

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN APLIKASI ADSORBEN SELULOSA TERMODIFIKASI ASAM MERKAPTOASETAT SEBAGAI ADSORBEN LOGAM KROM

Ahmad Fatoni¹⁾, Soerja Koesnarpadi¹⁾ dan Nurlisa Hidayati²⁾

1). Program Studi Kimia F.MIPA Universitas Mulawarman
Jln. Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua Samarinda Kal-Tim 75123
e-mail : Ahfatoni@yahoo.com

2). Program Studi Kimia F.MIPA Universitas Sriwijaya
Jln. Palembang-Indralaya Km. 32 Ogan Ilir Sumatera Selatan

Abstrak

Telah dilakukan penelitian Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi Adsorben Selulosa Termodifikasi Asam Merkaptasetat Sebagai Adsorben Logam Krom. Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan modifikasi selulosa dengan senyawa 3 kloropropiltrimetoksisilen dan asam merkaptasetat (AMA). Tahapan-tahapan modifikasi selulosa dikarakterisasi gugus fungsionalnya dengan FT-IR Aplikasi adsorben selulosa-asam merkaptasetat dilakukan dengan menginteraksikannya dalam larutan ion logam Cr(VI) yang dipengaruhi oleh pH. Hasil penelitian karakterisasi gugus fungsional dari tahapan-tahapan modifikasi selulosa menunjukkan telah terjadi penyisipan gugus fungsional $\text{CH}_2\text{-Cl}$, -S-H dan -C=O . Interaksi antara ion logam Cr(VI) dengan adsorben selulosa-asam merkaptasetat dipengaruhi oleh pH.

Kata kunci : sintesis, karakterisasi, aplikasi, adsorben selulosa-asam merkaptasetat, logam krom

Pendahuluan

Proses penghilangan logam berat atau bukan logam berat seringkali menggunakan metode adsorpsi. Metode ini efektif menghilangkan logam berat walau hanya dilakukan dengan proses adsorpsi yang relatif sederhana (Filho, dkk., 2007). Proses adsorpsi dapat terjadi secara kimia ataupun fisika. Pada adsorpsi fisika, adsorpsi disebabkan gaya van der Waals yang ada pada permukaan adsorben. Sedangkan pada adsorpsi kimia, terjadi reaksi antara logam yang diserap dengan adsorben (Sukardjo, 1985). Akan tetapi pada umumnya suatu adsorben tidak bersifat selektif terhadap logam-logam tertentu. Impregnasi permukaan padatan adsorben dengan senyawa organik dapat dilakukan untuk meningkatkan sifat adsorpsi dimana gugus fungsional yang terdapat dalam senyawa organik tersebut dapat menyerap (mengadsorpsi) ion logam.

Pada umumnya senyawa organik tertentu dapat digunakan untuk memodifikasi suatu adsorben agar adsorben tersebut lebih selektif dan dapat meningkatkan adsorpsi dan sifat-sifat pertukaran (Igwe dan Abia, 2006 dan Dey, dkk., 2006). Beberapa peneliti telah melakukan modifikasi limbah hasil pertanian atau perkebunan yang mengandung selulosa sebagai adsorben logam (Abia dan Asuquo, 2006 dan 2007; Akaninwor, dkk., 2007).

Selulosa murni dapat juga dimodifikasi dengan senyawa organik untuk dijadikan adsorben logam (Nada, dkk., 2007; Liu, 2007; Inukai, dkk., 2001 dan de Castro, dkk., 2004). Dalam penelitian ini selulosa murni

akan dimodifikasi dengan senyawa 3 kloropropiltrimetoksisilen dan asam merkaptasetat. Adsorben yang diperoleh (selulosa-asam merkaptasetat) dikarakterisasi gugus fungsionalnya dan diinteraksikan dengan logam krom yang dipengaruhi oleh pH, waktu interaksi dan konsentrasi.

Metodologi eksperimen

Modifikasi selulosa (de Castro, dkk., 2004)

Selulosa yang telah diaktivasi (30 gr) ditambahkan ke dalam larutan dimetil formamid (200 mL) dan kemudian ditambahkan larutan 3 kloropropiltrimetoksisilen (15 mL). Ketiga campuran tersebut kemudian direfluk selama 5-16 jam pada suhu 353-423 K. Setelah selesai direfluk, campuran kemudian disaring, residu dibilas dengan larutan etanol dan kemudian dikeringkan dalam oven (75°C).

20 gr selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen yang telah kering kemudian dicampurkan dengan 100 mL larutan dimetil formamid dan dalam campuran tersebut ditambahkan 15 mL larutan asam merkaptasetat yang diencerkan dengan 100 mL aquades. Ketiga campuran tersebut digojog dan stirer selama 35 jam pada suhu kamar. Setelah selesai, kemudian disaring dan residu dibilas dengan larutan dimetil formamid dan kemudian etanol dan selanjutnya dikeringkan dalam oven (75°C). Setelah kering dinamakan adsorben selulosa-asam merkaptasetat.

