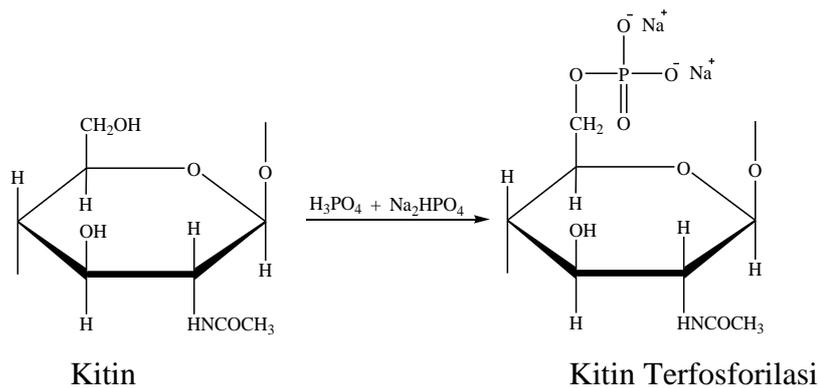
Bilangan Gelombang Kitin (cm <sup>-1</sup> )		Keterangan
Hasil Isolasi	Hasil Fosforilasi	
3401	3411,84	Vibrasi ulur gugus -OH
2920 dan 2852,52	2927,74 dan 2854,45	Vibrasi ulur gugus -CH <sub>3</sub> dan -CH <sub>2</sub> -
1475,44	1471,59	Gugus -CH <sub>3</sub> yang terikat pada amida (-NHCOCH <sub>3</sub> )
-	1642,27	Gugus C = O suatu amida (-NHCO)
-	1030,88	Fosfat kovalen

Kitin hasil isolasi memiliki nilai Derajat Deasetilasi (DD) sebesar 59,85%. Sebelumnya telah diketahui bahwa kitin memiliki nilai DD kurang dari 70% [7], sehingga jika dilihat dari hasil perhitungan derajat deasetilasi (DD) kitin hasil isolasi dan didukung dari literatur tentang nilai derajat deasetilasi (DD), dapat dipastikan hasil percobaan adalah serbuk kitin. Berdasarkan perbandingan pada Tabel 1, proses fosforilasi kitin dapat diketahui dengan adanya spektra pada bilangan gelombang 1030,88 cm<sup>-1</sup>. Penambahan fosfat pada proses fosforilasi ini tidak menghilangkan puncak-puncak spektra khas dari kitin. Spektra IR kitin dan kitin terfosforilasi tersaji pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Spektra IR kitin dan kitin terfosforilasi(biru: kitin, hitam: kitin terfosforilasi).

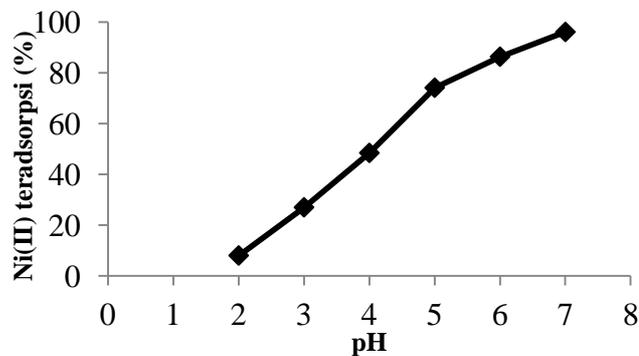
Reaksi proses fosforilasi kitin tersaji pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Reaksi fosforilasi kitin

**Pengaruh pH pada adsorpsi Ni(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi**

Hubungan antara variasi pH terhadap prosen Ni(II) teradsorpsi tersaji pada Gambar 3.

