



Sintesis Kitosan-Silika *Bead* sebagai Pengadsorpsi Ion Logam Pb(II) pada Limbah Cair Batik

Endang Susilowati[✉], F. Widhi Mahatmanti, dan Sri Haryani

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima Mei 2018

Disetujui Juni 2018

Dipublikasikan Agustus
2018

Keywords:

kitosan-silika bead
adsorpsi
ion logam Pb(II)
limbah cair batik

Abstrak

Salah satu kandungan di dalam limbah industri batik yang berpotensi menimbulkan pencemaran air adalah ion logam Pb(II). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kemampuan adsorpsi ion logam Pb(II) dalam limbah cair batik menggunakan kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead*. Hasil FT-IR Kitosan-Silika *Bead* menunjukkan adanya gugus fungsi $-NH_2$, OH, Si-O-Si, Si-OH, dan Si-O-C. Hasil FT-IR Kitosan *Bead* menunjukkan adanya gugus $-NH_2$, -OH, C-H, dan C-O pada CH-OH. Hasil FT-IR Silika *Bead* menunjukkan adanya gugus OH, Si-O-Si, Si-O-C, dan Si-OH. Hasil XRD menunjukkan Kitosan-silika *Bead*, Kitosan *Bead*, dan Silika *Bead* bersifat amorf. Metode yang digunakan dalam interaksi adsorben dengan larutan yaitu metode *batch*. Kitosan-silika *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah cair batik sebesar 100% dengan daya adsorpsi 1,9072 mg/g. Kitosan *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 100% dengan daya adsorpsi 1,9072 mg/g. Silika *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 47,51% dengan kapasitas adsorpsi 0,9062 mg/g.

Abstract

One of the content in batik industrial wastes that potentially cause water contamination is Pb(II) metal ion. The purpose of this research was to know the adsorption ability of Pb(II) metal ion in batik liquid waste using chitosan-silica bead, chitosan bead, and silica bead. The results of FT-IR of Chitosan-Silica Bead show the presence of functional groups $-NH_2$, OH, Si-O-Si, Si-OH, and Si-O-C. The Chitosan Bead FT-IR results show the presence of the $-NH_2$, -OH, C-H, and C-O groups in CH-OH. The Silica Bead FT-IR results show the presence of OH, Si-O-Si, Si-O-C, and Si-OH. XRD results show Chitosan-silica Bead, Chitosan Bead, and Silica Bead are amorphous. The method used in the interaction of adsorbent with solution is batch method. Chitosan-silica Bead can adsorb Pb(II) metal ions in batik liquid waste by 100% with adsorption capacity 1.9072 mg/g. Chitosan Bead can adsorb 100% Pb(II) metal ions with adsorption capacity 1.9072 mg/g. Silica Bead can adsorption Pb(II) metal ion to 47.51% with adsorption capacity 0.9062 mg/g.

© 2018 Universitas Negeri Semarang

[✉]Alamat korespondensi:

Gedung D6 Lantai 2 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229

E-mail: gnadnesusil@gmail.com

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Kandungan di dalam limbah industri batik yang berpotensi menimbulkan pencemaran air adalah kandungan logam berat Pb. Hasil penelitian Agustina (2011) menunjukkan bahwa limbah cair industri batik dilaporkan mengandung logam berat Pb mencapai 0,2349 mg/L. Hasil penelitian pendahuluan menunjukkan bahwa limbah cair batik di Desa Waru Kecamatan Wiradesa Kabupaten Pekalongan mengandung logam Pb sebesar 7,629 ppm. Sumber logam berat timbal (Pb) yang bersifat toksis dapat berasal dari zat pewarna maupun zat mordant yaitu merupakan zat pengikat zat warna meliputi $PbCrO_4$ (Suharty, 1999). Masalah kesehatan yang paling penting karena keracunan timbal dapat menyebabkan kerusakan pada sistem saraf, sistem reproduksi, hati dan otak. Sehingga hasil proses pengolahan limbah cair industri harus ramah lingkungan.

Limbah batik adalah limbah atau hasil buangan yang dihasilkan dari proses pembuatan batik. Beberapa kandungan di dalam limbah industri batik yang berpotensi menimbulkan pencemaran air adalah kandungan bahan organik, padatan tersuspensi, minyak atau lemak yang tinggi dan adanya kandungan logam berat yang berbahaya yaitu Zn, Cd, Cu, Cr dan Pb. Berdasarkan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia No. 5 tahun 2014 tentang baku mutu air limbah bahwa kandungan maksimum ion logam Pb(II) pada limbah cair batik adalah 0,1 ppm.

