



## Stannum : Jurnal Sains dan Terapan Kimia

Website: <https://journal.ubb.ac.id/index.php/stannum>

doi:

Research paper

### The Adsorption Efficiency of Lead From Post-Tin Mining Water using Nanomagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Chitosan *Portunus pelagicus* shells

### Efisiensi Adsorpsi Timbal dari Air Tambang Pasca Timah Menggunakan Cangkang Nanomagnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Kitosan *Portunus pelagicus*

Verry Andre Fabiani<sup>1</sup>, Eva Julianti<sup>1</sup>, Ary Samsiar<sup>1</sup>, Ristika Oktavia Asriza<sup>1</sup>

<sup>1</sup>)Department of Chemistry, Universitas Bangka Belitung  
Kampus Terpadu Universitas Bangka Belitung, Bangka, Bangka Belitung, 33172

\* Corresponding author: [verry-andre@ubb.ac.id](mailto:verry-andre@ubb.ac.id)

#### ABSTRACT

Adsorption was carried out on the water of post tin mining using nanomagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/chitosan from *Portunus pelagicus* shells. Nanomagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Chitosan was prepared for lead adsorption. The nanomagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was characterized through XRD and chitosan was characterized through FTIR The concentration of Pb in post tin mining water is 0,36 ppm. This study varied the mass of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and stirring time. The adsorption results were analyzed by AAS and obtained the largest adsorption efficiency (58,33%) at stirring 30 minutes with a mass of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> of 75 mg.

**Keywords** : adsorption, chitosan, lead, nanomagnetic, portunus pelagicus shells

#### PENDAHULUAN

Penambangan timah di Kepulauan Bangka Belitung hingga saat ini masih terus berlangsung, meskipun tambang ilegal sudah mulai berkurang namun lahan pasca tambang timah masih banyak tersebar dan tidak teroptimalkan. Lahan pasca tambang timah atau yang lebih dikenal dengan kolong timah memiliki tingkat cemaran logam berat yang sangat tinggi. Beberapa logam berat yang pada kolong timah Bangka meliputi As, Fe, Pb, Al, dan Zn yang melebihi baku mutu pada perairan ataupun budidaya ikan baik berdasarkan PP Nomor HK.00.06.1.52.4011- KBPOM, 2009 (Henny & Susanti, 2009).

Tingginya kadar logam berat seperti logam Pb pada perairan dapat menurunkan mutu air serta merusak lingkungan dan organisme perairan. Logam Pb perlu ditangani serius karena dapat berpengaruh buruk terhadap seluruh organisme perairan dan dapat terakumulasi dalam rantai makanan (Sahara, 2009). Usaha mengurangi tingkat cemaran logam timbal (Pb) pada perairan saat ini diarahkan pada penggunaan material yang mudah didegradasi yaitu melalui metode adsorpsi. Kelebihan metode adsorpsi diantaranya lebih sederhana, efektifitas dan efisiensinya relatif tinggi serta tidak

memberikan efek samping berupa zat beracun (Volesky & Naja, 2005).

Salah satu metode untuk mengendalikan pencemaran logam berat pada air kolong yaitu dengan remediasi. Saat ini riset mengenai remediasi air yang tercemar logam berat terus berkembang, salah satunya yaitu menggunakan adsorben berukuran nano (20-50 nm). Nanomagnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) telah terbukti mempunyai daya serap tinggi terhadap logam berat seperti Hg (II), Pb (II), Cd (II), dan Cu (II) dari dalam air (Zhou et al, 2009).

Nanomagnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) memiliki sifat multifungsi yang unggul seperti toksisitas yang rendah, ukuran kecil, biokompatibilitas, superparamagnetik, dan lain-lain (Igder et al, 2012). Namun, disisi lain nanomagnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  cenderung tidak stabil dan mudah teroksidasi sehingga diperlukan komposit untuk mengatasi hal tersebut. Salah satu komposit yang digunakan yaitu polimer kitosan sebagai pengikat  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang bertujuan agar  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tetap stabil, tidak mudah teroksidasi, dan tidak membentuk agregat. Kitosan dikenal juga sebagai pengkelat logam-logam beracun.

