

**PEMANFAATAN MEMBRAN KITOSAN-SILIKA
UNTUK MENURUNKAN KADAR
ION LOGAM Pb(II) DALAM LARUTAN**

**UTILIZATION OF CHITOSAN-SILICA
TO REDUCE Pb(II) ION LEVELS IN SOLUTION**

Shofiyah Yunianti* dan Dina Kartika Maharani

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya

***e-mail: Shofiyahfie@gmail.com**

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang pemanfaatan membran kitosan-silika untuk menurunkan kadar ion logam Pb(II) dalam larutan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik membran kitosan-silika dan kinerja membran untuk menyaring ion logam Pb(II) dalam larutan Pb(NO₃)₂. Membran kitosan-silika dibuat dengan variasi konsentrasi kitosan 0,25%; 0,5%; 1%; 2%; 3% dan konsentrasi silika 0,004 M. Uji karakteristik membran meliputi uji swelling, uji sifat mekanik, uji morfologi membran, dan analisa gugus fungsi. Uji kinerja membran terhadap ion Pb(II) dilakukan dengan proses filtrasi larutan Pb(NO₃)₂. Dari hasil uji swelling dan uji sifat mekanik didapatkan membran yang memiliki karakteristik terbaik yaitu membran kitosan-silika 3%. Analisa gugus fungsi menunjukkan bahwa membran kitosan-silika 3% mengalami pergeseran, penurunan atau peningkatan bilangan gelombang, serta ditemukan gugus fungsional baru yang menunjukkan adanya gugus silika pada membran. Membran kitosan-silika 3% mampu menyaring ion logam Pb(II) dengan koefisien rejeksi paling besar yaitu 26,84%. Analisa SEM secara umum menunjukkan bahwa membran kitosan-silika mempunyai morfologi permukaan yang rapat dan halus.

Kata kunci: membran kitosan-silika, filtrasi, ion logam Pb(II), koefisien rejeksi

Abstract. The study about utilization of chitosan-silica membranes to reduce Pb(II) ion levels in solution has been done. The purpose of this study was to determine the characteristics of chitosan-silica membrane and its performance to filter out the Pb(II) ion in solution of Pb(NO₃)₂. Chitosan-silica membranes were prepared by varying concentration of chitosan 0.25%, 0.5%, 1%, 2%, 3% and the silica concentration 0.004 M. The characteristics of membrane were analyzed by swelling test, mechanical test, morphology test, and functional group test. The performance of membrane on Pb(II) ion was analyzed by filtration of Pb(NO₃)₂ solution. Based on the swelling test and mechanical test, it can be concluded that chitosan-silica 3% has the best characteristics. The functional groups of chitosan-silica membrane 3% showed that there was a shift, a decrease or increase of wavenumber, and there was new functional groups found, indicated the functional group of silica in membrane. The chitosan-silica membrane 3% has capability to filter Pb(II) ion in solution with coefficient rejection is 26,84%. The analysis SEM generally showed that the membrane morphology of chitosan-silica looks tight and smooth surface.

Key words: chitosan-silica membrane, filtration, Pb(II) ion, coefficient of rejection

PENDAHULUAN

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

Logam berat plumbum (Pb) merupakan salah satu pencemar lingkungan yang dihasilkan dari kegiatan industri. Plumbum masuk ke dalam tubuh manusia melalui saluran pernapasan, pencernaan, dan permukaan kulit.

Beberapa tahun terakhir telah dilakukan penelitian seputar polimer alam (biopolimer) yang mampu mengikat logam berat limbah melalui pembentukan senyawa kompleks sehingga biopolimer dapat berfungsi sebagai adsorben untuk memisahkan logam berat dari air meskipun konsentrasinya sangat rendah. Salah satu biopolimer yang saat ini banyak diteliti sebagai adsorben logam berat dari air limbah adalah kitosan.