Karakterisasi gugus fungsional

Karakterisasi gugus fungsional adsorben selulosa-asam merkptoasetat dan tahapan-tahapan modifikasinya dengan menggunakan spektrofotometer FT.IR

Interaksi antara adsorben selulosa-asam merkptoasetat dengan ion logam Cr(VI) Pengaruh pH

Disiapkan 1 buah erlenmeyer volume 100 mL yang berisi 0,1 gr adsorben selulosa-asam merkptoasetat dan ditambahkan sebanyak 10 mL larutan ion logam Cr(VI) dengan konsentrasi 100 ppm. Ke dalam campuran tersebut diatur pHnya menjadi 1 dan campuran kemudian dikocok dengan dengan shaker selama 120 menit.

Larutan kemudian disaring dan supernatan diukur konsentrasinya dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Konsentrasi logam krom sebagai ion logam Cr(VI) yang teradsorpsi oleh adsorben dihitung dari perbedaan antara jumlah konsentrasi mula-mula dengan jumlah konsentrasi yang ada dalam supernatant/filtrat.

Dengan prosedur yang sama, dilakukan untuk pH 2, 3, 4, 5, dan 6, dan 7. Sebagai pembanding, digunakan juga adsorben selulosa yang diaktifasi saja (tidak dimodifikasi) dengan prosedur akan sama dengan prosedur untuk adsorben selulosa-asam merkptoasetat.

Pembahasan

Karakterisasi gugus fungsional

Karakterisasi gugus fungsional selulosa, selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen dan selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen-asam merkptoasetat (adsorben selulosa-asam merkptoasetat) seperti dalam gambar 1.

Dari gambar 1 spektra FT. IR dari selulosa adalah munculnya bilangan gelombang $3348,42\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur dari gugus fungsi O-H (ikatan hidrogen intermolekul). Gugus fungsional -C-H yang merupakan vibrasi ulur muncul pada bilangan gelombang $2900,94\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsi C-O-C yang merupakan vibrasi ulur asimetrik muncul pada bilangan gelombang $1157,29$ dan $1111,00\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsional C-O-H yang merupakan vibrasi tekuk muncul pada bilangan gelombang $1427,32\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsional C-O yang merupakan gugus fungsi dari alkohol primer muncul pada bilangan gelombang $1056,99\text{ cm}^{-1}$ dan gugus fungsi C-C yang merupakan vibrasi tekuk muncul sangat lemah pada bilangan gelombang $493,78$ dan $401,19\text{ cm}^{-1}$ (Silverstein, dkk., 1991).

Spektra FT.IR selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen terlihat muncul bilangan

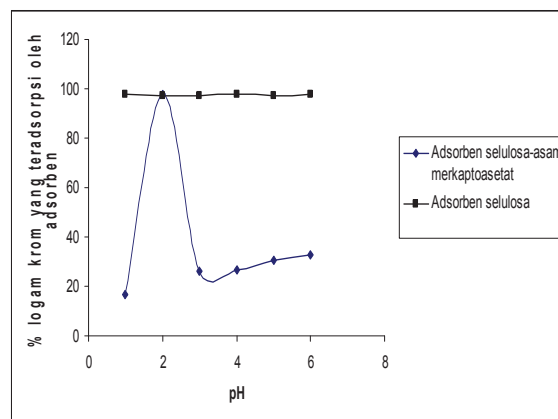
gelombang $1276, 88$ dan $1244,09\text{ cm}^{-1}$. Menurut Silverstein, dkk., (1991) dinyatakan bahwa bilangan gelombang antara $1300-1200\text{ cm}^{-1}$ adalah gugus fungsional $\text{CH}_2\text{-Cl}$. Dari pernyataan tersebut diatas maka bilangan gelombang $1276, 88$ dan $1244,09\text{ cm}^{-1}$ adalah gugus fungsional $\text{CH}_2\text{-Cl}$ dari senyawa 3 kloropropiltrimetoksisilen.

Spektra FT. IR dari adsorben selulosa-asam merkptoasetat adalah munculnya bilangan gelombang $3348,42\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur dari gugus fungsi O-H (ikatan hidrogen intermolekul) dari selulosa. Gugus fungsional -C-H yang merupakan vibrasi ulur muncul pada bilangan gelombang $2900,94\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $3749,62\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur gugus fungsi O-H bebas. Gugus fungsional -S-H dari asam merkptoasetat muncul pada bilangan gelombang $2538,32\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsional C=O yang merupakan vibrasi ulur muncul pada bilangan gelombang $1720,50$; $1658,78$ dan $1581,63\text{ cm}^{-1}$ dan merupakan gugus fungsi asam karboksilat dari asam merkptoasetat (Silverstein, dkk., 1991).

