



## SINTESIS KITOSAN-BENTONIT SERTA APLIKASINYA SEBAGAI PENURUN KADAR INSEKTISIDA JENIS *DIAZINON*

Eka Hartanti\*), F. Widhi Mahatmanti, dan Eko Budi Susatyo

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima Juli 2012  
Disetujui Agustus 2012  
Dipublikasikan November 2012

Kata kunci:  
Adsorpsi  
Diazinon  
Kitosan-Bentonit  
Sintesis

### Abstrak

Bentonit digunakan untuk menyerap zat warna karena luasnya permukaan dan tingginya kapasitas tukar kation. Kitosan merupakan produk terdeasetilasi dari kitin yang merupakan biopolimer yang digunakan untuk penyerap logam berat, zat warna karena adanya kelompok amina (-NH<sub>2</sub>) dan gugus hidroksil (-OH) pada rantai polimer. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui efektivitas kitosan-bentonit dalam proses penurunan kadar diazinon. Karakterisasi kitosan-bentonit dilakukan dengan FTIR dan XRD. Proses sintesis dengan cara melarutkan 5 g kitosan ke dalam 500 mL asam asetat 2% kemudian mencampurnya dengan 5 g bentonit. Campuran diaduk konstan selama 2 jam dengan pH larutan diatur pada pH 4. Mendinginkan larutan selama 0,5 jam. Tahap selanjutnya adalah menyaring kitosan-bentonit kemudian mencucinya dengan aquademin hingga netral. Adsorpsi diazinon dilakukan dengan variasi waktu kontak dan konsentrasi untuk mengetahui kondisi maksimal yang diukur dengan UV-Vis. Hasil sintesis dengan rasio massa 1:1 antara kitosan dengan bentonit menunjukkan adanya vibrasi ulur dari N-H (amina) pada bilangan gelombang 3749,62 cm<sup>-1</sup> yang berarti kitosan telah menempel pada permukaan bentonit. Hasil XRD untuk kitosan-bentonit 1:1 menunjukkan 2θ (theha) sebesar 5,76; 20,05; 21,00. Konsentrasi diazinon yang terserap oleh kitosan-bentonit 1:1 pada waktu 20 menit adalah 1,05x10<sup>-3</sup> mmol/g.

### Abstract

Bentonite is used to absorb the dye due to the high surface area and cation exchange capacity. Chitosan is a product terdeasetilasi of chitin which is a biopolymer that is used for absorbing heavy metals, dyes due to the amine group (-NH<sub>2</sub>) and hydroxyl (-OH) on the chain polymer. This purpose study was to determine the effectiveness of chitosan-bentonite in the process of lowering of diazinon. Characterization of chitosan-bentonite carried out by FTIR and XRD. Synthesis process by dissolving 5 g of chitosan in 500 mL of 2% acetic acid and then mixed with 5 g of bentonite. The mixture was stirred for 2 hours with a constant pH of the solution adjusted to pH 4. Silencing solution for 0.5 hours. The next stage is to filter the chitosan-bentonite and then wash it off with aquademin until neutral. Diazinon adsorption performed with variation of contact time and concentration to determine the condition of maximum, as measured by UV-Vis. Synthesized with a 1:1 mass ratio of chitosan with bentonite indicate the presence of stretching vibrations of NH (amine) at wavenumber 3749.62 cm<sup>-1</sup> which means that chitosan has been attached to the surface of bentonite. XRD results for chitosan-bentonite 1:1 indicates 2θ (theha) of 5.76: 20.05: 21.00. Concentrations of diazinon is absorbed by the chitosan-bentonite 1:1 at the time of 20 minutes is 1.05 x10<sup>-3</sup>mmol / g .

© 2012 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:  
E-mail: ekahartanti@ymail.com, HP:085742120559

## Pendahuluan

Pertanian merupakan salah satu aspek penting yang ada di Indonesia. Sebagai negara yang dikenal dengan keagrarisannya, para petani di Indonesia dituntut untuk lebih inovatif dalam mengolah lahan pertanian. Hal ini dilakukan untuk mengimbangi pertumbuhan penduduk yang menuntut adanya peningkatan hasil produksi pertanian. Upaya peningkatan hasil produksi pertanian tidaklah mudah karena banyak permasalahan yang dihadapi oleh para petani. Salah satu yang menjadi permasalahan tersebut adalah hama pertanian.

