

**LAPORAN PENELITIAN DIPA  
FMIPA UNLAM TAHUN 2018**



**SINTESIS BEADS-KITOSAN MAKROPORI TERIKAT-SILANG  
TRIPOLIFOSFAT DENGAN PENAMBAHAN POLIVINIL ALKOHOL  
SEBAGAI ADSORBEN ASAM HUMAT AIR GAMBUT**

**Oleh**

**Dahlana Ariyani, S.Si, M.S (Ketua)  
Dr. Uripto Trisno Santoso, S.Si, M.Si (Anggota)  
Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si**

**Dibiaya oleh DIPA-PBNP FMIPA UNLAM Tahun Ajaran 2018  
Sesuai dengan Surat Keputusan Dekan FMIPA UNLAM  
Nomor : 116/UN8.1.28/SP/2018**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT  
BANJARBARU  
2018**

## HALAMAN PENGESAHAN

### LAPORAN PENELITIAN DIPA FMIPA ULM TAHUN 2018

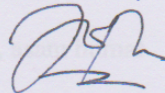
1. **Judul Penelitian** : Sintesis *Beads* Kitosan Makropori Terikat-Silang Tripolifosfat dengan Penambahan Polivinil Alkohol Sebagai Adsorben Asam Humat Air Gambut
2. **Ketua Peneliti**
- a. Nama Lengkap : Dahlena Ariyani, S.Si., M.S.
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. NIP : 19821211 200501 2 001
  - d. Disiplin Ilmu : Kimia Lingkungan
  - e. Pangkat/Golongan : Penata Muda Tk. I /IIIb
  - f. Jabatan : Asisten Ahli
  - g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
  - h. Alamat : Jl. A.Yani Km.36 Banjarbaru
  - i. Telepon/Fax/Email : 0511-4773112
  - j. Alamat Rumah : Jl. Sekumpul Gg. Bersama No. 57C Martapura
  - k. Telepon/fax/E-mail : 081349683959/dariyani@ulm.ac.id
3. **Jumlah Tim Peneliti** : 2 (dua) orang
- a. Nama Anggota I : Dr. Uripto Trisno Santoso S.Si., M.Si
  - b. Nama Anggota II : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si.
4. **Lokasi Penelitian** : Laboratorium Dasar FMIPA ULM Banjarbaru
5. **Waktu Penelitian** : 5 (Lima) bulan
6. **Biaya Yang Disetujui** : Rp. 5.400.000,00 (Lima Juta Empat Ratus Ribu Rupiah)
7. **Sumber Dana** : DIPA FMIPA ULM

Banjarbaru, 27 Desember 2018

  
Ketua FMIPA ULM,


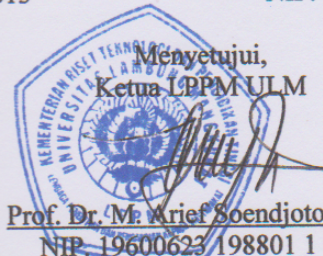
Abdul Gafur, M.Si  
NIP. 196701202 199103 1 013

Ketua Peneliti,



Dahlena Ariyani, S.Si. M.S.  
NIP. 19821211 200501 2 001

Menyetujui,  
Ketua LPPM ULM

Prof. Dr. M. Mrief Soendjoto, M.Sc  
NIP. 19600623 198801 1 001

## ABSTRAK

### SINTESIS BEADS KITOSAN MAKROPORI TERIKAT-SILANG TRIPOLIFOSFAT DENGAN PENAMBAHAN POLIVINIL ALKOHOL SEBAGAI ADSORBEN ASAM HUMAT AIR GAMBUT

Penelitian sintesis *beads* kitosan makropori terikat-silang tripolifosfat dengan penambahan polivinil alkohol sebagai adsorben asam humat air gambut. Kitosan memiliki daya adsorpsi yang tinggi terhadap asam humat, dan pengikatan-silang kitosan menjadikan kitosan stabil dalam medium asam, tetapi produk pengikatan-silang kitosan memiliki sifat rapuh, sehingga dalam penelitian ini ditambahkan tripolifosfat sebagai pengikat silang dan polivinil alkohol untuk menambah kekuatan mekanik kitosan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh penambahan tripolifosfat, penambahan polivinil alkohol, dan penambahan porogen, dan kemampuannya dalam mengadsorpsi asam humat serta karakterisasi *beads* yang dihasilkan berdasarkan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan TPP mampu menambah kestabilan *beads* kitosan, penambahan konsentrasi TPP antara 0,2% hingga 1% tidak menyebabkan perubahan kestabilan secara signifikan. Penambahan PVA hingga perbandingan kitosan : PVA tidak berpengaruh secara signifikan terhadap kelarutan, namun pada pH 9 kestabilan bertambah pada perbandingan 1 : 1 antara kitosan dan PVA dan cenderung menurun pada perbandingan kitosan:TPP (1 : 3). Penambahan konsentrasi porogen yang semakin banyak cenderung menaikkan menurunkan kestabilannya. Semakin lama waktu kontak antara *beads* dengan AH, semakin banyak AH yang teradsorpsi hingga pada waktu kontak 9 jam, namun setelah itu terjadi penurunan daya adsorpsi *beads* terhadap AH. Analisis spektrum FTIR terdapat beberapa pergeseran peak yaitu pada gugus C—N pada gugus karbonil (C=O), dan gugus —NH dari —NH<sub>2</sub>, hal ini menunjukkan bahwa terjadi interaksi antara kitosan, PVA, TPP dan asam humat.

**Kata Kunci:** Kitosan, tripolifosfat, polivinil alkohol, asam humat

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Air bersih merupakan salah satu kebutuhan pokok manusia yang diperoleh dari berbagai sumber. Sumber air pada setiap daerah memiliki kondisi yang berbeda-beda, tergantung pada keadaan alam dan kegiatan manusia di daerah tersebut. Di Indonesia salah satu sumber daya air yang masih melimpah adalah air gambut. Kajian pusat Sumber Daya Geologi Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral melaporkan bahwa sampai tahun 2006 sumber daya lahan gambut di Indonesia mencakup luas 26 juta hektar dan  $\pm 50\%$  di antaranya tersebar di pulau Kalimantan (Tjahjono, 2007). Berdasarkan data di atas, air gambut di Indonesia secara kuantitatif sangat potensial untuk dikelola sebagai sumber daya air yang dapat diolah menjadi air bersih atau air minum, namun secara kualitatif penggunaan air gambut masih banyak mengalami kendala. Beberapa kendala penggunaannya sebagai air bersih adalah warna, tingkat kekeruhan, dan zat organik yang tinggi sehingga tidak layak digunakan sebagai air bersih. Kenyataan di atas dihadapi oleh masyarakat yang tinggal di area lahan gambut yang masih menggunakan air gambut untuk keperluan sehari-harinya tanpa melalui proses pengolahan terlebih dahulu.

Pengolahan air di Indonesia yang umum digunakan terdiri dari beberapa proses yaitu: netralisasi, oksidasi, koagulasi-flokulasi, pengendapan, penyaringan (filtrasi), serta proses disinfeksi untuk membunuh kuman yang ada di dalam air. Pada tahap oksidasi dan disinfeksi biasanya digunakan metode klorinasi. Namun penggunaan metode klorinasi pada air gambut tanpa menghilangkan senyawa humat terlebih dahulu dapat menyebabkan terjadinya reaksi antara klor dan senyawa humat yang akan membentuk senyawa trihalometan (THM) seperti senyawa organoklor yang bersifat karsinogenik (Wagner & Pinheiro, 2001) dan bersifat mutagenik (Peters dkk., 1994) sehingga berdampak terhadap kesehatan pengguna air.

Berbagai metode untuk menghilangkan senyawa humat pada air gambut ini terus dikembangkan baik itu secara fisika, kimia, dan biologi. Metode yang banyak digunakan untuk menghilangkan asam humat (AH) dari dalam air yaitu dengan metode adsorpsi. Berbagai adsorben telah dilaporkan oleh beberapa peneliti, namun kapasitas adsorpsinya masih relatif rendah. Hasil kajian literatur secara intensif menunjukkan bahwa kitosan dalam bentuk manik-manik gel memiliki kapasitas adsorpsi AH yang lebih tinggi dibandingkan adsorben lain yaitu sebesar 262,0 mg/g (Chang & Juang, 2004). Data ini menunjukkan bahwa kitosan memiliki prospek yang baik untuk dijadikan sebagai agen pengikat AH.

Namun demikian, karena kitosan mudah larut dalam medium yang agak asam sedangkan air gambut memiliki pH sekitar 4,5 maka kitosan tidak dapat diaplikasikan secara langsung sebagai adsorben AH. Beberapa peneliti melakukan modifikasi terhadap kitosan untuk meningkatkan stabilitasnya agar tidak mudah larut dalam medium asam. Modifikasi yang dilakukan diantaranya dengan menambahkan *crosslinker agent* sehingga terbentuk ikatan-silang antar molekul polimer kitosan. Beberapa agen pengikat-silang yang dapat digunakan antara lain glutaraldehida, epiklorohidrin, *ethylene glycol diglycidyl ether* (Wan Ngah *et al.* 2005) dan natrium tripolifosfat (Na-TPP) (Wu dkk., 2013). Glutaraldehida, epiklorohidrin, dan *ethylene glycol diglycidyl ether* merupakan agen pengikat-silang yang bersifat toksik, sedangkan Na-TPP bersifat non-toksik sehingga lebih aman digunakan sebagai agen pengikat-silang. Na-TPP merupakan polianion nontoksik yang dapat berinteraksi dengan kitosan melalui interaksi elektrostatis untuk membentuk jaringan berikatan-silang ionik. Selain sebagai pengikat-silang, Na-TPP juga dapat berperan seperti NaOH sebagai pembentuk *bead* pada kitosan. Struktur *bead* kitosan yang dihasilkan juga lebih rigit dibandingkan dengan menggunakan NaOH. Selain itu, waktu yang diperlukan untuk pembuatan *bead* lebih cepat dan lebih stabil. Wang dkk. (2004) melakukan penelitian tentang pembentukan gel kitosan-polivinil alkohol (PVA) dengan menggunakan glutaraldehida sebagai agen pengikat-silang. Menurut Wang dkk. (2004) PVA bertindak sebagai *interpenetrating network agent* (IPN) sehingga penambahan PVA dapat memperbaiki gel kitosan yaitu menurunkan waktu gelatinasi dan menambah kekuatan mekanik gel.

