

Optimalisasi Adsorpsi Kitosan Dari Kitin Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Terhadap Logam Kadmium (Cd)

Indra Olivia Moray^{*a}, Djefri Tani^a, Dokri Gumolung^a

^aKimia, FMIPA, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 16 Juli 2020
 Disetujui 29 April 2021

Key word:
 Snail
 Chitosan
 Adsorption

Kata kunci:
 Keong sawah
 Kitosan
 Adsorpsi

ABSTRACT

This research aims to make the chitosan from the chitin of the Snail shell (*Pilla ampullacea*) which can be used as a cadmium metal adsorbent (Cd). It is derived from the isolation of the snail shells through 2 phases, which are deproteinization to remove protein and demineralization to remove mineral salts. The formed Kitin is transformed into Chitosan by deacetylated using NaOH 60%. Kitin and Chitosan were acquired, identified by FTIR. The results showed that the chitin yield was 26.81% of the shell weight of 400 grams and the rendemen Chitosan was 31.78% of the weight of chitin. The results of the identification indicate the absorption area of chitin and chitosan function groups, similar to the standard chitin and chitosan uptake areas. Metal adsorption Cd uses adsorbent chitosan from the shell snail (*pilla ampullacea*) Most optimal occurs at a contact time of 15 minutes and on the weight of adsorbent 0.25 grams, the most optimal absorption occurs at a comparison of 1:30 weight chitosan/volume solution Cd.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk membuat kitosan dari kitin cangkang keong sawah (*Pilla Ampulacea*) yang dapat dijadikan sebagai adsorben logam kadmium (Cd). Kitin didapat dari isolasi cangkang keong sawah melalui 2 tahap, yaitu deproteinasi untuk menghilangkan protein dan demineralisasi untuk menghilangkan garam-garam mineral. Kitin yang terbentuk ditransformasi menjadi kitosan dengan cara deasetilasi menggunakan NaOH 60%. Kitin dan kitosan yang didapat, diidentifikasi dengan FTIR. Hasil menunjukkan bahwa rendemen kitin yang didapat adalah 26,81% dari berat cangkang 400 gram dan rendemen kitosan adalah 31,78% dari berat kitin. Hasil identifikasi menunjukkan daerah serapan gugus fungsi kitin dan kitosan dari sampel, mirip dengan daerah serapan kitin dan kitosan standar. Adsorpsi logam Cd menggunakan adsorben kitosan dari cangkang keong sawah (*pilla ampulacea*) paling optimum terjadi pada waktu kontak 15 menit dan pada berat adsorben 0,25 gram, penyerapan paling optimum terjadi pada perbandingan 1:30 berat kitosan/volume larutan Cd.

*e-mail: morayoliviah@gmail.com

*Telp: +6282190068525

Pendahuluan

Keong sawah (*pilla ampulacea*) merupakan hewan *mollusca* dari kelas *gastrophoda*, yang cangkangnya terdapat kandungan kitin yang dapat disintesis menjadi kitosan yang memiliki fungsi antara lain sebagai adsorben logam berat.

Kitin dengan rumus kimia $(C_8H_{13}NO_5)_n$, bisa didapat dari isolasi cangkang keong sawah

dengan cara deproteinasi dan demineralisasi. Kitosan $(C_6H_{11}NO_4)$ dapat diperoleh dari hasil deasetilas kitin. Kitosan dapat mengadsorpsi ion logam berat Cd karena terdapat gugus hidroksil (OH) dan amino (NH) di sepanjang rantai polimer [1].

Metode Penelitian

Alat

Oven, mortal, cawan porselin, ayakan ukuran 44 mesh, gelas beaker, pipet tetes, timbangan, labu ukur 1000ml, Erlenmeyer 5 L, timbangan analitik, AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometric*) merk Shimazu AA 600, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) Prestige-21 Merk Shimadzu, shaker, magnetik stirer, termometer, penangas, kertas pH, lumpang dan alu, corong, kertas saring, batang pengaduk.