Penggunaan pestisida oleh para petani dilakukan sebagai wujud solusi yang sangat membantu dalam mengatasi hama. Semakin meningkatnya penggunaan pestisida yang digunakan oleh para petani, ternyata juga memberi efek buruk terhadap lingkungan dengan adanya pencemaran jika penggunaannya secara berlebihan.

Para ahli lingkungan telah banyak melakukan penelitian sebagai solusi untuk mengurangi pencemaran yang ditimbulkan oleh pestisida. Salah satu cara yang banyak diterapkan untuk mengatasi masalah pencemaran lingkungan perairan adalah melalui proses adsorpsi. Proses adsorpsi dapat menggunakan adsorben seperti karbon aktif, zeolit, kitosan, asam humat, *fly ash* juga bentonit.

Pada umumnya, bentonit dimodifikasi dengan kation organik untuk dapat meningkatkan afinitasnya terhadap senyawa organik seperti pestisida. Kation organik yang digunakan harus memiliki muatan positif. Kation organik tersebut akan menggantikan posisi kation anorganik pada daerah interlayer bentonit sehingga meningkatkan aktifitas terhadap senyawa organik seperti pestisida.

Cruz-Guzman, dkk. (2005) melakukan sintesis bentonit yang dimodifikasi dengan organokation sebagai penyerap pestisida yang kemudian menghasilkan kapasitas adsorpsi yang besar. Penambahan bahan-bahan kation organik seperti surfaktan jenis HDTMA<sup>+</sup> (*amonium hexadecyltrimethyl*) yang dilakukan oleh Hong ping, dkk. (2004) juga diketahui dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dari bentonit. Pada penelitian selanjutnya diketahui bahwa muncul permasalahan baru yang ditimbulkan dari penambahan kation tersebut. Salah satu permasalahan adalah tingginya sifat toksisitas.

Sebagai alternatif, maka digunakanlah kitosan sebagai bahan organik yang tidak *toksik* (beracun).

Modifikasi antara kitosan dengan bentonit telah dilakukan beberapa orang diantaranya adalah (Yan dan Quan, 2008). Kitosan merupakan turunan dari kitin dengan struktur [ $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4)-2-amina -2-deoksi -D-glukosa] merupakan hasil dari deasetilasi dari kitin. Kitosan adalah hasil deasetilasi kitin, merupakan suatu polimer yang bersifat polikationik. Kitosan merupakan turunan N-deasetilasi dari kitin dan biopolimer alami kedua yang paling banyak. Sebagai sebuah adsorben terkenal, kitosan banyak digunakan untuk penyerap logam berat dan juga zat warna karena adanya kelompok amina (-NH<sub>2</sub>) dan gugus hidroksil (-OH) pada rantai polimer kitosan yang dapat menyerap kedua molekul kationik dan anionik.

Kitosan berbasis nanopartikel perak juga telah disintesis oleh (Saifuddin, dkk. 2011) sebagai penyerap polutan pestisida dalam air minum. Namun demikian, kitosan memiliki beberapa keterbatasan, yaitu kelemahan mekanik pada properti, serta berat jenis yang rendah. Hal itu menyebabkan kitosan akan mengembang dan mengapung ketika berada di air. Untuk menangani keterbatasan tersebut maka dilakukan modifikasi dengan bentonit (Sakaew dan Umpuch, 2010).

Kitosan memiliki densitas muatan yang tinggi, satu muatan per unit glukosamin, sehingga muatan positif kitosan dari gugus (-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>) dapat berinteraksi dengan berbagai material bermuatan negatif (Sanford, 1990). Dapat disimpulkan bahwa kitosan tergolong kandidat yang baik sebagai sebuah interkalant untuk modifikasi bentonit (Kabiri, 2007).

Hitzky (2005), dalam penelitiannya mengenai sintesis nanokomposit kitosan-montmorillonit menyebutkan juga bahwa terjadi ikatan hidrogen antara kitosan dengan montmorillonit. Sintesis kitosan-montmorillonit telah berhasil dilakukan oleh Fan, (2006) pada pH optimum sebesar 4.

