

ADSORPSI ION LOGAM TIMBAL (II) MENGGUNAKAN MIKROKAPSUL Ca-ALGINAT

IRMA YANTYANA¹, VINA AMALIA^{1*}, DAN RIZKA FITRIYANI¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung,
Jl. A.H. Nasution No. 105 Cipadung, Bandung 40614

*alamat email korespondensi: vinaamalia@uinsgd.ac.id

| Informasi Artikel | Abstrak/Abstract |
|---|---|
| <p>Riwayat Naskah : Diterima pada 4 Mei 2018 Diterima setelah direvisi pada 29 Mei 2018 Diterbitkan pada 28 Juni 2018</p> <p>Kata Kunci: adsorpsi; Ca-alginat; timbal(II); mikroenkapsulasi; ekstraksi;</p> <p>Keywords: adsorption; Ca-alginate; lead(II); microencapsulation; extraction;</p> | <p>Pada penelitian ini dilakukan adsorpsi ion logam timbal(II) dengan menggunakan Ca-alginat hasil mikroenkapsulasi dari Na-alginat yang diekstraksi dari alga coklat <i>Sargassum</i> sp. Karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi C-OC glikosidik pada bilangan gelombang 1319 cm⁻¹ dan adanya daerah khas sidik jari guluronat dan mannuronat yang menunjukkan senyawa tersebut merupakan senyawa alginat serta keberadaan gugus -OH pada bilangan gelombang 3412 cm⁻¹ dan gugus C=O pada bilangan gelombang 1608 cm⁻¹ sebagai gugus aktif tempat berinteraksinya ion logam timbal(II). Karakterisasi SEM menunjukkan bahwa Ca-alginat merupakan padatan yang dapat dijadikan sebagai adsorben. Untuk mempelajari karakteristik adsorben Ca-alginat terhadap adsorpsi ion logam timbal(II) dilakukan variasi beberapa parameter yang mempengaruhi adsorpsi yaitu: variasi massa Na-alginat, pH, waktu kontak, konsentrasi larutan ion logam timbal(II) dan penentuan model isoterm adsorpsi. Hasil penelitian menunjukkan pengaruh penyerapan ion logam timbal(II) pada massa Na-alginat 4%, pH 5, waktu kontak 150 menit, konsentrasi 60 mg/L dan mekanisme adsorpsi ion logam timbal(II) oleh Ca-alginat mengikuti model isoterm Freundlich dan Langmuir.</p> <p><i>In this study, lead(II) metal ions was adsorbed using Ca-alginate from microencapsulation Na-alginate was extracted from brown algae Sargassum sp. The FT-IR characterization showed the glycosidic C-OC functional group at wave number 1319 cm-1 and region of fingerprints which showed as alginate and -OH groups at 3412 cm-1 and C groups = O at wave number 1608 cm-1 as the active group where the metal lead(II) ion interacts. Characterization of SEM shows that Ca-alginate is a solid that can be used as an adsorbent. For study the characteristics adsorbent of Ca-alginate adsorption on the adsorption of lead(II) metal analyzed several parameters that affect adsorption, such as: Na-alginate mass, pH, contact time, lead(II) concentration and determination of the adsorption isotherm model. The results showed that lead(II) metal ions adsorbed on Na-alginate mass 4%, pH 5, contact time 150 minutes, concentration 60 mg/L and adsorption model of adsorbed lead(II) metal ions by the Ca-alginate is Freundlich and Langmuir isotherm model.</i></p> |

PENDAHULUAN

Air merupakan senyawa kimia yang sangat penting bagi kehidupan makhluk hidup di bumi dan fungsi air bagi kehidupan tidak dapat digantikan oleh senyawa lain [1]. Sedangkan di sisi lain, pertumbuhan industri yang semakin banyak mengakibatkan banyak pula limbah beracun yang dibuang ke lingkungan, sehingga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan khususnya dalam perairan. Logam berat merupakan salah satu zat pendominasi dalam pencemaran air. Logam berat yang terkandung dalam limbah dengan kadar yang cukup tinggi ini dapat berbahaya karena sifatnya yang toksik yang dapat terakumulasi dalam tubuh, dimana dapat menyebabkan penyakit dan gangguan, untuk itu perlu dilakukannya pengurangan kadar logam berat dalam perairan.

Logam berat dalam perairan salah satunya adalah ion logam timbal(II), untuk mengurangi kadar ion logam timbal(II) dalam air buangan ini dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya adalah metode adsorpsi. Adsorpsi adalah proses penyerapan suatu zat baik molekul atau ion adsorbat oleh permukaan adsorben. Metode adsorpsi ini merupakan metode yang paling banyak digunakan karena penggunaannya lebih murah, prosesnya sederhana, mudah didapat, ramah lingkungan, dan adsorbennya dapat digunakan kembali.

Salah satu adsorben yang potensial dikembangkan adalah alga. Secara umum alga mempunyai kemampuan yang cukup tinggi dalam mengadsorpsi karena di dalam alga terdapat gugus fungsi seperti hidroksil, karboksil, amino dan sulfat yang dapat melakukan pengikatan dengan ion, serta bahan bakunya mudah didapat dan

tersedia dalam jumlah banyak [2]. Salah satu alga laut yang dapat digunakan sebagai adsorben adalah alga coklat *Sargassum* sp. *Sargassum* sp. merupakan salah satu adsorben logam berat yang mengandung polisakarida pada dinding sel berupa asam alginat. Asam alginat disusun oleh dua monomer yaitu β -D-asam manuronat dan α -L-asam guluronat [3]. Alginat juga mempunyai gugus fungsi asam karboksilat yang merupakan senyawa aktif tempat berinteraksinya suatu logam [4].

Penelitian sebelumnya telah dilakukan adsorpsi menggunakan serbuk Na-alginat yang diimmobilisasi menjadi Ca-alginat dari ekstraksi alga coklat sebagai adsorben ion logam kadmium(II) dengan penyerapan cukup baik [5]. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan kembali adsorpsi dengan sampel alga coklat sebagai adsorben ion logam timbal(II).