Bahan

Serbuk cangkang keong sawah (*Pilla ampullacea*), NaOH 3.5%, NaOH 60 %, HCl 1N, logam kadmium (Cd) dan Aquades.

Prosedur Kerja

Tahap Deproteinasi

Cangkang keong sawah dicuci, dikeringkan, dihaluskan dengan ayakan ukuran 44 mesh. Serbuk cangkang keong sawah dicampurkan dengan larutan NaOH 3.5% (1 : 10 b/v), diaduk menggunakan magnetik stirer, sambil dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 80°C. Endapan yang didapat, dicuci menggunakan aquades hingga pH netral, dan dikeringkan selama 2 jam pada suhu 80°C [2,3].

Tahap Demineralisasi

Padatan hasil deproteinasi dicampurkan dengan larutan HCl 1 N (1:10 b/v), sambil diaduk selama 2 jam dipanaskan pada suhu 60°C. Endapan yang didapat, disaring, dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan selama 2 jam dalam oven. Hasil yang didapat, diidentifikasi dengan Spektrometer Infra merah .

Tahap Deasetilasi

Hasil yang didapat pada tahap demineralisasi dilarutkan dengan NaOH 60% (1:10 b/v) pada suhu 90-95°C selama 2 jam sambil diaduk dengan magnetik stirer. Endapan yang didapat, dicuci dengan aquades hingga pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 80°C dalam oven selama 3 jam. Kemudian hasil yang didapat diidentifikasi dengan Spektrometer Infra Merah.

Tahap Uji Adsorpsi (Penentuan Waktu Kontak Optimum)

5 mL larutan Cd ditambahkan sebanyak 0,25 gram serbuk kitosan. Larutan diaduk pada kecepatan 250 rpm selama 5 menit, kemudian didekantasi dan filtratnya diukur kadar kadmiumnya menggunakan spektrometer serapan atom. Lakukan kembali dengan variasi waktu kontak 10;15;30;45 dan 60 menit [4].

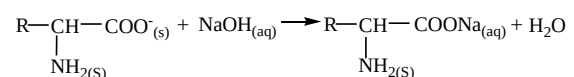
Tahap Uji Adsorpsi (Penentuan perbandingan Optimum Penyerapan)

5 mL larutan Cd ditambahkan sebanyak 0,25 gram serbuk kitosan (1:20 b/v), diaduk pada kecepatan 250 rpm selama 15 menit (waktu kontak optimum), kemudian didekantasi, dan filtratnya diukur kadar kadmiumnya menggunakan spektrometer serapan atom. Lakukan kembali pada perbandingan (berat kitosan/volume larutan Cd) 1:25; 1:30; 1:35; 1:40; 1:45; 1:50 [5,6].

Hasil Dan Pembahasan

Tahap Deproteinasi

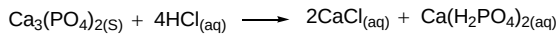
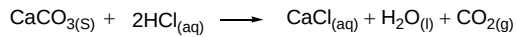
Tahap deproteinasi bertujuan menghilangkan protein dalam cangkang keong sawah ([gambar 1](#)). Pada tahap ini pelarut yang digunakan untuk melarutkan protein yaitu NaOH 3.5%. Protein yang dapat dikeluarkan dari cangkang keong sawah adalah 54,77% dari 400 gram serbuk sampel.