*Diazinon* mempunyai nama kimia O,O-diethyl-O(2-isopropyl-4-methyl-6-pyrimidinyl)-phosphorithioate dengan rumus empiris C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>PS. *Diazinon* merupakan salah satu jenis pestisida yang banyak digunakan dalam bidang pertanian. Golongan insektisida organofosfat ini, memiliki sifat toksik (racun). *Diazinon* mempunyai sifat pestisida dengan

spektrum yang luas, hasilnya cepat diketahui dan sifat persistensinya rendah. Bila hal ini tidak mendapat perhatian secepatnya maka akan menimbulkan dampak yang semakin buruk dan merusak lingkungan dan kesehatan manusia. Sebagaimana yang telah ditetapkan oleh *Pesticides Database Chemical* (PAN), diazinon yang sering digunakan oleh para petani ini memiliki batas maksimum dalam air minum sebesar 0,0104 ppm.

Berdasarkan latar belakang diatas, maka perlu dilakukan penelitian tentang sintesis kitosan-bentonit. Hasil dari sintesis kitosan-bentonit ini kemudian akan diaplikasikan sebagai penyerap insektisida jenis *diazinon*.

### Metode Penelitian

Alat yang digunakan adalah, oven, pH meter, neraca analitis, desikator, alat-alat gelas kimia standar, thermometer, alat sentrifugasi (*g.p. series centurion*), ayakan 100 mesh, kurs porselin, seperangkat alat spektroskopi FT-IR *Shimadzu 8201 PC* dan difraktometer sinar-X merk *Shimadzu XD-6000 (XRD)*.

Bahan yang digunakan adalah bentonit yang diperoleh dari CV. Indrasari Semarang, Kitosan yang diperoleh dari CV. Dinar bekerjasama dengan IPB, asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) p.a E. Merck, insektisida diazinon (*sidazinon 60 EC*) teknis, aquades, aquademin.

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah rasio massa kitosan-bentonit 1:1, variasi waktu kontak (10, 20, 30, 40, 50 menit), konsentrasi *diazinon* (5, 10, 15, 20, 25 ppm) . dengan analisis menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis Mini 1240 Shimadzu*.

Aktivasi bentonit dilakukan dengan cara merendam 500 gram bentonit berukuran 100 mesh dalam 2 L aquades selama 24 jam, lalu bentonit disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring. Padatan yang diperoleh dimasukan ke dalam 700 mL larutan  $\text{CaCl}_2$  1 M selama 72 jam dan diaduk selama 6 jam sekali. Hasil penjuhan kemudian disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring. Padatan yang diperoleh dicuci dengan aquademin sampai bebas  $\text{Cl}^-$  (diuji dengan larutan  $\text{AgNO}_3$  yang mana tidak lagi timbul endapan putih  $\text{AgCl}$ ) kemudian disaring dengan menggunakan penyaring vakum seperti sebelumnya. Padatan lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  dan padatan kering diperoleh merupakan Ca-Bentonit (Siti N., dkk. 2010). Bentonit dan Ca-Bentonit dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer *FTIR*

dan *XRD*.

Sintesis kitosan-bentonit 1:1 dilakukan dengan cara melarutkan 5 gram kitosan dalam 500 mL asam asetat 2% kemudian dicampurkan dengan 5 gram bentonit. Campuran diaduk konstan selama 2 jam pada suhu  $25^\circ\text{C}$  dengan pH larutan diatur pada pH 4 (ditetesi dengan larutan buffer hingga mencapai pH 4) (Permanasari, dkk. 2009). Larutan didiamkan selama 0,5 jam pada suhu  $25^\circ\text{C}$ . Hasil kitosan bentonit disaring dengan penyaringan vakum dan di cuci dengan aquademin hingga netral (diuji dengan kertas pH). Kitosan-bentonit yang terbentuk dikeringkan pada suhu  $40^\circ\text{C}$  (Yan, 2008). Kitosan-Bentonit kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer *FTIR* dan *XRD*.

