

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN PEC KITOSAN-PEKTIN-PEGDE SEBAGAI BIOSORBEN

Romelos Untailawan^{1*}, Dwi Siswanta²

¹Program Studi Pendidikan Kimia, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Pattimura

²Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada

*romelos.chemistry@gmail.com

Received: 10 June 2021 / Accepted: 01 July 2021 / Published: 31 July 2021

ABSTRACT

Chitosan-pectin polyelectrolyte complex (PEC) membrane have been widely used as biosorbent, but chitosan-pectin PEC membrane is not resistant to highly acidic or alkaline media. In this study, cross-linking of chitosan-pectin PEC membrane with polyethylene glycol diglycidyl ether (PEGDE) was carried out to increase the resistance of the membrane in acidic or basic media and to determine the characteristics of the membrane. Chitosan-pectin-PEGDE PEC membrane were synthesized with the compositions of 90%:10%:30%, 80%:20%:30%, and 70%:30%:30%. Chitosan-pectin-PEGDE PEC membrane has sharp absorption characteristics at a wavelength of 1604 cm^{-1} . Chitosan-pectin-PEGDE PEC membrane was stable at pH 3-14. The membrane with a composition of 90%:10%:30% has the highest water absorption capacity of 660% (w/w). While the membrane with a composition of 70%:30%:30% has the best mechanical ability, which is 45.67 MPa.

Keyword : PEC membrane, chitosan, pectin, PEGDE

ABSTRAK

Membran *polyelectrolyte complex* (PEC) kitosan-pektin telah banyak dimanfaatkan sebagai biosorben, tetapi membran PEC kitosan-pektin tidak tahan pada medium yang sangat asam atau basa. Pada penelitian ini dilakukan taut silang membran PEC kitosan-pektin dengan polietilen glikol diglisidil eter (PEGDE) untuk meningkatkan ketahanan membran pada medium asam atau basa serta untuk mengetahui karakteristik membran. Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE disintesis dengan komposisi 90%:10%:30%, 80%:20%:30%, dan 70%:30%:30%. Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE memiliki karakteristik serapan tajam pada panjang gelombang 1604 cm^{-1} . Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE stabil pada pH 3-14. Membran dengan komposisi 90%:10%:30% memiliki kemampuan menyerap air paling tinggi yaitu 660 % (b/b). Sedangkan membran dengan komposisi 70%:30%:30% memiliki kemampuan mekanis yang paling baik yaitu 45,67 MPa.

Kata kunci : Membran PEC, Kitosan, Pektin, PEGDE

PENDAHULUAN

Biosorben adalah adsorben yang berasal dari makhluk hidup yang dimanfaatkan untuk akumulasi atau pemekatan polutan dari larutan berair (Cirin dan Badot, 2008). Kitosan merupakan salah satu biosorben yang telah banyak dikembangkan untuk mengadsorpsi zat warna. Tanasale dkk (2012). mengadsorpsi zat warna metilen biru menggunakan serbuk kitosan dari limbah cangkang kepiting ranjungan. Kapasitas adsorpsi metilen biru yang diperoleh yaitu sebesar 4,2 mg/gr. Pada tahun 2014, Kurniasih, dkk memanfaatkan kitosan untuk mengadsorpsi rhodamin b.

Kitosan dapat mengadsorpsi rhodamin b sebesar 0,655 mg/gr. Kemampuan kitosan dalam mengadsorpsi zat warna dapat ditingkatkan dengan mengkombinasikan kitosan dan pektin untuk membuat membran PEC kitosan-pektin.

Ayuni dan Kristinayanti pada tahun 2016, mengkombinasikan kitosan dan pektin untuk membentuk membran PEC kitosan-pektin. Membran PEC ini kemudian digunakan untuk mengadsorpsi zat warna rhodamin b. Kapasitas adsorpsi membran PEC kitosan-pektin terhadap zat warna rhodamin b yaitu 18,4 mg/gr. Selain meningkatkan kemampuan adsorpsi zat warna, pembentukan membran PEC kitosan-pektin juga memudahkan pemisahan antara adsorben dengan larutan zat warna. Dalam penelitian Ayuni dan Kristinayanti dilaporkan bahwa membran ini hanya dapat bertahan pada pH 5-9.