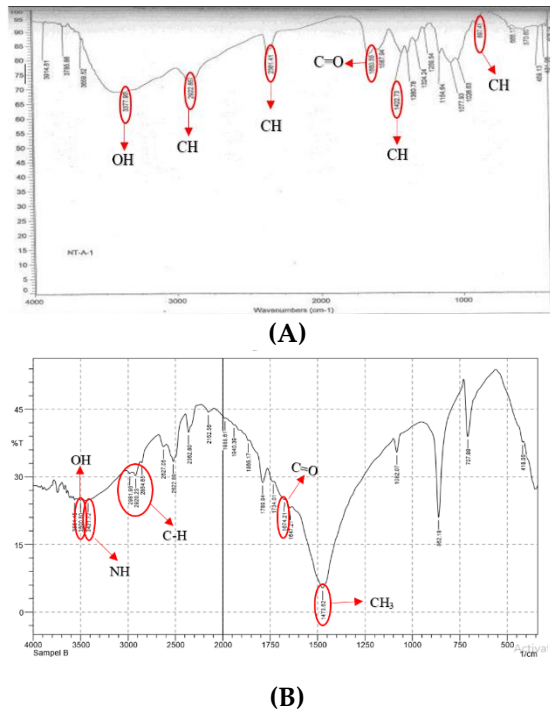
Gambar 1. Reaksi Deproteinasi

Tahap Demineralisasi

Tahap demineralisasi untuk menghilangkan mineral yang ada dalam cangkang keong sawah (*Pilla Ampullacea*). Kandungan mineral dalam cangkang keong sawah adalah CaCO₃ dan sedikit Ca₂(PO)₄. Pada saat serbuk cangkang ditambahkan HCl terbentuk gelembung-gelembung gas CO₂. Hal ini menunjukkan proses pelepasan mineral sedang berlangsung ([gambar 2](#)). Garam mineral tersebut bereaksi dengan HCl membentuk gas CO₂ [7].

**Gambar 2.** Reaksi Demineralisasi

Hasil demineralisasi diperoleh sebanyak 107,24 gram dari 219,08 gram hasil deproteinasi. Dengan demikian kandungan mineral dalam 400 gram sampel adalah 49%. Dari proses demineralisasi didapatkan rendemen kitin sebesar 26,81%.

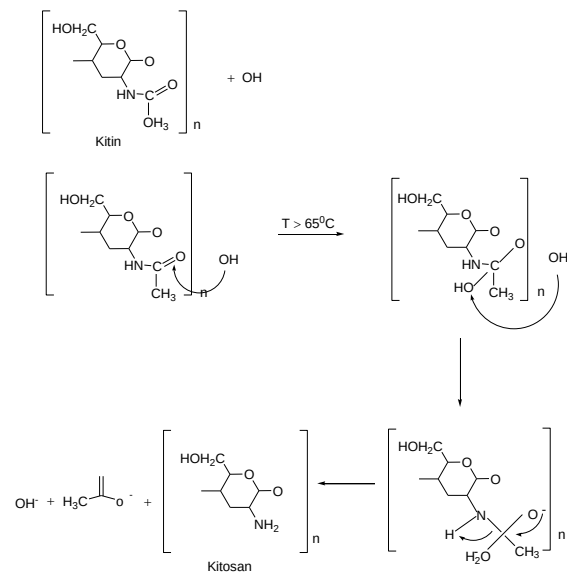
**Gambar 3.** (A)Spektrum Infra Merah Kitin Standar. (B)Spektrum Infra Merah Kitin Sampel.**Tabel 1.** Perbandingan Kitosan standar dan sampel [8].

Gugus Fungsi	Kitosan Standar	Kitosan Sampel
O-H	Bertumpang tindih dengan NH 3377.95 cm⁻¹	3500.80 cm⁻¹
NH	Bertumpang tindih dengan O-H	3450 cm⁻¹
C-H	2922.85 cm⁻¹	2922.16 cm⁻¹
C-H	2361.41 cm⁻¹	1360.87 cm⁻¹
aromatic		
C=O amida	1660.55 cm⁻¹	1647.21 cm⁻¹
sekunder		
C-H	897.41 cm⁻¹	862.18 cm⁻¹