Wan Ngah dkk. (2008) menunjukkan bahwa *bead* kitosan yang telah diikat-silang mempunyai kapasitas adsorpsi terhadap AH yang lebih rendah dibandingkan dengan *bead* kitosan tanpa ikatan-silang. Ini dimungkinkan dapat terjadi karena perlakuan pengikatan-silang ini dapat mengakibatkan kitosan mengalami penurunan porositas. Di sisi lain, ukuran makropolimer AH relatif sangat besar. Menurut Annabi dkk. (2010) penambahan porogen sebagai pencetak pori dapat mencegah atau menurunkan pengecilan pori selama proses pengikatan-silang.

Berdasarkan uraian di atas maka kajian terhadap sintesis suatu adsorben makropori berbahan dasar kitosan menggunakan pengikatan-silang dan PVA sebagai agen penguat disertai dengan perlakuan pengendalian porositas menarik untuk dilakukan. Dalam penelitian ini akan digunakan Na-TPP sebagai pembentuk *beads* dan pengikat-silang, dan  $\text{NaHCO}_3$  sebagai pencetak pori.

## 1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang di atas, maka dapat diambil beberapa rumusan masalah yaitu sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh penambahan Na-TPP terhadap kestabilan *beads*?
2. Bagaimana pengaruh penambahan PVA terhadap kestabilan *beads*?
3. Bagaimana lmiah pengaruh penambahan porogen terhadap kestabilan *beads*?
4. Bagaimana pengaruh waktu kontak terhadap kemampuan *beads* dalam mengadsorpsi asam humat
5. Bagaimana karakteristik *beads* kitosan-PVA-TPP makropori berdasarkan analisis FTIR?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

6. Mendapatkan data ilmiah pengaruh penambahan Na-TPP terhadap kestabilan *beads*?
7. Mendapatkan data ilmiah pengaruh penambahan PVA terhadap kestabilan *beads*?
8. Mendapatkan data ilmiah pengaruh penambahan porogen terhadap kestabilan *beads*?
9. Mendapatkan data ilmiah pengaruh waktu kontak terhadap kemampuan *beads* dalam mengadsorpsi asam humat
10. Mendapatkan data ilmiah karakteristik *beads* kitosan-PVA-TPP makropori berdasarkan analisis FTIR?

## 1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan mampu:

1. Memberikan informasi ilmiah tentang sintesis adsorben superpori yang sesuai untuk makropolimer berukuran besar seperti AH.
2. Memberikan informasi ilmiah alternatif pemanfaatan limbah cangkang udang atau kepiting.
3. Memberikan informasi berupa alternatif adsorben yang dapat digunakan dalam proses pengolahan air yang mengandung AH terutama air gambut.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Air Gambut**

Air gambut mengandung senyawa organik terlarut yang menyebabkan air menjadi berwarna coklat dan bersifat asam, sehingga perlu pengolahan khusus sebelum siap untuk dikonsumsi. Senyawa organik tersebut adalah senyawa humat yang terdiri dari asam humat, asam fulvat, dan humin. Senyawa humat adalah senyawa organik dengan berat molekul tinggi dan berwarna coklat sampai kehitaman, terbentuk karena pembusukan tanaman dan hewan, sangat tahan terhadap mikroorganisme dalam waktu yang cukup lama (Notodarmojo, 1994).

Air gambut di Indonesia merupakan salah satu sumber daya air yang masih melimpah. Kajian pusat Sumber Daya Geologi Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral melaporkan bahwa sampai tahun 2006 sumber daya lahan gambut di Indonesia mencakup luas 26 juta ha yang tersebar di pulau Kalimantan ( $\pm 50\%$ ), Sumatera ( $\pm 40\%$ ) sedangkan sisanya tersebar di Papua dan pulau-pulau lainnya. Lahan gambut Indonesia menempati posisi ke-4 terluas setelah Kanada, Rusia dan Amerika Serikat (Tjahjono, 2007). Berdasarkan data di atas, air gambut di Indonesia secara kuantitatif sangat potensial untuk dikelola sebagai sumber daya air yang dapat diolah menjadi air bersih atau air minum. Namun secara kualitatif penggunaan air gambut masih banyak mengalami kendala. Beberapa kendala penggunaannya sebagai air bersih adalah warna, tingkat kekeruhan, dan kandungan zat organik yang tinggi sehingga sangat tidak layak untuk digunakan sebagai air bersih. Kenyataan di atas dihadapi oleh masyarakat yang tinggal di area lahan gambut, yang masih menggunakan air gambut untuk keperluan sehari-harinya tanpa melalui proses pengolahan terlebih dahulu.

Secara umum sebagian besar pengolahan air di Indonesia melalui beberapa tahapan proses yaitu: netralisasi, oksidasi, koagulasi-flokulasi, pengendapan, penyaringan (filtrasi), serta proses disinfeksi untuk membunuh kuman yang ada di dalam air. Pada tahap oksidasi dan disinfeksi biasanya digunakan metode klorinasi. Namun penggunaan metode klorinasi pada air gambut tanpa menghilangkan asam humat atau zat organik terlebih dahulu dapat menyebabkan terjadinya reaksi antara klor dan asam humat atau senyawa organik lain akan membentuk senyawa organoklor yang bersifat karsinogenik (Wagner & Pinhiero, 2001) dan bersifat mutagenik (Peters dkk, 1994) sehingga berdampak terhadap kesehatan pengguna air.

## 2.2 Senyawa Humat

Senyawa humat merupakan bahan organik yang dianggap sebagai hasil dekomposisi bahan tanaman dan hewan. Bahan organik ini berfungsi sebagai bahan pembenah tanah yang terlibat dalam reaksi kompleks dan dapat mempengaruhi kesuburan tanah dengan mengubah kondisi fisik, kimia, dan biologi tanah. Senyawa humat adalah zat organik yang memiliki struktur molekul kompleks dengan berat molekul tinggi (makromolekul) atau dapat disebut sebagai polimer organik yang mengandung gugus aktif. Berdasarkan kelarutannya dalam air, senyawa humat dikelompokkan menjadi tiga fraksi, yaitu: asam humat (AH) yang tidak larut dalam air pada  $\text{pH} < 2$  tetapi dapat larut pada  $\text{pH}$  yang lebih tinggi, asam fulvat (AF) yang larut dalam air pada semua rentang  $\text{pH}$ , dan humin yang tidak larut dalam air pada semua rentang  $\text{pH}$  (Aiken dkk., 1985).

Studi mengenai struktur senyawa humat merupakan salah satu bidang yang menarik perhatian sejumlah peneliti. Sejumlah struktur telah diajukan oleh beberapa peneliti tetapi struktur tersebut masih merupakan struktur hipotetik. Berdasarkan bobot molekulnya, senyawa ini bersifat homogen (Felbeck, 1965). Molekul senyawa humat terdiri dari struktur dasar dalam bentuk cincin aromatis (dihidroksifenol atau trihidroksifenol) yang dihubungkan oleh  $\text{O-}$ ,  $\text{-NH-}$ ,  $\text{-N-}$  dan  $\text{-S-}$ . Struktur ini menghasilkan gugus fungsional reaktif  $\text{-COOH}$ ,  $\text{-OH}$  dan kuinon dengan kerapatan tinggi. Di samping jembatan-jembatan di atas, struktur dasar ini juga dihubungkan oleh  $\text{-CH}_2\text{-}$  (Stevenson, 1994).

### 2.2.1 Humin

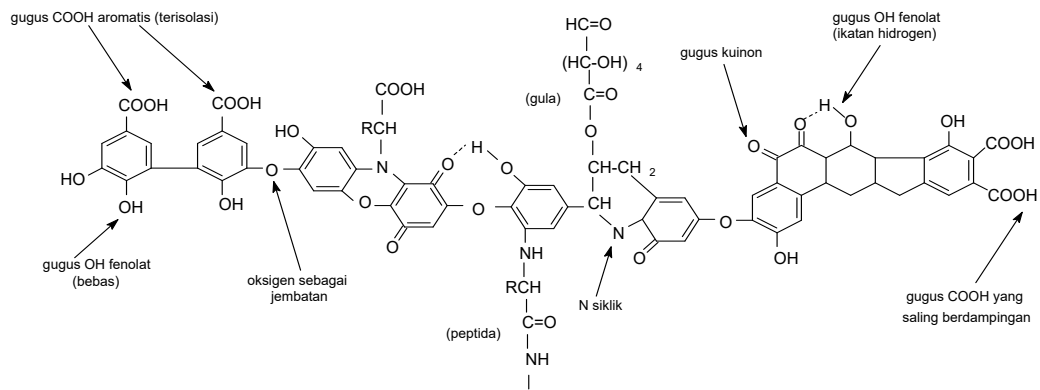
Humin merupakan fraksi senyawa humat yang tidak larut dalam air pada semua kondisi  $\text{pH}$  dan larutan alkali dengan warna hitam. Kompleks humin merupakan senyawa dengan BM yang tinggi jika dibandingkan dengan kompleks karbohidrat. Humin dalam tanah lebih lama mengalami dekomposisi jika dibandingkan dengan fraksi humat lainnya (Stevenson, 1994).

### 2.2.2 Asam humat (AH)

Asam humat merupakan bahan makromolekul polielektrolit yang memiliki gugus fungsional seperti  $\text{-COOH}$ ,  $\text{-OH}$  fenolat maupun  $\text{-OH}$  alkoholat sehingga asam humat memiliki peluang untuk membentuk kompleks dengan ion logam karena gugus ini dapat mengalami deprotonasi pada  $\text{pH}$  yang relatif tinggi (Alimin dkk., 2005).