Interaksi antara adsorben selulosa-asam merkptoasetat dan selulosa dengan ion logam Cr(VI)

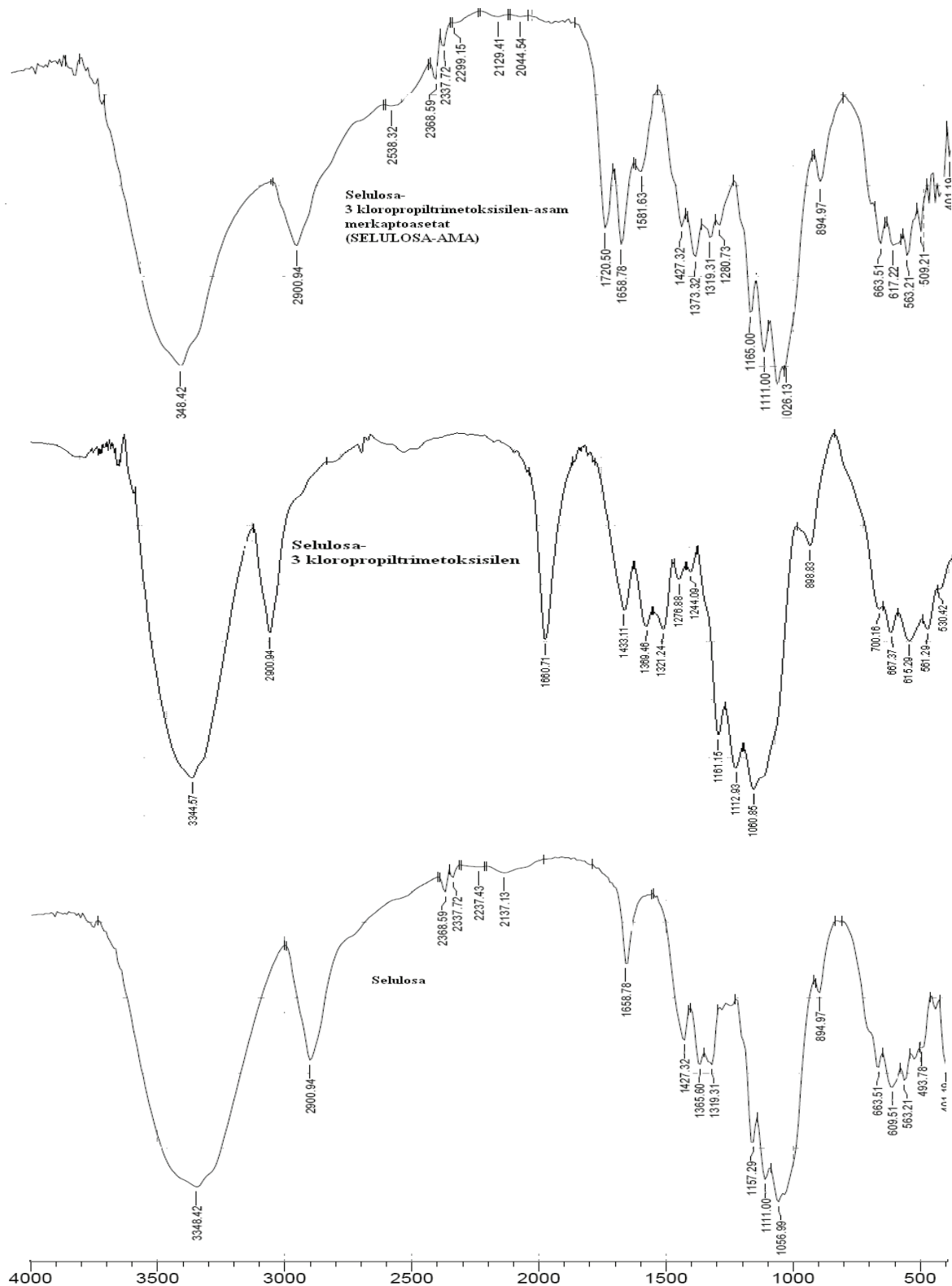
Pengaruh pH

Dari hasil penelitian disajikan seperti dalam gambar 2.



Gambar 2. Grafik antara pH dengan % logam krom yang teradsorpsi oleh adsorben

Dari gambar 2 diatas ternyata adsorpsi logam krom sebagai ion logam Cr(VI) oleh adsorben selulosa > adsorben selulosa-asam merkptoasetat. Menurut Popuri, dkk., (2007) menyatakan bahwa pH mempengaruhi kelarutan logam dan keadaan ionisasi gugus fungsional seperti karboksilat pada dinding sel biosorben.