Kitosan merupakan salah satu produk alam yang merupakan turunan kitin. Kitosan merupakan biopolimer yang didapatkan melalui proses deasetilasi kitin yang mengandung lebih dari 5000 unit glukosamin [1]. Kitosan mengandung gugus amina bebas yang memberikan karakteristik sebagai penukar ion. Keberadaan gugus amina pada kitosan menyebabkan kitosan larut dalam media asam. Pelarutan kitosan dalam asam akan membentuk larutan kental yang dapat digunakan untuk pembuatan gel dalam berbagai variasi seperti butiran, membran, ataupun serat [2].

Saat ini telah banyak digunakan teknik pemisahan yang lebih sederhana, yaitu teknik pemisahan dengan menggunakan membran. Filtrasi dengan menggunakan membran mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan

dengan metode pemisahan konvensional antara lain pemisahan dapat dilakukan pada suhu kamar sehingga relatif hemat energi, tidak memerlukan bahan kimia tambahan dalam proses sehingga relatif lebih bersih dan ramah lingkungan.

Pada saat ini telah berkembang penelitian tentang pemanfaatan polimer alam sebagai membran yaitu membran selulosa dan turunannya. Selain turunan selulosa pernah juga dilakukan karakterisasi membran kitin untuk tujuan analisis [3]. Kitosan merupakan biopolimer yang dapat digunakan sebagai bahan pembuat membran [4]. Akan tetapi, membran dengan berbahan dasar kitosan saja tidak dapat langsung digunakan karena strukturnya yang sangat rapuh.

Modifikasi membran kitosan diharapkan dapat menghasilkan membran dengan karakter yang lebih baik, misalnya peningkatan kestabilan membran [2], memperkecil ukuran pori-pori membran sehingga pemisahan molekul-molekul atau rejeksi makromolekul dari suatu larutan oleh membran lebih efektif [5]. Pengikatsilangan kitosan adalah solusi yang ditawarkan untuk mengatasi permasalahan sifat mekanik dari kitosan [6].

Pada penelitian ini akan dibuat membran kitosan-silika. Sumber silika didapat melalui prekursor. Pada penelitian ini menggunakan *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) sebagai prekursor. TEOS berguna untuk memberikan ion-ion radikal silika saat proses hidrolisis.

Melihat potensi dari silika dan kitosan, kedua material tersebut dapat dibuat membran sebagai salah satu material yang dapat digunakan dalam proses filtrasi dan manfaat lainnya. Membran kitosan-silika mempunyai prospek yang sangat baik, karena akan berdampak positif pada pengurangan

impur membran yang selama ini dilakukan.

Berdasarkan latar belakang tersebut diatas, pada penelitian ini akan dilakukan pemisahan logam berat Pb(II) menggunakan membran kitosan-silika.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, yaitu : Magnetic stirrer, Gelas kimia, Gelas ukur, Labu ukur, Pipet volume, Pipet tetes, Kaca Arloji, Spatula, Cawan petri, Penjepit stainless steel, pH meter, Oven, Neraca analitis, Shaker, Instrumen FTIR, AAS, SEM, Mikrometer Sekrup, *Autograph*, dan reaktor membran “*dead-end*”.

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain, yaitu: serbuk kitosan, Tetraetil ortosilikat (TEOS) Merck, HCl p.a (Merck), etanol, CH₃COOH p.a (Merck), Larutan Pb(NO₃)₂, NaOH p.a (Merck), Kertas saring, Aquades.

Prosedur penelitian

Pembuatan membran kitosan-silika

Sebanyak 1 gr kitosan dilarutkan dalam 100 ml CH₃COOH 2% dan distirer selama 1 jam (larutan kitosan 1%). Selanjutnya pembuatan sol silika dengan cara 3,34 ml TEOS 0,004 M ditambahkan 15 ml etanol, kemudian dalam gelas kimia lain 10 ml etanol ditambahkan dengan 25 ml HCl 0,03 M kemudian ditambahkan pada larutan diatas secara perlahan-lahan, diaduk dan distirer selama 24 jam (sol silika). Selanjutnya sol silika ditambahkan pada larutan kitosan dengan rasio kitosan-silika 1:1 (v/v). Larutan diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 30 menit. Larutan yang telah homogen selanjutnya dituangkan ke dalam