Struktur hipotetik AH telah diusulkan oleh Stevenson (1994) disajikan pada Gambar 2. Struktur tersebut mengandung gugus fenolat dan karboksilat yang terikat pada cincin aromatik dan kuinon yang dijembatani oleh nitrogen dan oksigen. Dalam struktur AH ini, karbohidrat dan protein merupakan bagian terintegrasi dengan struktur AH.

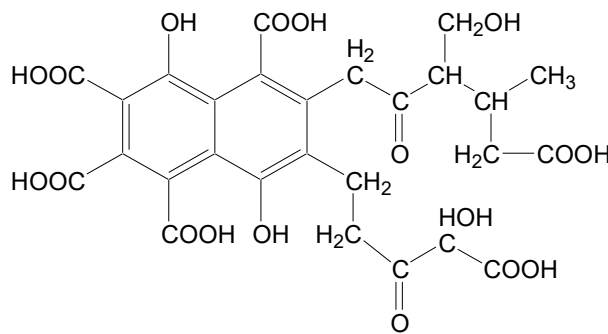




**Gambar 1.** Struktur hipotetik asam humat menurut Stevenson (1994).

### 2.2.3 Asam fulvat (AF)

Asam fulvat secara umum memiliki berat molekul yang lebih rendah daripada AH, dan senyawa humat yang berasal dari tanah memiliki berat molekul lebih besar daripada yang berasal dari perairan (Stevenson, 1994). Asam fulvat merupakan senyawa asam organik alami yang berasal dari humus, larut dalam air, sering ditemukan dalam air permukaan dengan berat molekul yang rendah yaitu antara rentang 1000 hingga 10.000 (Collet, 2007). Bersifat larut dalam air pada semua kondisi pH dan akan berada dalam larutan setelah proses penyisihan asam humat melalui proses asidifikasi. Warnanya bervariasi mulai dari kuning sampai kuning kecoklatan. Struktur model asam fulvat dapat dilihat pada Gambar 3 di bawah ini.

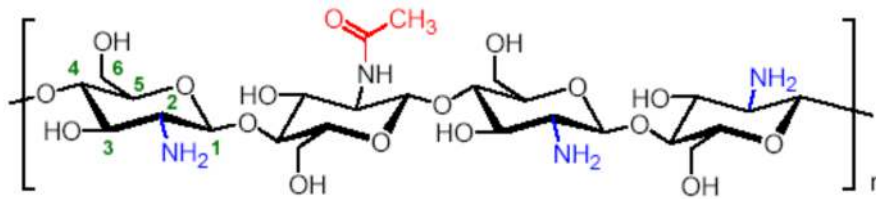


**Gambar 2.** Struktur asam fulvat menurut Buffle dkk. (1977) dalam Darmayanto (2009).

### 2.3 Kitosan

Kitosan merupakan biopolimer alami dengan kelimpahan terbesar kedua setelah selulosa, merupakan produk deasetilasi kitin baik melalui proses reaksi kimia maupun reaksi enzimatik. Senyawa ini dapat ditemukan pada cangkang udang, kepiting, moluska, serangga, annelida serta beberapa dinding sel jamur dan alga. Kitosan merupakan suatu polimer multifungsi karena mengandung tiga jenis gugus fungsi yaitu asam amino, gugus hidroksil primer dan sekunder. Keberadaan gugus fungsi ini menyebabkan kitosan mempunyai kereaktifan kimia

yang tinggi (Marganof, 2003). Derajat deasetilasi kitosan dapat berkisar antara 40% hingga 98% dengan berat molekul antara  $5 \times 10^4$  hingga  $2 \times 10^6$  Da (Mourya dan Inamdar, 2009). Struktur kitosan dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 3.** Struktur kitosan (Basuki & Sanjaya, 2009)

### 2.3.1 Modifikasi kitosan

Dengan adanya salah satu sifat kitosan yaitu memiliki gugus amino dan hidroksil yang reaktif, maka kitosan dapat dimodifikasi. Salah satu cara modifikasi kitosan adalah dengan metode ikat-silang. Metode ikat-silang dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu secara kovalen dan secara interaksi ionik.

#### a. Ikat-Silang Secara Kovalen

Proses ikat-silang dibentuk dengan ikatan kovalen yang bersifat irreversibel. Dalam proses pembuatan dengan metode termodifikasi secara kovalen, reagen yang umum digunakan adalah dialdehida, contohnya glioksal dan glutaraldehida. Selama proses pembuatan terjadi interaksi antara gugus aldehyd dari reagen dengan gugus amino dari kitosan membentuk ikatan imina kovalen. Modifikasi ikat-silang kovalen dapat memperbaiki stabilitas kitosan. Ikat-silang kovalen menyebabkan ikatan yang kuat yang dapat mempengaruhi sifat mekanis gel. Di sisi lain, agen ikat-silang yang digunakan bersifat toksik, glutaraldehida bersifat neurotoksik, sedangkan glioksal bersifat mutagenik. Meskipun, hasil modifikasi tersebut dimurnikan sebelum pemberian, keberadaan dialdehida bebas yang tidak ikut bereaksi tidak seluruhnya dapat dihilangkan dan dapat meningkatkan efek toksik bagi tubuh. Oleh karena itu, diperlukan cara lain untuk mengatasi masalah tersebut (Berger, dkk. 2004).

#### b. Ikat-Silang Secara Interaksi Ionik

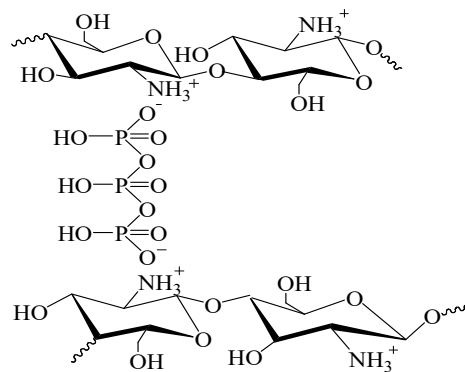
Untuk mengatasi beberapa masalah pada metode ikat-silang secara kovalen, seperti toksisitas dari reagen dan menghindari tahap pemurnian sebelum pemberian, maka dilakukan modifikasi kitosan dengan cara ikatan reversibel, seperti ikat-silang ionik. Kitosan merupakan polimer polikationik. Sifat tersebut menyebabkan dapat terjadinya interaksi dengan komponen bermuatan negatif (anionik), baik berupa ion-ion maupun molekul, yang membentuk hubungan ionik antara rantai polimer. Interaksi ionik terjadi antara muatan negatif dari agen pengikat-

silang dengan muatan positif dari kitosan. Dalam proses pembuatannya, agen pengikat-silang yang umum digunakan adalah golongan senyawa fosfat, seperti natrium tripolifosfat. Metode ikat-silang ionik merupakan prosedur yang sederhana dan mudah. Dalam proses pembuatannya tidak digunakan bahan-bahan yang bersifat toksik bagi tubuh, sehingga lebih bersifat biokompatibel (Berger, 2004).

### 2.3.2 Kitosan-Tripolifosfat

Kitosan-tripolifosfat adalah senyawa turunan dari kitosan yang dihasilkan dari proses ikat-silang ionik kitosan dengan senyawa tripolifosfat, seperti natrium tripolifosfat. Proses modifikasi kitosan dengan senyawa tripolifosfat bergantung pada beberapa faktor, yaitu konsentrasi kitosan, pH senyawa tripolifosfat, dan waktu terjadinya ikat-silang (Ko, dkk., 2003).

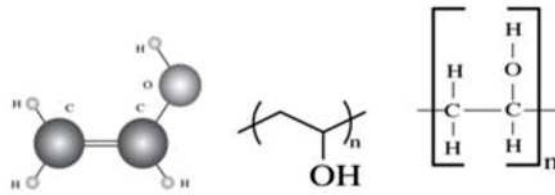
Kitosan dengan pKa 6,5 merupakan polikationik, ketika dilarutkan dalam asam, amina bebas dari kitosan akan terprotonasi menghasilkan  $\text{-NH}_3^+$ . Natrium tripolifosfat ( $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ) dilarutkan dalam air hingga didapatkan ion hidroksil dan ion tripolifosfat. Ion tersebut dapat bergabung dengan struktur dari kitosan. Bhumkar dan Pkharkar (2006) menyatakan bahwa derajat ikat-silang kitosan dengan senyawa tripolifosfat dipengaruhi oleh keberadaan sisi kationik dan senyawa anionik sehingga pH dari senyawa tripolifosfat memiliki peran penting selama proses ikat-silang.



**Gambar 4.** Ikatan kitosan dengan tripolifosfat (Madjid dkk., 2015)

### 2.4 Polivinil Alkohol (PVA)

Polivinil alkohol dihasilkan dari hidrolisis sempurna atau hidrolisis sebagian dari *Vinyl Acetate Monomer (VAM)* dengan rasio berkisar antara 87–99%. Polivinil alkohol merupakan zat yang tidak berasa, tidak berbau, dapat terurai oleh alam dan biokompatibel. Selain dapat terlarut dalam air, polivinil alkohol juga dapat larut dalam etanol. Namun, zat ini tidak dapat larut dalam pelarut organik. Pada Gambar 6 disajikan struktur kimia polivinil alkohol.



**Gambar 5.** Rumus struktur polivinil alkohol (Ogur, 2005 dalam Swandaru, 2011)

Dalam modifikasi adsorben berbahan dasar kitosan, PVA berfungsi sebagai agen penguat. Wang dkk. (2004) telah melaporkan bahwa PVA pada pembentukan gel kitosan dapat bertindak sebagai *interpenetrating agent* (IPN) sehingga dapat memperbaiki sifat gel yang terbentuk, yaitu menurunkan waktu gelatinasi dan meningkatkan kekuatan mekanik gel. Gupta dan Shivakumar (2010) juga telah berhasil mensintesis hidrogel superpori berbahan dasar kitosan dengan penambahan PVA sebagai agen penguat, natrium bikarbonat sebagai agen pembuih, dan gliksal sebagai agen pengikat-silang. Analisis dengan foto SEM (*scanning electron microscopy*) menunjukkan bahwa diameter rerata porinya adalah 2.000.000Å. Namun demikian, produk ini dapat mengembang (*swelling*) pada pH 1,2 dengan *swelling ratio* 156 dan menyusut (*deswelling*) pada pH 7,4 hingga *swelling ratio* menjadi 10.

