

Pengolahan Limbah Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada Maxima*) Sebagai Adsorben Logam Berat Fe

Dewi Handayani¹, Siti Alaa¹, Dian W. Kurniawidi¹, Susi Rahayu^{1,*}

¹ Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram, Indonesia

* Corresponding author : susirahayu@unram.ac.id

Received: Oct 16, 2022; Accepted: Dec 28, 2022.

DOI: <https://doi.org/10.31764/jpl.v3i2.11464>.

Abstrak. Logam Fe merupakan salah satu jenis logam berat yang dapat menimbulkan kerusakan pada lingkungan dan kesehatan. Logam berat Fe dengan konsentrasi melebihi 1 mg/L akan menimbulkan efek racun bagi tubuh manusia. Untuk mengurangi efek tersebut, kadar pencemaran logam Fe pada lingkungan perlu dikendalikan. Salah satu cara mengendalikannya yaitu melalui modifikasi suatu smart material untuk mengadsorpsi logam Fe tersebut. Adapun modifikasi material dilakukan dengan mengisolasi cangkang kerang mutiara (*Pinctada maxima*) menjadi kitosan sebagai adsorben logam Fe. Sehingga tujuan dari penelitian ini yaitu mengidentifikasi kemampuan kitosan dalam mengadsorpsi logam Fe. Untuk memperoleh material kitosan, cangkang kerang Mutiara diisolasi melalui 3 tahapan yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Serbuk kitosan hasil isolasi diidentifikasi gugus khas pembentuk kitosannya menggunakan FTIR dan dihitung rendemen setiap proses isolasi. Sedangkan kemampuan kitosan dalam mengadsorpsi logam Fe diidentifikasi melalui pengujian menggunakan AAS. Hasil perhitungan rendemen proses isolasi kitosan menunjukkan penurunan massa setiap tahapnya. Hingga tahap akhir, penurunan rendemen serbuk menjadi 32,17 % dari massa awal yang digunakan. Selain itu, hasil FTIR juga menunjukkan bahwa kitosan berhasil disintesis dengan adanya gugus fungsi OH pada bilangan gelombang 3434,660 cm⁻¹ dan gugus fungsi NH₂ pada bilangan gelombang 1626,110 cm⁻¹ dengan derajat deasetilasi kitosan sebesar 80,534%. Adapun kemampuan adsorpsi dapat ditinjau dari hasil AAS dimana kapasitas adsorpsi paling tinggi didapatkan sebesar 33,262 mg/g dengan efisiensi adsorpsi sebesar 99,788%. Oleh karena itu, cangkang kerang Mutiara telah berhasil dimodifikasi menjadi kitosan. Dimana kitosan merupakan salah satu biomaterial yang memiliki kemampuan adsorpsi logam berat yang sangat baik.

Kata Kunci: *Biomaterial, Biopolimer, Isolasi Kitosan,*

Abstract. Fe is a type of heavy metal that can cause damage to the environment and health. If the concentrations of Fe are more than 1 mg/L, it can lead to toxic effects to the human body. The level of Fe contamination in the environment needs to be controlled to diminish hazardous effects. This can be conducted by modifying a smart material to adsorb the Fe metal. The material modification was carried out by isolating pearl oyster shells (*Pinctada maxima*) into chitosan as Fe metal adsorbent. The main aim of this research is to identify the ability of chitosan to soak Fe up. To obtain chitosan material, the pearl shells were isolated through 3 stages, namely deproteination, demineralization, and deacetylation. The isolated chitosan powder was identified the typical group forming chitosan using FTIR and the yield of each isolation process was calculated. Meanwhile, the ability of chitosan to adsorb Fe metal was identified through testing using AAS. The results of the calculation of the yield of the chitosan isolation process showed a decrease in mass at each stage. Until the final stage, the powder yield decreases to 32.17% from the initial mass used. In addition, the FTIR results also figure out that chitosan was successfully synthesized in the presence of the OH functional group at a wave number of 3434.660 cm⁻¹ and the NH₂ functional group at a wave number of 1626.110 cm⁻¹ with a degree of chitosan deacetylation of 80.534%. It is clear from the results of AAS where the highest adsorption capacity is 33,262 mg/g with an adsorption efficiency of 99,788%. Therefore, the pearl shells have been successfully adjusted into chitosan. Where chitosan is one of the excellent biomaterials to absorb the heavy metal.