Kitosan merupakan biopolimer alam yang bersifat polielektrolit kationik yang berpotensi tinggi untuk penyerapan logam dengan mudah terbiodegradasi serta tidak beracun. Sanjaya & Yuanita (2007) telah melaporkan bahwa logam Pb dapat terserap dengan baik oleh kitosan. Pada penelitian ini telah dilakukan adsorpsi logam Pb pada kolong timah Bangka menggunakan nanomagnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang dikomposit menggunakan kitosan. Sumber kitosan yang digunakan yaitu limbah cangkang rajungan yang tidak teroptimalkan. Sintesis nanomagnetik-kitosan dilakukan dengan memvariasikan massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan menghitung efisiensi adsorpsinya. Karakterisasi nanomagnetik dilakukan dengan XRD, kitosan dengan FTIR, dan analisis penyerapan logam dilakukan dengan AAS.

## METODOLOGI

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian: Kitosan cangkang rajungan, serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , parafin, *carboxy methyl cellulose* (CMC), Formaldehid, Alkohol 96%,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , NaOH, HCl dan akuades.

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian: beaker glass 250 dan 1000 ml, erlenmeyer, gelas ukur 100 dan 50 ml, pipet tetes, labu ukur, timbangan digital, kertas saring, oven dan

magnetic stirrer, X-Ray Diffractometer (XRD), *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), Alumunium Foil, Botol Sampel, Oven, Corong, Plastik Sampel, Wrapping, Labu bundar 1000 dan 250 ml.

## Prosedur

### Sintesis Nanomagnetik-Kitosan

Sintesis nanomagnetik-kitosan mengacu pada penelitian Izak et al (2014). Langkah pertama yang dilakukan yaitu menimbang nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sesuai dengan variasi yang ditentukan. Lalu membuat larutan kitosan 1% dengan menambahkannya dengan asam asetat. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dicampur dengan larutan kitosan 1% diaduk sambil ditambahkan setetes demi setes larutan pengemulsi yang mengandung 15 ml parafin dan 0,25 mL CMC 1%. Diaduk selama 5 jam pada suhu kamar. Kemudian tambahkan secara perlahan 5 mL formaldehid 37% dan diaduk sampai terbentuk endapan. Kemudian dikeringkan pada suhu 200 °C di dalam oven selama 2 jam dan disimpan di tempat yang kering. Nanomagnetik kemudian dianalisis dengan XRD dan kitosan dianalisis dengan FTIR.

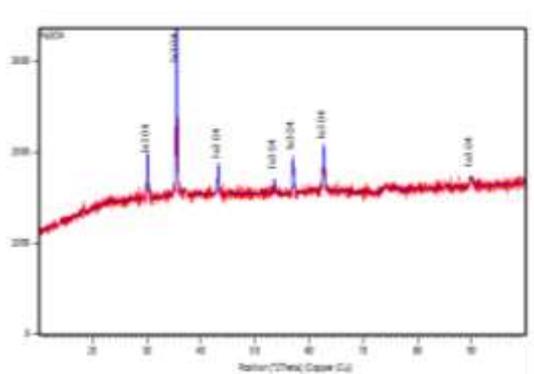
### Proses Adsorpsi

Pada komposisi bahan nanopartikel magnetik-kitosan yang divariasi adalah jumlah nanopartikel magnetiknya. Variasi yang digunakan yaitu 75 mg, 95 mg, 105 mg dan 120 mg. Setelah campuran dengan variasi komposisi dibuat bahan nanopartikel magnetik-kitosan dimasukkan kedalam larutan analit dan sampel air kolong timah. Pada variasi lama perendaman bahan nanopartikel magnetik-kitosan dalam air terkontaminasi logam berat digunakan variasi waktu 30, 40 dan 50 menit. Selanjutnya dilakukan pengujian dengan spektrometer serapan atom (SSA) untuk mengetahui komposisi dan waktu kontak optimal dalam proses adsorpsi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi Nanomagnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

Sumber  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang digunakan dalam sintesis nanomagnetik-kitosan berasal dari bahan komersil yang telah disintesis. Untuk memastikan fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang terbentuk selanjutnya dilakukan analisis XRD. Hasil uji difraksi sinar-x selanjutnya untuk mengetahui fase dan struktur kristal. Fase kristal ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak difraksi. Proses identifikasi fase didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan basis data (*database*).