EKSPERIMEN

Material

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel alga coklat jenis *Sargassum* sp, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (p.a), Na_2CO_3 (teknis), NaOH (teknis), $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (teknis), HNO_3 (teknis), HCl 36% (v/v), H_2O_2 20% (v/v), isopropanol 95% (v/v), kertas saring Whatman (teknis), indikator universal, kertas label, tissue, dan akuades.

Instrumentasi

Instrumentasi yang digunakan diantaranya spektrofotometer FTIR, seperangkat alat SEM dan seperangkat alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Prosedur

Preparasi Sampel

Alga coklat yang diperoleh dicuci dalam air mengalir sampai bebas dari garam-garam dan pengotor yang menempel pada alga coklat seperti gulma. Kemudian alga coklat yang telah bersih dikeringkan di bawah sinar matahari. Selanjutnya pada alga kering dilakukan proses ekstraksi alginat.

Ekstraksi

Alga coklat kering dicuci dengan akuades kemudian direndam dalam larutan HCl 1% (v/v) selama 30 menit dengan perbandingan antara alga coklat dengan HCl sebesar 1:15 (b/v). Setelah 30

menit, alga coklat dicuci dengan air mengalir sampai pH netral. Setelah itu direndam kembali dalam larutan NaOH 0,5% (b/v) selama 30 menit dengan perbandingan antara rumput laut dengan NaOH sebesar 1:15 (b/v). Selanjutnya alga coklat diekstraksi dengan Na_2CO_3 2% (b/v) selama 2 jam pada suhu 60°C dengan perbandingan antara alga coklat dengan Na_2CO_3 sebesar 1:20 (b/v). Campuran disaring dan filtrat dipucatkan dengan menambahkan larutan H_2O_2 10% (v/v) sebanyak 2% dari filtrat.

Setelah pemucatan filtrat ditambahkan larutan HCl 15% (v/v) sampai pH 2, kemudian didiamkan selama 30 menit sampai terbentuk gel asam alginat. Selanjutnya ditambahkan larutan NaOH 10% (b/v) sampai pH netral dan dilakukan penarikan Na-alginat dengan ditambahkan larutan isopropanol 95% (v/v) dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian Na-alginat yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 48 jam. Serbuk alginat yang terbentuk berupa natrium alginat yang kemudian di karakterisasi FT-IR untuk melihat gugus fungsi yang terkandung di dalamnya.

Mikroenkapsulasi Na-alginat dengan Kalsium

Karakterisasi Serbuk Na-alginat dilarutkan dalam akuades kemudian larutan Na-alginat diteteskan ke dalam 20 mL larutan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 M tetes demi tetes sampai terbentuk *beads* diamkan selama 24 jam. Setelah didiamkan *beads* Ca-alginat disaring dan disimpan dalam suhu ruang sampai kering. Selanjutnya *beads* Ca-alginat dianalisis dengan menggunakan SEM dan FT-IR.

Karakterisasi

Karakterisasi adsorben ini dilakukan dengan tiga instrumen yaitu FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi penyusun adsorben, SEM untuk mengetahui morfologi permukaan adsorben, dan SSA untuk menganalisis daya serap kondisi optimum adsorpsi.

Penentuan Pengaruh Variasi Kondisi Adsorpsi

1) Pengaruh Variasi Massa Na-alginat

Larutan timbal(II) 20 mL dengan konsentrasi 20 mg/L dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, kemudian ditambahkan Ca-alginat dengan variasi massa Na-alginat 4%, 6%, dan 8% (b/v). Campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama 20 menit, kemudian disaring dan filtrat

yang diperoleh diukur potensinya menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

2) Pengaruh Variasi pH Larutan Timbal(II)

Larutan timbal(II) 20 mL dengan konsentrasi 10 mg/L dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan diatur pH larutannya pada pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7. Kemudian ditambahkan 0,05 g Ca-alginat ke dalam masing-masing larutan timbal(II) dengan pH yang telah divariasikan tersebut. Campuran kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 20 menit dan setelah 20 menit campuran disaring, kemudian filtrat yang diperoleh diukur potensinya menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

3) Pengaruh Variasi Waktu Kontak

Sebanyak 0,05 g Ca-alginat dimasukkan ke dalam 20 mL larutan timbal(II) dengan konsentrasi 10 mg/L yang telah diatur pH-nya pada pH optimum, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan variasi waktu 10, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Campuran ini disaring, kemudian filtrat yang diperoleh diukur potensinya menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

4) Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Timbal(II)

Sebanyak 0,05 g Ca-alginat dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang berisi larutan timbal(II) 20 mL dengan variasi konsentrasi 10, 20, 40, 60, dan 80 dengan diatur pH optimumnya, kemudian campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama waktu yang telah optimum. Campuran ini disaring dan filtrat yang diperoleh diukur potensinya menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

Penentuan Model Isoterm Adsorpsi

Penentuan model isoterm adsorpsi dilakukan dengan menganalisis linearitas kurva hubungan sesuai dengan persamaan isoterm Freundlich dan Langmuir. Dalam menentukan pola isoterm adsorpsi Freundlich dari data adsorpsi dibuat kurva log Q_e terhadap log C_e . Begitu juga dalam penentuan pola isoterm adsorpsi Langmuir dari data adsorpsi ditentukan dengan membuat kurva hubungan antara $1/Q_e$ dengan $1/C_e$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Sampel

Pada penelitian ini digunakan alga coklat (*Sargassum* sp.) yang berasal dari Pantai Carita, Labuan (Kabupaten Pandeglang, Provinsi Banten). Alga coklat ini dicuci dalam air mengalir sampai bersih dari sisa-sisa kadar garam dan kotoran lainnya yang menempel pada rumput laut seperti pasir, lumpur dan batu-batuan. Setelah bersih, kemudian alga coklat dikeringkan di bawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air. Sampel alga coklat dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Sampel Alga Coklat (*Sargassum* sp.)

Ekstraksi Alginat dari Alga Coklat (*Sargassum* sp.)