Kitosan [poli ((b-1-4) 2-amino-2-deoksi-D-glukosa)] adalah bentuk deasetilasi kitin yang mengandung lebih dari 5000 unit glukosamin dan merupakan biopolimer terpenting kedua di dunia setelah selulosa. Menurut Noralia dan Maharani (2013), gugus amina dan hidroksil pada kitosan mempunyai kemampuan berikatan kovalen koordinasi dengan ion-ion logam dan bersifat sebagai bahan pengkhelet. Kitosan dapat mengadsorpsi logam berat pencemar seperti timbal (Pb) karena adanya gugus amina dan hidroksil yang bersifat basa lewis (donor pasangan elektron). Kitosan akan mempertukarkan proton yang dimiliki logam pencemar dengan elektron yang dimiliki oleh nitrogen (N). Kitosan mempunyai gugus $-NH_2$ yang mempunyai sepasang elektron bebas yang reaktif terhadap senyawa lain sehingga menjadikan kitosan mudah untuk dimodifikasi (Dinata *et al.*, 2013). Salah satu bentuk modifikasi dari kitosan adalah merubah kitosan menjadi bentuk *bead* agar susunan struktur dari kitosan lebih tertata.

Silika merupakan salah satu adsorben yang paling sering digunakan dalam proses adsorpsi. Hal ini disebabkan oleh mudahnya silika diproduksi dan sifat permukaan (struktur geometri pori dan sifat kimia pada permukaan) yang dapat dengan mudah dimodifikasi (Fahmiati *et al.*, 2006). Oleh karena itu pada penelitian ini akan dibuat Kitosan-silika *bead*. Silika meningkatkan porositas kitosan, sehingga dengan adanya penggunaan kitosan-silika sebagai adsorben, diharapkan akan memperoleh hasil adsorpsi Pb yang lebih baik. Silika dapat diperoleh dari beberapa sumber, salah satunya dapat melalui prekursor. Pada penelitian ini menggunakan *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS) sebagai prekursor. TEOS berguna untuk memberikan ion-ion radikal silika saat proses hidrolisis. Kitosan-silika *bead* ini yang akan digunakan sebagai adsorben ion logam berat Pb(II) pada limbah cair batik.

Beberapa penelitian yang pernah dilakukan dalam pemanfaatan kitosan sebagai adsorben antara lain penelitian oleh Yuniarti dan Maharani (2012), membran Kitosan-Silika digunakan untuk menurunkan kadar ion logam Pb dalam larutan dengan koefisien rejeksi sebesar 26,84%. Pada hasil penelitian yang dilakukan oleh Budnyak *et al.* (2014), kitosan-silika dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 67%. Menurut Sabourian *et al.* (2016), kitosan-silika *nanofibrous* mempunyai kapasitas adsorpsi maksimum logam Pb(II) sebesar 575,5 mg/g. Pada penelitian Ardana *et al.* (2014), Silika-Kitosan *bead* untuk menurunkan kadar Ni(II) dan Cd(II) dalam larutan dengan hasil kapasitas adsorpsi untuk logam Cd(II) sebesar $7,317 \times 10^{-5}$ mol/g pada adsorben dengan komposisi silika kitosan 1:2 dan logam Ni(II) sebesar $7,614 \times 10^{-5}$ mol/g pada adsorben komposisi silika-kitosan 1:2. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis komposit Kitosan-Silika *bead* yang digunakan sebagai adsorben ion logam Pb(II) dalam larutan dan selanjutnya diaplikasikan sebagai adsorben ion logam Pb(II) dalam limbah cair batik.

Metode

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pH meter, oven, neraca analitik, shaker, Instrumen *Frontier FT-IR Perkin Elmer Spectrum 100*, XRD *Bruker 6000*, AAS *Aanalyt 400*. Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain, yaitu: serbuk kitosan, *Tetraetil ortosilikat* (TEOS), Etanol, CH_3COOH , NaOH, HCl dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, kertas saring, dan aquades.

Pembuatan larutan kitosan menggunakan metode Budnyak *et al.* (2015). Setengah g kitosan dilarutkan kedalam 100 mL larutan CH_3COOH 2% (v/v). Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen. Pembuatan sol silika menggunakan metode Budnyak *et al.* (2015). Sebanyak 30 mL etanol ditambahkan 1 mL aquades dan 0,5 mL HCl pekat. Campuran tersebut ditambahkan kedalam 46,5 mL *Tetraetil ortosilikat* (TEOS). Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit.

Sol silika diteteskan secara perlahan kedalam 100 mL larutan kitosan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen. Selanjutnya campuran tersebut diteteskan ke dalam 500 mL NaOH 0,5 M dengan menggunakan pipet tetes dan diaduk selama 24 jam (Wan Ngah & Fatinathan, 2009). Larutan Kitosan-Silika *bead* yang terbentuk didiamkan selama 30 menit kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai netral. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 60°C dan dihaluskan menjadi 100 *mesh* (Roosen *et al.*, 2014). Kitosan-Silika *bead* yang terbentuk dikarakterisasi dengan FT-IR dan XRD.

