

**PENGOLAHAN LIMBAH ZAT WARNA PROCION
DENGAN PENGOLAHAN LIMBAH ZAT WARNA PROCION
DENGAN FOTOKATALIS KITOSAN-TiO₂ pada INDUSTRI
SONGKET**

**REMOVAL OF DYES IN SONGKET WASTE WATER BY USING
PHOTOCATALYST Chitosan-TiO₂**

Kurniawati Oktarina^{*}, ¹⁾Said

^{*}Program Studi Teknik Perkapalan, STIM Mutiara Jaya Lampung

¹⁾Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sriwijaya

^{*}Jl. Pelita I No.24 Labuhan Ratu Kedaton Bandar Lampung

^{*}e-mail : kurniawatyoktarina@gmail.com

Abstrak

Fotokatalis merupakan salah satu katalis yang bekerja apabila diberi cahaya tertentu dan umumnya adalah semikonduktor yang memiliki pita valensi penuh dan pita konduksi kosong, seperti TiO₂. Telah dilakukan penelitian sintesis nanokomposit kitosan-TiO₂, nanokomposit yang dihasilkan dari tulang rawan cumi sebagai kitosan-β. Nanokomposit disintesis dengan menggabungkan kitosan sebagai material pendukung dan TiO₂ yang mempunyai fungsi sebagai fotokatalitik tinggi. Karakterisasi nanokomposit kitosan-TiO₂ dengan FTIR dan SEM/EDX yang menunjukkan gugus fungsi dan morfologi permukaan dari nanokomposit. Analisis FTIR menunjukkan pita serapan O-Ti-O pada daerah 678,98 cm⁻¹ dan serapan yang khas dari kitosan pada bilangan gelombang -OH 3425,58 cm⁻¹, 3834,49 cm⁻¹, dan 3873,06 cm⁻¹. Dari analisis SEM/EDX dapat diketahui bahwa TiO₂ terdistribusi secara merata pada permukaan kitosan. Kemudian nanokomposit diaplikasikan dengan zat warna procion pada limbah cair songket Palembang. Nanokomposit kitosan-TiO₂ dari tulang rawan cumi mampu mendegradasi zat warna procion didalam medium air dengan bantuan cahaya UV pada panjang gelombang optimum 520 nm, dimana persentase fotodegradasi sebesar 54,47%. Yang mana nanokomposit ini juga mampu menurunkan konsentrasi dari zat warna procion dari 5 mg/L menjadi 1,9 mg/L dengan derajat keasaman (pH) mula-mula 10,34 menjadi 7,13.

Kata Kunci: Fotokatalis, Nanokomposit, Procion Red, Chitosan-TiO₂

Abstract

Photocatalyst is one of the catalysts that works when given a certain light and generally is a semiconductor that has a full valence band and an empty conduction band, such as TiO₂. Synthesis of chitosan-TiO₂ nanocomposite research has been carried out, nanocomposites produced from squid cartilage as chitosan-β. Nanocomposites are synthesized by combining chitosan as a supporting material and TiO₂ which has a function as a high photocatalytic. Characterization of chitosan-TiO₂ nanocomposites by FTIR and SEM / EDX which shows the functional groups and surface morphology of the nanocomposite. FTIR analysis shows the absorption band of O-Ti-O in the region of 678.98 cm⁻¹ and the typical absorption of chitosan at wave numbers -OH 3425.58 cm⁻¹, 3834.49 cm⁻¹, and 3873.06 cm⁻¹. From SEM / EDX analysis it can be seen that TiO₂ is evenly distributed on the surface of chitosan. Then nanocomposite was applied with wrna procion in Palembang songket liquid waste. Chitosan-TiO₂ nanocomposites from squid cartilage were able to degrade procion dyes in water medium with the help of UV light at the optimum wavelength of 520 nm, where the percentage of photodegradation was 54.47%. Which nanocomposite is also able to reduce the concentration of procion dyes from 5 mg / L to 1.9 mg / L with an initial acidity (pH) of 10.34 to 7.13.