cetakan cawan petri dan dikeringkan pada suhu kamar hingga diperoleh membran kitosan-silika kering. Untuk melepas membran dari cetakan, diperlukan perendaman dengan menggunakan NaOH 1%. Membran yang diperoleh selanjutnya dibilas dengan aquades hingga netral. Prosedur diulangi untuk konsentrasi kitosan 0,25%, 0,5%, 2%, dan 3%.

Tahap karakterisasi membran kitosan-silika

Uji *swelling* membran kitosan-silika

Sampel membran ditimbang beratnya (W_{kering}) kemudian sampel membran direndam dalam air dengan variasi waktu 10, 20, dan 30 menit pada suhu kamar. Sampel yang telah direndam di timbang beratnya (W_{basah}). Selanjutnya dihitung persen *swelling*nya dengan persamaan:

$$Swelling = \frac{W_{basah} - W_{kering}}{W_{kering}} \times 100\%$$

Tahap filtrasi ion logam Pb(II) oleh membran kitosan-silika

Tahap pemisahan larutan Pb(II) dilakukan dengan alat uji “*dead end*”. Membran yang akan diuji dipotong berbentuk lingkaran. Kemudian Membran diletakkan di bagian bawah alat penguji yang telah dilapisi dengan kertas saring. 50 ml larutan logam Pb(NO₃)₂ dengan variasi konsentrasi 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L, 20 mg/L, dan 25 mg/L dimasukkan ke dalam alat, ditutup rapat dan kemudian dialirkan pada tekanan 1 atm.

Tahap penentuan koefisien rejeksi membran kitosan-silika

Untuk mengetahui koefisien rejeksi membran terlebih dahulu dilakukan pengukuran konsentrasi larutan permeat hasil pemisahan dengan menggunakan

SSA, dengan konsentrasi larutan standar dalam berbagai konsentrasi, yaitu 1 mg/L, 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, dan 30 mg/L. Setelah diketahui konsentrasi dari larutan permeat, maka dapat dihitung koefisien rejeksi membran dengan persamaan dibawah ini:

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\%$$

Dimana,

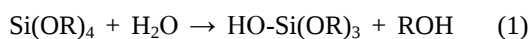
C_p : konsentrasi permeat

C_f : konsentrasi larutan umpan.

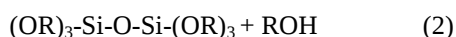
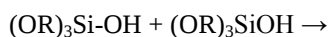
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan membran kitosan-silika

Pembuatan membran dalam penelitian ini menggunakan metode inversi fasa. Inversi fasa adalah metode yang paling banyak digunakan dalam pembuatan membran polimer untuk proses pemisahan [7]. Tahap pertama yaitu pembuatan larutan cetak. Larutan kitosan dengan variasi konsentrasi 0,25 %; 0,5%; 1%; 2%; dan 3% dicampurkan dengan sol silika 0,004 M dengan perbandingan volume 1:1. Sol silika dibuat melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi silika pada kondisi asam dengan menambahkan HCl 0,03 M untuk mempercepat reaksi dan distirer selama 24 jam. Pada reaksi hidrolisis, gugus hidroksil akan berikatan dengan atom silika menurut reaksi berikut :



Apabila alkoksida silika telah seluruhnya terhidrolisis maka seluruh gugus alkoksi akan tergantikan oleh gugus OH. Reaksi kondensasi terjadi karena adanya interaksi antar molekul-molekul yang terhidrolisis menurut reaksi berikut :