Pembuatan larutan kitosan menggunakan metode Budnyak *et al.* (2015). Larutan kitosan diteteskan ke dalam NaOH 0,5 M dengan menggunakan pipet tetes dan diaduk selama 24 jam (Wan Ngah & Fatinathan, 2009). Larutan Kitosan *bead* yang terbentuk didiamkan selama 30 menit kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai netral. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 60°C (Roosen *et al.*, 2014). Kitosan *bead* yang terbentuk dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 *mesh*. Kitosan *bead* dikarakterisasi dengan FT-IR dan XRD. Pembuatan sol silika menggunakan metode Budnyak, *et al.* (2015). Sol silika dimasukan kedalam petridish dan didiamkan. Silika *bead* yang terbentuk dicuci menggunakan aquades sampai netral. Selanjutnya dikeringkan dan dihaluskan hingga berukuran 100 *mesh*. Silika *bead* diayak dengan menggunakan ayakan 100 *mesh*. Silika *bead* dikarakterisasi dengan FT-IR dan XRD.

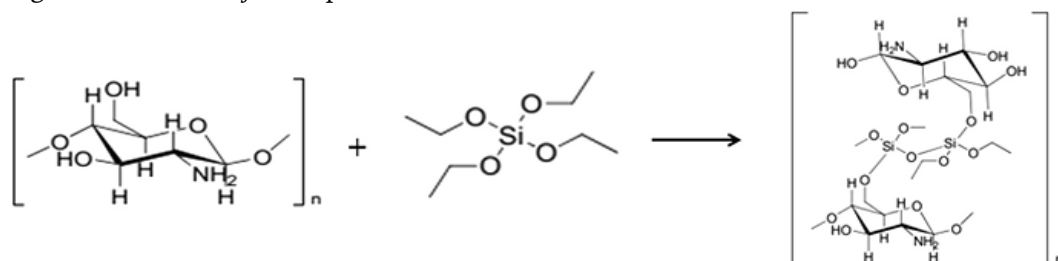
Limbah cair batik yang diambil dari kecamatan Wiradesa kabupaten Pekalongan diukur absorbansinya menggunakan AAS. Selanjutnya sebanyak 0,1 g kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead* diinteraksikan dengan 25 mL limbah cair batik pada pH 4 dan waktu kontak kitosan-silika *bead* dan kitosan *bead* selama 60 menit dan silika *bead* selama 90 menit sambil diaduk. Setelah itu disaring dan filtrat yang diperoleh diukur adsorbansinya menggunakan AAS (Hastuti *et al.*, 2011).

Hasil dan Pembahasan

Sintesis Kitosan-silika *bead* dilakukan dengan mencampurkan larutan kitosan 0,5 % dan sol silika. Pembuatan larutan kitosan dibuat dengan melarutkan kitosan dengan asam asetat 2%. Pelarutan kitosan menggunakan larutan asam asetat 2% (v/v) karena kelarutan kitosan paling baik dalam asam asetat 2%. Kitosan sangat larut dalam keadaan asam, hal ini disebabkan karena gugus karboksil dari asam asetat mempermudah pelarutan kitosan dalam air karena terjadi interaksi hidrogen antara gugus karboksil dari asam asetat dengan gugus amina kitosan. Kitosan dilarutkan kedalam asam asetat terjadi reaksi protonasi yang menghasilkan garam amina pada gugus kitosan yaitu:



Penambahan silika pada sintesis kitosan-silika *bead* bersumber dari TEOS yang berfungsi sebagai prekursor. Penambahan silika ke dalam larutan kitosan bertujuan sebagai porogen atau untuk membentuk pori pada kitosan sehingga luas permukaan kitosan akan semakin besar dan daya adsorpsi kitosan dapat semakin baik (Berghuis, 2008). Menurut Indrawati & Cahyaningrum (2013) penambahan silika mampu meningkatkan ukuran pori kitosan-silika *bead* sehingga dapat lebih mengadsorpsi ion logam Pb(II). Silika ditambahkan kedalam kitosan karena silika memiliki gugus aktif Si-OH (Silanol) dan Si-O-Si (Siloksan) (Buhani, 2009). Silika juga memiliki sifat tahan terhadap asam, sehingga penambahan silika kedalam kitosan-silika *bead* akan menambah ketahanan kitosan dalam asam (Amaria, 2007). Silika akan membentuk pori dengan ikatan silika-oksigen antar molekul sehingga membentuk rantai panjang SiO₂ dan ikatan antara silika dengan oksigen pada gugus -OH (membentuk ikatan Si-O-C) (Smitha dalam Heryanto, 2012). Penambahan silika pada kitosan-silika *bead* dapat mempertahankan bentuk fisik sehingga kitosan-silika *bead* yang dihasilkan lebih stabil dan teratur (Gandhi & Meenakshi, 2011). Reaksi antara larutan kitosan dengan sol silika ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema sintesis kitosan-silika *bead* (Budnyak *et al.*, 2015)