Key words: Photocatalyst, nanocomposites, Procion Red

PENDAHULUAN

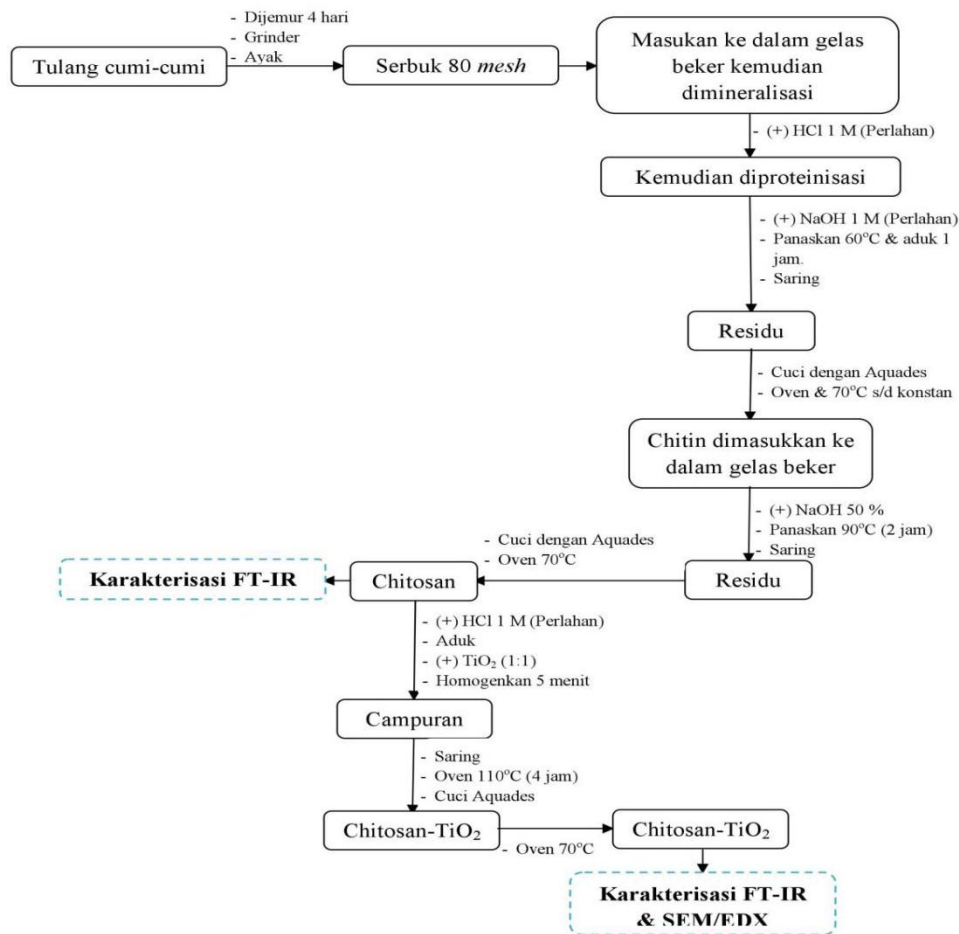
Kemajuan pengetahuan dan teknologi serta bertambahnya jumlah penduduk meningkatkan kebutuhan manusia sehingga memunculkan tempat yang menghasilkan limbah berbahaya bagi kehidupan manusia maupun makhluk hidup disekitarnya. Kegiatan industri itu salah satunya adalah industri tekstil tenun songket yang berada di daerah 15 Ulu Kertapati Palembang. Industri ini ialah salah satu industry andalan yang merupakan warisan budaya Palembang yang meningkatkan kesejahteraan masyarakat. Karakteristik limbah cair industry songket tersebut ditandai dengan kandungan zat warna, *Chemical Oxygen Demand* (COD) dan *Total Suspended Solid* (TSS) yang tinggi serta pH yang rendah. Pembuangan limbah yang secara langsung ke selokan atau perairan tanpa diolah terlebih dahulu berpotensi mencemari lingkungan. Limbah yang dihasilkan dari zat warna dapat mengubah air menjadi berwarna dan mengubah kualitas air. Dimana, zat warna yang digunakan dalam industry songket adalah zat warna sintetik dan tergolong zat warna azo (N=N).