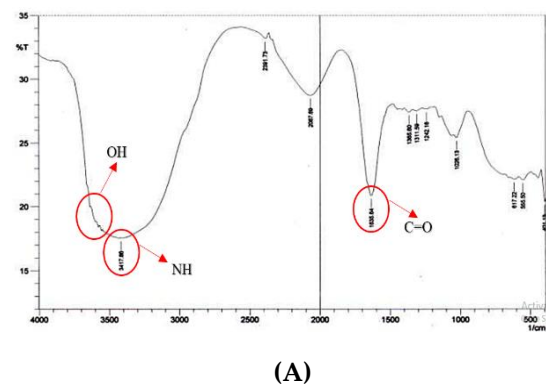
Berdasarkan tabel 1 dan gambar 3 dapat dilihat daerah serapan kitin standar dan cangkang keong sawah (*pilla ampulacea*), hal ini meyakinkan bahwa sampel yang diambil dari keong sawah adalah kitin.

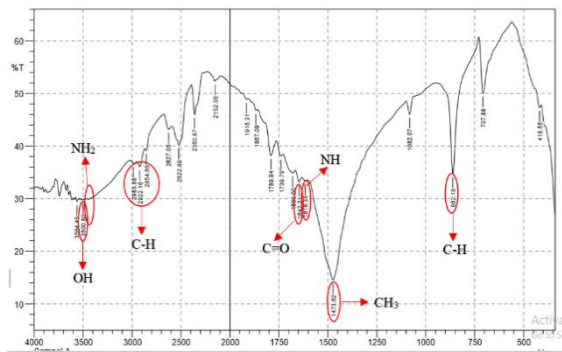
Tahap Deasetilasi

Pada tahap ini basa yang digunakan adalah NaOH dengan konsentrasi 60%. Konsentrasi NaOH 60% dapat membuat jumlah gugus asetil yang hilang akan semakin banyak [9]. Reaksinya ditunjukkan dalam gambar 4.

**Gambar 4.** Reaksi Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan.

Pada tahap ini diperoleh serbuk hasil deasetilasi sebesar 34,08 gram dari 100 gram kitin, berarti 65,92% yang berhasil dideasetilasi. Rendemen kitosan yang dihasilkan adalah 34,08%. Kitosan yang didapat, diidentifikasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan dibandingkan dengan spektrum infra merah kitosan standar.





(B)

Gambar 5. A. Spektrum Infra Merah Kitosan Keong Sawah. B. Spektrum Infra Merah Kitosan Standar

Berdasarkan gambar 5 dapat dibandingkan gugus fungsi yang muncul pada kitosan dari cangkang keong sawah dan kitosan standar yang disajikan pada tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan serapan FTIR kitosan standar dan kitosan sampel.

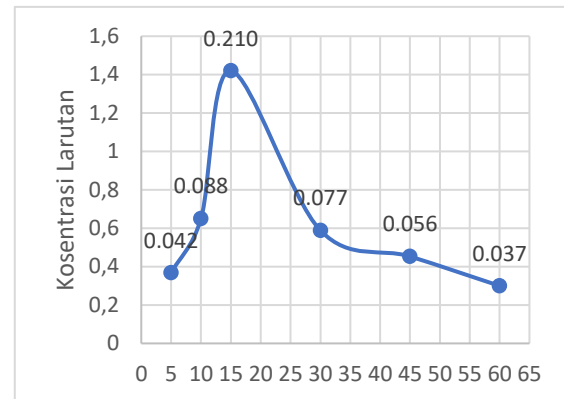
Gugus Fungsi	Kitosan Standar	Kitosan Sampel
O-H	Bertumpang tindih dengan NH 3377.95 cm ⁻¹	3500.80 cm ⁻¹
NH	Bertumpang tindih dengan O-H	3450 cm ⁻¹
C-H	2922.85 cm ⁻¹	2922.16 cm ⁻¹
C-H aromatic	2361.41 cm ⁻¹	1360.87 cm ⁻¹
C=O	1660.55 cm ⁻¹	1647.21 cm ⁻¹
C-H	897.41 cm ⁻¹	862.18 cm ⁻¹

Uji Adsorpsi Kitosan Terhadap Logam Kadmium (Cd)

Setiap logam membutuhkan kondisi penyerapan yang berbeda-beda. Untuk itu, dalam penelitian ini menggunakan variasi waktu kontak dan perbandingan berat kitosan/volume larutan Cd, agar dapat mengetahui pada variasi waktu kontak dan perbandingan b/v berapa penyerapan kitosan sudah optimum.