**Gambar 1.** Difraktogram Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (merah), standar (biru)

Puncak-puncak yang mempresentasikan senyawa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> terlihat pada Gambar 1 yaitu pada posisi 2θ sama dengan 30,10°, 35,47°, 43,13°, 56,97°, 62,60°. Selanjutnya untuk ukuran partikel dapat dianalisis dengan formula Scherrer dan diperoleh ukuran rata-rata yaitu 28,29 nm (Tabel 1).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

dimana :

D = ukuran partikel ; λ = panjang gelombang Cu Kα (1,5406 Å) ; θ = sudut bragg (rad) ; K = shape factor (0,9) ; β = FWHM (rad)

**Tabel 1.** Hasil Data Analisis Ukuran Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

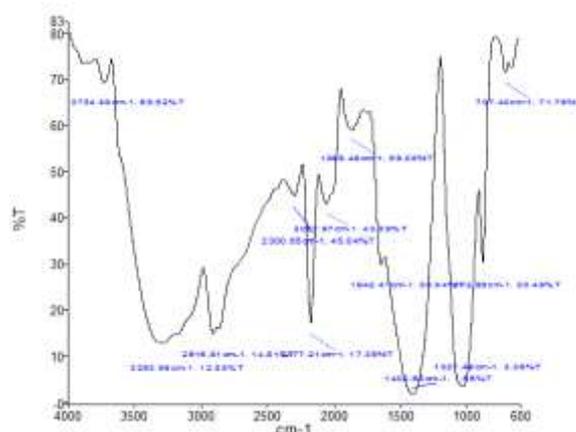
2θ (deg)	θ (rad)	FWHM (rad)	D (nm)
30,10	0,2627	0,0053	26,78
35,47	0,3095	0,0053	27,15
43,13	0,3764	0,0053	27,81
56,97	0,4971	0,0053	29,42
62,60	0,5462	0,0053	30,27
<b>Ukuran Partikel (D) rata-rata</b>			<b>28,29</b>

#### Isolasi kitosan dari cangkang rajungan

Isolasi kitosan cangkang Rajungan dilakukan dalam tiga tahap perlakuan yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Deproteinasi dilakukan dengan menambahkan NaOH, HCl, dan kemudian dicuci dengan akuades. Reaksi deproteinasi bertujuan untuk memutuskan ikatan antara protein dan kitin dengan cara menambahkan natrium hidroksida. Proses demineralisasi yaitu

pencampuran limbah cangkang rajungan dengan larutan HCl 1 N dan terjadi reaksi yang cukup signifikan. Selanjutnya terbentuk banyak gelembung udara yang berlangsung selama kurang lebih 5-10 menit. Hal ini disebabkan terbentuknya gas CO<sub>2</sub>.

Hasil endapan dimineralisasi digunakan sebagai kitosan pada sintesis nanomagnetik-kitosan. Endapan kitosan cangkang rajungan berwarna merah muda pucat. Kitosan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengamati gugus fungsi yang terbentuk.



**Gambar 2.** Spektrum FTIR Kitosan

Pada gambar 2 terlihat adanya serapan khas untuk kitosan yang terdapat pada bilangan gelombang 3225-3412 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya ikatan hidrogen dari gugus -OH yang tumpang tindih dengan rentangan -NH. Puncak serapan pada bilangan gelombang 2916 cm<sup>-1</sup> dan 2866 cm<sup>-1</sup> menandakan adanya stretching asimetris dari CH(-CH<sub>2</sub>-). Sementara itu, terdapat puncak serapan dengan intensitas lemah pada bilangan gelombang 1643 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya stretching C=O(-NHCOCH<sub>3</sub>-). Puncak serapan pada bilangan gelombang 1030cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya stretching simetris C-O (-C-O-C-)

#### Adsorpsi Logam Pb

Proses adsorpsi dilakukan pada logam berat Pb. Sampel air kolong timah yang digunakan berasal dari kolong timah Desa Rebo Kabupaten Bangka yang baru terbentuk sekitar 5 bulan. Berdasarkan hasil analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) diketahui bahwa konsentrasi logam Pb pada sampel air kolong timah yaitu 0,36 ppm. Menurut Permenkes No.492/2010, konsentrasi logam Pb tersebut berada diatas batas maksimal logam berat Pb yang diperbolehkan

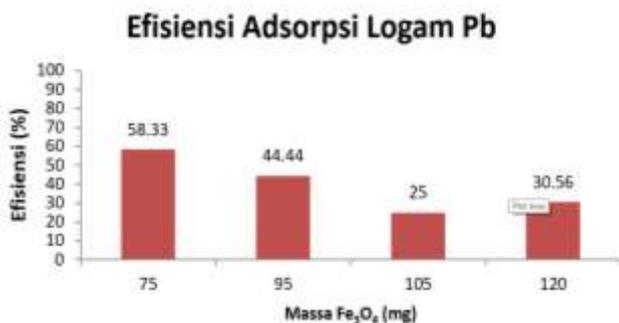
pada air yaitu 0,01 ppm sehingga dapat dikatakan bahwa air kolong timah tidak layak digunakan. Oleh sebab itu, diperlukan proses adsorpsi untuk mengurangi konsentrasi Pb tersebut dan hasilnya disajikan pada tabel berikut:

**Tabel 2.** Hasil adsorpsi logam Pb dengan variasi massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Waktu pengadukan (menit)	Massa $\text{Fe}_3\text{O}_4$				
	0 mg	75 mg	95 mg	105 mg	120 mg
30	0,15	0,20	0,27	0,25	0,15
40	tt	tt	tt	tt	tt
50	tt	tt	tt	tt	tt

\*tt : tidak terdeteksi

Berdasarkan tabel 2 terlihat bahwa kondisi optimum pada proses adsorpsi logam Pb terjadi pada penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebanyak 75 mg dengan waktu pengadukan selama 30 menit. Pada waktu pengadukan 40 dan 50 menit pada semua variasi massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menunjukkan tidak terdeteksinya logam Pb, hal ini disebabkan karena konsentrasi logam Pb yang dihasilkan sangat kecil karena kepekaan alat yang digunakan yaitu <0,0001 ppm (Warni et al, 2017)



**Gambar 3.** Grafik Efisiensi Adsorpsi Logam Pb

Berdasarkan gambar 3 dapat diamati bahwa efisiensi adsorpsi logam Pb terbesar yaitu 58,33% dengan massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  75 mg dan waktu pengadukan 30 menit

## KESIMPULAN

Adsorpsi logam Pb pada air kolong timah berhasil dilakukan menggunakan nanomagnetik ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )/kitosan dari cangkang rajungan. Efisiensi adsorpsi logam Pb terbesar yaitu 58,33% pada proses adsorpsi selama 30 menit dan massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  75 mg.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada RISTEKDIKTI atas bantuan dana penelitian melalui Hibah Program Kreatifitas Mahasiswa Bidang Penelitian Eksakta Tahun 2019.

## REFERENSI

- Henny, C., & Susanti, E. (2009). Karakteristik Limnologis Kolong Bekas Tambang Timah di Pulau Bangka. *Limnotek*, 16(2), 119–131.
- Igder, A., Rahmani, A. A., Fazlavi, A., Azqhandi, M. H. A., & Omidi, M. H. (2012). Box-Behnken Design of Experiments Investigation for Adsorption of Cd 2+ onto carboxymethyl Chitosan Magnetic Nanoparticles. *Journal of Mining & Environment*, 3(1), 51–59.
- Izak, D., Astuti, S. D., & Estioningsih, Y. (2014). Remediasi Air Terkontaminasi Logam Berat dengan Nanopartikel Magnetik-Kitosan. *Skripsi*.
- Peraturan Menteri Kesehatan. (2010). Peraturan Menteri Kesehatan No. 492 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum. diakses melalui <https://jdih.pom.go.id/> pada tanggal 10 September 2019.
- Sahara, E. (2009). Distribusi Pb dan Cu pada Berbagai Ukuran Partikel Sedimen di Pelabuhan Bena. *Jurnal Kimia*, 3(2), 75–80.
- Sanjaya, I., & Yuanita, L. (2007). Adsorpsi Pb (II) oleh Kitosan Hasil Isolasi Kitin Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla* sp). *Jurnal Ilmu Dasar*, 8(1), 30–36.
- Volesky, B., & Naja, G. (2005). Biosorption: Application Strategies. In P. (S.T.L.Harrison; DE. Rawlings and J. (eds.) (Ed.), *Proceedings of the 16th Internat, Biotechnol, Symposium* (pp. 531–542). Capetown South Africa: IBS Compress Co.
- Warni, D., Karina, S., & Nurfadillah. (2017). Analisis Logam Pb, Mn, Cu dan Cd pada Sedimen di Pelabuhan Jetty Meulaboh, Aceh Barat. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Kelautan Dan Perikanan Unsyiah*, 2(2), 246–253.
- Zhou, Y., Nie, H., Branford-white, C., He, Z., & Zhu, L. (2009). Removal of Cu 2 + from aqueous solution by chitosan-coated magnetic nanoparticles modified with  $\alpha$  - ketoglutaric acid. *Journal of Colloid and Interface Science*, 330(1), 29–37. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2008.10.026>