Kelemahan dari membran PEC kitosan-pektin dapat diatasi dengan penambahan agen taut silang. Agen taut silang merupakan suatu senyawa yang memiliki dua gugus fungsi yang reaktif dan dapat membentuk jembatan antara dua rantai polimer (Cirin dan Badot, 2008). Tahun 2020, Silitonga melakukan taut silang membran PEC kitosan-pektin dengan glutaraldehid. Hasil penelitiannya menunjukkan adanya perbaikan ketahanan membran dalam medium asam. Membran PEC kitosan-pektin-glutaraldehid dapat bertahan pada pH 3-9. Selain glutaraldehid, polietilen glikol diglisidil eter (PEGDE) juga dapat dimanfaatkan sebagai agen taut silang membran PEC kitosan-pektin.

PEGDE merupakan senyawa polietilen glikol (PEG) yang memiliki dua gugus epoksida pada bagian ujung. Gugus epoksida pada PEGDE dapat membentuk ikatan dengan kitosan maupun pektin. Sifat ini yang membuat PEGDE dapat dimanfaatkan sebagai agen taut silang. Oleh sebab itu, dalam penelitian ini akan dilakukan taut silang membran PEC kitosan-pektin dengan PEGDE.

METODE PENELITIAN

Prosedur penelitian dalam penelitian ini mengikuti prosedur penelitian yang telah dilakukan oleh Ayuni dan Kristinayanti (2016), serta Silitonga (2020) yang kemudian dimodifikasi sesuai dengan kebutuhan penelitian yang akan dilakukan.

Alat dan Bahan

Peralatan yang akan dipakai pada penelitian ini yaitu pH meter, neraca analitik, pengaduk magnetik, oven, shaker, peralatan gelas dan plastik, Tensile Strength Tester, spektrofotometer FTIR, spektrofotometer UV-Vis, dan Scanning Electron Microscope (SEM).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan, pektin, polietilen glikol diglisidil eter (PEGDE-500) (Sigma Aldrich), metilen biru, asam asetat (CH_3COOH), dan natrium hidroksida (NaOH), akuades, akuabides,

Sintesis Membran PEC Kitosan-Pektin-PEGDE

Pektin dilarutkan dalam aquades. Setelah larut sempurna, ke dalam larutan pektin ditambahkan secara berurutan kitosan dan asam asetat 0,4 M. Larutan kitosan-pektin diaduk sampai larut sempurna, kemudian ke dalam campuran kitosan-pektin ditambahkan PEGDE dengan variasi. Larutan kemudian diaduk selama 48 jam. Campuran kitosan-pektin-PEGDE yang telah homogen dituangkan ke dalam cetak sebanyak 10 mL untuk tiap cetakan, setelah itu diupkan dalam oven pada suhu 70°C. membran yang terbentuk direndam dalam larutan NaOH 1 M selama 4 jam dan kemudian dicuci dengan akuabides. Setelah proses pencucian membran dikeringkan

dan disimpan untuk proses pengujian selanjutnya. Komposisi pembuatan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE mengikuti komposisi yang terdapat dalam **tabel 1**.

Tabel 1. Komposisi pembuatan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE

kitosan : pektin : PEGDE	Kitosan (g)	Pektin (g)	PEGDE (ml)	Aquades (mL)	Asam asetat 0,4 mol L ⁻¹ (mL)
90%:10%:30%	0,45	0,05	0,3	20	80
80%:20%:30%	0,40	0,10	0,3	20	80
70%:30%:30%	0,35	0,15	0,3	20	80

Karakterisasi Gugus Fungsi

Karakterisasi gugus fungsi membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Uji Penyerapan Air

Membran ditimbang berat keringnya, kemudian direndam dalam 30 mL aquades selama 60 menit. Setelah itu, membran ditimbang berat basahya. Adapun besar penyerapan air oleh membran dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0}$$

Dengan M_t adalah besarnya penyerapan membran, W_0 adalah berat kering membran, dan W_t adalah berat membran setelah perendaman dengan waktu t .