Proses pembuatan alginat dari alga coklat dilakukan dengan metode ekstraksi. Metode ekstraksi merupakan salah satu metode pemisahan campuran beberapa zat menjadi komponen-komponen yang terpisah dengan menggunakan pelarut yang memiliki sifat kimia dan polaritas yang sama dengan senyawa yang akan dipisahkan. Pada proses ekstraksi alginat, alga coklat yang telah kering dipotong hingga berukuran 3-5 cm. Hal ini dilakukan untuk memperbesar luas permukaan sehingga sisi yang mengalami kontak dengan pelarut lebih besar.

Selanjutnya alga coklat dicuci dengan akuades yang bertujuan untuk menghilangkan bau dan untuk mempersiapkan tekstur alga coklat menjadi lunak sehingga mempermudah proses ekstraksi. Kemudian rumput laut direndam dalam larutan HCl 1% (v/v), dengan tujuan untuk melarutkan garam-garam, laminarin, manitol, zat warna dan mineral-mineral yang terkandung dalam rumput laut seperti Mg, Ca, Na, dan Fe [6]. Selain itu, perendaman dengan asam juga berfungsi untuk melarutkan partikel-partikel pengotor yang masih tersisa dari pencucian alga coklat sehingga alga coklat dapat lebih bersih.

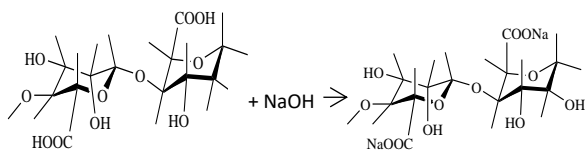
Filtrat yang dihasilkan setelah perendaman dengan HCl berwarna kecoklatan, hal ini terjadi

karena zat warna klorofil terdegradasi dengan adanya asam dimana dalam molekul klorofil ion Mg^{2+} digantikan oleh H^+ sehingga terjadi perubahan warna dari hijau menjadi hijau kecoklatan [7]. Selanjutnya dicuci dengan akuades dan direndam dalam larutan NaOH 0,5% (b/v) yang berfungsi untuk penetralan.

Setelah itu alga coklat diekstraksi dalam larutan garam basa yaitu Na_2CO_3 pada suhu $60^\circ C$ yang berfungsi untuk memisahkan alginat dari selulosa. Selain itu, garam basa ini juga banyak digunakan untuk ekstraksi alginat karena dapat lebih banyak melarutkan alginat. Pemanasan bertujuan untuk mempercepat proses ekstraksi dan mengekstrak bobot molekul alginat yang lebih tinggi. Dinding sel alginat tersusun atas selulosa dan hemiselulosa, serta pektin. Dimana pektin tersusun atas satuan-satuan gula dan asam yang memiliki fungsi sebagai bahan pelekat antara dinding sel yang satu dengan yang lainnya dan memiliki sifat tidak stabil dalam suasana basa. Oleh karena itu, fungsi penambahan Na_2CO_3 dalam ekstraksi ini adalah untuk memecah pektin dalam dinding sel alga coklat sehingga dapat melarutkan alginat yang terdapat dalam dinding selnya, karena alginat larut dengan baik dalam larutan basa [8].

Selanjutnya alga coklat disaring untuk memisahkan alginat dengan benda asing atau kotoran-kotoran yang masih ada. Dari proses ini diperoleh filtrat dan residu. Filtrat yang diperoleh ditambahkan larutan H_2O_2 10% (v/v) yang digunakan untuk *bleaching* dengan tujuan mengoksidasi zat warna yang terkandung dalam larutan alginat yaitu senyawa fenolik yang terdapat dalam ikatan polimer sehingga diperoleh larutan yang lebih terang [8].

Kemudian ke dalam filtrat ditambahkan larutan HCl 15% (v/v) sampai pH filtrat 2,3-2,8 sehingga terbentuk endapan asam alginat, karena asam alginat dapat mengendap pada $pH < 3,5$ [9]. Asam alginat yang terbentuk dikonversikan menjadi natrium alginat dengan penambahan larutan NaOH 10% (b/v) sampai larutan netral. Pada proses ini terjadi pertukaran ion H^+ dengan ion Na^+ . Persamaan reaksi kimia konversi asam alginat menjadi natrium alginat dapat dilihat pada Gambar 2.



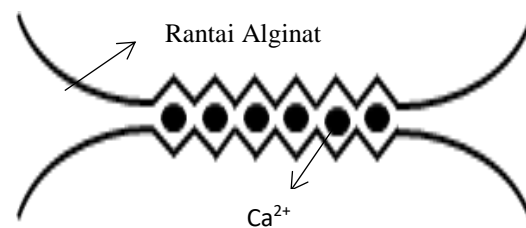
Gambar 2. Persamaan reaksi konversi asam alginat menjadi Na-alginat [9]

Selanjutnya filtrat dimasukkan ke dalam larutan isopropanol 95% (v/v) yang berfungsi untuk mengikat air dalam Na-alginat, sehingga alginat mengalami pengendapan dan terbentuk serat. Endapan serat alginat dipisahkan dan dikeringkan pada suhu $60^\circ C$ selama 48 jam yang bertujuan untuk menghilangkan kadar air, sehingga dapat diperoleh serbuk Na-alginat kering.

Mikroenkapsul Na-alginat dengan Kalsium

Mikroenkapsulasi dilakukan dengan metode gelasi ion, prinsip dari gelasi ion ini adalah proses sambung silang antara polimer dengan kation multivalen. Sambung silang dilakukan dengan cara melarutkan serbuk Na-alginat dalam akuades yang kemudian larutan Na-alginat ini diteteskan ke dalam 20 mL larutan $CaCl_2$ 0,1 M. Kalsium dalam larutan akan bereaksi dengan gugus karboksilat dari residu asam guluronat, yaitu ion Ca^{2+} akan menggantikan ion Na^+ pada Na-alginat menjadi Ca-alginat. Penggantian ini terjadi dengan cepat membentuk gel alginat yang lebih stabil [5].