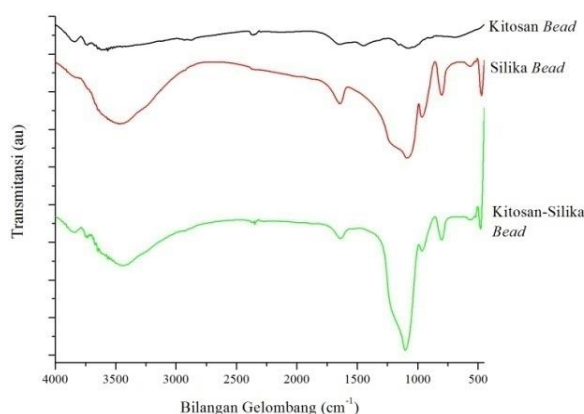
Proses pembuatan *bead* pada kitosan-silika *bead* bertujuan agar terjadi re-polimerisasi kitosan. Polimer kitosan lebih tertata sehingga strukturnya lebih teratur dan apabila diaplikasikan sebagai adsorben akan menghasilkan interaksi yang lebih efektif dibanding kitosan (Cahyaningrum *et al.*, 2011). *Bead* dibuat dalam larutan NaOH dengan menggunakan pipet tetes. Larutan NaOH berfungsi untuk mengeraskan gel yang sudah terbentuk sehingga terjadi repolimerisasi kitosan serta untuk menetralkan kitosan-silika *bead*.

Sintesis adsorben kitosan *bead* dan silika *bead* dilakukan sebagai adsorben pembanding kitosan-silika *bead* dalam adsorpsi ion logam Pb(II). Hasil sintesis kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead* diperoleh karakteristik seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead*

Adsorben	Warna	Ukuran
Kitosan-silika <i>bead</i>	Putih	Lolos ayakan ukuran 100 <i>mesh</i>
Kitosan <i>bead</i>	Coklat muda	Lolos ayakan ukuran 100 <i>mesh</i>
Silika <i>bead</i>	Putih	Lolos ayakan ukuran 100 <i>mesh</i>

Gugus fungsional pada kitosan-silika *bead* dengan menggunakan FT-IR. Setiap ikatan mempunyai frekuensi vibrasi yang khas sehingga absorpsi infra merah dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus yang ada dalam suatu senyawa. Spektrum hasil FT-IR pada sumbu x merupakan bilangan gelombang dan sumbu y merupakan transmittansi (au). Spektrum FT-IR kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum infra merah kitosan-silika *bead*, silika *bead*, dan kitosan *bead*

Berdasarkan Gambar 2 kitosan-silika *bead*, silika *bead*, dan kitosan *bead* diperoleh serapan gugus-gugus fungsi yang disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil FT-IR kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead*

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		
	Kitosan-silika <i>bead</i>	Kitosan <i>bead</i>	Silika <i>bead</i>
OH	3444,36	3526,36	3467,83
NH	3649,97	3567,94	-
NH ₂	1639,09	1647,59	-
Si-O pada Si-O-Si	1102,86	-	1087,7
Si-O pada Si-OH	963,54	-	963,99
Si-O pada Si-O-Si	800,09	-	800,11
Si-O pada Si-O-C	568,18	-	567,05
Si-O-Si	478,95	-	470,95
C-H alifatik	-	2875,19	-
C-H pada CH ₃	-	1448,92	-
C-O pada CH-OH	-	1071,97	-

Hasil FT-IR kitosan-silika *Bead* (KSB) menunjukkan adanya gugus fungsi -NH_2 , OH, Si-O-Si, Si-OH, dan Si-O-C. Serapan dengan pita lebar pada daerah $3000\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang khas untuk vibrasi ulur gugus -OH (gugus hidroksil). Gugus hidroksil pada kitosan-silika *bead* ini berasal dari ikatan gugus Si-OH atau gugus silanol, meskipun sumbangan gugus OH dari air juga tidak dapat diabaikan (Daifullah *et al.*, 2003). Pita serapan $3649,97\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan -NH. Hal ini diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang $1639,09\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus amina (NH_2) pada kitosan-silika *bead*. Gugus amina pada kitosan-silika *bead* ini berasal dari kitosan.

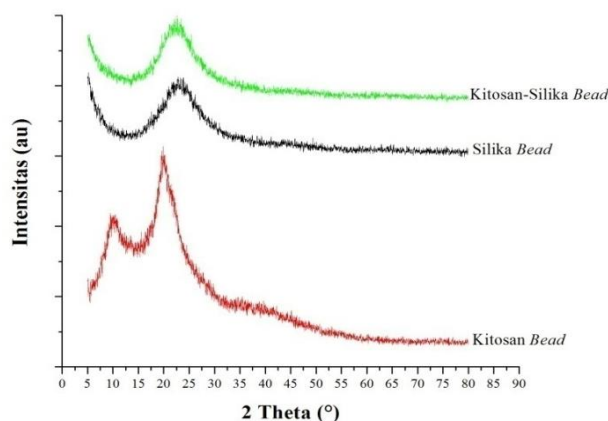
Serapan pada bilangan gelombang $1102,86\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri Si-O pada siloksan Si-O-Si. Serapan pada panjang gelombang $963,54\text{ cm}^{-1}$ yaitu pita serapan vibrasi ulur Si-O pada Si-OH. Vibrasi ulur simetri Si-O dari gugus Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang $800,09\text{ cm}^{-1}$. Gugus Si-O-Si dan Si-OH yang terdapat pada kitosan-silika *bead* berasal dari silika. Gugus Si-O-Si dan Si-OH merupakan gugus aktif silika yang membentuk pori dengan ikatan silika-oksigen antar molekul sehingga membentuk rantai panjang Si-O₂ dan ikatan antara silika dengan oksigen pada gugus -OH.