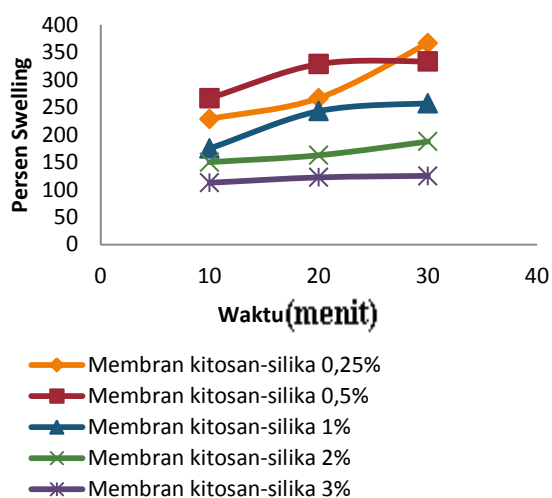
Selanjutnya campuran antara larutan kitosan dan sol silika dengan berbagai konsentrasi kitosan akan dicetak dalam cawan petri dan dikeringkan pada suhu kamar. Setelah kering membrane direndam dalam NaOH 1% yang berfungsi sebagai larutan non-pelarat. Membran yang telah dilepaskan dari cetakan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan alkali yang menempel pada membran. Membran kitosan-silika yang dihasilkan pada penelitian ini berupa lembaran tipis.

Tahap karakterisasi membran kitosan-silika

Uji *swelling* membran

Uji *Swelling* (Pengembangan) pada membran ini bertujuan untuk memprediksi ukuran zat yang bisa terdifusi kedalam membran. *Swelling* (pengembangan) juga dapat menandakan bahwa masih terdapat rongga diantara ikatan dalam polimer, yang mana rongga ini dapat mempengaruhi sifat mekanik dari polimer, semakin kecil rongga maka semakin tinggi sifat mekaniknya [8].

Data hasil uji *swelling* membran kitosan-silika dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh lama perendaman terhadap kemampuan mengembang membran kitosan-silika

Dari Gambar 1 diatas menunjukkan bahwa semakin lama waktu perendaman maka kemampuan *swelling* (mengembang) semakin meningkat sampai menit ke 30. Dari uji *swelling* juga dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi kitosan dalam membran maka hasil persen *swelling* semakin kecil, hal ini disebabkan dengan semakin tinggi konsentrasi kitosan maka jarak antar molekul dalam kitosan akan semakin rapat dan pori-pori yang terbentuk pada membran akan semakin kecil sehingga air sulit untuk berdifusi kedalam membran yang menyebabkan

kemampuan mengembangnya kecil. Sebaliknya, semakin rendah konsentrasi kitosan dalam membran maka kemampuan mengembangnya besar, hal ini disebabkan dengan konsentrasi kitosan yang kecil maka semakin banyak pelarut yang digunakan atau semakin sedikit zat terlarutnya, maka pori-pori membran yang terbentuk semakin besar. Secara umum, membran dengan konsentrasi 0,25%; 0,5%; 1%; 2%; dan 3% mempunyai ketahanan terhadap air yang baik, hal ini ditandai dengan dihasilkan membran yang tidak hancur atau rapuh.

Uji kekuatan tarik membran kitosan-silika

Karakterisasi sifat mekanik digunakan untuk mengetahui kekuatan membran terhadap gaya yang berasal dari luar yang dapat merusak membran. Kekuatan tarik membran dapat dilihat dari nilai *Load* yaitu nilai tegangan membran pada saat putus dan nilai *Stroke* yaitu nilai regangan membran pada saat putus. Dari nilai *Load* dan *Stroke* juga dapat diketahui nilai modulus young dari membran yaitu perbandingan antara kekuatan tegangan (*Load*) dan kekuatan regangan (*Stroke*).