Sejauh ini belum ditemukan industry songket yang telah melakukan pengolahan limbah cair sebelum di buang ke lingkungan, Meskipun penyuluhan potensi limbah cair industry songket mencemari lingkungan sudah sering dilakukan oleh instansi terkait. Hal ini tentunya menjadi tantangan bagi kimiawan dalam menanganinya, sehingga diperlukan metoda yang sesuai untuk pengolahan limbah cair industry songket tersebut. Banyaknya kelemahan dari pengolahan limbah yang telah dilakukan maka sebagai alternative pengolahan tersebut dilakukan dengan menggunakan material anorganik. Material anorganik yang dimaksud disini adalah suatu semi konduktor yang mempunyai aktifitas fotokatalis. Teknologi fotokatalis merupakan kombinasi dari proses fotokimia dan katalis yang terintegrasi untuk dapat melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia. Reaksi transformasi tersebut berlangsung pada permukaan bahan katalis semikonduktor yang terinduksi oleh sinar (Slamet dkk, 2003).

Teknologi fotokatalis yang digunakan untuk pengolahan limbah ini secara mudah, murah dan efisien dapat dilakukan dengan menggunakan titanium dioksida (TiO_2) melalui proses fotooksidasi zat warna menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti carbon dioksida dalam air. Oksidasi logam Titanium dioksida (TiO_2) merupakan material semikonduktor yang mempunyai aktivitas fotokatalitik relative tinggi. Pada penelitian ini TiO_2 akan di dispersikan kedalam kitosan yang bertindak sebagai *supporting material*, dimana kitosan- TiO_2 yang terbentuk menggabungkan antara fungsi kitosan sebagai adsorben dan TiO_2 yang mempunyai aktifitas fotokatalitik tinggi (Mohadi dkk, 2009).

METODE PENELITIAN

Perlakuan dan Rancangan Penelitian



Gambar 1. Flowcart Penelitian

ANALISA DATA

Analisis spektrum FT-IR untuk kitin dan kitosan dilakukan daerah gugus fungsi dan daerah sidik jari dengan frekuensi 4000 cm⁻¹ – 400 cm⁻¹. Derajat deasetilasi kitosan ditentukan dengan *base line* berdasarkan spektrum FT-IR, dengan rumus (1):

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

Dimana, A₁₆₅₅ menunjukkan serapan pada pita amida, A₃₄₅₀ menunjukkan serapan pada hidroksil dan faktor 1,33 menunjukkan nilai rasio A₁₆₅₅/A₃₄₅₀ untuk sepenuhnya derajat deasetilasi kitosan.

Analisa Sintesis Komposit Kitosan-TiO₂ dari Tulang Cumi

Beberapa gram kitosan yang diperoleh dari tulang cumi ditambahkan larutan HCl 1 N secara perlahan, kemudian diaduk hingga larut. Setelah itu ditambahkan TiO₂ dengan rasio 1:1 antara kitosan dan TiO₂ kemudian diaduk. Kemudian, distirrer dan dihomogenkan selama 5 menit dan dilakukan pengukuran pH. Selanjutnya, di oven pada suhu 110°C selama 4 jam untuk menghasilkan gel, gel dikarakterisasi. Larutan kemudian disaring dengan kertas Whatman,

kemudian didapat endapan yang berupa kitosan-TiO₂. Kitosan-TiO₂ dicuci dengan aquades hingga pH tidak terlalu asam, kemudian dikeringkan didalam oven dengan temperatur 70°C hingga kering dengan berat konstan untuk memperoleh serbuk kitosan-TiO₂. Setelah kering, kitosan-TiO₂ dikarakterisasi dengan spektrofotometer FT-IR untuk melihat gugus fungsi dan SEM-EDX untuk melihat unsur yang terdapat di dalamnya.

Analisa Penentuan Panjang Gelombang dan Pembuatan Kurva Standar Larutan Procion

Zat warna procion (limbah songket) dengan konsentrasi 6 mg/L diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 470-570 nm dengan rentang 10 nm. Hasil yang diperoleh kemudian digambarkan pada grafik dengan panjang gelombang sebagai x dan absorbansi sebagai sumbu y. Panjang gelombang didapat dari nilai absorbansi tertinggi. Selanjutnya, larutan standar procion (limbah songket) dengan konsentrasi 1 sampai 8 mg/L diukur absorbansinya pada panjang gelombang dengan nilai absorbansi tertinggi dan dibuat kurva standar procion dengan memplot konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y.

