



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VI
"Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen Dalam Pembelajaran
Berbasis Pendekatan Saintifik"
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 21 Juni 2014



**MAKALAH
PENDAMPING**

KIMIA ANALITIK

ISBN : 979363174-0

PENGARUH KONSENTRASI ASAM ASETAT TERHADAP KAPASITAS ADSORPSI ION LOGAM ZINK(II) PADA KITOSAN NANONANOBEADS

Sari Edi Cahyaningrum^{1,*}

¹ *Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam,
Universitas negeri Surabaya Indonesia*

* tel/fax : 08123290484 email: muhacahya@yahoo.co.id

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap kapasitas adsorpsi Zn(II) pada kitosan nanonano beads. Penelitian diawali dengan pembuatan kitosan nanonano beads pada konsentrasi asam asetat 0,5; 1; 2 dan 3 M. Kitosan nanonano beads yang dihasilkan dikarakterisasi kristalinitas, gugus fungsionalnya, porositas dan kemampuan adsorpsinya terhadap ion logam Zn(II). Data penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi asam asetat yang paling baik untuk proses pembuatan kitosan nanonano beads dan kapasitas adsorpsi terhadap ion logam Zn(II) adalah konsentrasi 1 M. Hasil analisis gugus fungsional menunjukkan bahwa gugus fungsional yang berperan pada pengikatan ion logam Zn(II) adalah didominasi oleh gugus- NH₂.

Kata kunci: *konsentrasi asam asetat, Zn(II), kitosan nanonano beads.*

PENDAHULUAN

Kitosan dengan rumus molekul β (1-4) 2-Amino 2-deoksi D-glukosamin adalah kitin yang telah mengalami deasetilasi [1].

Pada proses deasetilasi terjadi proses transformasi gugus asetamida pada kitin menjadi gugus amina pada kitosan. Keberadaan gugus amina dari hasil

deasetilasi tersebut menyebabkan kitosan lebih banyak pemanfaatannya dibanding kitin [2,3]. Beberapa negara maju telah memproduksi kitin dan kitosan secara komersial untuk dimanfaatkan diberbagai industri seperti farmasi, kosmetika, kertas, tekstil dan bidang- bidang lainnya. Kitosan dapat digunakan untuk adsorben logam berat Cu, Pb, Ni, Hg, Cd dan Cr [4,5]. Interaksi kitosan dengan ion logam dapat terjadi melalui pemerangkapan, pertukaran ion, pembentukan ikatan kovalen dan pengkkelatan [6,7]. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa kitosan serbuk mempunyai keterbatasan dalam pengaplikasiannya, kapasitas adsorpsinya kurang maksimal dan ketahanan terhadap pH yang asam serta pada pH basa kitosan cenderung mengendap membentuk kompleks polielektrolit dengan hidrololoid anionik menghasilkan gel [8]. Berbagai upaya dilakukan untuk mengatasi kekurangan kitosan yaitu dengan memodifikasi secara kimia, salah satunya dengan mensintesa kitosan menjadi kitosan nanonobeads yang yang tidak larut di asam. Salah satu faktor yang paling menentukan pada pembuatan kitosan nanonobeads adalah penambahan asam asetat, penambahan asam asetat akan menyebabkan afinitas gugus-gusu fungsional yang ada pada kitosan meningkat dalam pengikatan logam. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan diteliti bagaimana pengaruh konsentrasi asam asetat pada pembuatan kitosan nanonobeads terhadap kapasitas adsorpsi ion logam Zn(II).

METODE PENELITIAN



Bahan:

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan derajat deasetilasi 85% dibeli dari Sigma Aldrich, beberapa bahan lain berkualitas p.a : asam asetat glacial, NaOH, $ZnCl_2 \cdot H_2O$, aquademineral, Etanol. **Alat :**

Alat yang digunakan Spektrofotometer Infra Merah (FTIR) Perkin Elmer, SAA NOVA 1200e Quantachrome, XRD Bruker, dan beberapa peralatan gelas standar.