Waktu Kontak Optimum Penyerapan

Hubungan antara waktu kontak dengan persentase logam Cd teradsorpsi dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Grafik Hubungan waktu kontak terhadap persentase logam Cd teradsorpsi.

Berdasarkan grafik pada gambar 6 penyerapan optimum terjadi pada waktu kontak 15 menit dengan konsentrasi akhir 0,210 ppm. Pada waktu 30–60 menit kitosan sudah jenuh oleh ion-ion logam Cd [10]. Jika dalam adsorpsi sudah mencapai waktu kontak optimum, maka adsorpsi akan bersifat statis dan relatif konstan serta tidak akan terjadi lagi kenaikan atau penurunan adsorpsi yang signifikan [11]. Hal ini berarti, proses adsorpsi diperkirakan telah mencapai kesetimbangan.

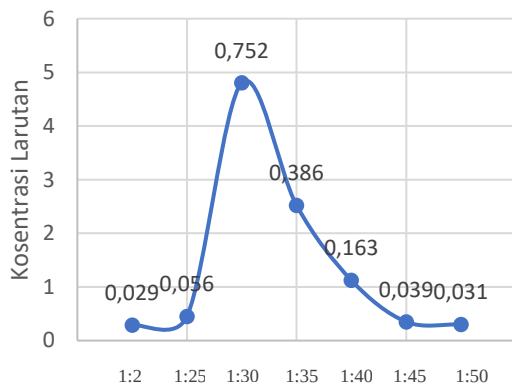
Penurunan konsentrasi pada waktu 30 menit dikarenakan permukaan aktif adsorben sudah cukup jenuh dan interaksi antara adsorben dan adsorbat yang lemah, sehingga menyebabkan ion logam terlepas dari permukaan adsorben [12–14].

Perbandingan b/v Optimum Penyerapan

Pada tahap ini digunakan kitosan dengan berat tetap yakni 0,25 gram dengan variasi perbandingan (berat kitosan/volume larutan Cd) 1:20; 1:25; 1:30; 1:35; 1:40; 1:45 dan 1:50 dan waktu kontak optimum yang didapatkan yaitu 15 menit. Hubungan antara perbandingan b/v dengan konsentrasi logam Cd teradsorpsi dapat dilihat pada gambar 7.

Grafik pada gambar 7 menunjukkan bahwa penyerapan 0,25 gram kitosan terhadap logam kadmium yang baik, terjadi pada perbandingan 1:30 (b/v) atau pada volume larutan Cd 7,5 mL. Karena sisi aktif penyerapan kitosan sudah terisi oleh ion-ion logam kadmium, sehingga untuk volume di atas 7,5 mL kemampuan kitosan untuk menyerap akan menurun [15]. Jadi kitosan 0,25 gram

penyerapannya mencapai optimum yaitu pada perbandingan 1:30 b/v dengan konsentrasi akhir 0,752 ppm.



Gambar 7. Grafik hubungan perbandingan b/v dengan logam Cd teradsorpsi.

Kesimpulan

Setelah melalui tahap demineralisasi dan deproteinasi, diperoleh berat kitin 107,24 gram. Setelah melalui tahap deasetilasi diperoleh berat kitosan sebesar 34,08 gram. Kondisi terbaik adsorpsi logam Cd menggunakan kitosan dari cangkang keong sawah (*Pila ampulacea*) terjadi pada waktu kontak 15 menit dan pada berat kitosan 0,25 gram pada kondisi tersebut adsorpsi yang baik yaitu terjadi pada perbandingan 1:30 berat kitosan/volume larutan Cd.