Aplikasi Uji Aktivitas Nano-komposit Kitosan-TiO₂ pada Limbah yang Mengandung Zat Warna dan Logam Berat

Larutan limbah sebanyak 30 mL dengan konsentrasi 5 mg/L (variasi konsentrasi dari limbah 10, 20, 30, 40, 50, 60 dan 70 mg/L) yang mengandung zat warna dan logam berat dicampurkan dengan 0,1 gram nanokomposit kitosan-TiO₂ masing-masing diinteraksikan dengan sinar UV atau sinar matahari sebagai perwujudan reaksi fotokatalis dengan selang waktu 30 menit sampai 8 jam. Campuran tersebut dipisahkan dengan sentrifus menggunakan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit untuk memisahkan nanokomposit kitosan-TiO₂ dari limbah. Limbah (zat warna procion) yang telah terfotodegradasi atau teradsorpsi oleh nano-komposit diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang yang telah ditentukan sebelumnya. Dari nilai absorbansi tersebut, dapat dihitung konsentrasi dari limbah, serta persentase fotodegradasi dan adsorpsi dari limbah (Widihati dkk, 2011) Aktivitas fotokatalitik diuji dengan mengukur penurunan konsentrasi dari zat warna. Parameter-parameter yang akan pengaruh pH larutan, konsentrasi zat warna. Analisis penurunan konsentrasi logam berat akan dilakukan dengan menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectrometer*).

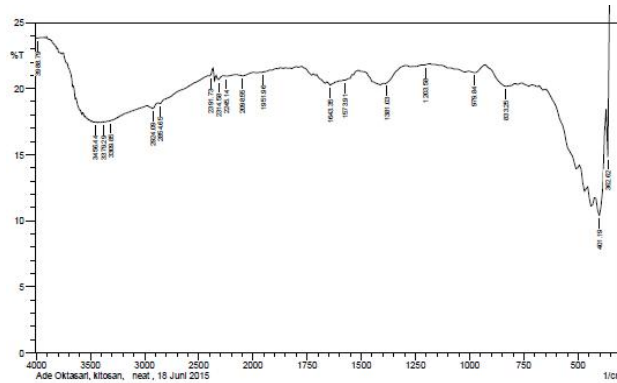
HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Tulang Cumi

Serbuk tulang cumi yang telah dipreparasi, mengalami tahap awal untuk mendapatkan kitosan. Tahap ini adalah deproteinasi, dimana pada proses ini bertujuan untuk memutus ikatan protein dengan kitin menggunakan NaOH 1M. Rendemen yang dihasilkan pada tahap ini sekitar 65, 06 %. Hal ini sesuai dengan Srijanto (2003) yang menyatakan bahwa kandungan protein didalam tulang cumi sekitar 30-40% dan berpacu pada penelitian-penelitian sebelumnya.

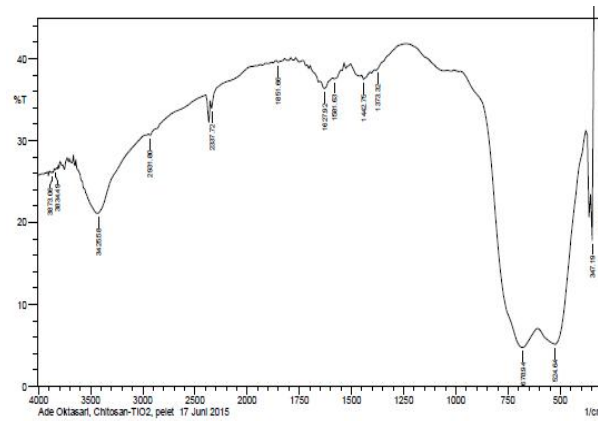
Tahap terakhir untuk memperoleh kitosan ialah proses deasetilasi kitin. Pada proses ini, gugus asetil (CH₃-CO) yang terdapat pada tulang cumi dihilangkan dengan menggunakan larutan pekat NaOH 50%. Proses deasetilasi kitin berlangsung dalam kondisi basa karena gugus N-Asetil tidak dihilangkan dengan reagen asam tanpa polisakaridanya. Sehingga, dalam proses ini rendemen yang diperoleh dari tulang cumi sekitar 80,15% dengan tekstur kitosannya berbentuk hidrogel.

