

## KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT BENTONIT DAN KITOSAN SERTA TITANIUM DIOKSIDA MENGGUNAKAN FTIR

Bunga Fisikanta Bukit\*, Syarif Hussein Sirait

Universitas Quality Berastagi, Kec. Berastagi, Kabupaten Karo

corresponding: bungafisikantabukit@gmail.com

### Abstrak

Bentonit banyak tersedia dan jumlahnya berlimpah di alam sehingga dapat menjadi adsorben berbiaya rendah untuk pengolahan air limbah. Kemampuan bentonit dapat ditingkatkan dengan proses pilarisasi dan kalsinasi. Intercalasi polikation dan kalsinasi menghasilkan lapisan bentonit yang stabil dan konstan pada suhu tinggi. Salah satu polikation yang dapat digunakan ialah Titanium Dioxide ( $TiO_2$ ). Kitosan banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, hal ini dikarenakan kitosan memiliki gugus amina dan hidroksil, yang menyebabkan kitosan memiliki reaktifitas kimia yang tinggi dan menyebabkan sifat polielektrolit kation sehingga berperan sebagai penukar ion. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui senyawa dan gugus fungsi nanokomposit bentonit dan titanium dioksida serta kitosan dengan karakterisasi menggunakan FTIR. Hasil FTIR menunjukkan adanya puncak-puncak serapan yang mengindikasi terjadinya ikatan senyawa dan gugus fungsi nanokomposit bentonit dan kitosan serta titanium Dioksida.

**Kata kunci:** Bentonit;Kitosan;Titanium dioksida

### Abstract

*Bentonite is widely available and in abundance so that it can be a low-cost adsorbent for wastewater treatment. The ability of bentonite can be increased by pilarization and calcination processes. The intercalation of polycation and calcination produces a layer of bentonite that is stable and constant at high temperatures. One of the polikation that can be used is Titanium Dioxide ( $TiO_2$ ). Chitosan is widely used as an adsorbent, this is because chitosan has amine and hydroxyl groups, so that chitosan has high chemical reactivity and acts as ion exchange. This study aims to determine the compounds and functional groups of bentonite and titanium dioxide nanocomposites as well as chitosan with characterization using FTIR. The FTIR results showed that absorption peaks were indicating the occurrence of compound bonds and functional groups of bentonite and chitosan nanocomposites and titanium dioxide.*

**Keyword:** Bentonite, Chitosan, Titanium dioxide

### PENDAHULUAN

Agrominerals alami seperti bentonit memiliki sifat katalis dan adsorpsi yang unik. Bentonit menjadi salah satu jenis bahan yang paling menjanjikan sebagai bahan nanoteknologi yang aman (Degtyareva et al. 2016). Bentonit banyak tersedia dan jumlahnya berlimpah di alam sehingga dapat menjadi adsorben berbiaya rendah untuk pengolahan air limbah (Toor et al. 2015). Kemampuan adsorbsi bentonit alam kurang maksimal ketika tidak dilakukan modifikasi , oleh karena itu diperlukan modifikasi bentonit. Kemampuan

bentonit dapat ditingkatkan dengan proses pilarisasi dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi. Intercalasi polikation dan kalsinasi menghasilkan lapisan bentonit yang stabil dan konstan pada suhu tinggi. Salah satu polikation yang dapat digunakan ialah Titanium Dioxide ( $TiO_2$ ).  $TiO_2$  memiliki area permukaan spesifik yang besar yang memungkinkan untuk digabungkan dengan bahan yang lain tanpa menghalangi pori-pori bahan tersebut. Pilarisasi bentonit menggunakan kation Ti diharapkan dapat meningkatkan jarak basal dan area

permukaan spesifik (Basuki, Hasnowo, and Jamayanti 2019; Zuo et al. 2015)

Memodifikasi bentonit dengan  $TiO_2$  akan meningkatkan kemampuan mengadsorpsi limbah uranium dibandingkan dengan bentonit alam<sup>[3]</sup>. Aktifitas adsorpsi dan fotokatalik dari komposit bentonit- $TiO_2$  untuk menghilangkan warna dari limbah *methylene blue* dan *rhodamine B* telah dilakukan dengan impegrasi bentonit dan  $TiO_2$  serta dilanjutkan dengan proses radias (Fatimah 2012). Pilarisasi Titanium montmorillonit dengan menggunakan titanium isopropoksida sebagai prekursor berhasil dilakukan, hasilnya bakteri *Eschericia coli* berhasil di inaktivasi (Laysandra et al. 2017; Torabi Momen, Piri, and Karimian 2020). Pilarisasi titanium menghasilkan ruang basal yang jauh lebih besar dan permukaan spesifik yang lebih tinggi dan volume pori dibandingkan dengan Na-montmorillonit, hal ini dikarenakan perpindahan massa gas mengalami percepatan pada reaksi gas-padat, karena gas ditransfer melalui pori-pori katalis yang lebih besar . Organo bentonit disintesis oleh pengubah organik CTMAB dan bentonit alami. Hasil karakterisasi didapatkan bahwa gugus fungsional organik kation cetyltrimethylammonium ( $CTMA^+$ ) muncul pada permukaan bentonit. Kombinasi adsorpsi CTMAB2.5 dan fotokatalisis  $TiO_2$  menjadi lebih baik setelah digabungkan (Cai et al. 2014)