## 2.5 Adsorpsi

Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion, atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa (Alberty & Daniel, 1987). Adsorpsi melibatkan proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul atau interaksi kimia atau suatu akibat dari medan gaya pada permukaan padatan (adsorben) yang menarik molekul-molekul gas/uap atau cairan. Gaya tarik menarik dari suatu padatan dibedakan menjadi dua jenis gaya yaitu gaya fisika dan gaya kimia yang masing-masing menghasilkan adsorpsi fisika (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*) (Oscik, 1982).

Dalam adsorpsi fisika, molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan dengan ikatan yang lemah. Adsorpsi ini bersifat reversibel sehingga molekul-molekul yang teradsorpsi mudah dilepaskan kembali. Energi adsorpsi yang menyertai adsorpsi fisika relatif rendah yaitu sekitar 10 kJ/mol dan lebih rendah dari energi adsorpsi kimia. Pada adsorpsi kimia energi adsorpsi yang dihasilkan lebih besar daripada adsorpsi fisika. Pada adsorpsi kimia terjadi pembentukan dan pemutusan ikatan, sehingga energi adsorpsinya berada pada kisaran yang sama dengan reaksi kimia..

Secara umum, suatu isoterm adsorpsi dapat menggambarkan suatu kesetimbangan adsorpsi yang terjadi pada pH dan temperatur tertentu. Kesetimbangan adsorpsi (rasio antara

jumlah adsorbat yang teradsorpsi dan yang tersisa dalam larutan) terjadi jika waktu kontak antara adsorbat dan adsorben telah cukup sehingga konsentrasi adsorbat dalam larutan berada dalam keadaan kesetimbangan dinamis dengan konsentrasi adsorbat yang teradsorpsi. Berdasarkan pendekatan kinetika, termodinamika, dan teori potensial telah dikembangkan berbagai model isoterm adsorpsi (Foo dan Hameed, 2010). Namun demikian, isoterm Langmuir dan Freundlich (Tabel 1) merupakan metode yang paling banyak digunakan (Okeola dan Odebunmi, 2010).

**Tabel 1.** Model isoterm Langmuir dan Freundlich (Foo dan Hameed, 2010)

Isoterm	Bentuk nonlinear	Bentuk linear	Plot (linear)
Langmuir	$q_e = \frac{q_m K_a C_e}{1 + K_a C_e}$	$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_a q_m} + \frac{C_e}{q_m}$	$C_e/q_e$ vs $C_e$
Freundlich	$q_e = K_F C_e^{1/n}$	$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e$	$\log q_e$ vs $\log C_e$

Dengan  $q_e$  adalah jumlah adsorbat yang dalam adsorben pada keadaan kesetimbangan (mg/g),  $q_m$  adalah jumlah adsorbat teradsorpsi pada keadaan jenuh atau kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g),  $C_e$  adalah konsentrasi adsorbat dalam larutan pada keadaan setimbang (mg/L),  $K_a$  adalah konstanta kesetimbangan adsorpsi Freundlich (mg/g)(L/g)<sup>n</sup> berhubungan dengan kapasitas adsorpsi.

Berbagai adsorben untuk menghilangkan AH dari dalam air telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Perbandingan kapasitas adsorpsi AH pada beberapa adsorben yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Perbandingan kapasitas adsorpsi berbagai adsorben terhadap asam humat.

Jenis Adsorben	Kapasitas Adsorpsi (mg AH/g adsorben)	Referensi
Manik-manik kitosan	262,0	Chang dan Zuang (2004)
Karboksimetilkitosan	57,1	Zhao dkk. (2008)
Manik-manik kitosan terikat-silang epiklorohidrin	44,8	Wan Ngah dkk. (2008)
Mg/Al <i>hydrotalcite</i> -terkalsinasi	76,7	Gasser dkk. (2008)
Zeolit alam	78,0	Wang dkk. (2008)
Zeolit termodifikasi <i>cetylpyridinium bromida</i>	92,0	Zhan dkk. (2010)

Tabel 2 memperlihatkan bahwa kitosan dalam bentuk manik-manik gel memiliki kapasitas adsorpsi terhadap AH sebesar 262,0 mg/g (Chang dan Zuang, 2004). Kapasitas adsorpsi ini lebih tinggi daripada kapasitas adsorpsi adsorben yang lain dan menunjukkan bahwa kitosan memiliki prospek yang baik untuk dijadikan sebagai adsorben AH.

### BAB III METODE PENELITIAN

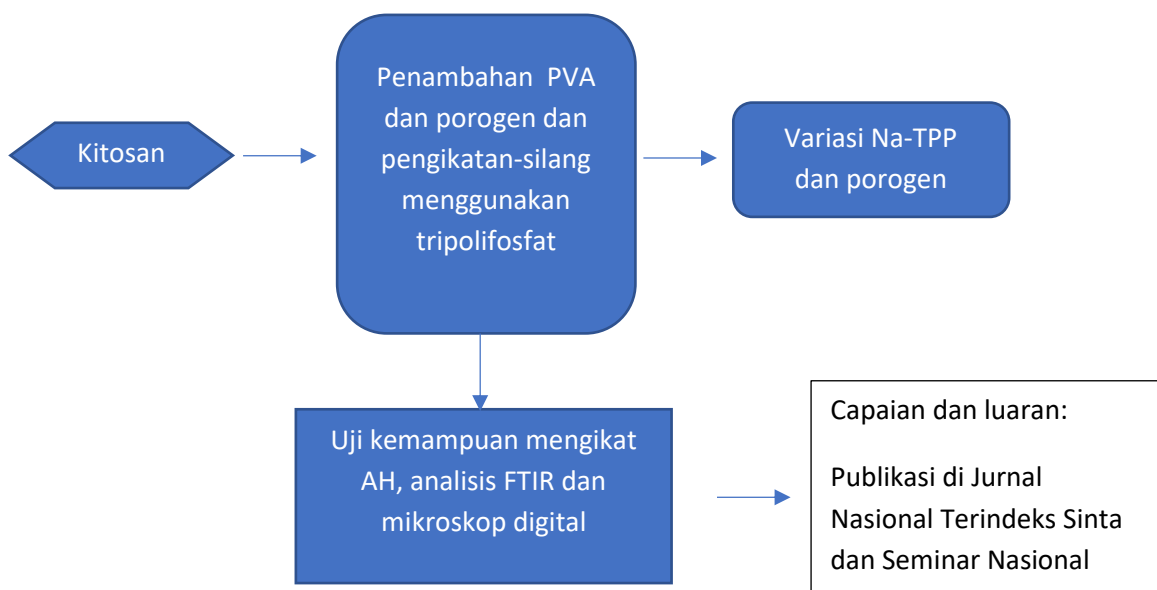
#### 3.1 Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi : kitosan (Aldrich), indikator universal (Merck), kertas saring Whatman No. 42, etanol absolut, akuades, dan bahan-bahan berkualitas analitik (Merck) seperti :  $\text{HNO}_3$  65%,  $\text{HCl}$  36%,  $\text{NaOH}$  pa,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial 100%,  $\text{Na-TPP}$ , asam humat (Aldrich), dan  $\text{NaHCO}_3$ .

Peralatan penelitian meliputi : alat gelas laboratorium, pengaduk magnetik (*stirer*), *hot plate*, neraca analitik (OHAUS galaxy 400), pH meter (Lutron pH-208), oven (Mettler), *microscope digital*, spektrofotometer UV-Vis (Apel PD-303 S), mikroskop digital (MD), *fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR).

#### 3.2 Prosedur Penelitian

Secara garis besar skema kerja penelitian sintesis *beads* kitosan terikat-silang tripolifosfat dengan penambahan porogen dapat dilihat dari Gambar 5 berikut ini.



**Gambar 6.** Diagram alir penelitian sintesis *beads* kitosan-PVA terikat-silang tripolifosfat dengan penambahan porogen

Sintesis *beads* kitosan-PVA melalui pengikatan-silang dengan penambahan porogen dilakukan dengan metode Gupta dan Shivakumar (2010) dengan beberapa modifikasi yaitu agen pengikat-silang gliksal diganti dengan natrium tripolifosfat ( $\text{Na-TPP}$ ). Kitosan yang digunakan adalah kitosan dari Aldrich dengan BM sedang. Dalam penelitian ini digunakan larutan kitosan 2% (b/v) dan  $\text{NaHCO}_3$  sebagai porogen.

### **3.2.1 Pengaruh penambahan natrium tripolifosfat (Na-TPP) sebagai agen pengikat-silang terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH**

Sebanyak 5 buah larutan kitosan 2% (b/v) dalam 50 mL asam asetat 5% (v/v) diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan PVA 10% dengan perbandingan kitosan:PVA adalah 3:1. Selanjutnya ditambahkan 0,4 mg NaHCO<sub>3</sub> dan diaduk kembali selama ± 30 detik. Menggunakan pipet tetes, masing-masing larutan kitosan tersebut diteteskan tetes demi tetes ke dalam 100 mL larutan Na-TPP dengan konsentrasi 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9% (b/v) hingga terbentuk *beads*, kemudian didiamkan selama 14 jam. *Beads* disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Setelah itu *beads* yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C. Masing-masing *beads* makropori dengan variasi Na-TPP diuji kelarutannya dalam berbagai pH. Konsentrasi Na-TPP optimum adalah yang memiliki kelarutan yang rendah pada pH asam.

### **3.2.2 Pengaruh penambahan PVA terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH**

Sebanyak 5 buah larutan kitosan 2% (b/v) dalam 50 ml asam asetat 5% (v/v) diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan PVA 10% dengan perbandingan kitosan:PVA adalah 3:1; 1:1; 1:3. Selanjutnya ditambahkan 0,4 mg NaHCO<sub>3</sub> kemudian diaduk kembali ± 30 detik. Menggunakan pipet tetes, masing-masing larutan kitosan tersebut diteteskan tetes demi tetes ke dalam 100 mL larutan Na-TPP dengan konsentrasi optimum yang didapatkan pada prosedur 3.2.1, kemudian didiamkan selama 14 jam. *Beads* disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Setelah itu *beads* yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C. Masing-masing *beads* makropori dengan variasi PVA diuji kelarutannya dalam berbagai pH.