Penambahan $CaCl_2$ menyebabkan terjadinya ikatan silang karena adanya kompleks khelat antara ion Ca^{2+} dengan anion karboksilat, sehingga hal ini mengakibatkan Ca-alginat yang dihasilkan lebih bersifat hidrofobik dibandingkan dengan Na-alginat karena lebih sedikit kemungkinan membentuk ikatan hidrogen dengan airnya. Hal ini dikarenakan $H^{\delta+}$ pada Ca-alginat lebih sedikit dibandingkan dengan Na-alginat yang masih memiliki banyak $H^{\delta+}$ [10]. Biasanya proses pengikatan ini digambarkan sebagai model “egg-box” dan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Model “egg-box” [10]

Karakterisasi Adsorben

Adsorben yang diperoleh dari hasil ekstraksi rumput laut dalam bentuk Ca-alginat dikarakterisasi menggunakan FT-IR untuk menentukan gugus-gugus fungsi yang terkandung di dalamnya dan karakterisasi SEM untuk mengetahui morfologi permukaan pada Ca-alginat.

1) Karakterisasi FT-IR

Karakterisasi FT-IR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat pada struktur adsorben. Analisis FT-IR ini dilakukan pada sampel Na-alginat dan Ca-alginat. Identifikasi hasil FT-IR ini dilakukan dengan membandingkan spektrum Na-alginat ekstraksi dengan spektrum Na-alginat standar,

kemudian hasil spektrum Ca-alginat dapat dibandingkan atau mengacu pada spektrum Na-alginat yang telah dibandingkan. Adapun data hasil perbandingan dapat dilihat pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Tabel 1. Perbandingan Spektrum FT-IR Na-alginat Ekstraksi dan Na-alginat Standar

| Interpretasi gugus fungsi | Referensi rentang bilangan gelombang (cm^{-1}) | Bilangan gelombang (cm^{-1}) | |
|---|---|---|----------------------|
| | | Na-alginat Standar | Na-alginat Ekstraksi |
| Gugus hidroksil (O-H) | 3500-3200 | 3446,79 | 3444,87 |
| Gugus karbonil (C=O) | 1650-1600 | 1622,13 | 1614,42 |
| Na dalam isomer alginat | 1420-1410 | 1419,61 | 1415,75 |
| Gugus keton (C-O-C) dan gugus asam karboksilat (-OOH) | 1068-1030 | 1035,77 | 1031,92 |

Spektrum Na-alginat standar menunjukkan serapan pada daerah $344,79 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus hidroksil (O-H), daerah serapan $1622,13 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus karbonil (C=O), daerah serapan $1419,51 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus Na dalam isomer alginat, daerah serapan $1035,77 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus keton (C-O-C) dan gugus asam karboksilat (-COOH). Adapun spektrum FT-IR natrium ekstraksi menunjukkan serapan pada daerah $3444,87 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus hidroksil (O-H), daerah serapan $1614,42 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus karbonil (C=O), daerah serapan $1415,75 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus Na dalam isomer alginat, daerah serapan $1031,92 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus keton (C-O-C) dan gugus asam karboksilat (-COOH).

Adanya gugus hidroksil, karboni, ikatan Na, ikatan karbon keton serta gugus asam karboksilat yang merupakan penyusun dari natrium alginat menunjukkan bahwa natrium alginat hasil

ekstraksi sama dengan natrium alginat standar. Dari kedua spektra infra merah tersebut dapat dilihat perbedaan yang tidak signifikan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil ekstraksi alga coklat mengandung senyawa Na-alginat. Selain itu, salah satu yang menjadi ciri khas puncak spektrum FT-IR Na-alginat yaitu adanya puncak daerah serapan $900-890 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan daerah khas sidik jari guluronat dan puncak daerah serapan $850-810 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan daerah khas sidik jari mannuronat. Daerah khas sidik jari guluronat dan mannuronat merupakan penanda spesifik bahwa sampel yang diteliti merupakan senyawa alginat.

Selanjutnya spektrum FT-IR Na-alginat ekstraksi dibandingkan dengan spektrum FT-IR Ca-alginat untuk melihat beberapa perbedaan yang terdapat di dalam Ca-alginat.

Tabel 2. Perbandingan Spektrum FT-IR Na-alginat Ekstraksi dan Ca-alginat

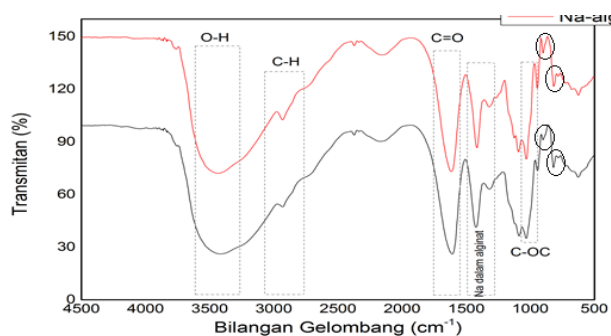
| Interpretasi gugus fungsi | Referensi rentang bilangan gelombang (cm^{-1}) | Bilangan gelombang (cm^{-1}) | |
|---------------------------|---|---|------------|
| | | Na-alginat Ekstraksi | Ca-alginat |
| Gugus hidroksil (O-H) | 3500-3200 | 3444,87 | 3412,08 |
| Gugus karbonil (C=O) | 1680-1600 | 1614,42 | 1608,63 |
| Na dalam isomer alginat | 1420-1410 | 1415,75 | 1423,47 |
| C-OC glikosidik | 1100-1000 | 1031,92 | 1031,92 |

Hasil spektrum FT-IR Ca-alginat menunjukkan serapan pada daerah $3412,08 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus hidroksil (O-H), daerah serapan $1608,63 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus karbonil (C=O), daerah serapan $1423,47 \text{ cm}^{-1}$ untuk gugus Na dalam isomer alginat, daerah serapan $1031,92 \text{ cm}^{-1}$

untuk gugus keton (C-O-C) dan gugus asam karboksilat (-COOH).