Karakterisasi Tulang Cumi dengan Spektrofotometer FT-IR



Gambar 2. Spektrum FT-IR Kitosan

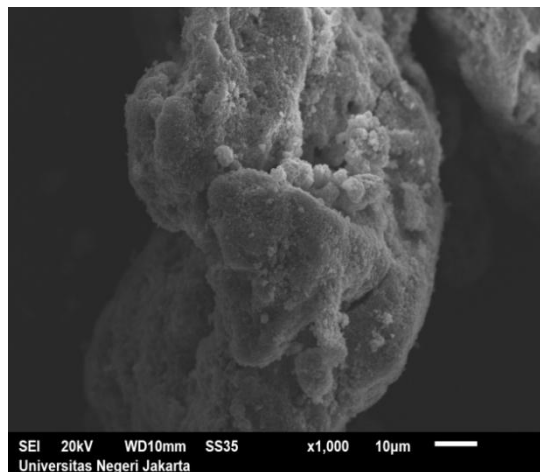
Berdasarkan data yang terletak pada lampiran mengenai perhitungan derajat deasetilasi berdasarkan metode *base line* pada FT-IR didapatkan derajat deasetilasi kitosan dari tulang cumi ini sebesar 93,609%.

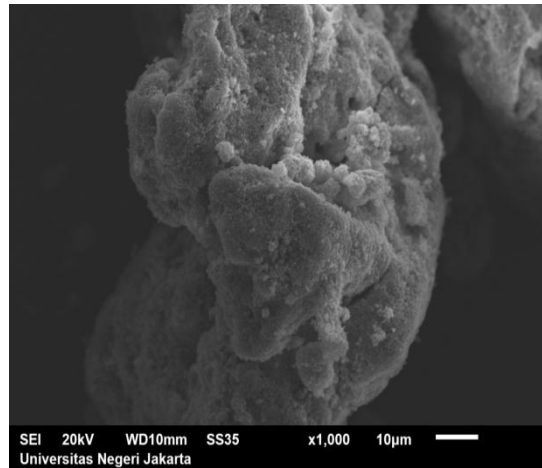


Gambar 3. Spektrum FT-IR Kitosan-TiO₂

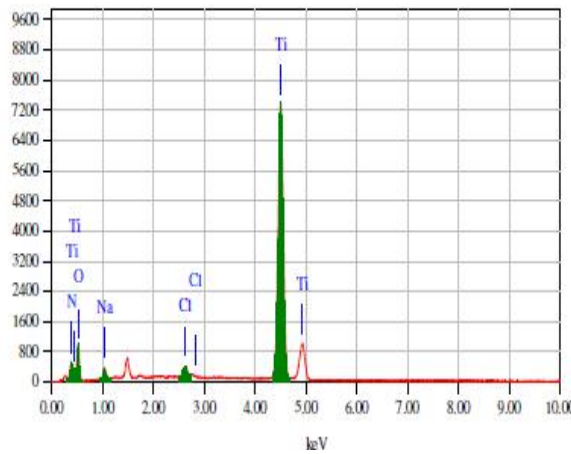
Karakterisasi Nano-komposit Kitosan-TiO₂ dengan SEM/EDX

Nano-komposit kitosan-TiO₂ dikarakterisasi dengan SEM/EDX untuk melihat morfologi permukaan dan unsure-unsur yang terdapat didalam nano-komposit tersebut.