Keywords: *Biomaterial, Biopolymer, Chitosan Insulation.*

1. Pendahuluan

Logam Fe banyak diumpai dilingkungan sekitar salah satunya di perairan yang tercemar limbah (Nugroho, 2006). Limbah logam *Fe* didaerah perairan dengan konsentrasi lebih dari 1,0 mg/L dapat menyebabkan air menjadi berwarna kekuningan dan dapat membahayakan manusia karena bersifat racun (Fakhreni, 2011). Keberadaan logam *Fe* dalam jumlah yang berlebihan akan menyebabkan gangguan pertumbuhan bahkan kematian (Notohadiprawiro, 2006). Oleh karena itu, keberadaan logam Fe di lingkungan perlu dikendalikan jumlahnya. Salah satu cara mengendalikan limbah logam berat Fe yaitu dengan mengaplikasikan material adsorbs.

Biasanya adsorpsi dilakukan dengan mengontakkan larutan adsorbat dengan adsorben yang memiliki sifat *biocompatible* dan ramah lingkungan (Ginting, 2008). Beberapa jenis limbah organik yang bisa dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan adsorben adalah cangkang kerrang (Citrowati et al., 2017), cangkang udang vanami (Dian Wijaya Kurniawidi et al., 2022), cangkang kerang darah (Rahayu et al., 2021), dan batu apung (Dian W Kurniawidi et al., 2021). Kandungan kalsium pada cangkang kerang biasanya dimanfaatkan sebagai adsorben, sedangkan zeolit pada batu apung digunakan sebagai adsorben (Rahayu et al., 2021) (Dian W Kurniawidi et al., 2021). Adapun hasil isolasi kitosan dapat juga dimanfaatkan sebagai adsorben logam (Dian Wijaya Kurniawidi et al., 2022). Kitosan diperoleh dari hasil deasetilasi kitin untuk menghilangkan gugus asetil sehingga diperoleh kitosan yang dapat digunakan sebagai adsorben. Kitosan berfungsi sebagai adsorben dalam proses adsorpsi karena memiliki kandungan gugus amina yang bersifat polikationik sehingga mampu mengikat berbagai logam seperti *Cd*, *Cu*, *Pb*, *Fe*, dan *Mn* (Ornum, 1992).

Adsorpsi adalah proses dimana suatu molekul terserap pada suatu permukaan bahan penyerap atau adsorben. Adsorpsi adalah *Fenomena* fisik yang terjadi apabila permukaan padatan pada adsorben dikontakkan dengan molekul adsorbat. Adsorpsi fisik terjadi karena ada gaya *Van der Waals* antara molekul adsorbat dan atom-atom yang menempel pada permukaan adsorben. Gaya *Van der Waals* merupakan gaya tarik menarik antar molekul yang bersifat polar, sehingga ikatan pada gaya *Van der Waals* bersifat mudah terlepas. Apabila adsorben dan adsorbat mengalami kontak pada komposisi yang tepat, maka akan terjadi proses adsorpsi dan beberapa lama akan mencapai kesetimbangan (Laksito, 2008). Adapun beberapa penelitian sudah berhasil memanfaatkan kitosan sebagai adsorben logam Fe. Kitosan mampu menyerap logam Fe hingga 92,9 % (Radnia et al., 2012), sedangkan kitosan yang diisolasi dari cangkang udang vanami mampu menyerap Fe hingga 81,35 % (Dian Wijaya Kurniawidi et al., 2022). Banyaknya penelitian limbah alam sebagai bahan baku adsorben logam berat menarik perhatian peneliti dalam melakukan penelitian ini.