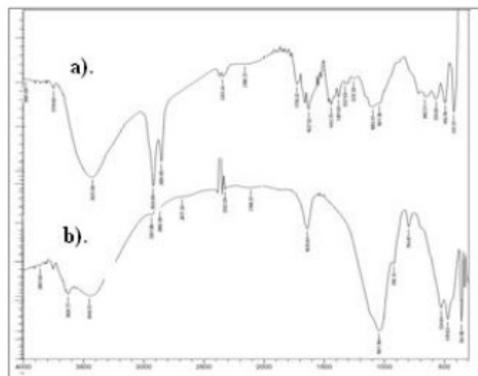
Penentuan waktu kontak larutan *diazinon* yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit dengan rasio massa 1:1 dilakukan dengan cara mencampurkan 0,5 gram kitosan-bentonit ke dalam 10 mL larutan *diazinon* 20 ppm. Campuran dikocok pada rentang waktu yang bervariasi (10, 20, 30, 40, 50 menit) dengan kecepatan pengadukan 160 rpm dan suhu diatur  $25^\circ\text{C}$ . pH campuran diatur dan dijaga supaya tetap asam dengan larutan buffer pH 4. Larutan *disentrifuge* dan supernatannya diukur menggunakan spektrofotometer *UV-Vis Mini 1240 Shimadzu* pada panjang gelombang 247 nm (Permanasari, dkk. 2009 yang dimodifikasi).

Penentuan konsentrasi larutan *diazinon* yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit dengan rasio 1:1 dengan cara menyiapkan 5 buah erlenmeyer, masing-masing diisi dengan 10 mL larutan *diazinon* (5, 10, 15, 20, 25 ppm) sebanyak 0,5 gram kitosan-bentonit. Campuran dikocok pada rentang waktu yang telah didapatkan dengan kecepatan pengadukan 160 rpm dan pH dijaga dengan larutan buffer asetat pada pH 4. Larutan *disentrifuge* dan supernatannya diukur menggunakan spektrofotometer *UV-Vis Mini 1240 Shimadzu* panjang gelombang 247nm (Permanasari, dkk. 2009 yang dimodifikasi).

### Hasil dan Pembahasan

Proses immobilisasi kitosan dengan bentonit melibatkan gugus fungsional utama kitosan yaitu  $-\text{NH}_2$  yang diaktifasi dengan larutan asam akan mengalami protonasi menghasilkan muatan positif menjadi  $-\text{NH}_3^+$  dan gugus fungsional utama bentonit yang diaktifasi dalam asam akan menghasilkan muatan negatif menjadi  $-\text{OH}^-$ . Perbedaan muatan diantara kedua situs aktif tersebut

memungkinkan terjadinya interaksi elektrostatik. Ikatan hidrogen diperkirakan terjadi antara gugus  $\text{-NH}_3^+$  pada kitosan dengan gugus  $\text{-OH}^-$  pada bentonit (Hong ping, dkk. 2004).

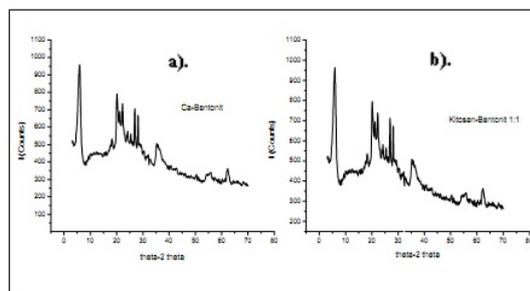


**Gambar 1.** a). Spektra kitosan-bentonit 1:1, b). Spektra Ca-Bentonit

Bilangan gelombang untuk Ca-Bentonit ditunjukkan dengan adanya vibrasi ulur dari O-H pada  $3626,17 \text{ cm}^{-1}$ . Serapan ini menunjukkan ciri khas dari Ca-Bentonit dengan adanya mineral montmorillonit sebagai salah satu penyusun utama bentonit. Gambar 1.a merupakan spektra dari kitosan-bentonit 1:1. Spektra ini menunjukkan bilangan gelombang pada  $3749,62 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur dari N-H. Hal itu dimungkinkan karena adanya gugus aktif dari kitosan yang telah menempel pada permukaan atau masuk ke dalam pori-pori bentonit. Sedangkan bilangan gelombang  $3425,58 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur O-H alifatik. Pada bilangan gelombang  $1627,92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk H-O-H. Sedangkan pada  $1095,57 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C-H. Bilangan gelombang  $1041,56 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur C-O-C. bilangan gelombang  $1442,75 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk C-H dari  $\text{-CH}_2$  vibrasi ulur Si-O ditunjukkan pada bilangan gelombang  $663,51 \text{ cm}^{-1}$ .