Gambar 4. Scanning Electron Microscope (SEM) nano-komposit kitosan TiO₂ tulang cumi perbesaran (a) 1.000x dan (b) 10.000x



Gambar 4. Data analisa Energy Dispersive Xray (EDX) dari nano-komposit TiO₂ tulang cumi
Tabel 1. Persentase unsure dan oksida dalam nano-komposit kitosan-TiO₂ dari tulang cumi

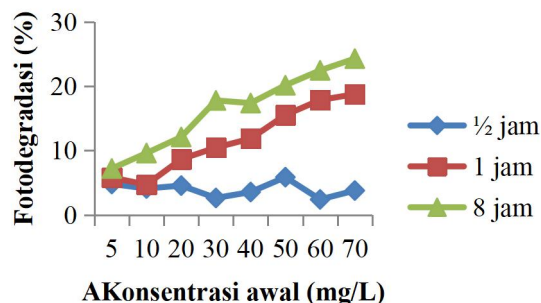
Unsur	% Massa	% Atom	Oksida
O	44,20	62,10	TiO ₂
Ti	43,66	20,49	NO
N	9,36	15,03	

Terlihat bahwa nanokomposit terdistribusi secara merata di atas permukaan kitosan dengan persen massa TiO₂ yang dominan dan dikung dengan data SEM pada Gambar 4. Memperlihatkan sebagian besar permukaan tertutupi oleh TiO₂ yang bewarna putih.

Aktivitas Nano-komposit Kitosan-TiO₂ terhadap Fotokatalis dan Adsorpsi Zat Warna Procion

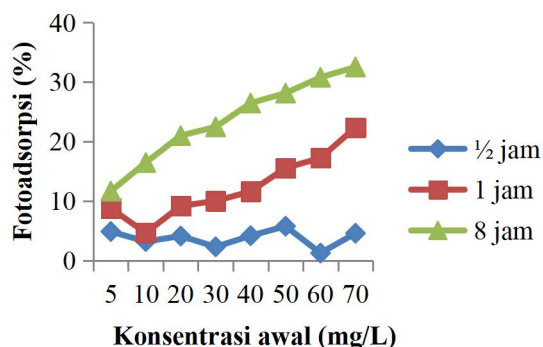
Proses fotokatalis dan adsorpsi dilakukan dengan waktu kontak 30 menit (variasi waktu) yaitu 30 menit, 60 menit dan 8 jam, serta dengan memvariasikan konsentrasi procionnya yaitu, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 60, dan 70 mg/L. Larutan procion dengan disinari UV selama 30 menit mempunyai persentase fotodegradasi sebesar 4,8%; 4,1%; 4,55%; 2,62; 3,55%; 5,86%; 2,4%; dan 3,78%. Persentase fotodegradasi larutan procion red yang disinari dengan sinar UV selama

60 menit memberikan persentase yang sedikit lebih besar yaitu 5,8%; 4,7; 8,65%; 10,46%; 11,85%; 15,52%; 17,85%; dan 18,75% sedangkan untuk larutan procion red yang disinari dengan UV lebih lama selama 8 jam memiliki persentase fotodegradasi yang sedikit tinggi lagi yakni sebesar 7,2%; 9,6%; 12,1%; 17,78%; 17,37%; 20,14%; 22,45%; dan 24,28%.



Gambar 6. Grafik Hubungan antara konsentrasi dan persentase fotodegradasi procion disinari UV

Dari Gambar 7, terlihat kinerja dari adsorben pada nano-komposit chitosan-TiO₂ dari tulang cumi-cumi tanpa penyinaran dari UV.

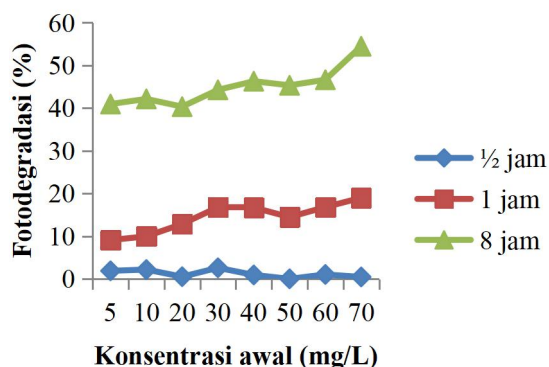


Gambar 7. Grafik Hubungan antara konsentrasi dan persentase adsorpsi larutan procion oleh nanokomposit kitosan-TiO₂ tanpa disinari UV

Dimana, pada variasi waktu yang lebih lama yakni 8 jam, dimana nano-komposit chitosan-TiO₂ dari tulang cumi mampu mengadsorpsi procion red tanpa sinar UV dengan persentase sebesar 11,68%, 16,48%, 21,02%, 22,48%, 26,48%, 28,15%, 30,80% dan 32,53%. Dari variasi waktu yang telah dilakukan menunjukkan bahwa tingkat fotoadsorpsi dari aktivitas nanokomposit chitosan-TiO₂ adanya peningkatan kerja. Dimana, daya adsorp dari nano-komposit chitosan-TiO₂ mampu menurunkan konsentrasi dari zat warna procion red juga meskipun tidak disinari UV.