Uji Kekuatan Mekanis

Uji kekuatan mekanik membran menggunakan alat Tensile Strength Tester.

Uji Keasaman Medium

Uji keasaman medium dilakukan dengan merendam membran selama 24 jam dalam larutan yang telah diatur tingkat keasamaannya (pH). Pengaturan pH larutan dilakukan dengan menggunakan HCl dan NaOH. Pengujian dilakukan pada pH 1-14 dengan interval 1.

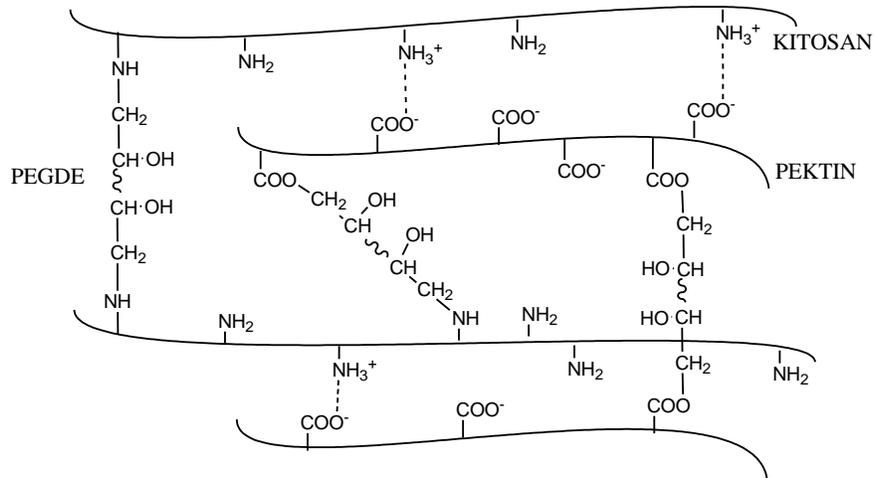
HASIL PENELITIAN

Sintesis Membran PEC Kitosan-Pektin-PEGDE

Membran PEC yang disintesis dalam penelitian ini adalah membran PEC kitosan-pektin 0,05% (v/b) dengan komposisi kitosan-pektin yaitu 90%:10%, 80%:20%, dan 70%:30%, yang ditaut silang dengan PEGDE 30% (terhadap mol kitosan). Tahap pertama dari sintesis membran ini adalah pembuatan larutan PEC kitosan-pektin. Setelah itu baru ditambahkan dengan larutan PEGDE dan kemudian dilanjutkan dengan proses pencetakan dan pengeringan.

PEGDE ditambahkan paling akhir supaya dapat membentuk jembatan antara kitosan dan pektin. PEGDE memiliki dua gugus epoksida pada bagian ujung. Gugus epoksida pada PEGDE dapat membentuk ikatan kovalen antar/intra PEC kitosan-pektin melalui gugus karboksilat dan