Kesamaan bilangan gelombang antara Ca-Bentonit dengan kitosan-bentonit terdapat pada bilangan gelombang  $1041,56 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi Si-O. Pada bilangan gelombang  $1627,92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk H-O-H. Hasil difraktogram XRD untuk Ca-bentonit dan kitosan-bentonit 1:1 dengan puncak-puncak Ca-bentonit muncul pada difraktogram pada  $2\theta = 5,7; 20,2; 22,14$ , sedangkan puncak untuk kitosan-bentonit 1:1 muncul pada  $2\theta =$  sebesar  $5,76; 20,05; 21,00$ . Nilai dua teta yang dimiliki oleh Ca-bentonit dengan kitosan-bentonit 1:1,

hampir memiliki kemiripan pada nilai  $5,7; 5,76$  dan  $20,2; 20,05$ . Perubahan nilai angka  $2\theta$  pada Ca-Bentonit menjadi kitosan-bentonit 1:1 terdapat pada nilai  $22,14$  menjadi  $21,00$ . Gambar 2.a dibawah ini merupakan difraktogram dari kitosan-bentonit 1:1



**Gambar 2.** a). Difraktogram Ca-bentonit, b). Difraktogram kitosan-bentonit 1:1

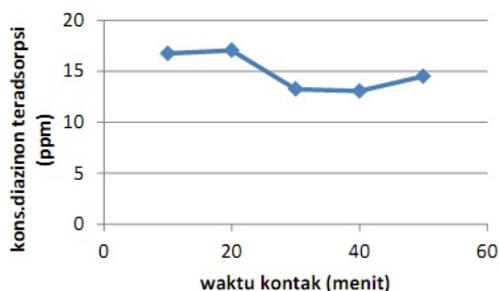
Berubahnya nilai  $2\theta$  dapat diketahui bahwa terjadi perubahan struktur pada sintesis Ca-Bentonit menjadi kitosan-bentonit. Hal tersebut dapat dikarenakan menempelnya kitosan pada permukaan bentonit ataupun sebaliknya walaupun dalam jumlah sedikit. Gambar 3.a dibawah ini merupakan hasil kitosan-bentonit 1:1 yang telah disintesis.



**Gambar 3.** a. Kitosan-bentonit 1:1 dengan kitosan

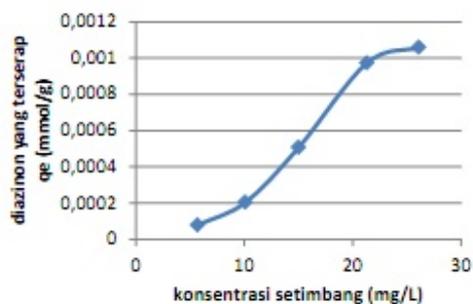
Pengamatan mengenai optimasi waktu mempunyai tujuan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan oleh kitosan-bentonit 1:1, sebagai adsorben dan insektisida diazinon sebagai adsorbat. Hasil pengukuran UV-Vis pada panjang gelombang  $247 \text{ nm}$  menunjukkan waktu absorbansi terjadi pada waktu kontak 20 menit.

Kitosan-bentonit tersebut dapat menyerap diazinon sebesar  $17,02 \text{ ppm}$  pada waktu kontak 20 menit. Dari data tersebut dapat disimpulkan bahwa waktu kontak berpengaruh terhadap daya adsorpsi diazinon oleh kitosan-bentonit 1:1.



**Gambar 3. b.** Kurva *diazinon* teradsorpsi kitosan-bentonit 1:1

Setelah mendapatkan waktu kontak dari adsorpsi kitosan-bentonit terhadap *diazinon*, kemudian dilakukan pengukuran konsentrasi *diazinon* yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit pada panjang gelombang 247 nm.



**Gambar 4.** Kurva *diazinon* teradsorpsi kitosan-bentonit 1:1

Berdasarkan hasil penyerapan *diazinon* oleh kitosan-bentonit 1:1 pada waktu kontak 20 menit, dapat dilihat bahwa *diazinon* yang terserap pada waktu kontak tersebut sebesar 16,1 ppm dari konsentrasi awal sebesar 26,1 ppm.