Namun saat ini belum banyak peneliti yang memanfaatkan cangkang kerang Mutiara sebagai bahan baku adsorben logam berat. Padahal kelimpahan limbah cangkang kerang Mutiara cukup banyak di Lombok. Mengingat bahwa Mutiara saat ini menjadi primadona Lombok. Dimana cangkang kerang dimodifikasi dalam bentuk biopolimer kitosan yang ramah lingkungan. Sehingga sangat perlu dilakukan pengolahan limbah cangkang kerang Mutiara sebagai material adsorben logam berat Fe guna mengendalikan pencemaran lingkungan.

2. Metode Penelitian

Penelitian merupakan penelitian eksperimental yang dilakukan dalam skala labolatorium. Adapun alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni *grinder*, *magnetic stirrer*, cangkang kerang Mutiara, HCL 1 M, NaOH 4% dan 60%, larutan Fe. Serta terdapat beberapa alat karakterisasi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan derajat deasetilasi dengan FTIR, sedangkan untuk identifikasi kemampuan adsorbsi Fe dengan AAS. Secara umum tahapan dalam penelitian ini yaitu preparasi, isolasi kitosan, dan uji kemampuan adsorbsi Fe.

Modifikasi limbah cangkang kerang Mutiara menjadi kitosan dilakukan dengan tiga proses yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Proses pertama yaitu deproteinasi dilakukan dengan pencampuran antara 60 gram serbuk cangkang kerang mutiara dengan NaOH 4% 600 ml (Bahri et al., 2015). Selanjutnya campuran dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam. Setelah itu dinetralkan pH dengan menggunakan aquades dengan cara dicuci dan disaring. Kemudian dikeringkan dalam

oven pada suhu 80°C selama 18 jam. Proses demineralisasi dilakukan pencampuran hasil deproteinasi dengan larutan HCl 1 M dengan perbandingan 1:15 (Bahri et al., 2015). Selanjutnya dipanaskan pada suhu kamar selama 3 jam. Setelah itu mencuci larutan dengan menggunakan akuades sampai pH netral. Kemudian menyaring dan mengeringkan endapan dalam oven pada suhu 80°C selama 18 jam. Proses terakhir yakni Proses deasetilasi dilakukan dengan mencampur kitin dengan larutan NaOH dengan perbandingan 1:15 (w/v) pada suhu 120°C selama 3 jam disertai pengadukan (Bahri et al., 2015). Kemudian sampel hasil deasetilasi dicuci menggunakan akuades sampai pH netral. Setelah pH netral sampel disaring dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 18 jam.

Hasil modifikasi cangkang kerang Mutiara berupa serbuk. Serbuk diidentifikasi gugus fungsi dan derajat deasetilasi untuk membuktikan terbentuknya biopolimer kitosan. Pada hasil uji FTIR dapat ditentukan derajat deasetilasi serbuk kitosan menggunakan persamaan di bawah ini:

$$A = \text{Log} \frac{r_0}{r} \quad (1)$$

$$\%DD = \left[100 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] \quad (2)$$

- r_0 = Jarak antara garis dasar dan garis singgung
 r = Jarak antara garis dasar dengan lembah terendah
 A_{1655} = Nilai absorbansi pada 1655 cm^{-1}
 A_{3450} = Nilai absorbansi pada 3450 cm^{-1}
 1,33 = Rasio A_{1655}/A_{3450} untuk kitosan dengan asetilasi penuh