### **3.2.3 Pengaruh penambahan NaHCO<sub>3</sub> sebagai porogen terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH**

Sebanyak 5 buah larutan kitosan 3% (b/v) dalam 50 ml asam asetat 5% (v/v) diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan PVA 10% dengan perbandingan kitosan:PVA optimum yang didapatkan pada prosedur 3.2.2. Selanjutnya ditambahkan NaHCO<sub>3</sub> dengan variasi 0; 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 mg kemudian diaduk kembali ± 30 detik. Menggunakan pipet tetes, masing-masing larutan kitosan tersebut diteteskan tetes demi tetes ke dalam 100 mL larutan Na-TPP dengan konsentrasi optimum yang didapatkan pada prosedur 4.2.1, kemudian didiamkan selama 14 jam. *Beads* disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Setelah itu *beads* yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C. Masing-masing *beads* makropori dengan variasi Na-TPP diuji kelarutannya dalam berbagai pH.



### 3.2.4 Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi asam humat (AH) pada *beads* kitosan-PVA-TPP makropori

Sebanyak 5 buah larutan kitosan 3% (b/v) dalam 50 ml asam asetat 5% (v/v) diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan PVA 10% dengan perbandingan kitosan:PVA optimum yang didapatkan pada prosedur 4.2.2. Selanjutnya ditambahkan NaHCO<sub>3</sub> dengan konsentrasi optimum yang didapatkan pada prosedur 4.2.3, kemudian diaduk kembali ± 30 detik. Menggunakan pipet tetes, masing-masing larutan kitosan tersebut diteteskan tetes demi tetes ke dalam 100 mL larutan Na-TPP pada konsentrasi optimum yang didapatkan pada prosedur 4.2.1 hingga terbentuk *beads*, kemudian didiamkan selama 14 jam. *Beads* disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Setelah itu *beads* yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C. Masing-masing *beads* tersebut diinteraksikan dengan larutan AH 100 ppm pada pH optimum yang didapatkan pada prosedur 4.2.4 selama variasi waktu 30; 60; 120; 240; dan 480 menit. Konsentrasi sisa AH dalam larutan (yang tidak terikat) dianalisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 390 nm.

### 3.6.5 Analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer *fourier transform infrared* (FTIR)

Penentuan gugus fungsional dilakukan dengan alat spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Analisis dilakukan terhadap sampel kitosan, kitosan-PVA-TPP, asam humat, *beads* kitosan-TPP yang telah mengadsorpsi asam humat. Pengukuran dilakukan pada bilangan gelombang 400 hingga 4000 cm<sup>-1</sup>.

### 3.6.6 Analisis data

Proses adsorpsi asam humat oleh *beads* kitosan-PVA-TPP dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm. Hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis berupa nilai absorbansi akan dikonversi menggunakan *microsoft excel* menjadi nilai konsentrasi dan selanjutnya data akan diolah untuk menentukan persen (%) konsentrasi asam humat yang terjerap oleh *beads* kitosan-PVA-TPP. Berikut adalah pengolahan data yang dilakukan :

Penentuan jumlah asam humat yang terjerap (ppm) :

$$C_a = C_o - C_e$$

dimana, C<sub>a</sub> : Konsentrasi asam humat yang terjerap (ppm)

C<sub>o</sub> : Konsentrasi awal larutan (ppm)

C<sub>e</sub> : Konsentrasi sisa asam humat (ppm)

Penentuan nilai persentase adsorpsi asam humat pada sorben :

$$(\%) \text{ adsorpsi} = \frac{C_a}{C_0} \times 100\%$$

Data-data yang diperoleh berdasarkan parameter yang diteliti berupa konsentrasi TPP optimum, pH optimum dan waktu kontak optimum dibuat dalam bentuk grafik hubungan antara persentase adsorpsi dengan konsentrasi TPP, persentase adsorpsi dengan pH dan persentase adsorpsi dengan waktu kontak menggunakan *microsoft excel*. Grafik tersebut akan menunjukkan konsentrasi TPP optimum, porogen optimum, pH optimum, dan waktu kesetimbangan adsorpsi asam humat pada *beads* kitosan-TPP dengan melihat nilai persentase adsorpsi yang paling besar.

Data hasil analisis asam humat pada prosedur 4.2.6 diplotkan ke dalam grafik persamaan adsorpsi isoterm Langmuir (1) dan Freundlich (2) untuk mengetahui model adsorpsi pada adsorben *beads* kitosan-PVA-TPP dengan membandingkan nilai kelinieritasan yang lebih besar diantara keduanya. Grafik persamaan isoterm Langmuir yaitu memplotkan hubungan antara  $\frac{C_e}{q_e}$  dan  $C_e$ , sedangkan pada persamaan isoterm Freundlich yaitu memplotkan hubungan antara  $\log q_e$  dan  $\log C_e$  sehingga akan didapatkan persamaan regresi linier dari kedua grafik tersebut. Kapasitas adsorpsi optimum asam humat pada adsorben *beads* kitosan-PVA-TPP ( $q_{maks}$ ) dapat diperoleh dari slope yang didapatkan pada plot  $C_e/q_e$  terhadap  $C_e$  pada persamaan isoterm Langmuir.

Penentuan jumlah adsorbat yang teradsorpsi ( $q_e$ ) :

$$q_e = \frac{C_a(v/1000)}{m}$$

Dimana,  $q_e$  = jumlah zat teradsorpsi (mg/g)

$v$  = volume larutan (mL)

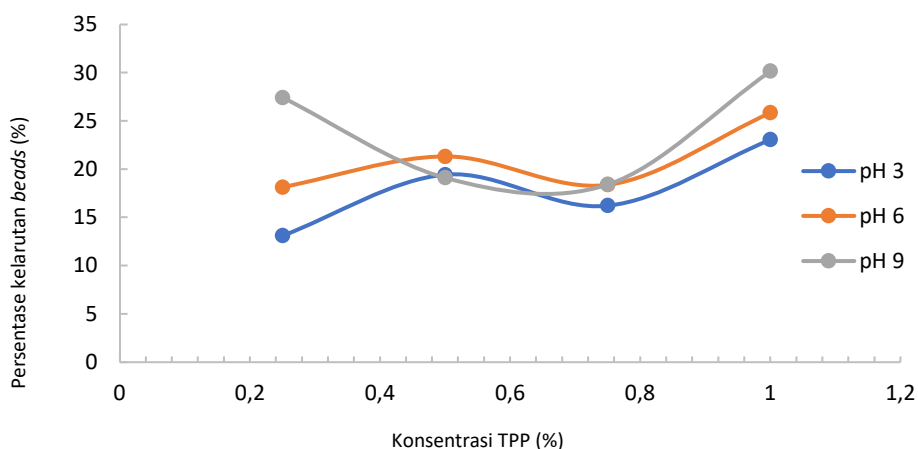
$m$  = massa adsorben (g)

Kitosan, *beads* kitosan-PVA-TPP, asam humat, dan *beads* kitosan-PVA-TPP yang telah mengadsorpsi asam humat dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Karakterisasi ini bertujuan untuk menganalisis gugus fungsi yang ada pada proses ikat-silang kitosan dan TPP. Data-data berupa spektrum IR digabungkan, kemudian dibandingkan untuk menganalisis perubahan bilangan gelombang pada spektrum dari masing-masing sampel.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode pembuatan *beads* makropori melalui pengikatan-silang kitosan dengan penambahan polivinil alkohol (PVA) dan porogen dilakukan dengan mengadopsi metode Gupta dan Shivakumar (2010) dan memodifikasi metode tersebut dengan menambahkan PVA. Dalam penelitian ini, agen pengikat-silang yang digunakan adalah natrium tripolifosfat (Na-TPP), sedangkan porogen yang digunakan adalah natrium bikarbonat. Pengikatan-silangan kitosan bertujuan untuk menambah stabilitas *beads* kitosan terutama pada kondisi asam, karena pada kondisi asam kitosan mudah terionisasi dan melarut. Menurut Ariyani (2016) penambahan PVA dapat menambah kekuatan mekanik adsorben, sedangkan penambahan porogen berupa natrium bikarbonat dapat meningkatkan porositas adsorben. Menurut Chiou & Li (2003), keunggulan penggunaan TPP dibandingkan dengan NaOH dalam pembuatan *beads* adalah struktur *beads* yang terbentuk lebih rigid karena adanya reaksi dari gugus  $-NH_3^+$  pada kitosan dengan muatan negatif pada TPP. Bhumkar dan Pkharkar (2006) menyatakan bahwa derajat ikat-silang kitosan dengan senyawa tripolifosfat dipengaruhi oleh keberadaan sisi kationik dan senyawa anionik sehingga pH dari senyawa tripolifosfat memiliki peran penting selama proses ikat-silang. Hal ini disebabkan karena perubahan bentuk dari kitosan dan TPP. Pada pH asam, gugus amina pada kitosan cenderung mengalami ionisasi membentuk  $-NH_3^+$ , sehingga interaksi yang mungkin terjadi antara kitosan dan TPP pada pH asam adalah pengikat-silangan secara ionik. Interaksi antara kitosan dan TPP pada *beads* digambarkan pada Gambar 5.