Prosedur Penelitian

Preparasi kitosan nanonobeads

Kitosan nanonobeads dipreparasi dengan cara kitosan dilarutkan dalam asam asetat 0,5 M, 1 M, 2 M dan 3 M sehingga terbentuk gel, gel kemudian disemprotkan dalam larutan NaOH 1 M yang mengandung etanol sehingga terbentuk kitosan nanonobeads. Kitosan nanonobeads yang terbentuk selanjutnya dicuci dengan air demineral sampai netral. Kitosan nanonobeads yang dihasilkan selanjutnya digunakan untuk adsorpsi ion logam Zn(II).

Pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap kapasitas adsorpsi Zn (II) pada kitosan

Sebanyak 100 mg adsorben kitosan, kitosan nanobead 0,5 M; 1 M; 2 M dan 3 M diinteraksikan dengan 100 mg/L larutan Zn(II), diinteraksikan selama 60 menit. Setelah interaksi, filtrat dan residu dipisahkan. Filtratnya di analisis kadar Zn(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Pada residu dianalisis gugus fungsionalnya dengan FTIR untuk konfirmasi gugus

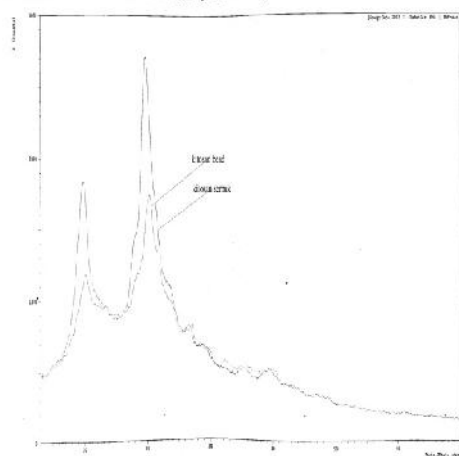
fungsional adsorben yang terlibat pada adsorpsi Zn(II).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kitosan bano bead merupakan kitosan serbuk yang dimodifikasi secara kimia untuk merubah karakteristik kitosan serbuk Hasil uji karakteristik kitosan nanobeads dibanding kitosan serbuk adalah sebagai berikut:

Berbagai perubahan di atas, diperkuat pula dengan tampilan spektra

XRD-nya masing-masing seperti yang terlihat pada Gambar 1. Hasil analisis dengan menggunakan XRD untuk mengetahui perubahan derajat kristalinitas kitosan setelah dimodifikasi dengan proses pengembangan dan repolimerisasi sehingga terbentuk kitosan nanobeads sebagaimana ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. Dikfratogram Kitosan dan kitosan bead

Pada gambar 1 tampak bahwa baik kitosan serbuk maupun *bead* kitosan memperlihatkan 2 puncak utama 2θ yaitu 10,52 dan 20,52 dengan intensitas pada

bead kitosan yang cenderung melemah dibanding spektra-spektra yang ada pada kitosan serbuk, bahkan dapat dikatakan bahwa *bead* kitosan cenderung bersifat lebih amorf dibanding kitosan serbuk. Proses pengembangan menyebabkan pori-pori kitosan serbuk menjadi lebih besar dan terbuka. Walaupun dilakukan repolimerisasi setelah kitosan serbuk digembungkan ternyata proses repolimerisasi menyebabkan strukturnya lebih tertata tetapi *bead* kitosan yang terbentuk mempunyai kristalinitas yang lebih kecil. Hal tersebut membuka peluang bahwa *bead* kitosan menjadi lebih fleksibel penggunaannya karena pori-pori lebih besar dan mudah mengembang pada medium air sehingga mampu mengadsorpsi material yang besar. Disamping itu, karena strukturnya lebih tertata maka material yang sudah teradsorpsi akan tidak mudah lepas kembali.