Jika dibandingkan dengan hasil spektrum FT-IR Na-alginat ekstraksi dapat dilihat perbedaan yang tidak signifikan. Dimana hasil FT-IR Ca-alginat menunjukkan kemiripan pola

puncak dan serapan bilangan gelombang dengan Na-alginat. Adapun pada Ca-alginat juga memiliki daerah khas sidik jari guluronat dan mannuronat pada bilangan gelombang yang sama sehingga Ca-alginat juga merupakan senyawa alginat. Perbedaan terlihat pada Gambar 4 yaitu pada spektrum FT-IR Ca-alginat menunjukkan adanya getaran peregangan ikatan OH lebih sempit dibandingkan Na-Alginat. Hal ini terjadi karena adanya ion divalen Ca^{2+} yang membentuk struktur pengkhelat, sehingga terjadi penurunan ikatan hidrogen antara gugus fungsi hidroksil yang memberi pita sempit pada kalsium alginat dan menyebabkan adanya puncak tersembunyi. Interaksi pengkhelat ini sangat kuat sehingga memberikan kejelasan dari hasil spektrum FT-IR.

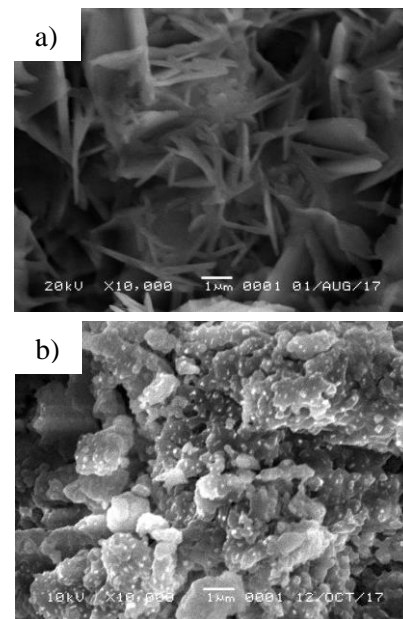


Gambar 4. a) Spektrum FT-IR Na-Alginat; b) Spektrum FT-IR Ca-Alginat G (sidik jari guluronat); dan M (sidik jari mannuronat)

2) Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan Ca-alginat. Karakterisasi dengan SEM ini dilakukan terhadap mikrokapsul Ca-alginat yang dihaluskan kemudian dibandingkan dengan karakterisasi SEM serbuk Na-alginat. Karakterisasi SEM dilakukan pada perbesaran 10.000x baik untuk mikrokapsul Ca-alginat maupun serbuk Na-alginat.

Dari Gambar 5 dapat dilihat bahwa (a) morfologi Na-alginat yang dihasilkan berbentuk menyerupai lempengan-lempengan tipis bertumpukan dan memiliki pori-pori rongga yang berbeda, berbeda dengan hasil SEM (b) Ca-alginat yang memiliki permukaan bergranul-granul padat, kasar, dan pori-pori yang merata. Dari hasil keduanya dapat dilihat baik Na-alginat maupun Ca-alginat dapat dijadikan sebagai adsorben. Dimana adsorbat akan menempel pada permukaan adsorben.



Gambar 5. Hasil SEM: a). Na-alginat; b). Ca-alginat Perbesaran 10.000x

Pengaruh Variasi Kondisi Adsorpsi Terhadap Penyerapan Ion Logam Timbal(II) pada Adsorben Ca-Alginat

1) Pengaruh Variasi Massa Na-alginat

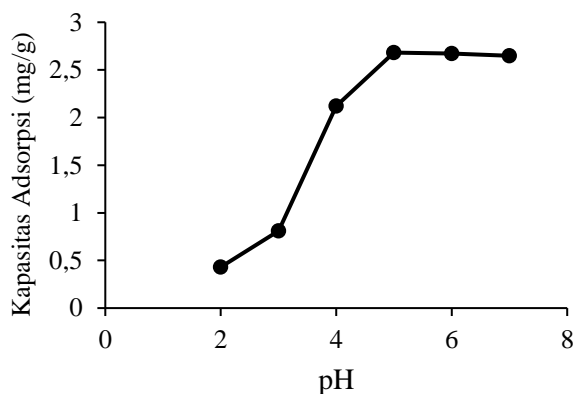
Variasi massa Na-alginat dilakukan untuk mengetahui pada jumlah massa Na-alginat berapa dapat menyerap ion logam dalam cairan. Variasi massa Na-alginat yang digunakan yaitu 4%, 6%, dan 8% (b/v) dengan 20 mL larutan $CaCl_2$ 0,1 M. Dari hasil variasi massa Na-alginat ini efisiensi adsorpsi yang terbesar adalah pada massa 4% (b/v) sebesar 60,65%, sedangkan pada massa 6% dan 8% terjadi penurunan. Hal ini dimungkinkan semakin besar massa Na-alginat semakin banyak pula ikatan silang yang terbentuk yang menyebabkan terjadinya gerakan molekular yang terbatas dan menjadikan struktur gel alginat lebih kaku [11]. Kekakuan struktur gel alginat ini dapat memungkinkan bentuk yang dihasilkan lebih padat sehingga proses penyerapan yang terjadi yaitu proses desorpsi, dimana terjadi pelepasan kembali ion logam timbal(II) yang telah diserap oleh adsorben. Hasil dari variasi massa Na-alginat dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Variasi Massa Na-alginat Terhadap Efisiensi Adsorpsi

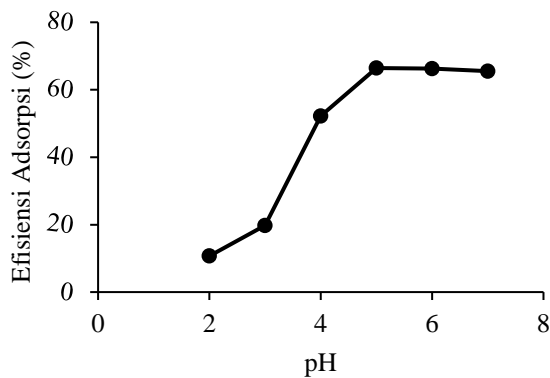
| Volume larutan $CaCl_2$ 0,1 M (mL) | Massa Na-alginat (%) (b/v) | Efisiensi adsorpsi (%) |
|------------------------------------|----------------------------|------------------------|
| 20 | 4 | 60,65 |
| 20 | 6 | 58,28 |
| 20 | 8 | 47,24 |

2) Pengaruh Variasi pH

pH merupakan parameter yang sangat penting, yaitu dapat mempengaruhi gugus fungsional yang berperan aktif dari dinding sel biomasa pada penyerapan logam berat. Selain berpengaruh pada gugus fungsional, pH juga dapat mempengaruhi kelarutan ion logam dalam larutan. Penentuan variasi pH dilakukan untuk mengetahui pH interaksi dimana adsorben menyerap logam berat secara optimal. Sebanyak 0,05 g adsorben Ca-alginat dimasukkan ke dalam larutan ion logam timbal(II) dengan konsentrasi 10 mg/L. Larutan ion logam timbal(II) ini divariasikan pada pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7.