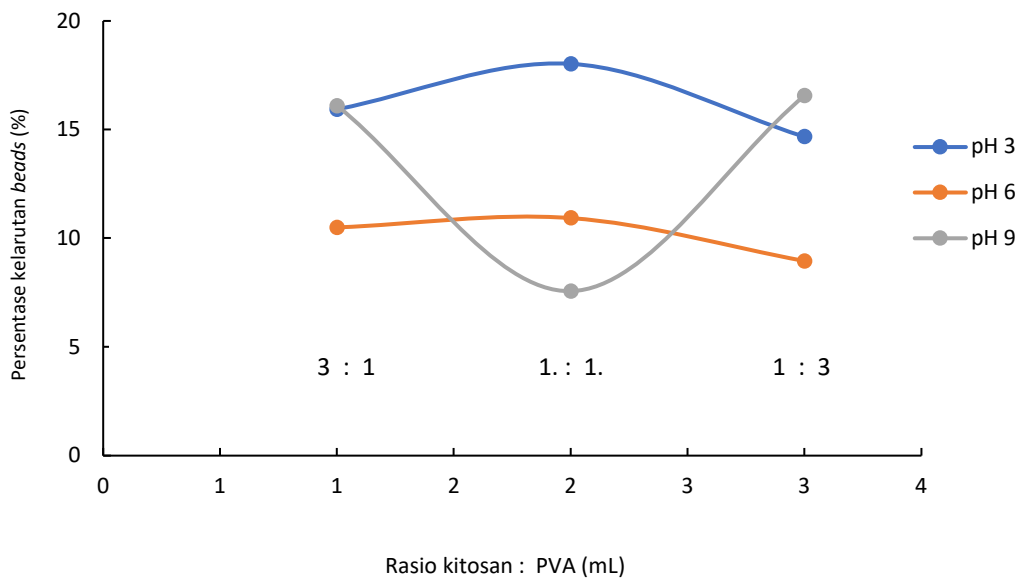
### 4.1. Pengaruh penambahan natrium tripolifosfat (Na-TPP) sebagai agen pengikat-silang terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH



**Gambar 7.** Pengaruh penambahan Na-TPP terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH

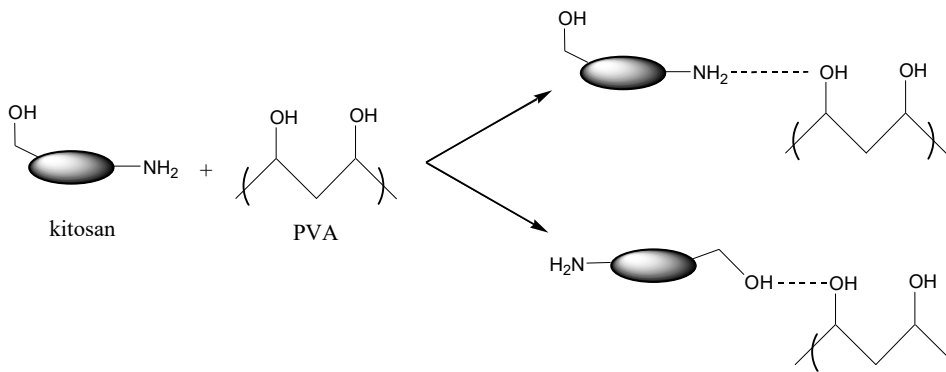
Kestabilan *beads* dapat digambarkan melalui analisis kelarutannya di dalam berbagai pH larutan. Semakin rendah kelarutan menunjukkan kestabilan *beads* semakin tinggi. Berdasarkan Gambar 7, penambahan konsentrasi TPP antara 0,2% hingga 1% tidak menyebabkan perubahan stabilitas secara signifikan. Namun hal ini sudah menunjukkan bahwa penambahan TPP dapat menambah kestabilan *beads*, terutama pada pH asam. Hal ini ditunjukkan kelarutan yang lebih rendah pada pH 3.

#### 4.2. Pengaruh penambahan PVA terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH



**Gambar 8.** Pengaruh penambahan PVA terhadap kelarutan kitosan dalam berbagai pH

Berdasarkan data pada Gambar 8, penambahan PVA hingga perbandingan kitosan : PVA (1 : 3) tidak berpengaruh secara signifikan terhadap kelarutan, namun pada pH 9 kestabilan bertambah pada perbandingan 1 : 1 antara kitosan dan PVA dan cenderung menurun pada perbandingan kitosan:TPP (1 : 3). Kitosan dan PVA dapat berinteraksi membentuk ikatan hidrogen antara gugus  $-NH_2$  atau gugus  $-OH$  pada kitosan dengan gugus  $-OH$  pada PVA. Interaksi antara kitosan dan PVA dapat digambarkan sebagai berikut

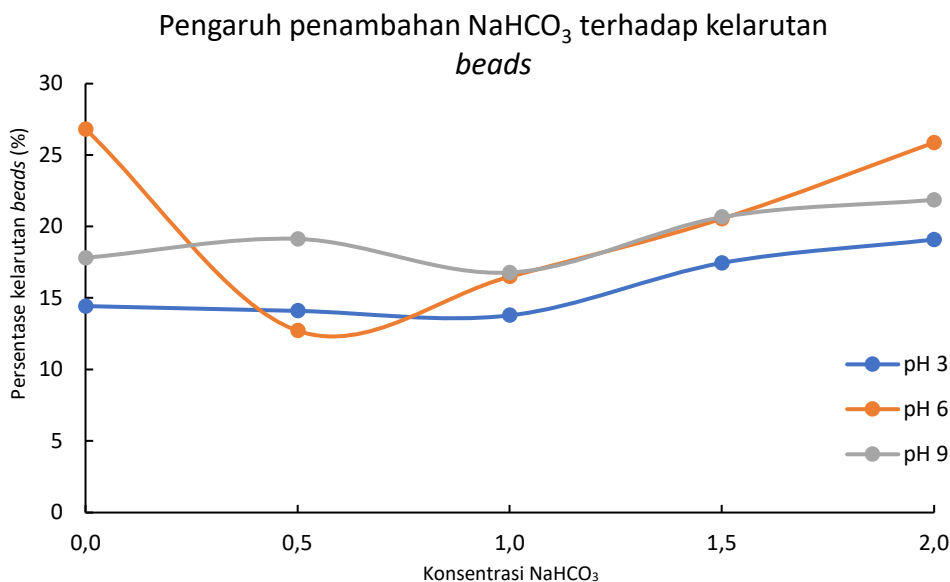
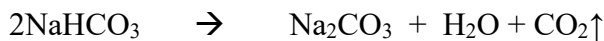


**Gambar 9.** Skema reaksi pembentukan ikatan hidrogen yang dapat terjadi antara kitosan dan PVA (Ariyani, 2016)

### 4.3. Pengaruh penambahan $\text{NaHCO}_3$ sebagai porogen terhadap stabilitas *beads* kitosan dalam berbagai pH

Dalam penelitian ini porogen ditambahkan ke dalam larutan PVA-kitosan sebelum reaksi pengikatan-silang untuk mencetak pori. Porogen yang digunakan adalah berupa agen pembuih natrium bikarbonat yang selain murah dan mudah didapat, porogen ini relatif mudah untuk dilepaskan kembali setelah terbentuk pori pada adsorben yang disintesis.

Natrium bikarbonat adalah senyawa kimia dengan rumus  $\text{NaHCO}_3$  dan sering disebut baking soda (soda kue). Senyawa ini sering digunakan dalam pembuatan roti karena mudah melepaskan gas karbon dioksida yang menyebabkan roti mengembang.

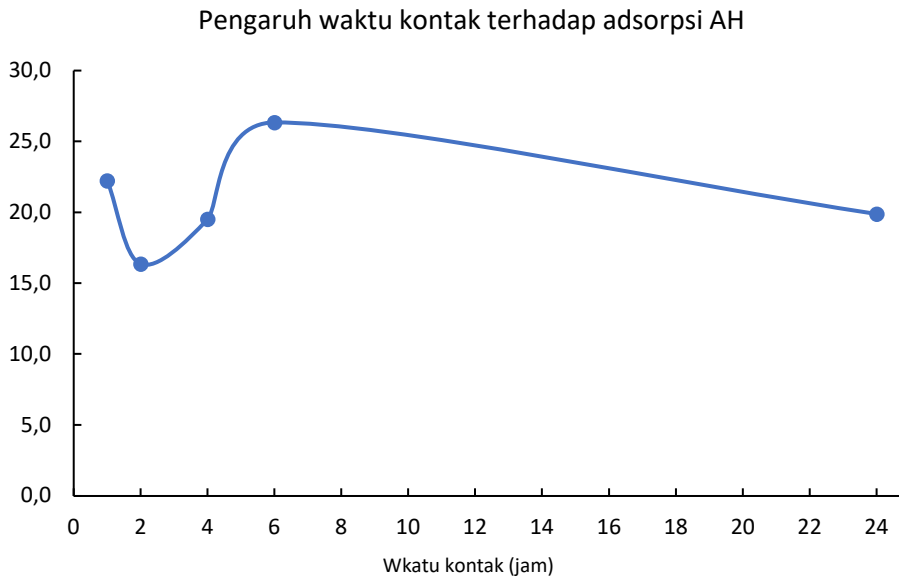


**Gambar 10.** Pengaruh penambahan  $\text{NaHCO}_3$  terhadap kelarutan kitosan dalam berbagai pH

Penambahan porogen memang dapat memperbesar pori pada beads, namun demikian penambahan porogen yang terlalu banyak dapat menyebabkan kerapuhan beads sehingga

kestabilannya berkurang. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 10, walaupun tidak berpengaruh secara signifikan, penambahan konsentrasi porogen yang terlalu banyak cenderung menaikkan kelarutan beads yang artinya menurunkan kestabilannya.