Selain nilai derajat deasetilasi, gugus fungsi yang terbentuk juga diidentifikasi menggunakan software *originpro 8*. Selanjutnya dilakukan uji adsorpsi untuk mengetahui kemampuan serbuk kitosan sebagai adsorben dalam proses adsorpsi. Proses adsorpsi logam *Fe* dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan logam *Fe*. Proses adsorpsi logam *Fe* dengan variasi konsentrasi dilakukan dengan melarutkan 0,075 gram kitosan ke dalam 50 ml larutan logam *Fe* pada variasi konsentrasi 10 mg/L, 20 mg/L, 30 mg/L, dan 40 mg/L, dan 50 mg/L (Radnia et al., 2012). Hasil uji adsorpsi kitosan dengan variasi konsentrasi dikarakterisasi menggunakan AAS. Melalui karakterisasi AAS diperoleh konsentrasi awal, konsentrasi akhir, kapasitas adsorpsi, dan efisiensi penyerapan. Kapasitas adsorpsi dilakukan untuk mengetahui jumlah adsorbat yang dapat diadsorpsi oleh adsorben. Kapasitas adsorpsi dapat dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$q = \frac{(C_o - C_a)V}{m} \quad (3)$$

Efisiensi penyerapan dapat diperoleh melalui persamaan :

$$\text{Efisiensi} = \frac{(C_o - C_a)}{C_o} \times 100\% \quad (4)$$

Dimana, C_o merupakan konsentrasi awal, C_a konsentrasi akhir, m massa, dan V volume.

3. Hasil dan Pembahasan

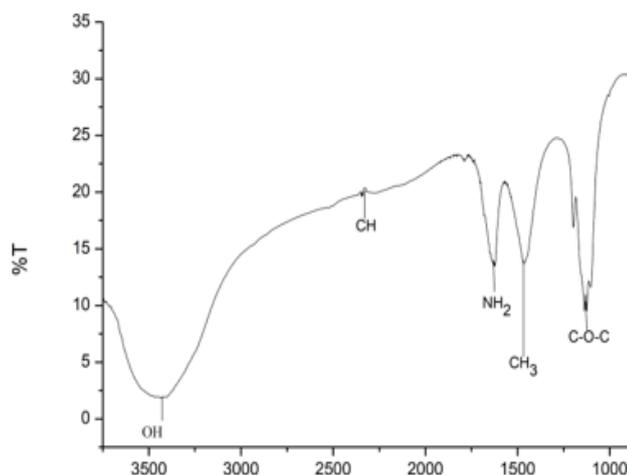
Modifikasi cangkang kerang Mutiara menjadi kitosan telah berhasil dilakukan. Isolasi dilakukan melalui proses deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Proses deproteinasi menyebabkan kandungan protein yang ada didalam cangkang kerang mutiara menghilang. Hasil proses deproteinasi berupa serbuk berwarna coklat. Proses demineralisasi dilakukan untuk menghilangkan kandungan mineral seperti kalsium, magnesium, dan fosfor. Setelah melalui proses demineralisasi terjadi pengurangan massa dikarenakan hilangnya kandungan mineral di dalam serbuk dan didapatkan serbuk berupa kitin yang berwarna kecoklatan.

Proses untuk mendapatkan kitosan dilakukan melalui proses deasetilasi. Kitosan berhasil disintesis dengan hilangnya gugus asetil yang ditandai dengan terdapat gugus amina dan gugus hidroksil pada serbuk kitosan. Pada penelitian ini, Proses deasetilasi menghasilkan kitosan berupa serbuk berwarna krem yang menunjukkan salah satu karakteristik yang terbentuknya kitosan berdasarkan BSN (2013). Adapun kitosan yang telah disintesis dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Serbuk kitosan hasil modifikasi dari pengolahan limbah cangkang kerang mutiara
Fig 1. Chitosan powder modified from pearl oyster shell waste

Proses analisis serbuk kitosan terdiri dari penentuan nilai rendemen, analisis gugus fungsi, penentuan derajat deasetilasi, kristalinitas, dan mode vibrasi. Data hasil perhitungan didapatkan rendemen serbuk kitosan sebesar 32,17% dari massa awal. Pengurangan massa serbuk terjadi akibat banyaknya kandungan protein dan mineral yang hilang akibat proses isolasi. Rendemen serbuk kitosan yang diperoleh dianalisis menggunakan FTIR. Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan bahwa terdapat gugus fungsi OH dan gugus fungsi NH₂ pada serbuk kitosan seperti pada gambar 2.