Hasil analisis penentuan porositas dengan menggunakan adsorpsi N_2 dan *surface area* pada *bead* kitosan dan kitosan serbuk adalah sebagai berikut :

Kitosan serbuk :

Surface area = 0,063545 m^2

Spesifik surface area = 0,847270 m^2/g

Jari-jari pori = 3.707078 A

Volume pori = 0,157045. 10^{-3} ml/g

kitosan nanobead:

Surface area = 0,055030 m^2

Spesifik surface area = 0,200839 m^2/g

Jari-jari pori = 64,949114 A

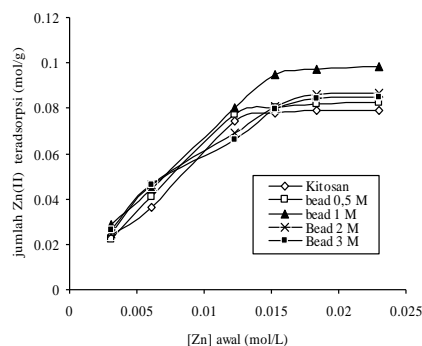
Volume pori = $0,652215 \cdot 10^{-3}$ ml/g

Data tersebut di atas menunjukkan bahwa proses pengembangan dengan asam asetat pada kitosan serbuk yang dilanjutkan repolimerisasi pada gel kitosan dengan NaOH sehingga terbentuk *bead* kitosan memberikan perubahan pada sifat fisik dari kitosan serbuk, yaitu jari-jari pori *bead* kitosan jauh lebih besar dibanding jari-jari pori kitosan. Hasil tersebut memberi peluang *bead* kitosan dapat mengadsorpsi ion logam lebih banyak dan mempunyai potensi yang lebih besar sebagai matriks pendukung pada imobilisasi enzim yang lebih baik dibanding kitosan.

Pengaruh konsentrasi asam asetat terhadap kapasitas adsorpsi nanobead kitosan

Pada pembuatan *nanobead* kitosan dilakukan percobaan untuk mencari berapa konsentrasi asam asetat yang harus digunakan untuk membuat nanobead kitosan sehingga menghasilkan *nanobead* kitosan yang paling baik sebagai adsorben maupun sebagai matriks pendukung pada proses imobilisasi enzim papain. Pada percobaan ini konsentrasi asam asetat yang digunakan untuk melarutkan kitosan divariasikan sehingga diperoleh nanobead kitosan yang paling baik. Pada penelitian ini konsentrasi asam asetat yang

digunakan adalah 0,5 M; 1 M; 2 M; dan 3 M. *Nanobead* kitosan yang dihasilkan dengan konsentrasi asam asetat yang bervariasi selanjutnya diuji kemampuan adsorpsinya terhadap Zn(II). Data adsorpsi *nanobead* kitosan yang divariasikan asam asetatnya terhadap Zn(II) ditunjukkan gambar 2. .



Gambar 2. Adsorpsi Zn(II) pada kitosan bead dengan variasi konsentrasi asam asetat

Data pada Gambar 2. menunjukkan bahwa, secara umum adsorpsi ion logam Zn(II) pada kelima adsorben di atas memiliki kecenderungan mengalami peningkatan jumlah ion logam teradsorpsi hingga konsentrasi awal Zn(II) 0,01 mol/L. Pada konsentrasi awal 0,015 mol/L kenaikan konsentrasi logam tidak disertai kenaikan jumlah adsorpsi Zn(II) secara signifikan. Pada kondisi tersebut dapat dikatakan bahwa pada konsentrasi awal Zn(II) 0,015 mol/L telah tercapai kesetimbangan adsorpsi. Data pada Gambar 2 dapat disimpulkan bahwa adsorpsi ion logam Zn(II) pada kelima adsorben mengikuti pola adsorpsi isoterme Langmuir. Menurut teori adsorpsi Langmuir proses adsorpsi

merupakan interaksi antara adsorbat dengan situs aktif adsorben. Pada permukaan adsorben terdapat situs aktif dengan jumlah yang sebanding luas permukaan adsorben, sehingga pada saat situs aktif tersebut belum jenuh oleh adsorbat peningkatan konsentrasi adsorbat disertai dengan peningkatan jumlah adsorbat yang teradsorpsi, tetapi bila situs aktif tersebut telah jenuh maka peningkatan konsentrasi adsorbat tidak lagi disertai peningkatan adsorbat yang teradsorpsi secara signifikan (Oscik,1992).