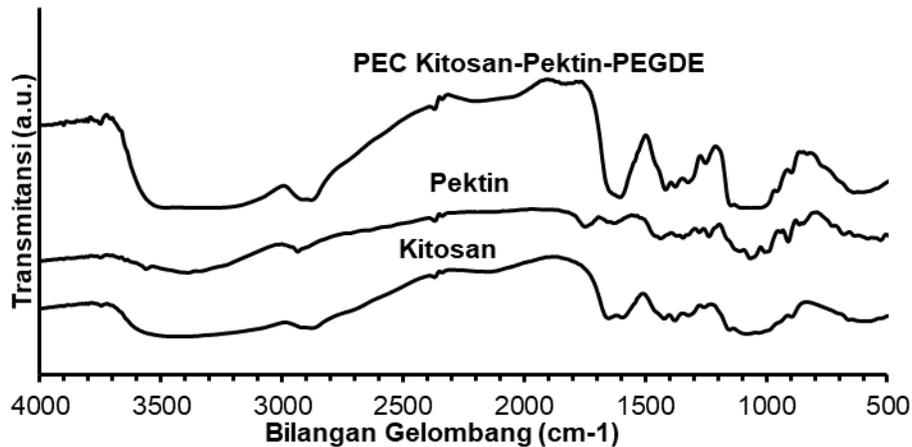
gugus amin (Van Wagner dkk., 2011 dan Vasylieva dkk., 2011). Interaksi antara kitosan, pektin, dan PEGDE dapat diilustrasikan pada **Gambar 1** di bawah ini:



Gambar 1. Ilustrasi ikatan yang terjadi pada membran PEC kitosan-pektin-PEGDE

Karakterisasi Gugus Fungsi

Karakterisasi gugus fungsi membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dianalisis menggunakan FTIR. Hasil spektra FTIR membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dibandingkan dengan hasil spektra FTIR dari kitosan dan pektin dapat dilihat pada **Gambar 2** di bawah ini :



Gambar 2. Spektra FTIR kitosan, pektin, dan Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE

Serapan di daerah panjang gelombang 1604 cm^{-1} pada spektra FTIR membran PEC kitosan-pektin-PEGDE merupakan karakteristik dari interaksi PEC kitosan-pektin. Serapan tajam ini timbul

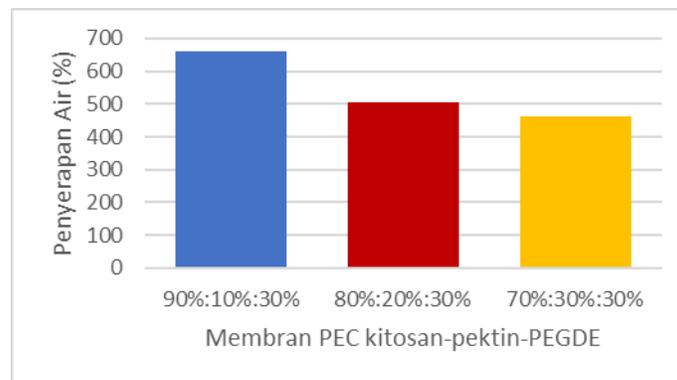
karena adanya interaksi ionik antara gugus amino pada kitosan (1597 cm^{-1}) dengan gugus karboksil pada pektin (1627 cm^{-1}). Data FTIR yang diperoleh mirip dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ayuni dan Kristinayanti (2016) serta Silitonga (2020) yaitu adanya serapan tajam PEC kitosan-pektin di daerah 1604 cm^{-1} . Interpretasi dari spektra kitosan, pektin dan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dapat dilihat pada **Tabel 2** di bawah ini:

Tabel 2. Interpretasi spektra FTIR kitosan, pektin, dan membran PEC Kitosan-pektin-PEGDE

Material	Panjang gelombang (cm^{-1})	Keterangan
Kitosan	1033-1080	Vibrasi ulur C—O pada ikatan glikosida
	1419	Vibrasi ulur C—N
	1597	Vibrasi tekuk $-\text{NH}_2$
	1651	Vibrasi ulur C=O
	2877	Vibrasi ulur gugus C—H pada rangka kitosan
		Vibrasi ulur $-\text{NH}_2$, vibrasi ulur $-\text{OH}$
Pektin	3425	
	1635	Vibrasi ulur gugus C=O
	1751	Vibrasi ulur C=O metoksilat
PEC	1604	Interaksi ionik kitosan- NH_3^+ dan pektin- COO^-

Uji Penyerapan Air

Karakterisasi penyerapan air bertujuan untuk menguji hidrofilitas membran PEC kitosan-pektin-PEGDE. Karakterisasi penyerapan air dilakukan dengan merendam membran dalam 30 mL akuabides selama 60 menit.