Gambar 2. Identifikasi serbuk kitosan dengan analisis kurva FTIR
Fig 2. Identification of chitosan powder by FTIR curve analysis

Hasil FTIR kitosan cangkang kerang mutiara menunjukkan pola serapan pada bilangan gelombang 3434,660 cm⁻¹ dan 1626,110 cm⁻¹ yang menunjukkan terdapatnya gugus fungsi OH dan NH₂. Terbentuknya gugus hidroksil dan gugus amina sangat penting dikarenakan kedua gugus fungsi tersebut menunjukkan hilangnya kandungan gugus asetil atau menunjukkan terbentuknya kitosan. Penentuan derajat deasetilasi juga dilakukan, penentuan derajat deasetilasi dapat dihitung menggunakan persamaan (2). Berdasarkan persamaan tersebut diperoleh derajat deasetilasi kitosan sebesar 80,534%. Derajat deasetilasi menunjukkan kemurnian kitosan, semakin tinggi derajat deasetilasi, maka semakin murni kitosan tersebut.

Selain itu, berdasarkan gugus fungsi yang teramati pada hasil FTIR di atas dapat diketahui kristalinitas dan mode vibrasi pada molekul kitosan. Gugus fungsi OH dan NH₂ memiliki puncak yang tajam mengindikasikan bahwa kitosan memiliki kristalinitas yang tinggi. Puncak OH dan NH₂ yang tajam juga menunjukkan tingkat kristalinitas yang semakin baik. Kristalinitas semakin baik

ditunjukkan dengan kualitas kitosan yang semakin baik. Adapun teridentifikasi mode vibrasi yang terjadi pada serbuk kitosan terdiri dari mode vibrasi *stretching*, vibrasi *bending*, dan vibrasi simetri *stretching*. pada bilangan gelombang $1626,11\text{ cm}^{-1}$ dan $1103,85\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi *stretching*, sedangkan pita serapan $3436,66\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi *bending*. Pita serapan pada bilangan gelombang 2348 cm^{-1} dan $1466,68\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi simetri *stretching*. Sehingga dari hasil analisis FTIR muncul gugus-gugus fungsi pembentuk senyawa kitosan.

Serbuk kitosan hasil isolasi diaplikasikan sebagai adsorpsi logam Fe. Proses adsorpsi logam Fe bergantung pada konsentrasi awal. Konsentrasi awal ion logam berhubungan dengan jumlah sisi aktif yang terdapat pada permukaan adsorben, bila jumlah sisi aktif cukup besar dibanding jumlah ion logam maka efisiensi adsorpsi akan tinggi. Kapasitas adsorpsi dan efisiensi adsorpsi dihitung menggunakan persamaan 3) dan 4). Hasil analisis AAS ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil identifikasi konsentrasi logam Fe menggunakan AAS
Table 1. Fe concentration identification results using AAS

Kode sampel	C_o (mg/L)	C_e (mg/L)	qe (mg/g)	Efisiensi (%)
C10	10	0,569	6,287	94,310%
C20	20	0,559	12,961	97,205%
C30	30	0,547	19,635	98,176%
C40	40	0,497	26,335	98,757%
C50	50	0,106	33,262	99,788%

Adapun kemampuan adsorpsi ditinjau dari hasil AAS dimana kapasitas adsorpsi paling tinggi didapatkan sebesar $33,262\text{ mg/g}$ dengan efisiensi adsorpsi sebesar $99,788\%$. Berdasarkan tabel 1 dapat dilihat bahwa semakin meningkat konsentrasi logam Fe, maka kemampuan daya adsorpsi adsorben semakin meningkat. Hal ini terjadi karena pada konsentrasi tinggi, maka semakin banyak jumlah adsorbat yang terkumpul pada permukaan adsorben sehingga jumlah adsorbat yang akan terserap lebih banyak. Hal ini menunjukkan bahwa adsorben kitosan merupakan adsorben yang cukup baik dalam menyerap logam Fe.