Aktivitas fotodegradasi yang divariasikan waktu, dimana nanokomposit kitosan-TiO₂ mampu memfotodegradasi larutan procion red yang disinari dengan cahaya UV (Gambar 7). Sama halnya dengan ditambah waktu yang lebih lagi yaitu selama 8 jam disinari cahaya UV dan dilarutkan dengan nanokomposit chitosan-TiO₂ memberikan

aktivitas yang lebih baik yaitu sebesar 40,95%; 42,14%; 40,3%; 44,27%; 46,29%; 45,33%; 46,63%; dan 54,47%. Dari kondisi optimum pada konsentrasi 70 mg/L bahwa nanokomposit chitosan-TiO₂ yang telah disintesis dari tulang cumi-cumi mempunyai aktivitas fotodegradasi yang baik terhadap zat warna larutan procion red yakni sebesar 54,47%.



Gambar 8. Grafik Hubungan antara konsentrasi dan persentase fotodegradasi larutan procion oleh nanokomposit kitosan-TiO₂ disinari UV

Nanokomposit chitosan-TiO₂ dari tulang cumi-cumi menunjukkan persentase fotodegradasi yang baik, hal ini disebabkan adanya struktur β -chitosan dari tulang cumi-cumi terbuka daripada α -chitosan sehingga TiO₂ yang didispersikan kedalamnya lebih maksimal saat melakukan proses fotodegradasi larutan procion red. Dari hasil data yang sudah ada menunjukkan bahwa aktivitas dari sinar cahaya UV ditambah nanokomposit bisa menurunkan konsentrasi dari zat warna, menambah aktivitas fotodegradasi dan fotoadsorpsi yang baik.

KESIMPULAN

Penelitian ini memberikan kesimpulan bahwa Kitosan- β yang telah diisolasi dari tulang cumi menghasilkan rendemen 80,15%, dengan derajat asetilasi sebesar 93,609%. Fotodegradasi zat warna procion pada reaksi fotokatalis dengan bantuan sinar UV menghasilkan persentase fotodegradasi 24,28% dan ditambahkan dengan nanokomposit chitosan-TiO₂ fotodegradasinya sebesar 54,47%. Fotodegradasi zat warna procion terhadap konsentrasi awal 5 mg/L menjadi 1,9 mg/L, dan derajat keasaman (pH) awal 10,34 menjadi 7,13.

Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pemanfaatan kitosan- β dari tulang cumi-cumi serta modifikasinya menjadi nanokomposit dengan semikonduktor lain untuk keperluan penanganan pencemaran perairan khususnya daerah padat penduduk.

DAFTAR PUSTAKA

- Chandumpai, A., Narongsak S., Damrongsak F., and Prasait S. 2004. Preparation and Physico-chemical Characterization of Chitin and Chitosan from The Pens of The Squid Species, *Loligo lessoniana* and *Loligo formosama*. *Cabohydrate Polymers* 58, pp. 467-474.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis & Sifat-sifatnya*. ITB: Bandung

(halaman 144).

Mohadi, R., Nurlisa H., dan Miranda R. 2009. Synthesis and Characterization of Composite Fe-chitosan and Its Application for Wastewater Treatment. Proceceding of 1st International Conference on Advances in Wastewater Treatment and Reuse Tehran Iran.

Purwaningrum W, Poedji Loekitowati H, dan Khanizar N.T. 2013. Adsorpsi Zat Warna Procion Merah pada Limbah Cair Industri Songket Menggunakan Kitin dan Kitosan. Prosiding Semiratan FMIPA Universitas Lampung (halaman 423-427).