Gambar 1. Spektra FT-IR selulosa, selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen & selulosa-3 kloropropiltrimetoksisilen- asam merkptoasetat (adsorben selulosa-asam merkptoasetat)

Sedangkan menurut Ansari, (2006) dinyatakan bahwa ion logam Cr(VI) berada dalam bentuk anionik ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, HCrO_4^{1-} , CrO_4^{2-}) dalam air tergantung pada pH dan konsentrasi. Dari pernyataan tersebut diatas maka dimungkinkan bentuk anionik (muatan negatif) ion logam Cr(VI) dapat berinteraksi dengan gugus fungsional hidroksil yang bermuatan positif ($-\text{CH}_2\text{OH}_2^+$) dari selulosa akibat pengaruh pH (Akaninwor, dkk., 2007) sehingga ion logam Cr(VI) yang teradsorpsi oleh adsorben selulosa mempunyai kecenderungan yang konstan atau tetap walaupun pH dinaikkan.

Pada pH sangat rendah, permukaan sorben akan dikelilingi oleh ion hidronium sehingga akan meningkatkan interaksi Cr(VI) dengan situs aktif biosorben dengan tenaga antraktif yang besar (Popuri, dkk., 2007), sehingga persentase ion logam Cr(VI) teradsorpsi oleh adsorben selulosa-asam merkptoasetat pada pH 2 sangat besar. Pada pH 3 terjadi penurunan adsorpsi dan menurut Popuri, dkk., (2007) dinyatakan penurunan adsorpsi dengan meningkatnya pH dimungkinkan menurunnya atraksi tenaga elektrostatis antara sorben dan sorbat ion.

Daftar Pustaka

- Abia, A.A dan Asuquo, E.D, 2006, *African Journal of Biotechnology*, Vol.5(16) : 1475
- Abia, A. A dan Asuquo, E.D, 2007, *Tsinghua Science and Technology*, 12(4): 485
- Akaninwor, J.O; Wegwu, M.O dan Iba, I.U, 2007, *African Journal of Biochemistry Research*, Vol. 1 (2) : 11
- Ansari, R., 2006, *Acta. Chim. Slov.*, 53 : 90.
- de Castro, G.R; de Alcantara, I.L; Roldan, P. Dos S; Bozano, D de F; Fadilha, P de M; Florentino, A de O dan Rocha, J.C, 2004, *Materials research*, Vol. 7, No. 2 : 331.
- Dey, R.K., Jha, U., Singh, A.C., dan Ray, Alok R., 2006, *Analytical Sciences*, Vol. 22 : 1105.
- Filho, N.C ; Venancia, E.C ; Barriuello, M.F ; Hechenleither, A.W dan Pineda, E.A.G, 2007, *Ecletrica Quimica*, Vol. 32 (4) : 63
- Igwe, J.W dan Abia, A.A, 2006, *Ecletrica Quimica*, Vol. 3 No. 3 : 23
- Inukai, Y; Tanaka, Y; Shiraishi, Y; Matsuda, T; Mihara, N; Yamada, K; Nambu, N; Itoh, O; Doi, T; Kaida, Y dan Yasuda, S, 2001, *Analytical Sciences*, Vol. 17, Supplement : i1119.
- Liu, P., 2007, *Turk. J. Chem*, 31 : 457.
- Nada, Abd. A.M.A; Alkady, M.Y dan Fekry, H.M, 2007, *BioResources* 3(1) : 46.
- Popuri, S. R.; Jammala, A.; Reddy, K.V.N. S. dan Abburi, K., 2007, *Electronic Journal of Biotechnology*, Vol. 10, No. 3 : 365.
- Silverstein, R.M., Bassler, G.C., dan Morrill, C.T., 1991, *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 5th edition, New York : John Wiley and Sons Inc.
- Sukardjo. 1985. *Kimia Anorganik*, Jakarta : Rineka Cipta.

TANYA JAWAB

Penanya : Asep Nurhikmat (LIPI)

Pertanyaan :

Mohon dijelaskan fenomena pH yang trendnya aga menyimpang!

Jawaban :

- 1). Cr(VI) dalam larutan akan dipengaruhi pH menjadi anion ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dll).
- 2). Gugus OH pada C6 selulosa dipengaruhi pH sehingga menjadi $-\text{OH}_2^+$, Jika ada anion terjadi reaksi dan mempunyai kecenderungan yang tetap pada pH sampai 6.
- 3). Selulosa -gam merkptoasetat mempunyai gugus fungsi karboksilat dan sulfida.
 $-\text{COOH} + \text{H}^+ + \text{anion Cr} \rightarrow \text{adsorpsi tinggi}$,
 naiknya pH maka makin turun adsorpsi.