Gugus fungsi seperti Si-OH menunjukkan adanya ikatan hidrogen gugus silanol dari silika dengan gugus amida ataupun gugus oksi dalam kitosan. Interaksi silika dan kitosan dapat dilihat dari menurunnya intensitas uluran N-H di daerah $3649,97\text{ cm}^{-1}$ pada kitosan-silika *bead* yang bertumpang tindih dengan serapan OH. Hal ini dikarenakan gugus N-H berinteraksi dengan silika yang ditambahkan. Interaksi antara silika dan kitosan ini menyebabkan adanya pembukaan rongga atau celah sehingga menjadikan hasil sintesis tersebut memiliki pori. Pori yang terbentuk dalam kitosan-silika *bead* ini dapat dimanfaatkan sebagai media untuk memisahkan antara dua atau lebih molekul yang bercampur (Lalchhingpui *et al.*, 2017).

Berdasarkan Gambar 2 spektrum kitosan *bead* (KB) di atas menunjukkan adanya uluran -NH di daerah bilangan gelombang $3567,94\text{ cm}^{-1}$. Hal ini dibuktikan pada bilangan gelombang $1647,59\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus -NH_2 yang merupakan situs aktif kitosan *bead*. Gugus amina (NH_2) yang berfungsi untuk membantu kitosan untuk mengadsorpsi logam-logam berat (Rifai, 2010). Puncak melebar pada bilangan gelombang $3526,36\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur OH dari ikatan gugus hidroksil dengan atom karbon. Hasil FT-IR Kitosan *Bead* menunjukkan adanya gugus -NH_2 , -OH, C-H, dan C-O pada CH-OH.

Berdasarkan Tabel 2 gugus fungsi yang terdapat pada silika *bead* (SB) yaitu OH, Si-OH, Si-O-Si, dan Si-O-C. Gugus hidroksil pada silika *bead* ini berasal dari ikatan gugus Si-OH atau gugus silanol. Berdasarkan spektrum silika *bead*, pada bilangan gelombang $1087,7\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya pita serapan vibrasi ulur asimetri Si-O-Si (gugus siloksan). Serapan pada panjang gelombang $963,99\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan pita serapan vibrasi ulur Si-O pada Si-OH. Serapan pada bilangan gelombang $800,11\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur simetri Si-O dari gugus Si-O-Si. Gugus Si-O dan Si-O-Si silika *bead* merupakan gugus aktif yang dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II).

Analisis menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristalin Kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, silika *bead*. Hasil data XRD yang diperoleh berupa intensitas dan besar sudut (2θ) yang kemudian dibandingkan dengan data pola difraksi sinar-X JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) atau hasil penelitian lain yang telah dilakukan sehingga senyawa yang terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi. Hasil data XRD kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, silika *bead* disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram sinar x kitosan-silika *bead*, silika *bead*, dan kitosan *bead*

Berdasarkan Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sinar X dari Kitosan-silika *bead*. Pola difraksi kitosan-silika *bead* terdapat puncak melebar pada kisaran $2\theta = 13-33$. Pola difraksi kitosan-silika *bead* hasil sintesis menunjukkan puncak melebar dengan pusat puncak $2\theta = 23,15$. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa Kitosan-silika *bead* mempunyai puncak melebar menunjukkan dalam keadaan amorf atau polikristalin. Puncak melebar ini merupakan puncak gabungan dari silika dan kitosan yang ada pada kitosan-silika *bead*.

Berdasarkan Gambar 3 menunjukkan difraktogram kitosan *bead* terdapat 2 puncak yang kuat. Kitosan memiliki dua puncak yang kuat pada $2\theta = 10$ dan 20 (Xu *et al.*, 2016). Berdasarkan difraktogram di atas, puncak kitosan *bead* yang diperoleh berada pada $2\theta = 10,19$ dan $20,25$. Pola difraksi kitosan *bead* menunjukkan pola difraktogram yang melebar dengan pusat puncak $2\theta = 10,19$ dan $20,25$. Bentuk puncak yang melebar dengan pusat puncak sekitar $2\theta = 10$ dan 20 , menunjukkan bahwa kitosan *bead* yang terbentuk memiliki fasa *amorf*.

Berdasarkan Gambar 3 pola difraksi untuk silika *bead* menunjukkan puncak yang melebar dengan puncak $2\theta = 22,81$. Menurut Kalaphaty *et al.*, (2000) silika dengan bentuk puncak melebar disekitar $2\theta = 20-22$ menunjukkan bahwa silika bersifat *amorf* atau kristalin yang rendah. Hal tersebut ditunjukkan dengan bentuk puncak yang tidak tajam dengan intensitas yang relatif rendah (intensitas <100). Puncak silika yang muncul pada $2\theta = 20-27^\circ$ menunjukkan pola difraksi dengan fasa *amorf* terhidrat (Tse *et al.* dalam Hanafi, 2010). Penyusunan atom silika *amorf* terjadi secara acak atau dengan derajat keteraturan yang rendah (Handayani, 2009). Silika dalam bentuk *amorf* adalah yang paling reaktif dan cocok diaplikasikan sebagai adsorben. Silika berstruktur *amorf* dengan kemurnian yang tinggi, ukuran partikel yang kecil, serta permukaan yang luas akan cocok digunakan sebagai adsorben (Chandrasekhar *et al.*, 2003). Puncak tajam silika *bead* pada $2\theta = 22,81$ dan dibandingkan dengan JCPDS nomor 39-1425 menunjukkan puncak yang hampir sama. Berdasarkan data JCPDS silika terdapat puncak tajam pada $2\theta = 22,003$. Hasil perbandingan menggunakan data JCPDS memberikan hasil yang sesuai dengan data JCPDS nomor 39-1425.