#### 4.4. Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi AH pada *beads* kitosan-PVA-TPP makropori



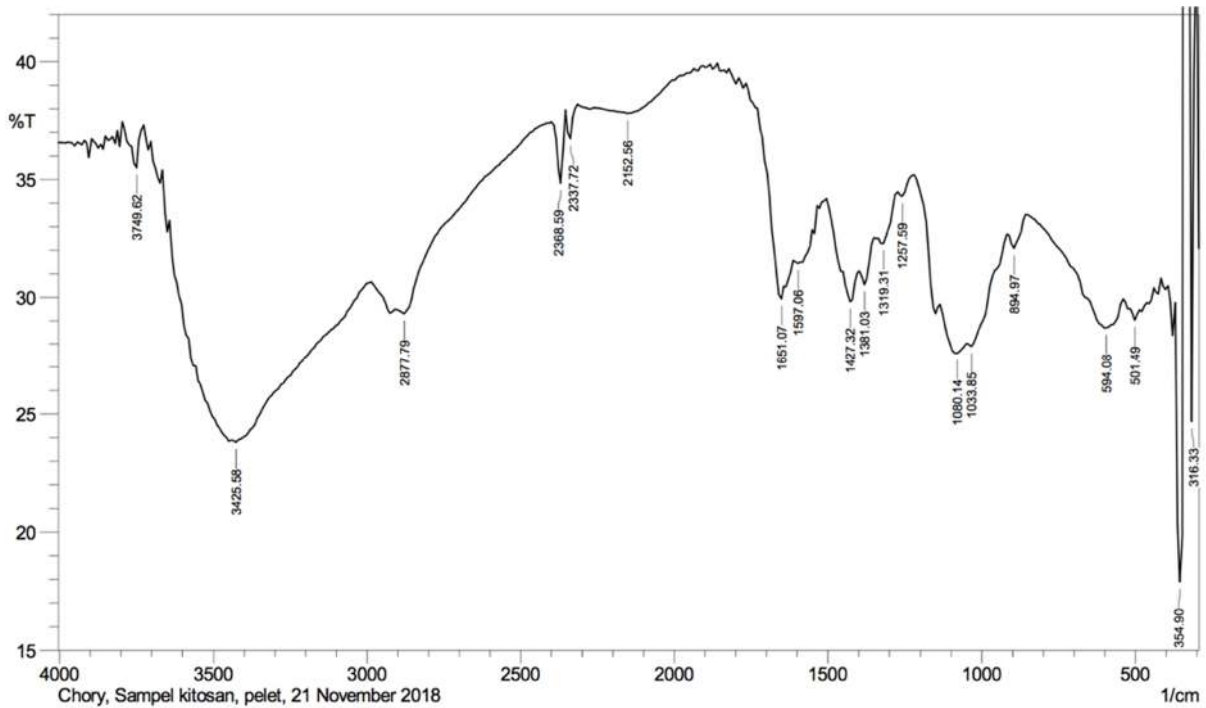
**Gambar 11.** Pengaruh waktu kontak terhadap adsorpsi AH pada *beads* kitosan-PVA-TPP makropori

Berdasarkan Gambar 11, semakin lama waktu kontak antara beads dengan AH semakin banyak AH yang teradsorpsi hingga pada waktu kontak 6 jam, namun setelah itu terjadi penurunan daya adsorpsi *beads* terhadap AH, hal ini dikarenakan *beads* sudah jenuh. Berdasarkan data percobaan pada waktu kontak 6 jam, sebanyak 29,40 ppm AH dapat teradsorpsi oleh beads dari konsentrasi awal asam humat 111,6 ppm AH atau sebesar 26,34%, jika dikonversi ke massa, kemampuan adsorpsi *beads* terhadap AH pada waktu kontak 6 jam sebesar 1,47 g/g *beads*. Angka ini relatif kecil jika dibandingkan dengan penelitian-penelitian sebelumnya. Hal ini diduga karena situs-situs aktif kitosan yang diharapkan dapat mengadsorpsi atau berinteraksi dengan AH banyak digunakan untuk berinteraksi dengan PVA dan TPP.

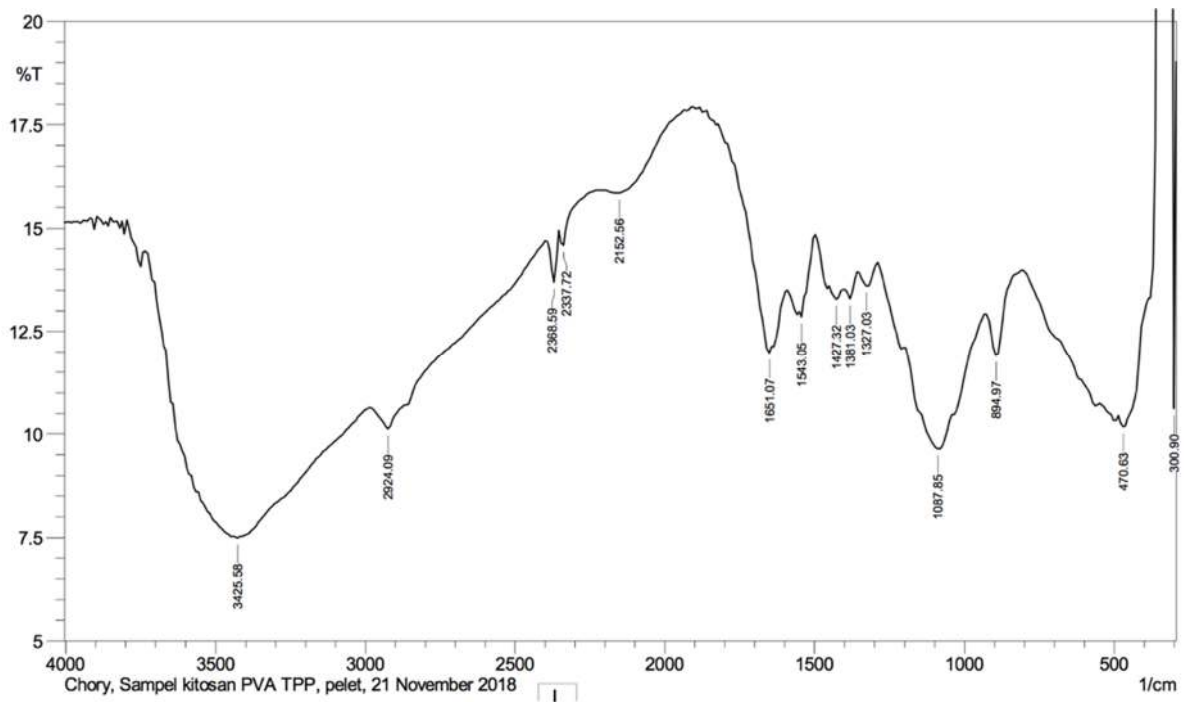
#### 4.5. Analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer *fourier transform infrared* (FTIR)

Analisis menggunakan spectrometer FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi karakteristik dari beads kitosan-PVA-TPP yang terbentuk dan perubahan gugus fungsi dari adsorben terhadap zat warna, Hal tersebut bertujuan untuk mengetahui interaksi yang terjadi

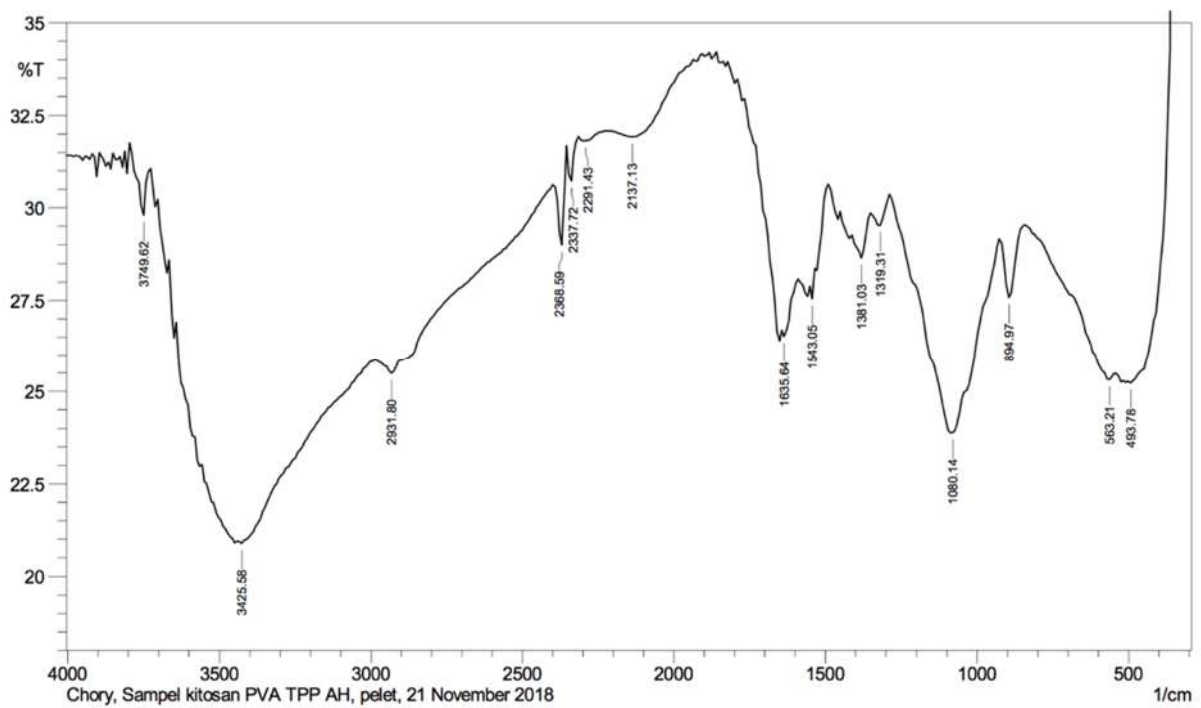
antara kitosan, PVA, dan TPP pada pembuatan beads kitosan-PVA-TPP, serta interaksi yang terjadi antara beads dengan asam humat. Hasil karakterisasi kitosan yang dimodifikasi menjadi beads kitosan-PVA-TPP dapat dilihat pada Gambar 12 dan Gambar 13. Spektrum FTIR menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang pada spectrum sebelum dan sesudah modifikasi, hal ini menunjukkan adanya interaksi antara kitosan dengan PVA dan TPP. Spektrum kitosan tanpa modifikasi menunjukkan beberapa gugus khas seperti gugus hidroksil dan gugus amina.