Selain itu penambahan kitosan juga dapat meningkatkan aktivitas adsorpsi dari bentonit terpilar  $TiO_2$ . Kitosan banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, hal ini dikarenakan kitosan memiliki gugus amina dan hidrosil, yang menyebabkan kitosan memiliki reaktifitas kimia yang tinggi dan menyebabkan sifat polielektrolit kation yang berperan sebagai penukar ion. Kitosan merupakan biopolimer yang efektif digunakan sebagai adsorben logam berat karena sifatnya yang tidak beracun, memiliki kekuatan mekanik yang tinggi, biokompatibilitas, biodegradabilitas dan biofungsionalitas (Kousalya et al. 2010;

Rajiv Gandhi, Kousalya, and Meenakshi 2011).

Dalam penelitian ini dilakukan Preparasi Dan Karakterisasi Nanokomposit Bentonit/Kitosan/ $TiO_2$  Sebagai Adsorben Limbah Cair. Bentonit alam dimodifikasi dengan pemberian surfaktan *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* – CTAB. Selanjutnya dilakukan preparasi nanokomposit bentonit/kitosan/ $TiO_2$ . Karakterisasi sampel dilakukan dengan SEM-EDX dan FTIR. Sedangkan untuk mengetahui aktifitas adsorpsi dari sampel maka dilakukan pengujian air dengan beberapa parameter seperti warna dan kebauan. Penelitian ini dikategorikan sebagai Penelitian Dosen Pemula yang berfokus pada material maju dengan tema teknologi pengembangan material fungsional dimana topik penelitian terkait dengan pengembangan material geopolimer.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

ALPHA FT-IR Spectrometer Bruker, Magnetic Stirrer, Analytical Balance, Oven, Furnace, Bentonit, Titanium dioxide, Cangkang udang, *cetyltrimethylammonium bromide* (CTMAB), HCL, NaOH,  $CH_3COOH$ , Air deionisasi, Aseton, NaOCl,  $AgNO_3$ .

### Preparasi Nano Bentonit

Preparasi nano bentonit dilakukan dengan cara meremukkan 200 g bentonit alam menggunakan mortar dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Sebanyak 21,88 g *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* - CTAB dilarutkan ke dalam 300 ml air dan selanjutnya dipanaskan dan diaduk pada suhu 80°C selama 1 jam . Disamping itu 100 g bentonit dicampur dengan 700 ml air deionisasi pada suhu 70 °C selama 2 jam. Larutan CTAB dan dispersi bentonit dicampurkan dan dipanaskan dengan menambahkan 500 ml air deionisasi pada suhu 70°C selama 3 jam. Kemudian disaring dengan penyaring vakum. Sebanyak 2 g  $AgNO_3$  ditambahkan dengan 100 ml air deionisasi.

Selanjutnya campuran tersebut dikeringkan pada microwave pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 8 jam.

#### **Preparasi Bentonit Telpilar TiO<sub>2</sub>**

Sebanyak 50 g bentonit dan 10 g TiO<sub>2</sub> dicampur dengan 150 ml air deionisasi dan diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer selama 5 jam dan dikeringkan dengan oven pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 12 jam. Kemudian campuran bentonit dan TiO<sub>2</sub> dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam.

#### **Preparasi Kitosan**

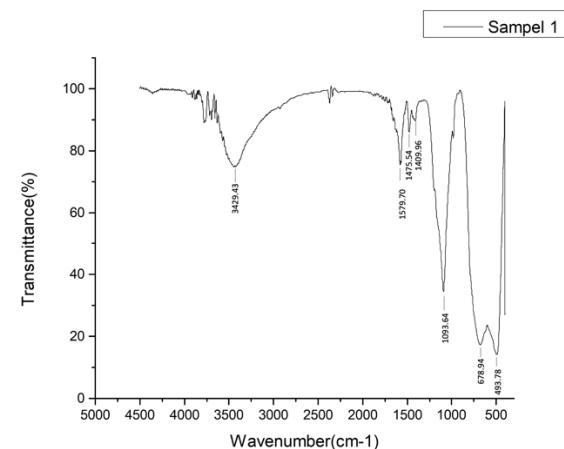
Preparasi kitosan dilakukan dengan 4 tahap yaitu tahap deproteinisasi, demineralisasi, depigmentasi, dan deasetilasi . 500 g sampah cangkang kulit udang dilarutkan dengan menggunakan larutan NaOH dan dipanaskan pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam kemudian didinginkan dan disaring . residi hasil saringan ditambahkan dengan larutan HCl 1.0 N kemudian diaduk selama 30 menit pada suhu ruangan. Selanjutnya dicuci dengan air deionisasi dan dikeringkan pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam. Kemudian dicampurkan dengan aseton dan diaduk selama 30 kemudian disaring kembali. Setelah itu residi dipigmentasi dengan NaOCl adan dicuci dengan air deionisasi. Hasil dari proses ini disebut dengan kitin. Kitin dicampur dengan NaOH dan dipanaskan pada suhu  $150^{\circ}\text{C}$  selama 6 jam. Campuran tersebut di saring dan dicuci dengan air deionisasi hingga mencapai pH netral dan kemudian dikeringkan menggunakan open pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam.