Data hasil uji kekuatan tarik membran kitosan-silika dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Data uji kekuatan tarik membran kitosan-silika

Konsentrasi Kitosan dalam Membran (%)	Panjang Awal (mm)	Tegangan (Load) (kgf)	ΔL (mm)	Regangan (Stroke) (%)	Modulus Young
0,25	60	0,29	4,42	7,73	0,039
0,5	60	0,40	4,47	7,95	0,050
1	60	0,54	5,97	9,96	0,054
2	60	1,27	6,53	10,89	0,118
3	60	1,44	7,17	11,39	0,126

Dari data diatas menunjukkan bahwa kekuatan tarik membran kitosan-silika

meningkat dengan bertambahnya konsentrasi pada kitosan. Hal ini

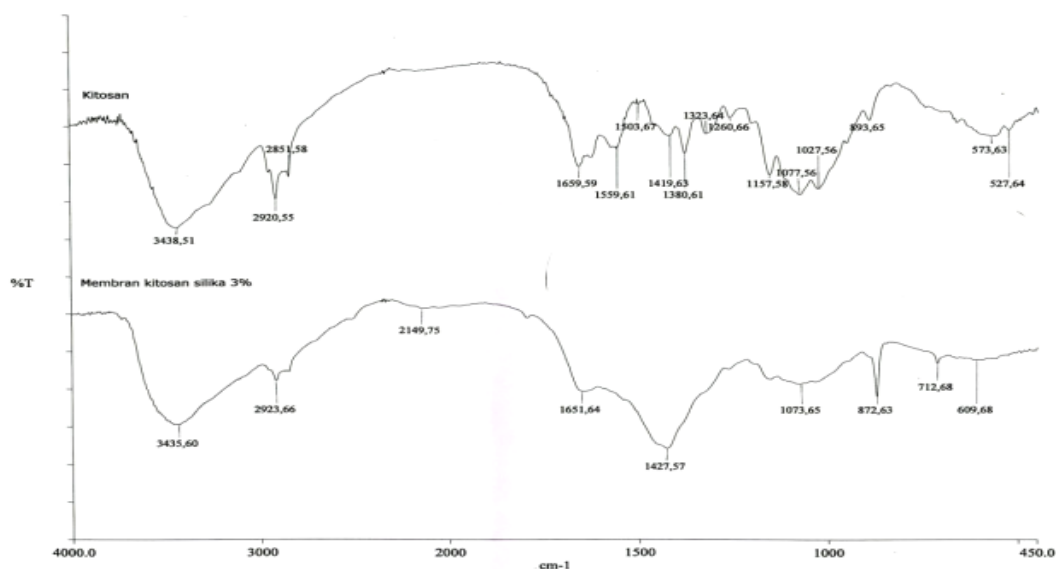
disebabkan dengan bertambah tingginya konsentrasi pada kitosan menyebabkan jarak antar molekul pada kitosan menjadi semakin rapat sehingga memiliki kekuatan tarik yang besar. Data hasil kekuatan tarik berbanding terbalik dengan hasil uji *swelling*, yaitu dengan bertambahnya konsentrasi kitosan maka kekuatan mekanik membran akan semakin besar, dilihat dari nilai modulus youngnya.

Pada penelitian ini peneliti ingin mengetahui membran yang mempunyai karakteristik terbaik. Dari uji *swelling* dan uji sifat mekanik membran dapat ditentukan membran yang mempunyai karakteristik terbaik. Pada penelitian ini dipilih membran dengan konsentrasi kitosan 3% sebagai membran yang memiliki karakteristik terbaik disebabkan membran tersebut mempunyai nilai modulus young yang paling tinggi sehingga akan memberikan sifat mekanik yang

semakin baik, dan nantinya diharapkan dapat memiliki ketahanan yang lebih baik secara fisik maupun mekanik dalam proses filtrasi ion logam Pb(II). Selain itu membran dengan konsentrasi kitosan 3% juga memiliki nilai % *swelling* yang paling rendah, sehingga diharapkan dalam proses filtrasi membran tersebut juga memiliki ketahanan yang lebih baik dalam larutan.

Analisa gugus fungsi membran kitosan-silika

Pada penelitian ini dilakukan identifikasi pada membran yang mempunyai karakteristik terbaik. Spektra FTIR dari membran kitosan-silika dapat dilihat pada Gambar 2 dibawah ini.