Limbah cair yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair batik yang diambil dari *home* industri batik di desa Waru, kecamatan Wiradesa, kabupaten Pekalongan. Limbah yang digunakan merupakan limbah yang diambil langsung pada penampungan awal sebelum limbah dibuang kedalam sungai kecil. Limbah batik di daerah kabupaten dan kota Pekalongan masih banyak yang dibuang langsung ke lingkungan tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu. Menurut Hastuti *et al.* (2011) pencemaran oleh bahan-bahan industri yang mengandung bahan berbahaya misalnya timbal (Pb) cenderung meningkatkan keracunan dan gangguan kesehatan masyarakat. Sumber logam berat timbal (Pb) pada limbah cair batik berasal dari zat pewarna maupun zat mordan yaitu merupakan zat pengikat zat warna meliputi $PbCrO_4$ (Suharty, 1999).

Logam berat timbal (Pb) merupakan salah satu pencemar lingkungan yang dihasilkan dari kegiatan industri batik. Timbal masuk ke dalam tubuh manusia melalui saluran pernapasan, pencernaan, dan permukaan kulit. Menurut Xu *et al.* (2016) pada limbah industri, Timbal (Pb) merupakan ion logam beracun yang paling umum. Plumbum mempunyai efek kronis dan akut pada manusia. Keracunan timbal dapat menyebabkan anemia, sakit kepala, menggigil, diare dan pengurangan pembentukan hemoglobin. Masalah kesehatan yang paling penting karena keracunan timbal dapat menyebabkan kerusakan pada sistem saraf, sistem reproduksi, hati dan otak. Penyakit-penyakit yang timbul sebagai akibat dari keracunan timbal adalah epilepsi, halusinasi, kerusakan pada otak besar dan delirium. Timbal juga dapat menyebabkan kelainan pada fungsi tiroid dengan mencegah masuknya iodine (Lalchhingpui *et al.*, 2017).

Adsorpsi dilakukan dengan menggunakan adsorben kitosan-silika *bead*. Adsorpsi juga menggunakan adsorben silika *bead* dan kitosan *bead* sebagai pembanding. Data yang diperoleh pada adsorpsi limbah cair batik ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil adsorpsi ion logam pb(ii) pada limbah cair batik dengan kitosan-silika *bead*, kitosan *bead*, dan silika *bead*

Adsorben	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi akhir (ppm)	% Adsorpsi	Q (mg/g)
Kitosan-silika <i>bead</i>	7,629	0	100	1,9072
Kitosan <i>bead</i>	7,629	0	100	1,9072
Silika <i>bead</i>	7,629	4,004	47,51	0,9062

Berdasarkan Tabel 3 limbah cair batik mengandung logam Pb sebesar 7,629 ppm. Adsorpsi dengan menggunakan adsorben kitosan-silika *bead* mampu menjerap semua ion logam Pb(II) pada limbah cair batik sehingga diperoleh adsorpsi sebesar 1,9072 mg/g atau $9,2048 \times 10^{-6}$ mol/g. Hal ini juga terjadi pada adsorpsi dengan menggunakan adsorben kitosan *bead*. Adsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah cair batik sebesar 1,9072 mg/g atau $9,2048 \times 10^{-6}$ mol/g. Kitosan-silika *bead* dan kitosan *bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 100%. Ion logam Pb(II) dalam limbah cair batik diikat oleh gugus aktif NH_2 pada kitosan *bead*, sedangkan pada kitosan-silika *bead* selain adanya gugus aktif NH_2 juga terdapat pori-pori yang dapat menjerap ion logam Pb(II) dalam limbah cair batik. Adsorpsi menggunakan silika *bead* tidak mampu menjerap semua ion logam Pb(II) pada limbah cair batik. Pori-pori pada silika *bead* tidak dapat menjerap semua ion logam Pb(II) karena adanya zat-zat lain dalam limbah cair batik yang masuk dalam pori-pori silika *bead* dan mengganggu proses adsorpsi. Silika *bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 47,51%. Adsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah cair batik menggunakan silika *bead* sebesar 0,9062 mg/g atau $4,3737 \times 10^{-6}$ mol/g. Berdasarkan peraturan menteri lingkungan hidup RI No 5 tahun 2014 tentang baku mutu air limbah, kadar maksimum kandungan timbal (Pb) pada air limbah sebanyak 0,1 ppm. Kandungan timbal (Pb) pada limbah cair batik habis terjerap oleh gugus aktif $-\text{NH}_2$ (amina) pada Kitosan-silika *bead* dan kitosan *bead*, sehingga limbah cair batik sudah memenuhi kadar maksimum yang diperbolehkan dan aman untuk dibuang ke lingkungan. Adsorpsi kandungan timbal (Pb) pada limbah cair batik menggunakan adsorben silika *bead* tersisa sebanyak 4,004 ppm sehingga belum sesuai dengan kadar maksimum logam timbal pada baku mutu air limbah yaitu sebesar 0,1 ppm maka limbah batik tersebut tidak diperbolehkan untuk dibuang ke lingkungan. Adsorben Kitosan-silika *bead* dan kitosan *bead* lebih efektif untuk mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah cair batik dari pada adsorben silika *bead*.