Gambar 3. Hasil pengujian penyerapan air

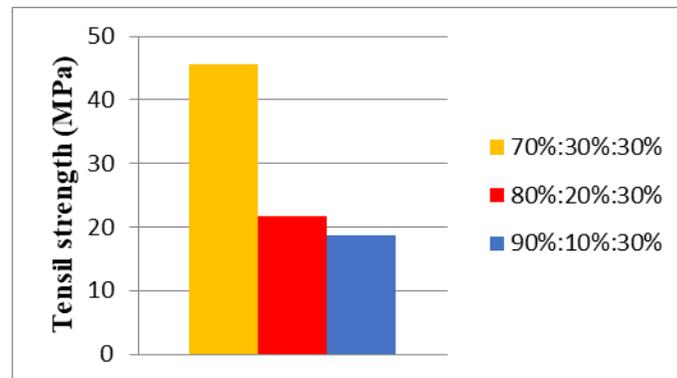
Hasil pengujian menunjukkan bahwa membran dengan komposisi 90%:10%:30% paling banyak menyerap air yaitu 660%(b/b). Semakin besar komposisi pektin maka semakin kecil kemampuan membran dalam menyerap air. Dengan bertambahnya konsentrasi pektin maka interaksi PEC pada membran juga meningkat, sehingga membran menjadi kaku yang berakibat pada penurunan kemampuan membran dalam menyerap air.

Kemampuan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dalam menyerap air lebih tinggi bila dibandingkan dengan kemampuan membran PEC kitosan-pektin (255%) (Ayuni dan Kristinayanti,

2016). Kemampuan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dalam menyerap air meningkat karena PEGDE memiliki kemampuan untuk mengikat air melalui gugus oksida (Chen dkk, 2005).

Uji Kekuatan Mekanis

Uji kekuatan mekanik dilakukan dengan menggunakan alat Tensile Strength Tester. Uji kekuatan mekanik bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi membran PEC kitosan-pektin-PEGDE terhadap sifat mekanis dari membran.



Gambar 4. Hasil pengujian kekuatan mekanis membrane

Hasil pengujian menunjukkan membran dengan komposisi 70%:30%:30% memiliki kekuatan mekanis yang lebih tinggi yaitu 45,67 MPa. Semakin tinggi komposisi pektin dalam membran maka semakin kuat kekuatan mekanis membran. Dengan bertambahnya pektin maka ikatan PEC dalam membran juga bertambah. Selain itu, dengan bertambahnya pektin maka ikatan taut silang (PEGDE) antara kitosan dan pektin juga meningkat. Ikatan yang semakin kompleks berdampak pada kekuatan mekanis membran.

Kekuatan mekanis membran PEC kitosan-pektin-PEGDE lebih tinggi bila dibandingkan dengan membran PEC kitosan-pektin (29 MPa) (Ayuni dan Kristinayanti,2016). Meningkatnya kemampuan mekanis membran PEC kitosan-pektin-PEGDE karena PEGDE dapat membentuk ikatan taut silang melalui ikatan kovalen dengan antar/intra kitosan maupun pektin.

Uji Keasaman Medium

Pengujian stabilitas membran terhadap keasaman medium bertujuan untuk mengetahui kestabilan membran PEC kitosan-pektin-PEGDE pada perubahan tingkat keasaman medium. Pengujian dilakukan dengan merendam membran selama 24 jam dalam akuabides yang telah diatur tingkat keasamannya. Hasil pengujian stabilitas membran terhadap keasamaan medium didapati bahwa semua komposisi membran akan rusak pada $\text{pH} < 3$.