Gambar 2. menunjukkan bahwa secara umum pada kelima adsorben kapasitas adsorpsi ion logam Zn(II) oleh kitosan nanobead lebih besar daripada adsorpsi ion logam Zn(II) oleh kitosan. Hasil analisis dengan menggunakan persamaan isoterm Langmuir menunjukkan data sebagaimana ditunjukkan pada tabel.1.

Tabel 1. Parameter Isoterm Langmuir Zn (II) oleh kitosan

Adsorben	parameter Langmuir			
	B (10 ⁻⁴ mol/g)	K (mol/L) ⁻¹	E (kJ/mol)	R ²
Kitosan	9,39	45470,09	26,75	0,9652
Ki. nanobead 0,5 M	9,81	45141,59	26,74	0,9828
Kit.nanobe				

ad 1 M	10,91	76392,51	28,04	0,9791
Kit.nanobe ad 2 M	9,81	56988,83	56,99	0,9967
Kit. nanobead 3 M	9,41	65623,46	65,62	0,9928

Tabel 1 menunjukkan bahwa konsentrasi asam asetat yang digunakan pada proses pembuatan kitosan nanobead mempengaruhi kapasitas adsorpsi kitosan nanobead terhadap ion logam Zn(II), dengan urutan sebagai berikut:

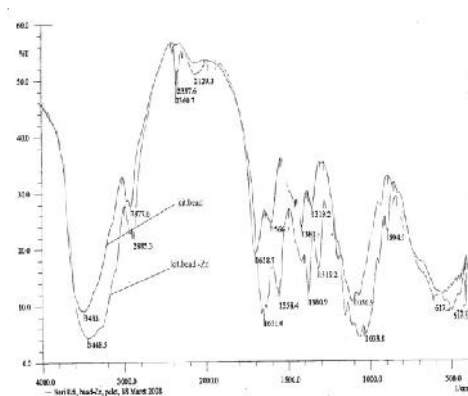
- B. kitosan nanobead 1 M > kitosan nanobead 2 M > kitosan nanobead 3M > kitosan nanobead 0,5M = kitosan.

Berdasarkan hasil penelitian ini terlihat bahwa konsentrasi asam asetat yang digunakan sangat berpengaruh terhadap kapasitas adsorpsi dari kitosan nanobead. Pada konsentrasi asam asetat 0,5M kapasitas adsorpsinya kecil hal tersebut terjadi karena pada konsentrasi asam asetat 0,5 M kitosan belum semuanya larut sehingga ketika bereaksi dengan NaOH 1 M reaksinya belum sempurna. Hal tersebut menyebabkan kitosan nanobead yang dihasilkan juga belum sempurna terbentuk.

Pada konsentrasi asam asetat 3 M kapasitas kitosan nanobead juga sangat kecil karena pada konsentrasi asam asetat 3 M terlalu larut sehingga re-polimerisasi dengan NaOH 1M tidak bisa terjadi sempurna sehingga kitosan nanobead yang