Gambar 6. Grafik Variasi pH Terhadap Kapasitas Adsorpsi



Gambar 7. Grafik Variasi pH Terhadap Efisiensi Adsorpsi

Dari hasil perhitungan dan Gambar 6 efisiensi pH optimum yang diperoleh yaitu pada pH 5 sebesar 66,44%. Pada pH rendah penyerapan terhadap ion logam lebih kecil dikarenakan pada pH rendah permukaan adsorben dikelilingi oleh ion H^+ , sehingga permukaan adsorben bermuatan positif. Hal ini dapat menyebabkan terjadinya tolakan adsorben dengan ion logam. Pada pH 6 dan 7 terjadi sedikit penurunan yaitu didapatkan hasil sebesar 66,31%

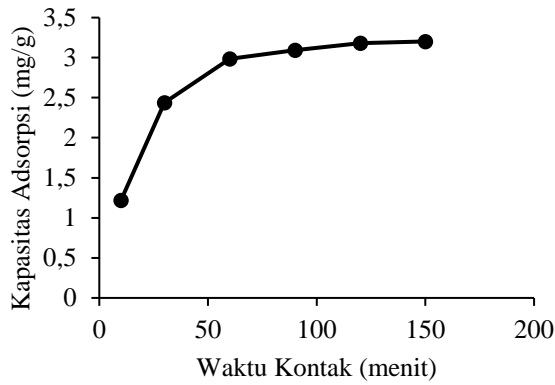
dan 65,50%, hal ini dapat disebabkan karena pada keadaan pH tersebut konsentrasi situs aktif pada adsorben dengan ion logam mengalami kesetimbangan sehingga ion logam timbal(II) yang diserap sedikit menurun. Julhim (2012) mendapatkan kondisi pH yang sama yaitu pada pH 5 sebagai kondisi pH dengan penyerapan terbesar untuk ion logam timbal(II) dengan menggunakan biomassa eceng gondok sebagai adsorben [12].

Begitu juga pada Gambar 7 menunjukkan kenaikan kapasitas adsorpsi pada kisaran pH 2-5 dan mendapatkan kapasitas terbesar pada pH 5 yaitu sebesar 2,6817 mg/g serta mengalami sedikit penurunan pada pH 6 dan 7 dengan hasil kapasitas yang diperoleh sebesar 2,6712 mg/g dan 2,6490 mg/g. Hal ini terjadi karena pada pH rendah konsentrasi ion H^+ lebih banyak sehingga adanya persaingan dengan ion logam timbal(II) untuk berinteraksi dengan situs aktif gugus fungsi pada adsorben. Sedangkan pada pH 5 jumlah ion H^+ mulai berkurang, sehingga situs aktif pada adsorben lebih banyak menyerap ion logam timbal(II).

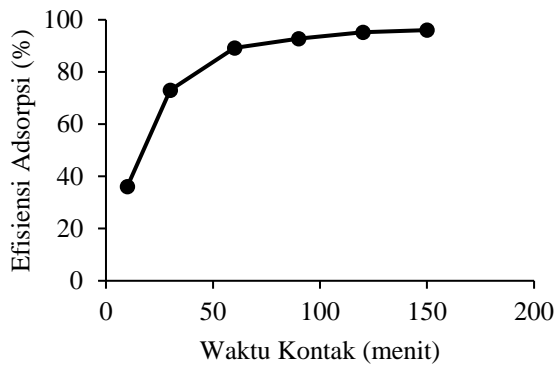
3) Pengaruh Variasi Waktu Kontak

Waktu kontak adalah waktu yang dibutuhkan adsorben dalam penyerapannya terhadap ion logam. Waktu juga merupakan salah satu faktor adsorpsi karena untuk mencapai keadaan kesetimbangan logam oleh adsorben diperlukan rentang waktu. Variasi waktu kontak yang dilakukan pada penelitian ini yaitu 10, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit dengan pH optimum dan konsentrasi larutan ion logamnya 10 mg/L.

Berdasarkan Gambar 8 menunjukkan bahwa waktu kontak ion logam timbal(II) dengan Ca-alginat mempengaruhi penyerapan ion logam timbal(II). Semakin lama waktu kontak, penyerapan ion logam timbal(II) oleh Ca-alginat semakin besar. Pada waktu kontak 10, 30 dan 60 menit penyerapan ion logam timbal(II) menunjukkan efisiensi berturut-turut sebesar 36,17%, 73,05%, dan 89,23%. Kenaikan efisiensi terus terjadi pada waktu kontak 90, 120, dan 150 menit ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak maka penyerapan akan terus meningkat. Namun kenaikan efisiensi pada waktu kontak 90, 120, dan 150 relatif kecil, hal ini dimungkinkan akan terjadinya jumlah zat yang diadsorpsi akan mencapai batas kesetimbangan.



Gambar 8. Grafik Variasi Waktu Terhadap Kapasitas Adsorpsi

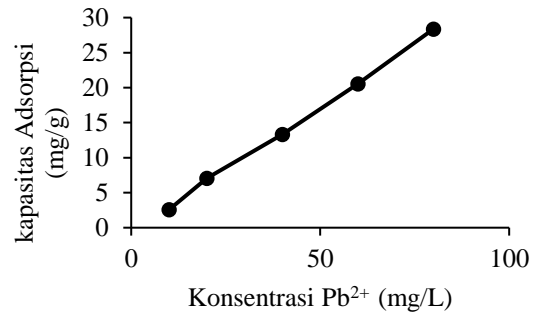


Gambar 9. Grafik Variasi Waktu Terhadap Efisiensi Adsorpsi

Dari hasil variasi waktu kontak efisiensi dan kapasitas adsorpsi menunjukkan hasil yang sama, yaitu kapasitas adsorpsi meningkat seiring penambahan waktu. Kapasitas adsorpsi terbesar yaitu pada waktu 150 menit sebesar 3,2023 mg/g, artinya setiap 1 g adsorben mampu mengadsorpsi 3,2023 mg ion logam timbal(II) dengan efisiensi adsorpsi 96,05%. Kenaikan efisiensi dan kapasitas adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 8 dan Gambar 9.