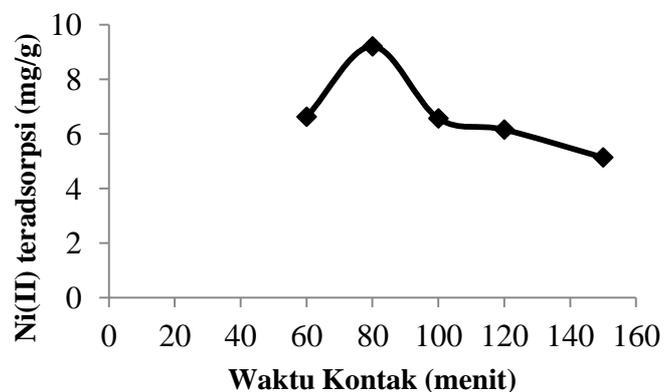


**Gambar 3.** Kurva hubungan pH terhadap prosen Ni(II) teradsorpsi

Perlakuan dengan variasi pH pada penelitian ini mengakibatkan timbulnya persaingan antara ion  $H^+$  dan ion  $Ni^{2+}$  yang akan terikat pada adsorben kitin terfosforilasi. Ion  $H^+$  merupakan asam Lewis yang bersifat lebih keras daripada  $Ni^{2+}$ , dengan adanya ion  $H^+$  maka akan memperkecil peluang dari ion  $Ni^{2+}$  untuk dapat terikat pada adsorben. Berdasarkan Gambar 3 dapat diketahui bahwa nilai adsorpsi naik dari pH 2 hingga pH 5, hal ini dikarenakan jumlah ion  $H^+$  dalam larutan semakin menurun sehingga ion  $Ni^{2+}$  akan lebih banyak terikat pada adsorben kitin terfosforilasi. Nilai adsorpsi pada pH 6 dan pH 7 juga semakin naik dengan prosentase masing-masing sebesar 86,29% dan 96,04% akan tetapi tingginya nilai adsorpsi ini diduga karena selain adanya proses adsorpsi juga dipengaruhi oleh ion  $Ni^{2+}$  yang mulai mengendap pada pH 6 maupun pH 7 sebagai  $Ni(OH)_2$ . Hal ini dapat dilihat dari larutan adsorbat yang menjadi keruh dan timbul adanya suspensi sehingga dapat disimpulkan bahwa pH optimum pada proses adsorpsi terjadi pada pH 5.

#### **Pengaruh waktu kontak pada adsorpsi Ni(II) menggunakan adsorben kitin terfosforilasi**

Hubungan antara waktu kontak dengan persen Ni(II) teradsorpsi dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Kurva hubungan waktu kontak terhadap Ni(II) teradsorpsi

Berdasarkan pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa Ni(II) teradsorpsi meningkat dari waktu kontak 60 menit sampai 80 menit. Kenaikan adsorpsi ini terjadi karena masih adanya proses adsorpsi Ni(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi. Adsorpsi Ni(II) pada waktu kontak 80 menit dan 100 menit terjadi penurunan, hal ini dimungkinkan karena ikatan elektrostatik antara situs negatif tambahan hasil dari proses fosforilasi dengan logam Ni(II) mulai melemah sehingga mengakibatkan nilai adsorpsi Ni(II) menurun. Semakin lama waktu kontak maka ikatan elektrostatik gugus fosfat pada kitin diduga semakin melemah sehingga berpengaruh

pada turunnya nilai adsorpsi dari Ni(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi. Waktu kontak optimum hasil penelitian selama 80 menit dengan jumlah Ni(II) teradsorpsi 9,21 mg/g.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa adsorpsi Ni(II) oleh adsorben kitin terfosforilasi dipengaruhi oleh pH dan waktu kontak. Kondisi pH optimum adsorpsi Ni(II) adalah pada pH 5. Waktu kontak optimum terjadi pada lama kontak 80 menit dengan jumlah Ni(II) teradsorpsi sebesar 9,21 mg/g.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Sebagian dana dari penelitian ini dibantu oleh Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Darmono, 1995, *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, UI-press, Jakarta
2. Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor: KEP-5/MENLH/10/1995 tentang *Baku Mutu Limbah Cair Bagi Kegiatan Industri*
3. Sousa, F.W., Oliveira, A.G., Ribeiro, J.P., Rosa M.F., Keukeleire D., and Nascimento, R.F., 2010, Green Coconut Shells Applied As Adsorbent For Removal of Toxic Metal Ions Using Fixed-Bed Column Technology, *Journal of Environmental Management*, no. 91, pp. 1634–1640
4. Astuti, P., 2007, *Adsorpsi Limbah Zat Warna Tekstil Jenis Procion Red Mx 8b Oleh Kitosan dan Kitosan Sulfat Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot (Achatina fullica)*, Skripsi, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta
5. Marganof, 2003, *Potensi Udang Sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan*, ITB, Bandung
6. Kim, S.H., Song, H., Nisola, G.M., and Ahn, J., 2006, Adsorption of Lead(II) Ion using Surface-Modified Chitins, *J. Ind. Eng. Chem*, Vol 12., No3, (2006) pp. 469-475
7. Webber, Jr., W. J., 1972, *Physic Chemical Process of Water Quality Control*, John Willey and Sons, New York
8. Adha, P., Darjito, dan Khunur, M. M., 2013, *Pengaruh pH, Lama Kontak dan Konsentrasi Pada Adsorpsi Ca(II) Menggunakan Adsorben Kitin dari Limbah Cangkang Bekicot (Achatina fullica)*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Malang