#### **Preparasi Nanokomposit Bentonit/Titanium Dioksida/Kitosan**

Sebanyak 25 g bentonit telpilar TiO<sub>2</sub> dan 10 g kitosan dicampurkan dengan CH<sub>3</sub>COOH dengan menggunakan magnetic stirrer selama 2 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan menggunakan 100 g air deionisasi. Selanjutnya campuran tersebut dikeringkan pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam.

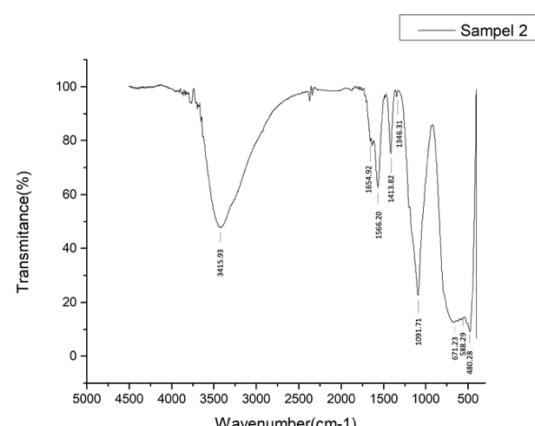
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Dari hasil karakterisasi sampel nanokomposit bentonit / titanium dioksida/ kitosan dengan menggunakan FTIR diperoleh grafik seperti ditunjukkan pada Gambar 1. yang merupakan hasil sampel 1



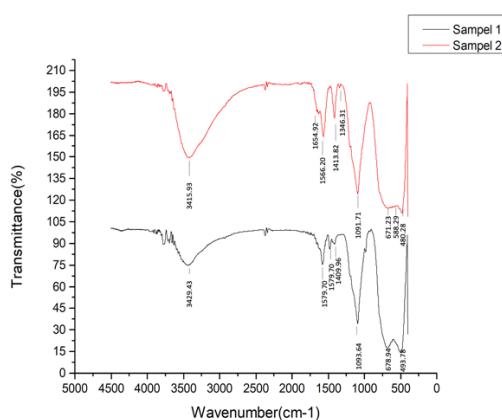
Gambar 1. Grafik FTIR Pada Sampel 1

Pada sampel 1 terdapat puncak utama pada 3429.43, 1579.70, 1475.54, 1409.36, 1093.64, 678.94, 493.76. Puncak 678.94 dan 493.76 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi TiO<sub>2</sub> berada pada 500-800 cm<sup>-1</sup>. puncak 3429.43 cm<sup>-1</sup> , menunjukkan adanya vibrasi pembengkokan gugus OH dan NH. Vibrasi peregangan pada bilangan gelombang 1579.70 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan gugus ikatan C=O yang menunjukkan adanya gugus amida sekunder. Puncak 1093.64 merupakan gugus serap Si-O-Si yang merupakan karakteristik dari serapan bentonit.



**Gambar 2. Grafik FTIR Pada Sampel 2**

Pada sampel 2 terdapat puncak 3415.93, 1654.92, 1566.20, 1413.82, 1346.31, 1091.71, 671.23, 588.29, 480.28. Seperti halnya pada sampel 1, sampel 2 juga menunjukkan puncak serapan yang hampir sama. Salah satu serapan karakteristik untuk senyawa kitosan adalah adanya serapan peregangan lemah pada daerah  $1650\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus C = O pada ikatan (-NHCOCH<sub>3</sub>)(Booth 1992; Bukit and Sirait 2019; Dompeipen 2017).

**Gambar 3. Perbandingan Grafik FTIR Pada Sampel 1 dan Sampel 2**

Dari Perbandingan Grafik FTIR Pada Sampel 1 dan Sampel 2 menunjukkan terjadinya pergeseran puncak. Pada sampel 2 terdapat pergeseran serapan gugus karbonil C=O amina sekunder pada bilangan gelombang  $1654,92\text{ cm}^{-1}$  dikarenakan ikatan hidrogen yang terjadi memperpanjang ikatan O-H yang asli, akibatnya ikatan C=O semakin panjang sehingga bilangan gelombang bergeser kekanan.

### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil FTIR pada nanokomposit bentonit dan kitosan serta titanium dioksida menunjukkan adanya puncak-puncak serapan yang mengindikasi terjadinya ikatan senyawa dan gugus fungsi dari nanokomposit bentonit dan kitosan serta titanium dioksida.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Kementrian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia (MENRISTEKDIKTI) Kontrak Nomor 256/LL1/PG/2020

### DAFTAR PUSTAKA

- Basuki, Kris Tri, Lutfi Aditya Hasnowo, and Elza Jamayanti. 2019. "ADSORPTION OF URANIUM SIMULATION WASTE USING BENTONITE:TITANIUM DIOXIDE." *Urania Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir*.
- Booth, H. 1992. "R. M. Silverstein, G. C. Bassler and T. C. Morrill. Spectrometric Identification of Organic Compounds. Wiley, Chichester, 1991, Pp. x + 419, £50.25 (Cloth), ISBN 0 471 63404 2." *Magnetic Resonance in Chemistry*.
- Bukit, Bunga Fisikanta, and Syarif Hussein Sirait. 2019. "PREPARASI DISPERSI ANTIBAKTERI BERBAHAN DASAR TITANIUM DIOKSIDA (TIO<sub>2</sub>) SERTA APLIKASINYA PADA KAIN DENGAN METODA DIP COATING." *JUITECH (Jurnal Ilmiah Fakultas Teknik Universitas Quality)*.
- Cai, Fei Fei, Zhao Hui Yang, Jing Huang, Guang Ming Zeng, Li ke Wang, and Jian Yang. 2014. "Application of Cetyltrimethylammonium Bromide Bentonite-Titanium Dioxide Photocatalysis Technology for Pretreatment of Aging Leachate." *Journal of Hazardous Materials*.
- Degtyareva, I. A., A. M. Ezhkova, A. Kh Yapparov, I. A. Yapparov, V. O. Ezhkov, E. v. Babynin, A. Ya Davletshina, T. Yu Motina, and D. A. Yapparov. 2016. "Production of Nano-Bentonite and the Study of Its Effect on Mutagenesis in Bacteria *Salmonella Typhimurium*." *Nanotechnologies in Russia*.
- Dompeipen, Edward J. 2017. "Isolasi Dan Identifikasi Kitin Dan Kitosan Dari Kulit Udang Windu ( Penaeus

- Monodon ) Dengan Spektroskopi Inframerah.” *Majalah BIAM*.
- Fatimah, Is. 2012. “Composite of TiO<sub>2</sub>- Montmorillonite from Indonesia and Its Photocatalytic Properties in Methylene Blue and e.Coli Reduction.” *Journal of Materials and Environmental Science*.
- Kousalya, G. N., Muniyappan Rajiv Gandhi, C. Sairam Sundaram, and S. Meenakshi. 2010. “Synthesis of Nano-Hydroxyapatite Chitin/Chitosan Hybrid Biocomposites for the Removal of Fe(III).” *Carbohydrate Polymers*.
- Laysandra, Livy, Meri Winda Masnona Kartika Sari, Felycia Edi Soetaredjo, Kuncoro Foe, Jindrayani Nyoo Putro, Alfin Kurniawan, Yi Hsu Ju, and Suryadi Ismadji. 2017. “Adsorption and Photocatalytic Performance of Bentonite-Titanium Dioxide Composites for Methylene Blue and Rhodamine B Decoloration.” *Heliyon*.
- Rajiv Gandhi, Muniyappan, G. N. Kousalya, and S. Meenakshi. 2011. “Removal of Copper(II) Using Chitin/Chitosan Nano-Hydroxyapatite Composite.” *International Journal of Biological Macromolecules*.
- Toor, Manjot, Bo Jin, Sheng Dai, and Vipasiri Vimonses. 2015. “Activating Natural Bentonite as a Cost-Effective Adsorbent for Removal of Congo-Red in Wastewater.” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.
- Torabi Momen, Masoomeh, Farideh Piri, and Ramin Karimian. 2020. “Photocatalytic Degradation of Rhodamine B and Methylene Blue by Electrochemically Prepared Nano Titanium Dioxide/Reduced Graphene Oxide/Poly (Methyl Methacrylate) Nanocomposite.” *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*.
- Zuo, Shufeng, Menglin Ding, Jing Tong, Lucong Feng, and Chenze Qi. 2015. “Study on the Preparation and Characterization of a Titanium-Pillared Clay-Supported CrCe Catalyst and Its Application to the Degradation of a Low Concentration of Chlorobenzene.” *Applied Clay Science*.