Daftar Pustaka

- Jayanti, R.D.; Leoanggraini, U. Fermentasi Kitin Dari Limbah Cangkang Kepiting Menggunakan Jamur *Rhizopus Oryzae* Pada Berbagai Kadar Air. *Fullerene Journal of Chemistry* **2020**, *5*, 10–15.
- Younes, I.; Rinaudo, M. Chitin and Chitosan Preparation from Marine Sources. Structure, Properties and Applications. *Marine drugs* **2015**, *13*, 1133–1174.
- Younes, I.; Ghorbel-Bellaaj, O.; Nasri, R.; Chaabouni, M.; Rinaudo, M.; Nasri, M. Chitin and Chitosan Preparation from Shrimp Shells Using Optimized Enzymatic Deproteinization. *Process Biochemistry* **2012**, *47*, 2032–2039.
- Ngah, W.W.; Kamari, A.; Koay, Y.J. Equilibrium and Kinetics Studies of Adsorption of Copper (II) on Chitosan and Chitosan/PVA Beads. *International Journal of Biological Macromolecules* **2004**, *34*, 155–161.
- Rojas, G.; Silva, J.; Flores, J.A.; Rodriguez, A.; Ly, M.; Maldonado, H. Adsorption of Chromium onto Cross-Linked Chitosan. *Separation and Purification Technology* **2005**, *44*, 31–36.
- Peniche-Covas, C.; Alvarez, L.W.; Argüelles-Monal, W. The Adsorption of Mercuric Ions by Chitosan. *Journal of Applied Polymer Science* **1992**, *46*, 1147–1150.
- Rohyami, Y.; Istiningrum, R.B. Preparation of Chitin, Study of Physicochemical Properties and Biopesticide Activities. *EKSAKTA: Journal of Sciences and Data Analysis* **2013**, *13*, 49–55.
- Edokpayi, J.N.; Odiyo, J.O.; Popoola, E.O.; Alayande, O.S.; Msagati, T.A.M. Synthesis and Characterization of Biopolymeric Chitosan Derived from Land Snail Shells and Its Potential for Pb²⁺ Removal from Aqueous Solution. *Materials* **2015**, *8*, 8630–8640.
- Harjanti, R.S. Kitosan Dari Limbah Udang Sebagai Bahan Pengawet Ayam Goreng. *Jurnal Rekayasa Proses* **2014**, *8*, 12–19.
- Lestari, I.; Sanova, A. Penyerapan Logam Berat Kadmium (Cd) Menggunakan Kitosan Hasil Transformasi Khitin Dari Kulit Udang (*Penaeus* Sp). *Jurnal Penelitian Universitas Jambi: Seri Sains* **2012**, *13*.
- Pitriani, P. Sintesis Dan Aplikasi Kitosan Dari Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*) Sebagai Penyerap ION Besi (Fe) Dan Mangan (Mn) Untuk Pemurnian Natrium Silikat, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta: Fakultas Sains Dan Teknologi, 2010.
- Erosa, M.D.; Medina, T.S.; Mendoza, R.N.; Rodriguez, M.A.; Guibal, E. Cadmium Sorption on Chitosan Sorbents: Kinetic and Equilibrium Studies. *Hydrometallurgy* **2001**, *61*, 157–167.
- Bamgbose, J.T.; Adewuyi, S.; Bamgbose, O.; Adetoye, A.A. Adsorption Kinetics of Cadmium and Lead by Chitosan. *African Journal of Biotechnology* **2010**, *9*, 2560–2565.
- Becker, T.; Schlaak, M.; Strasdeit, H.

- Adsorption of Nickel (II), Zinc (II) and Cadmium (II) by New Chitosan Derivatives. *Reactive and Functional Polymers* **2000**, *44*, 289–298.
15. Zhao, F.; Repo, E.; Yin, D.; Sillanpää, M.E. Adsorption of Cd (II) and Pb (II) by a Novel EGTA-Modified Chitosan Material: Kinetics and Isotherms. *Journal of colloid and interface science* **2013**, *409*, 174–182.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).