Beberapa penelitian yang pernah dilakukan dalam pemanfaatan kitosan sebagai adsorben antara lain penelitian oleh Yuniarti dan Maharani (2012), membran Kitosan-Silika digunakan untuk menurunkan kadar ion logam Pb dalam larutan dengan koefisien rejeksi sebesar 26,84%. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Budnyak, *et al.* (2014) Kitosan-Silika dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 67%. Berdasarkan hasil penelitian Mulyasuryani *et al.* (2013) menunjukkan bahwa kitosan-silika dari abu sekam padi mempunyai daya adsorpsi ion Pb(II) sebesar 11,8 mg/g. Menurut penelitian Cahyaningrum & Kartika (2014), kapasitas adsorpsi maksimum kitosan-silika untuk mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah sebesar $42,51 \cdot 10^{-4}$ mol/g.

Simpulan

Hasil FT-IR kitosan-silika *Bead* menunjukkan adanya gugus fungsi $-\text{NH}_2$, OH, Si-O-Si, Si-OH, dan Si-O-C. Hasil FT-IR Kitosan *Bead* menunjukkan adanya gugus $-\text{NH}_2$, $-\text{OH}$, C-H, dan C-O pada CH-OH. Hasil FT-IR Silika *Bead* menunjukkan adanya gugus OH, Si-O-Si, Si-O-C, dan Si-OH. Hasil XRD menunjukkan Kitosan-silika *Bead*, Kitosan *Bead*, dan Silika *Bead* bersifat amorf. Kitosan-silika *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) pada limbah cair batik sebesar 100% dengan daya adsorpsi 1,9072 mg/g. Kitosan *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 100% dengan daya adsorpsi 1,9072 mg/g. Silika *Bead* dapat mengadsorpsi ion logam Pb(II) sebesar 47,51% dengan kapasitas adsorpsi 0,9062 mg/g.

Daftar Pustaka

- Agustina, T., E. Nurisman, Prasetyowati, & N. Haryani. 2011. Pengolahan Air Limbah Pewarna Sintesis dengan Menggunakan Reagen Fenton. *Prosiding Seminar Nasional AvoER ke-3*. Palembang
- Amaria. 2007. Adsorpsi Seng(II) Menggunakan Biomassa *Saccharomyces cerevisiae* yang Diimobilisasi pada Silika Secara Sol Gel. *Akta Kimindo*, 2(2): 63-74
- Ardana, S.K., E.B. Susantyo, & F.W. Mahatmanti. 2014. Sintesis Silika Kitosan *Bead* untuk Menurunkan Kadar Ion Cd (II) dan Ni (II) dalam Larutan. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 3(3): 194-197
- Berghuis, N.T. 2008. *Sintesis Membrane Chitosan-Tetraortosilikat (TEOS) sebagai Membrane Fuel Cell pada Such Tinggi*. Bandung: ITB
- Budnyak, T.M., L.V. Pylypchuk, V.A. Tertykh, E.S. Yanovska, & D. Kolodynska. 2015. Synthesis and Adsorption Properties of Chitosan-Silica Nanocomposite Prepared by Sol-Gel Method. *Nanoscale Research Letters*, 10(87):1-10
- Buhani, Narsito, Nuryono, & E.S. Kunarti. 2009. Amino and Mercapto-silika Hybrid for Cd(II) Adsorption in Aqueous Solution. *Indonesian Journal Chemistry*, 9(2)
- Cahyaningrum, S.E. & D. Kartika. 2014. Adsorption Rate Constant and Capacities of Lead(II) Removal from Synthetic Wastewater using Chitosan Silica. *Prosiding of International Conference on Research*,