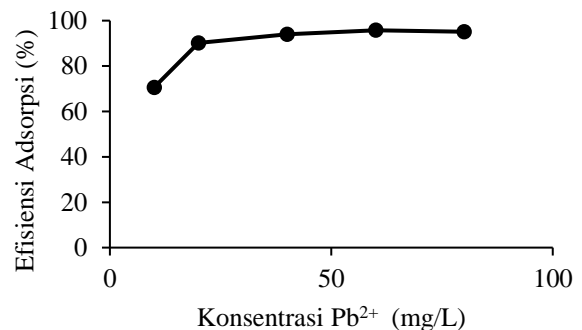
4) Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Ion Timbal (II)

Variasi konsentrasi dilakukan dengan memvariasikan larutan ion logam timbal(II) yaitu 10, 20, 40, 60, 80 mg/L. Variasi larutan ion logam timbal(II) ini sangat penting agar dapat mengetahui berapa konsentrasi ion logam timbal(II) yang terserap dengan menggunakan Ca-alginat.



Gambar 10. Grafik Variasi Konsentrasi Pb²⁺ Terhadap Kapasitas Adsorpsi

Hasil adsorpsi ion logam timbal(II) dengan variasi konsentrasi menunjukkan bahwa efisiensi adsorpsi bertambah seiring meningkatnya konsentrasi pada larutan, namun pada konsentrasi 80 mg/L terjadi sedikit penurunan karena Ca-alginat telah terisi seluruhnya dengan ion logam timbal(II), sehingga telah tercapai kesetimbangan antara luas permukaan Ca-alginat dengan jumlah ion logam timbal(II) yang teradsorpsi. Pada kondisi kesetimbangan adsorpsi, permukaan Ca-alginat telah dipenuhi oleh adsorbat sehingga tidak mampu lagi menyerap ion logam timbal(II). Hasil dari pengaruh variasi konsentrasi dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 11. Grafik Variasi Konsentrasi Pb²⁺ Terhadap Efisiensi Adsorpsi

Pada Gambar 11 dapat dilihat bahwa kapasitas adsorpsi bertambah dengan meningkatnya konsentrasi pada larutan, hal ini dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan maka semakin meningkat pula kapasitas adsorpsinya. Peningkatan kapasitas ini terjadi karena jumlah ion yang terikat pada adsorben lebih banyak.

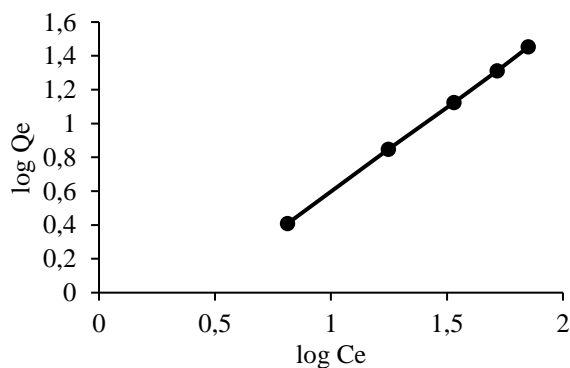
Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan metode yang digunakan untuk menggambarkan keadaan setimbang antara konsentrasi zat terlarut yang terserap pada permukaan padatan dengan jumlah

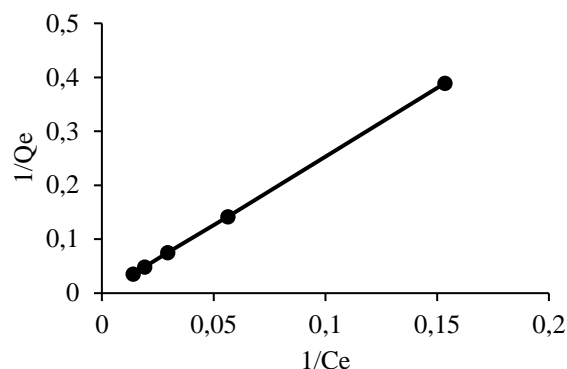
penyerapan pada suhu tetap. Keseimbangan adsorpsi dapat terjadi apabila konsentrasi ion logam yang diserap sama dengan konsentrasi ion logam yang keluar. Interaksi antara adsorben dan adsorbat ini dapat digambarkan dengan beberapa tipe isoterm adsorpsi diantaranya isoterm adsorpsi Freundlich dan isoterm adsorpsi Langmuir. Kedua isoterm adsorpsi ini merupakan jenis isoterm yang biasa digunakan hubungan adsorpsi pada fasa padat-cair. Jika data yang diperoleh merupakan isoterm adsorpsi Freundlich, maka adsorben yang digunakan mempunyai permukaan yang heterogen dan bersifat *multilayer*. Sedangkan jika data yang diperoleh merupakan isoterm adsorpsi Langmuir, maka adsorben yang digunakan mempunyai permukaan yang homogen dan bersifat *monolayer* [2].

Penentuan model isoterm adsorpsi ion logam timbal(II) ditunjukkan pada Gambar 12 dan Gambar 13. Kurva isoterm Freundlich merupakan kurva hubungan antara $\log C_e$ dan $\log Q_e$, dimana $\log C_e$ adalah log konsentrasi setelah setimbang dan $\log Q_e$ adalah log massa adsorbat yang diserap per g adsorben. Dari kurva yang diperoleh dapat dilihat bahwa hasil analisis regresi linier (R^2) menunjukkan nilai 0,9999. Sedangkan isoterm Langmuir diperoleh dari hubungan $1/C_e$ dan $1/Q_e$ dengan hasil analisis regresi linier (R^2) 1.