dihasilkan juga tidak sempurna, akibatnya kapasitas adsorpsinya kecil. Kapasitas adsorpsi nanobead kitosan yang dibuat dengan asam asetat 2 M cenderung besar walaupun tidak sebesar kitosan nanobead yang dibuat dengan konsentrasi asam asetat 1 M, hal tersebut diperkirakan karena proses re-polimerisasi dengan NaOH 1 M cenderung terjadi lebih sempurna dengan kitosan yang dilarutkan dalam asam asetat 1M dibandingkan asam asetat 2 M sehingga kitosan nanobead yang dihasilkan oleh kitosan yang dilarutkan pada asam asetat 1 M lebih sempurna dibanding kitosan yang dilarutkan pada asam asetat 2 M, maka untuk pembuatan kitosan nanobead yang digunakan untuk penelitian selanjutnya adalah kitosan nanobead yang dibuat dengan konsentrasi asam asetat 1 M. Pada pembuatan kitosan nanobead dengan asam asetat 1 M menghasilkan hasil yang terbaik hal tersebut kemungkinan karena NaOH yang digunakan untuk re-polimerisasi adalah NaOH 1 M, sehingga reaksi yang terjadi bisa maksimal.

Konfirmasi gugus fungsional yang terlibat pada adsorpsi Zn(II) pada adsorben dianalisis dengan FTIR sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 3. Spektra IR kitosan nanobead dan kit.nanobead setelah mengikat Zn

Gambar 3. Spektra IR kitosan nanobead dan kit.nanobead setelah mengikat Zn

Data spektra IR mengindikasikan adanya ikatan antara gugus fungsional kitosan nanobead dengan Zn(II) didukung dengan munculnya puncak spektra pada $1380,9\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan yang sangat tajam. Pita serapan melebar antara $1153,4\text{ cm}^{-1}$ dan $1033,8\text{ cm}^{-1}$ juga memperkuat bahwa gugus amino primer bebas (-NH_2) juga terpengaruh pada adsorpsi kation logam. Perubahan-perubahan tersebut tampak sangat menonjol ketika kitosan nanobead mengadsorpsi kation logam transisi

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan maka dapat diambil kesimpulan bahwa asam asetat mempunyai pengaruh yang sangat besar terhadap kapasitas adsorpsi Zn(II) pada adsorben kitosan. Konfirmasi gugus fungsional yang terlibat pada adsorpsi Zn(II) menunjukkan bahwa gugus NH_2 kitosan

mempunyai peran dominan pada proses pengikatan.

[9] Zhu, H. Y., Jiang, R., & Xiao, L. (2010). *Appl Clay Sci*, 48, 522–526.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Amit, B., & Mika, S. 2009. *Advances in Colloid and Interface Science*, 152, 26–38.
- [2]. Chang, M. Y., & Juang, R. S. 2004. *J. Colloid and Interface Science*, 278, 18–25.
- [3] Chiou, M. S, Ho, P. Y., & Li, H. Y. 2004. *Dyes and Pigments*, 60, 69–84.
- [4] Huang, G. L., Zhang, H. Y., Jeffrey, X. S., & Tim, A. G. L. 2009. *Indus & Engi Chem Res*, 48, 2646–2651.
- [5] Kalyani, S., Ajitha, P. J., Srinivasa, R. P., & Krishnaiah, A. 2005. *Separation Science and Technology*, 40, 1483–1495.
- [6] Kalyani, S., Veera, M. B., Siva, K. N., & Krishnaiah, A. 2009. *J. Hazard Mat*, 170, 680–689.
- [6] Varma, A. J., Deshpande, S. V., & Kennedy, J. F. 2004. *Carbo Poly*, 55, 77–93.
- [7] Wan Ngah, W. S., Ariff, N. F. M., & Hanafiah, M. A. K. M. 2010. *Water, Air and Soil Pollution*, 206, 225–236.
- [8] Won, S. L., Lee, H. C., Jeong, Y. G., Min, B. G., & Lee, S. C. 2009. *Fibers and Poly*, 10, 636–642.

TANYA JAWAB

Nama Penanya : Sulistiyo Saputro
Nama Pemakalah : Sari Edi Cahyaningrum

Pertanyaan

Apakah penambahan asam asetat untuk memperluas pori nano beads?

JAWABAN

Asam asetat akan mempengaruhi proses depomerisasi sehingga juga akan mempengaruhi jari-jari pori kitosan nano beads