Dalam waktu perendaman kurang dari 5 menit membran pada $\text{pH} < 3$ akan mengalami kerusakan. Membran menjadi sangat rapuh dan mudah sobek. Kerusakan membran disebabkan oleh berkurang atau tidak adanya interaksi PEC kitosan-pektin dan ikatan taut silang oleh PEGDE. Pada $\text{pH} < 3$ gugus $-\text{COO}-$ dari pektin terprotonasi menjadi $-\text{COOH}$, sehingga interaksi PEC maupun ikatan taut silang menjadi berkurang atau hilang sama sekali.

Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE memiliki stabilitas yang lebih baik bila dibandingkan dengan membran PEC kitosan-pektin (Ayuni dan Kristinayanti,2016). Membran PEC kitosan-pektin hanya dapat bertahan pada pH >5 dan <9. Stabilitas membran PEC kitosan-pektin-PEGDE meningkat karena PEGDE dapat membentuk ikatan taut silang yang kuat antar/intra kitosan dan pektin melalui ikatan kovalen.

KESIMPULAN

Sintesis membran PEC kitosan-pektin-PEGDE memiliki karakteristik serapan tajam pada panjang gelombang 1604 cm⁻¹. Kemampuan membran dalam menyerap air dan kekuatan mekanis secara berturut-turut; membran 90%:10%:30% - 660 % (b/b) dan 18,68 MPa ; membran 80%:20%:30% - 505%(b/b) 21,62 MPa; serta membran 70%:30%:30% - 462%(b/b) dan 45,67 MPa. Membran PEC kitosan-pektin-PEGDE stabil pada pH 3-14. Berdasarkan karakteristik yang ditunjukkan, membran PEC kitosan-pektin-PEGDE dapat dimanfaatkan sebagai biosorben.

DAFTAR PUSTAKA

- Ayuni, N. P. S., & Kristinayanti, P. L. P. (2015). Pengaruh Ph Dan Waktu Kontak Pada Adsorpsi Rhodamin B menggunakan Membran Polielektrolit (Pec) Kitosan-Pektin. In *Seminar Nasional Riset Inovatif III* (pp. 394-397).
- Chen, J., Spear, S. K., Huddleston, J. G., & Rogers, R. D. (2005). Polyethylene glycol and solutions of polyethylene glycol as green reaction media. *Green Chemistry*, 7(2), 64-82.
- Crini, G., & Badot, P. M. (2008). Application of chitosan, a natural aminopolysaccharide, for dye removal from aqueous solutions by adsorption processes using batch studies: A review of recent literature. *Progress in polymer science*, 33(4), 399-447.
- Kurniasih, M., Riapanitra, A., & Rohadi, A. (2016). Adsorpsi Rhodamin B dengan Adsorben Kitosan Serbuk dan Beads Kitosan. *Sains & Matematika*, 2(2).
- Silitonga, F. S. (2019). Fabrication of Complex Polyelectrolyte Membrane of Chitosan-Pectin Crosslinked as Bioadsorbent. *Journal of Chemical Natural Resources*, 1(2), 52-59.
- Tanasale, M. F., Killay, A., & Laratmase, M. S. (2012). Kitosan dari limbah kulit kepiting rajungan (*Portunus sanguinolentus* L.) sebagai adsorben zat warna biru metilena. *Jurnal Natur Indonesia*, 14(1), 165-171.
- Van Wagner, E. M., Sagle, A. C., Sharma, M. M., La, Y. H., & Freeman, B. D. (2011). Surface modification of commercial polyamide desalination membranes using poly (ethylene glycol) diglycidyl ether to enhance membrane fouling resistance. *Journal of Membrane Science*, 367(1-2), 273-287.
- Vasylieva, N., Barnych, B., Meiller, A., Maucler, C., Pollegioni, L., Lin, J. S., ... & Marinesco, S. (2011). Covalent enzyme immobilization by poly (ethylene glycol) diglycidyl ether (PEGDE) for microelectrode biosensor preparation. *Biosensors and Bioelectronics*, 26(10), 3993-4000.