Dari kedua kurva isoterm adsorpsi dapat ditentukan model adsorpsi ion logam timbal(II) oleh Ca-alginat dengan membandingkan nilai koefisien regresi linier (R^2) dari kurva isoterm adsorpsi tersebut yaitu 0,9999 untuk isoterm adsorpsi Freundlich dan 1 untuk isoterm adsorpsi Langmuir. Perbandingan ini tidak jauh berbeda, maka dapat dikatakan bahwa mekanisme adsorpsi ion logam timbal(II) oleh Ca-alginat mengikuti model isoterm adsorpsi Freundlich dan isoterm adsorpsi Langmuir.



Gambar 12. Grafik Isoterm Freundlich



Gambar 13. Grafik Isoterm Langmuir

Model isoterm adsorpsi Freundlich berasumsi bahwa pada semua sisi permukaan adsorben akan terjadi proses adsorpsi di bawah kondisi yang diberikan. Isoterm adsorpsi Freundlich tidak dapat memperkirakan adanya sisi-sisi pada permukaan yang mampu mencegah adsorpsi pada saat kesetimbangan tercapai, dan hanya ada beberapa sisi aktif saja yang mampu mengadsorpsi molekul terlarut. Mekanisme yang terjadi pada isoterm adsorpsi Freundlich ini yaitu fisisorpsi. Hal ini menunjukkan bahwa kemungkinan adanya mekanisme lain yang terlibat dalam proses adsorpsi yaitu ion logam timbal(II) yang hanya menempel pada pori-pori adsorben saja. Adapun model isoterm adsorpsi Langmuir membuktikan bahwa mekanisme yang terjadi pada proses adsorpsi ini merupakan mekanisme kimisorpsi.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa berdasarkan hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi yang terkandung dalam Ca-alginat yaitu gugus -OH pada bilangan gelombang 3412 cm^{-1} , gugus C-H pada bilangan gelombang

cm^{-1} , gugus C=O pada bilangan gelombang 1608 cm^{-1} yang menjadi gugus aktif sebagai adsorben, dan gugus C-OC glikosidik pada bilangan gelombang 1319 cm^{-1} , serta adanya daerah khas sidik jari guluronat dan mannuronat yang menunjukkan senyawa tersebut merupakan senyawa alginat serta hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa Ca-alginat mempunyai permukaan bergranul padat berpori yang dapat dijadikan sebagai adsorben.

Pengaruh variasi kondisi adsorpsi terhadap penyerapan ion logam timbal(II) pada adsorben Ca-alginat yaitu semakin besar massa Na-alginat, efisiensi adsorpsi semakin kecil. Efisiensi terbesar yaitu pada massa 4%. Semakin besar pH, waktu kontak dan konsentrasi larutan ion logam timbal(II) maka semakin besar pula efisiensi

adsorpsinya, namun terjadi sedikit penurunan pada kisaran pH 6-7 dan pada konsentrasi ion logam timbal(II) 80 mg/L. Efisiensi terbesar yaitu pada pH 5, waktu kontak 150, dan konsentrasi ion logam timbal(II) 60 mg/L.

Mekanisme adsorpsi ion logam timbal(II) oleh Ca-alginat mengikuti model isoterm adsorpsi Freundlich dan isoterm adsorpsi Langmuir.

REFERENSI

- [1] Ricki M Mulia, *Kesehatan Lingkungan*. Yogyakarta: Graha Ilmu, 2005.
- [2] I Dewa Gede Dwi Prabhasastra Kusuma, Ni Made Wiratini, and I Gusti Lanang Wiratma, "Isoterm Adsorpsi Cu²⁺ Oleh Biomassa Rumput Laut *Euclima Spinosum*," *e-Jurnal Kimia Visvitalis*, vol. II, p. 2, 2014.
- [3] Imelda H Silalahi, Titin Anita Zahra, and Henry Martua Tampubolon, "Kapasitas Adsorpsi Merkuri Menggunakan Adsorben *Sargassum Crassifolium* Teraktivasi," *Biopropal Industri*, vol. III, no. 1, 2012.
- [4] N, P Diantariani, I W Sudiarta, and N. K Elantiani, "Proses Biosorpsi dan Desorpsi Ion Cr(VI) pada Biosorben Rumput Laut *Euclima Spinosum*," *Jurnal Kimia*, vol. II, no. 1, 2008.
- [5] Agustina Muharrohmah Mahbub, "Studi Ekstraksi Alginat dari Biomassa Rumput Laut Coklat (*Sargassum crassifolium*) sebagai Adsorpsi Ion Logam Cadmium(II)," Depok, 2012.
- [6] S.Y., Tjahjaningsih, W., Sianita, N., Bachtiar, "Pengaruh Ekstrak Alga Coklat Jenis *Sargassum* sp. terhadap Proses Pematangan Bakteri *Escherichia coli*," *Journal of Marine and Coastal Science*, vol. 1, pp. 53-60, 2012.
- [7] Yunizal, "Teknologi Pengolahan Alginat," Jakarta, 2004.
- [8] Haerunnisa, "Analisis Kualitas Dan Formulasi Alginat Hasil Ekstraksi *Sargassum Filipendula* Untuk Pembuatan Minuman Suplemen Serat Dalam Bentuk Effervescent," Jakarta, 2008.
- [9] Murobbiyatul Wathoniyah, "Pembuatan Dan Karakterisasi Komposit Sodium Alginat-Karaginan Dengan Crosslinker CaCl₂ Dan Plasticizer Gliserol Sebagai Material Drug Release," Surabaya, 2016.
- [10] Helmi Fehragucci, "Pengaruh Penambahan Plasticizer dan Kitosan terhadap Edible Film Ca-alginat," Surakarta, 2012.
- [11] Qurry Mawaddana, "Uji Viabilitas Mikroenkapsulasi *Lactobacillus casei* Menggunakan matrik natrium alginat," Jakarta, 2015.
- [12] Julhim S Tangio, *Adsorpsi Logam Timbal (Pb) dengan Menggunakan Eceng Gondok*. Gorontalo: Universitas Negeri Gorontalo, 2012.