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa cangkang kerang Mutiara dapat dimodifikasi menjadi kitosan. Biopolimer kitosan telah mampu mengadsorpsi logam Fe dengan baik. Kapasitas adsorpsi maksimal yang dapat dilakukan oleh kitosan hingga $33,262\text{ mg/g}$ dengan efisiensi adsorpsi sebesar $99,788\%$. Sehingga pengolahan limbah cangkang kerang Mutiara sebagai adsorben logam Fe memiliki kemampuan adsorpsi yang baik.

Referensi

- Bahri, S., Rahim, E. A., & Syarifuddin, S. (2015). Derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang darah dengan penambahan NaOH secara bertahap. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 1(1).
- Citrowati, A. N., Satyantini, W. H., & Mahasri, G. (2017). Pengaruh kombinasi NaOH dan suhu berbeda terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang kampak (*Atrina pectinata*). *Journal of Aquaculture and Fish Health*, 6(2), 48–56.
- Fakhreni, F. (2011). *Pengaruh Penambahan Arang Aktif Tempurung Kelapa Dan Arang Aktif Batubara Terhadap Logam Besi (Fe) Dan Nikel (Ni) Pada Air Sumur Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. Universitas Sumatra Utara.
- Ginting, F. D. (2008). Pengujian Alat Pendingin Sistem Adsorpsi Dua Adsorber dengan Menggunakan Metanol 1000ml sebagai Refrigeran. *Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik. Universitas Indonesia, Jakarta*.
- Kurniawidi, Dian W, Alaa, S., Mulyani, S., & Rahayu, S. (2021). Sintesis Zeolit Dari Batu Apung (Pumice) Daerah Ijobalit Lombok Timur Sebagai Adsorben Logam Fe. *ORBITA: Jurnal Kajian, Inovasi Dan Aplikasi Pendidikan Fisika*, 7(2), 313–317.
- Kurniawidi, Dian Wijaya, Alaa, S., Nurhaliza, E., Safitri, D. O., Rahayu, S., Ali, M., & Amin, M. (2022). Synthesis and Characterization of Nano Chitosan from Vannamei Shrimp Shell (*Litopenaeus vannamei*). *Jurnal Ilmiah Perikanan Dan Kelautan*, 14(2), 380–387.

-
- Laksito, D. (2008). *Keseimbangan fase amonia pada air dan sedimen di sungai*. Universitas Gadjah Mada.
- Notohadiprawiro, T. (2006). Pertanian lahan kering di Indonesia: potensi, prospek, kendala dan pengembangannya. *Ilmu Tanah Universitas Gadjah Mada*.
- Nugroho, A. (2006). Bioindikator kualitas air. *Universitas Trisakti. Jakarta, 145*.
- Ornum, J. V. (1992). Shrimp waste-must it be wasted. *Infofish International, 6*, 48–52.
- Radnia, H., Ghoreyshi, A. A., Younesi, H., & Najafpour, G. D. (2012). Adsorption of Fe (II) ions from aqueous phase by chitosan adsorbent: equilibrium, kinetic, and thermodynamic studies. *Desalination and Water Treatment, 50*(1–3), 348–359.
- Rahayu, S., Kurniawidi, D. W., A'yun, Q., & Alaa, S. (2021). The effect of CaO doping in activated carbon composite as a heavy metal adsorbent in water. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 718*(1), 12063.
-