Gambar 2. Spektra FTIR membran kitosan-silika 3%

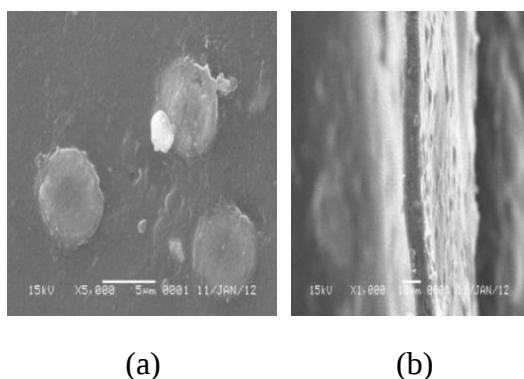
Berdasarkan spektra pada Gambar 2 diatas menunjukkan terjadinya penurunan serapan dari $3438,51\text{ cm}^{-1}$ menjadi $3435,60\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur O-H serta Vibrasi ulur N-H. Hal ini menunjukkan adanya interaksi gugus OH pada silika

dengan N-H pada kitosan. Pada data ini terjadi penurunan serapan pada daerah $1659,59\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1651,64\text{ cm}^{-1}$ dan peningkatan serapan pada daerah $1419,63\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1427,57\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan gugus fungsi C=O, hal ini menunjukkan asumsi terjadi

interaksi formasi ikatan hidrogen antara silanol pada silika dan amina. Adanya serapan pada daerah $1073,65\text{ cm}^{-1}$ pada membran kitosan-silika menunjukkan adanya serapan vibrasi Si-O-Si. Pada spektra membran kitosan-silika terdapat gugus fungsional baru yaitu pada daerah bilangan gelombang $872,63\text{ cm}^{-1}$, $712,68\text{ cm}^{-1}$, dan $609,68\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus silika pada membran.

Uji morfologi membran kitosan-silika

Dalam penelitian ini, untuk mengetahui secara umum morfologi membran yang dihasilkan, dilakukan analisis SEM terhadap membran kitosan-silika. Gambar foto hasil SEM membran kitosan-silika dapat dilihat pada Gambar 3 dibawah ini:



Gambar 3. Morfologi permukaan membran kitosan-silika (a) dan penampang melintang (b)

Berdasarkan hasil foto Scanning Electron Microscopy (SEM) yang dilihat dari morfologi permukaan dan penampang melintang menunjukkan bahwa pada membran kitosan-silika memiliki morfologi yang halus dan rapat sedangkan adanya bulatan pada hasil SEM dimungkinkan karena larutan komposit yang kurang homogen.

Tahap filtrasi ion logam Pb(II) oleh membran kitosan-silika

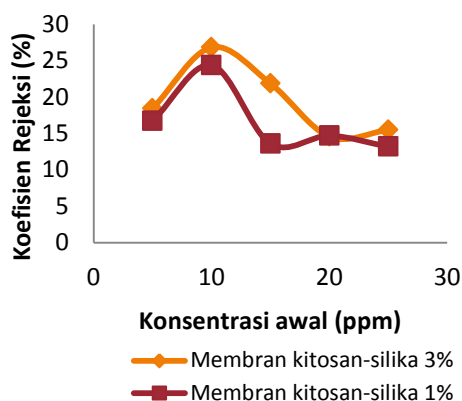
Dalam penelitian ini akan dipelajari tentang koefisien rejeksi membran,

yaitu fraksi konsentrasi zat yang tertahan oleh membran. Alat yang digunakan yaitu alat uji “dead-end” yaitu sistem dimana aliran larutan umpan (*feed*) tegak lurus dengan permukaan membran. Membran yang digunakan untuk filtrasi adalah membran dengan konsentrasi kitosan 1% dan 3% dengan ketebalan membran rata-rata 0,05 mm. Larutan yang digunakan adalah $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan variasi konsentrasi awal 5,10,15,20, dan 25 ppm. Larutan yang disaring kemudian di ukur dengan instrumen spektrofotometer serapan atom (SSA) untuk mengetahui konsentrasi yang tidak tersaring oleh membran kitosan-silika (larutan permeat). Data hasil koefisien rejeksi membran dapat dilihat pada Tabel 2 dibawah ini:

Tabel 2. Hasil koefisien rejeksi membran

Membran Kitosan-Silika	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi permeat (ppm)	Koef.Rejeksi (%)
1%	5	4,163	16,74
	10	7,562	24,38
	15	12,54	14,54
	20	17,06	14,68
	25	21,51	13,96
3%	5	4,078	18,44
	10	7,316	26,84
	15	11,73	21,87
	20	17,10	14,57
	25	21,13	15,5

Data pada Tabel 2 diatas dapat dibuat grafik pengaruh konsentrasi awal larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ terhadap kemampuan menyaring ion logam Pb(II) oleh membran kitosan-silika 1% dan 3% pada Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi larutan $Pb(NO_3)_2$ terhadap kemampuan menyaring ion logam $Pb(II)$

Berdasarkan Gambar 4 dapat diketahui bahwa membran kitosan-silika 3% mempunyai kemampuan menyaring ion logam $Pb(II)$ yang lebih baik daripada membran kitosan-silika 1%, hal ini dapat dilihat dari nilai koefisien rejeksi yang dihasilkan, yaitu pada membran kitosan-silika 3% pada konsentrasi larutan $Pb(NO_3)_2$ 10 ppm yaitu sebesar 26,84%. Hasil tersebut dimungkinkan juga didukung oleh sifat mekanik yang baik pada membran dengan konsentrasi kitosan 3% sehingga memberikan hasil filtrasi ion logam $Pb(II)$ yang besar pula.

KESIMPULAN

Karakteristik membran kitosan-silika pada berbagai konsentrasi kitosan antara lain: pada uji *swelling* dihasilkan bahwa semakin tinggi konsentrasi kitosan dalam membran maka kemampuan mengembang semakin kecil. Data sifat mekanik membran menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi kitosan dalam membran, maka nilai modulus young semakin tinggi. Dari spektra FTIR membran kitosan-silika 3% mengalami pergeseran, penurunan atau kenaikan bilangan gelombang serta ditemukan gugus fungsional yang baru. Data SEM menunjukkan bahwa membran kitosan-silika memiliki

morfologi permukaan yang rapat dan halus. Membran yang memiliki karakteristik terbaik adalah membran dengan konsentrasi kitosan 3% dengan nilai koefisien rejeksi paling tinggi yang dihasilkan adalah sebesar 26,84%.

DAFTAR PUSTAKA

1. Rabea, Entsar I, *et al.*, 2003. Chitosan as Antimicrobial Agent: Applications and Mode of Action. *Biomacromolecules*, 2003, No (6), 1457-1465.
2. Jin J, Song M, Hourston DJ. 2004. Novel chitosan-based film cross linking by genepin with improved physical properties. *Biomacromol* 5:165-168.
3. Tarigan, T.2005. Pembuatan Membran Kitin dan Pengujian Sifat Permeabilitas Terhadap Ureum, Aspirin, dan Albumin. *Tesis*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
4. Aryanto, AY. 2002. Pemanfaatan kitosan dari limbah kulit udang (crustacea) sebagai bahan untuk pembuatan membran. *Skripsi*. Bogor: Departemen Teknologi Industri Pertanian IPB.
5. Wang H, Fang Y, Yan Y. 2001. Surface Modification Of Chitosan Membranes By Alkane Vapor Plasma. *J Mol Catal A : Chem* 11:911-918.
6. Handayani, Euis. 2009. Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan Sebagai Matriks Biopolimer. *Tesis*. Bogor: Universitas Pertanian Bogor.
7. Kim. J.H., Lee. K. W. 1998. Effect of PEG Additive On Membrane Formation By Phase Inversion. *Journal of Membrane Science* 138 (1998) p. 153-163.
8. Sartika, Armytha. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Membran komposit Kitosan-Lumpur Lapindo. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Airlangga.