- Implementation and Education of Mathematics and Sciences. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta
- Cahyaningrum, S.E., Narsito, S.J. Santoso, & R. Agustini. 2008. Adsorption of Zinc(II) Metal Ion on Chitosan Bead from Shell Shrimp (*Penaus Monodon*). *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, 15(2):90-99
- Candrasekhar, S., K.G. Satyanarayana, P.N. Pramada, & P. Raghavan. 2003. Review Processing, Properties and Applications of Reactive Silica from Rice Husk An Overview. *Journal of Material Science*, 38: 3159-3168
- Daifullah, A. A.M., B.S. Girgis, & H.M.H. Gad. 2003. Utilization of Agroresidues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans. *Material Letters*, 57: 1723-1731
- Dinata, M., F.W. Mahatmanti, & S.S. Miswadi. 2013. Kitosan Bead Sulfat Sebagai Penurun Kadar Zat Warna Yellow IRK. *Indonesian Journal of Chemistry Science*, 2(1): 61-64
- Fahmiati, Nuryono, & Narsito. 2006. Termodinamika Adsorpsi Cd(II), Ni(II), dan Mg(II) pada Silika Gel Termodifikasi 3-Merkapto-1,2,4-Triazol. *Indonesian Journal of Chemistry*, 52-55
- Gandhi, M. R. & S. Meenakshi. 2012. Preparation and Characterization of Silica Gel/ Chitosan Composite for The Removal of Cu(II) and Pb(II). *International Journal of Biological Macromoleculer*, 650-657
- Hanafi, A. & R. Nandang. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*, 5(1): 35-38
- Handayani, E. 2009. Sintesa Membran Nanokomposit Berbasis Nanopartikel Biosilika dari Sekam Padi dan Kitosan sebagai Matriks Biopolimer. Makalah Penelitian IPB
- Hastuti, B., A. Masykur, & F. Ifada. 2011. Modifikasi Kitosan melalui Proses Swelling dan Crosslinking Menggunakan Glutaraldehid sebagai Pengadsorpsi Logam Cr(VI) pada Limbah Industri Batik. *Jurnal Ekosains*, III, (3): 14-21.
- Heryanto, S.A. 2012. Modifikasi Membran Kitosan-Silika Cu sebagai Filter dan Adsorben Urea. Bandung : Universitas Pendidikan Indonesia.
- Indrawati, D. & S. E. Cahyaningrum. 2013. Pengaruh Perbandingan Komposisi Kitosan dan Silika Terhadap Karakterisasi Adsorben Kitosan-Silika Bead. *UNESA Journal of Chemistry*, 2(1):8-13.
- Kalaphaty, U., A. Proctor, & J. Shultz. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Husk Ash. *Bioresource Tehnology*, 73: 257-262
- Lalchhingpuii, D. Tiwari, Lalhmunsiana, & S.M. Lee. 2017. Chitosan Template Synthesis of Mesoporous Silica and Its Application in the Treatment of Aqueous Solution Contaminated with Cadmium(II) and Lead(II). *Chemical Engineering Journal*, 328:434-444
- Mulyasuryani, A., B. Rumhayati, C. Cahyani, & Soebiantoro. 2013. Adsorpsi Pb²⁺ dan Cu²⁺ menggunakan Kitosan-Silika dari Abu Sekam Padi. *Valensi*, 3(2): 88-92.
- Noralia, E. & D.K. Maharani. 2013. Filtrasi Ion Logam Cr⁶⁺ dengan Membran Komposit Kitosan-Silika. *UNESA Journal of Chemistry*, 2(1): 24-28
- Rifai, D.N.R. 2010. Isolasi dan Identifikasi Kitin, Kitosan, dari Cangkang Hewan Mimi (*Horseshoe Crab*) menggunakan Spektrofotometri Inframerah. *ALCHEMY*, 2(1):104-157
- Roosen, J., J. Spooren, & K. Binnemans. 2014. Adsorption Performance of Functionalized Chitosan-Silica Hybrid Materials toward Rare Earths. *Journal of Materials Chemistry*, 2: 19415-19426
- Sabourian, V., A. Ebrahimi, F. Naseri, M. Irani, & A. Rahimi. 2016. Fabrication of Chitosan/silica Nanofibrous Adsorbent Functionalized with Amine Groups for The Removal of Ni(II), Cu(II), and Pb(II) from Aqueous Solution : Batch and Column Studies. *Royal Society of Chemistry*, 6:40354-40365
- Suharty, N. 1999. *Dasar-dasar Pengelolaan Limbah Industri*. Jakarta: UI Press

- Wan Ngah, W.S. & S. Fatinathan. 2009. Pb(II) Biosorption using Chitosan and Chitosan Derivatives Beads: Equilibrium, Ion Exchange and Mechanism Studies. *Journal of Environmental Sciences*, 22(3): 338-346
- Xu, J., G. Yuvaraja, & W. Zhang. 2017. Application of Chitosan/Poly(Vinyl Alcohol)/CuO (CS/PVA/Cuo) Beads As An Adsorbent Material for the Removal of Pb(II) from Aqueous Environment. *Colloids and Surface B: Biointerfaces*, 149: 184-195
- Yunianti, S., & D.K. Maharani. 2012. Pemanfaatan Membran Kitosan-silika untuk Menurunkan Kadar Ion Logam Pb (II) dalam Larutan. *UNESA Journal of Chemistry*, 1(1): 109-115
- Zulti, F., K. Dahlan, & P. Sugita. 2012. Adsorption of Waste Metal Cr (VI) with Composite Membranes (Chitosan-Silica Rice Husks). *Makara Journal of Science*, 16(3): 163-168