**Gambar 12.** Spektra FTIR kitosan



**Gambar 13.** Spektra FTIR beads kitosan-PVA-TPP



**Gambar 14.** Spektra FTIR *beads* kitosan-PVA-TPP setelah mengadsorpsi asam humat



**Tabel 3.** Spektra FTIR kitosan, *beads* kitosan-PVA-TPP, dan *beads beads* kitosan-PVA-TPP yang telah mengadsorpsi AH

Kitosan	Beads kitosan-PVA-TPP	Beads kitosan-TPP-PVA + AH	Bilangan gelombang referensi*	Gugus fungsi*
3425,58	3425,58	3425,58	3500 – 3200	—NH dan/atau —OH yang mengalami ikatan hidrogen
1319,31; 1257,59; 1080,14; 1033,85	1327,03; 1087,85	1080,14; 1319,31	1350 – 1000	C—N amina
1651,07	1651,07	1635,64	1850 – 1630	Gugus karbonil (C=O)
1597,06	1543,06	1543,05; 1635,64	1640 – 1540	Vibrasi ulur —NH dari —NH <sub>2</sub>

Sumber: Data primer yang diolah

\*Sastrohamidjojo, 1992

Berdasarkan Tabel 3 dapat dilihat bahwa bilangan gelombang 3425,58 cm<sup>-1</sup> pada spektrum inframerah kitosan menunjukkan adanya gugus —NH dan —OH yang saling tumpang tindih. Vibrasi ulur —NH dari —NH<sub>2</sub> juga terlihat pada bilangan gelombang 1597,06 cm<sup>-1</sup>. Perubahan bilangan yang signifikan antara kitosan dan *beads* kitosan-PVA-TPP terjadi pada gugus C—N amina yaitu pada bilangan gelombang 1319,31 cm<sup>-1</sup>; 1257,59 cm<sup>-1</sup>; 1080,14 cm<sup>-1</sup>; 1033,85 cm<sup>-1</sup> pada kitosan bergeser pada bilangan gelombang 1327,03 cm<sup>-1</sup>; 1087,85 cm<sup>-1</sup> pada *beads* kitosan-PVA-TPP. Selain itu pergeseran juga terjadi pada gugus —NH dari —NH<sub>2</sub> yaitu pada bilangan gelombang 1597,06 cm<sup>-1</sup> pada kitosan bergeser pada bilangan gelombang 1543,06 cm<sup>-1</sup> pada *beads* kitosan-PVA-TPP. Hal tersebut menunjukkan telah terjadi interaksi antara kitosan, PVA, dan TPP.

Berdasarkan Gambar 12 terdapat beberapa pergeseran *peak* yaitu pada gugus C—N amina, gugus karbonil (C=O), dan gugus —NH dari —NH<sub>2</sub>, hal ini menunjukkan bahwa terdapat interaksi antara *beads* kitosan-PVA-TPP dengan asam humat.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu sebagai berikut:

1. Penambahan TPP mampu menambah kestabilan *beads* kitosan, penambahan konsentrasi TPP antara 0,2% hingga 1% tidak menyebabkan perubahan stabilitas secara signifikan.
2. Penambahan PVA hingga perbandingan kitosan : PVA (1 : 3) tidak berpengaruh secara signifikan terhadap kelarutan, namun pada pH 9 kestabilan bertambah pada perbandingan 1 : 1 antara kitosan dan PVA dan cenderung menurun pada perbandingan kitosan:TPP (1 : 3).
3. Penambahan konsentrasi porogen yang terlalu banyak cenderung menaikkan menurunkan kestabilannya.
4. Semakin lama waktu kontak antara *beads* dengan AH semakin banyak AH yang teradsorpsi hingga pada waktu kontak 6 jam, namun setelah itu terjadi penurunan daya adsorpsi *beads* terhadap AH.
5. Berdasarkan spektrum FTIR terdapat beberapa pergeseran *peak* yaitu pada gugus C—N amina, gugus karbonil (C=O), dan gugus —NH dari —NH<sub>2</sub>, hal ini menunjukkan bahwa terdapat interaksi antara kitosan, PVA, TPP dan asam humat.

#### 5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai adsorpsi AH pada *beads* kitosan makropori dengan melakukan modifikasi agen pengikat-silang lain agar diperoleh *beads* dengan stabilitas yang lebih tinggi dan memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih besar.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aiken GR, McKnight DM, Wershaw RI, dan MacCarthy P, 1985. *Humic Substances in Soil, Sediment and Water : Geochemistry, Isolation, and Characterization*. John Wiley & Sons. New York.
- Alberty RA, dan Daniel F, 1987. *Physical Chemistry, 5<sup>th</sup> ed*. John Wiley & Sons. New York.
- Alimin N, Santosa SJ, dan Noegrohati S, 2005. Fraksinasi Asam Humat dan Pengaruhnya pada Kelarutan Ion Logam Seng(II) dan Kadmium(II). *Jurnal Ilmu Dasar*. **6**:1–9.
- Annabi N, Nichol JW, Zhong X, Ji C, Koshy S, Khademhosseini A, dan Dehghani F, 2010. Controlling the Porosity and Microarchitecture of Hydrogels for Tissue Engineering. *Tissue Engineering: Part B*. **16**: 371–383.
- Basuki, Imam, Sembiring, Edward, Safitriani, Dewi dan Simanjuntak, Desmawati. (2009). Sumber daya Laut Indonesia dan Pengelolaannya. <http://images.ibasoke.multiply.multiplycontent.com>. Diakses tanggal 16 Maret 2018.
- Berger, J., Reist, M., Mayer, J.M., Felt, O., Peppas, N.A. and Gurny, R. (2004). Structure and interactions in covalently and ionically crosslinked chitosan hydrogels for biomedical applications. *Eur. J. of Pharm. and Biopharmaceutics* 57 19–34.
- Chang MY dan Zuang RS, 2004. Adsorption of Tannic Acid, Humic Acid, and Dyes from Water Using the Composite of Chitosan and Activated Clay. *Journal of Colloid and Interface Science*. **278**: 18–25.
- Collet. 2007. Humus, Humic Acid, dan Humates. <http://www.chelatedtracemineral.com>. Diakses tanggal 21 Maret 2018.
- Felbeck GT, 1965. Structural Chemistry of Soil Humic Substances. *Advance in Agronomy*. **17**: 327–368.
- Hasri, 2010. Prospek Kitosan dan Kitosan Termodifikasi Sebagai Biopolimer Alami yang Menjanjikan. *Diterbitkan oleh Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar*. Vol. **11**: No. 2.
- Marganof, 2003. Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (timbal, kadmium dan tembaga) di Perairan. *Makalah Pengantar Falsafah Sains*. Program PascaSarjana, Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Mourya VK, dan Inamdar NN, 2009. Trimethyl Chitosan and Its Applications in Drug Delivery. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*. **20**: 1057–1079.
- Nomanbhay SM dan Palanisamy K, 2005. Removal of Heavy Metal from Industrial Wastewater using Chitosan Coated Oil Palm Shell Charcoal, *Electronic Journal of Biotechnology*. **8**: 43–53.
- Notodarmojo S, 1994. Pengolahan Air Berwarna, Kajian Terhadap Studi Laboratorium. *Makalah Lokakarya Pengolahan Air Berwarna*. Palangkaraya.

- Okeola FO dan Odebunmi EO, 2010. Freundlich and Langmuir Isotherms Parameters for Adsorption of Methylene Blue by Activated Carbon Derived from Agrowastes. *Adv. in Nat. Appl. Sci.* **4**: 281–288.
- J.A. Ko, H.J. Park, Y.S. Park, S.J. Hwang, and J.B. Park. (2003). Chitosan Microparticle Preparation for Controlled Drug Release by Response Surface Methodology. *J. Microencapsulation* Vol. 20, No. 6, 791-797.
- Oscik, 1982. *Adsorption*. Ellis Horwood Limited. England.
- Peters RJB, de Leera EWB, dan Versteeghb JFM, 1994. Identification of Halogenated Compounds Produced by Chlorination of Humic Acid In The Presence of Bromide. *Journal of Chromatography*. **686**: 253–261.
- Stevenson FJ, 1994. *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reaction*, 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley & Sons. New York.
- Tjahjono, 2007. Kajian Potensi Endapan Gambut Indonesia Berdasarkan Aspek Lingkungan. <http://din.esdm.go.id>. Di akses tanggal 20 Maret 2018.
- Wagner EG dan Pinhiero RG, 2001. Upgrading Water Treatment Plants. *Spon Press*. London and New York.
- Wan Ngah WS, Ghani SA, dan Kamari A, 2005. Adsorption Behaviour of Fe(II) and Fe(III) Ions in Aqueous Solution on Chitosan and Cross-Linked Chitosan Beads. *Bioresource Technology*. **96**: 443–450.
- Wu SJ, Liou TH, Yeh CH, Mi FL, Lin TK, 2013. Preparation and characterization of porous chitosan–tripolyphosphate beads for copper(II) ion adsorption. *Journal of Applied Polymer Science*. **127**(6): 4573-4580

## ORGANISASI PELAKSANA

### 1. Ketua Peneliti

- a. Nama : Dahlena Ariyani, S.Si., M.S.
- b. Jenis Kelamin : Perempuan
- c. NIP : 198212112005012001
- d. Disiplin Ilmu : Kimia Lingkungan
- e. Pangkat/golongan : Penata Muda Tk. I/IIIb
- f. Jabatan fungsional : Asisten Ahli
- g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
- h. Waktu Penelitian : 12 jam/minggu

### 2. Anggota Peneliti

- a. Nama : Dr. Uripto Trisno Santoso, S.Si., M.Si.
- b. Jenis Kelamin : Laki-laki
- c. NIP : 197307272000121001
- d. Disiplin Ilmu : Kimia Fisika
- e. Pangkat/golongan : Pembina/IVa
- f. Jabatan fungsional : Lektor Kepala
- g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
- h. Waktu Penelitian : 12 jam/minggu

### 3. Anggota Peneliti 2

- a. Nama : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si., M.Si.
- b. Jenis Kelamin : Perempuan
- c. NIP : 198105162008012023
- d. Disiplin Ilmu : Kimia Anorganik
- e. Pangkat/golongan : Penata Muda/IIIc
- f. Jabatan fungsional : Lektor
- g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
- h. Waktu Penelitian : 12 jam/minggu