Hasil gambar tersebut dapat dilihat adanya peningkatan adsorpsi kitosan-bentonit 1:1. Adsorpsi dari kitosan-bentonit 1:1 terjadi pada konsentrasi 25 ppm dengan waktu kontak 20 menit dengan penyerapan sebesar  $1,05 \times 10^{-3}$  mmol/g. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa kitosan-bentonit 1:1 efektif untuk menyerap *diazinon* dalam konsentrasi rendah yaitu kurang dari 20 mg/L.

### Simpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan diperoleh kesimpulan bahwa pada sintesis kitosan-bentonit 1:1 menunjukkan adanya vibrasi ulur dari N-H (amina) pada bilangan gelombang  $3749,62 \text{ cm}^{-1}$  yang berarti kitosan telah menempel pada permukaan bentonit dengan konsentrasi *diazinon* yang terserap oleh kitosan-bentonit 1:1, pada waktu 20 menit adalah  $1,05 \times 10^{-3}$  mmol/g.

### Daftar Pustaka

- Cruz-Guzman, Marta., R. Celis, M.C. Hermosín, and J. Cornejo.(2004). "Adsorption of the Herbicide Simazine by Montmorillonite Modified with Natural Organic Cations". *Environmental science technology*. Vol 38, No. 1. pages 180-186.
- Hongping, He., Frost L. Ray., ZhuJianxi. 2004. Infraredstudy of HDTMA+ intercalated montmorillonite. *Journal of Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. Guangzhou Institute of Geochemistry. China. Vol. 60, issue 12:316-323.
- Kabiri, Koursh., Hamid Mirzadeh, Mohammad J. Zohuriaan-Mehr. 2007. Highly Rapid Preparation of Bio-Modified Nanoclay with Chitosan. *Irian polymer Journal*. Iran. 16 (3), 2007, 147-151.
- Permanasari, Ana. Wiwi Siswaningsih., Irnawati Wulandari. 2009. Uji kinerja adsorben kitosan-bentonit terhadap logam berat dan diazinon secara simultan. *Kimia FMIPA. Universitas Pendidikan Indonesia. Jurnal sains dan teknologi kimia*. Volume 1. No. 2. ISSN: 2087-7412. Halaman 121-134.
- Saifuddin, N., C.Y. Nian, L.W. Zhan and K.X. Ning, 2011. Chitosan-silver Nanoparticles Composite as Point-of-use Drinking Water Filtration System for Household to Remove Pesticides in Water. *Asian Journal of Biochemistry*. 6: 142-159.
- Sakaew S., C. dan Umpuch. 2010. Removal of Azo Dyes from Aqueous Solution by using Chitosan-coated-Montmorilloniteclay. *Journal of Environmental and HazardousWaste*. Thailand. Paper Code: es013
- Sandford PA, 1990. High Purity Chitosan and Alginate: Preparation, Analysis and Applications, *Proceeding of a conference on Frontiers in Carbohydrate Research, Purdue University, Indiana USA*. Volume 6. Nomor. 2. ISSN 1715-9997.
- Siti N, Nessha., Zackiyah, Wiwi Siswaningsih. 2010. Kajian kinetika interaksi kitosan-bentonit dan adsorpsi diazinon terhadap kitosan-bentonit. *Jurnal sains dan teknologi kimia*. Universitas Pendidikan Indonesia. Volume 1. Nomor. 2. ISSN: 2087-7412. Halaman 159-169.
- Yan, Jinlong., Guixiang Quan. 2008. Equilibrium and kinetic studies of phenol sorption by chitosan coated montmorillonite. *J. Chil. Chem. School of chemical and biological Enggining, yancheng institute of technology*. Yancheng. Volume 54, Nomor 1.
- Hitzky, Eduardo Ruiz., margarita Darder., Pilar aranda. 2005. Functional hybrid organic-inorganic nanostructured. *Journal of polymer & biopolymer nanocomposites Bio-Nanohybrid materials*. Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, CSIC Spain

Chem. Soc. Rev., 2011, 40, 801–828.

- Fan, Dahe., Xuemei Zhu, Maorong Xu and Jinlong Yan. 2006. Adsorption properties of chromium (VI) by Chitosan Coated Montmorillonite. School of chemical and Biological Engineering, Yancheng institute of technology China. *Journal of Biological Sciences*, 6(5): 941-945.