



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SURAT PENCATATAN CIPTAAN

Dalam rangka perlindungan ciptaan di bidang ilmu pengetahuan, seni dan sastra berdasarkan Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta, dengan ini menerangkan:

Nomor dan tanggal permohonan : EC00201973564, 1 Oktober 2019

Pencipta

Nama : **Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP**
Alamat : Perum Sedayu Permai Blok D No. 58 RT 061/RW 000, Kel. Argorejo, Kec. Sedayu, Kabupaten Bantul, Di Yogyakarta, 55752
Kewarganegaraan : Indonesia

Pemegang Hak Cipta

Nama : **Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP**
Alamat : Perum Sedayu Permai Blok D No. 58 RT 061/RW 000, Kel. Argorejo, Kec. Sedayu, Kabupaten Bantul, Di Yogyakarta, 55752
Kewarganegaraan : Indonesia
Jenis Ciptaan : **Buku**
Judul Ciptaan : **KOMPOSIT NANOSILIKA-KITOSAN "Pupuk Lepas-Lambat Si Untuk Tanaman Padi"**
Tanggal dan tempat diumumkan untuk pertama kali di wilayah Indonesia atau di luar wilayah Indonesia : 4 Oktober 2018, di Gorontalo
Jangka waktu perlindungan : Berlaku selama hidup Pencipta dan terus berlangsung selama 70 (tujuh puluh) tahun setelah Pencipta meninggal dunia, terhitung mulai tanggal 1 Januari tahun berikutnya.
Nomor pencatatan : 000156540

adalah benar berdasarkan keterangan yang diberikan oleh Pemohon.
Surat Pencatatan Hak Cipta atau produk Hak terkait ini sesuai dengan Pasal 72 Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001

KOMPOSIT NANOSILIKA-KITOSAN

Pupuk Lepas-Lambat Si Untuk Tanaman Padi

Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP



KOMPOSIT NANOSILIKA-KITOSAN

Pupuk Lepas-Lambat Si Untuk Tanaman Padi

Yogyakarta: Zahir Publishing, Oktober 2018

ISBN:

Penulis : Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP
Tata letak : Ismi Aziz
Design cover : Ityan Jauhar

Diterbitkan oleh:

ZAHIR PUBLISHING

Kadisoka RT. 05 RW. 02, Purwomartani,

Kalasan, Sleman, Yogyakarta 55571

0857 2589 4940 E: zahirpublishing@gmail.com

Hak cipta dilindungi oleh undang-undang.

Dilarang mengutip atau memperbanyak
sebagian atau seluruh isi buku ini
tanpa izin tertulis dari penerbit.

RINGKASAN

Penelitian komposit Nanosilika-kitosan sebagai pupuk lepas-lambat Si untuk tanaman padi. Kajian yang telah dilakukan adalah redeasetilasi kitosan untuk mendapatkan derajat deasetilasi kitosan yang tinggi. Sintesis nanosilika dengan menggunakan abu ampas tebu dan menggunakan kitosan sebagai agen pereduksi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan Komposit Nanosilika-kitosan sebagai material yang berpotensi sebagai pupuk lepas-lambat Si dan mengevaluasi karakteristik fisika, kimia dan kualitas komposit nanosilika-kitosan sebagai pupuk lepas-lambat Si. Sintesis nanosilika dikarakterisasi dengan FTIR, TEM, Komposit disintesis dengan mencampurkan suspensi kitosan dan nanosilika (rasio berat kitosan : nanosilika = 1:1 dan 1:0,5) hingga homogen. Campuran ditetaskan kedalam larutan NaOH 1 M agar terbentuk butiran komposit. Butiran komposit dikarakterisasi menggunakan spektroskopi *Fourier Transformed Infrared* (FTIR) dan *X-ray Diffraction* (XRD) dan SEM. Kajian pelepasan ion Si dari komposit dilakukan dalam media asam sitrat 0,33 M dan asam sitrat 0.05 M.

Hasil penelitian menunjukkan peningkatan larutan NaOH, temperatur reaksi dan waktu reaksi meningkatkan derajat deasetilasi kitosan sebesar 84,16%, Spektra FTIR nanosilika menunjukkan terjadi pembentukan SiO_2 serapan pada bilangan gelombang 1103 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi ulur Si-O, dan serapan pada bilangan gelombang 794 dan 462

cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi tekuk Si-O. *X-ray Diffraction* menunjukkan , intensitas serapan $d : 4,4372\text{\AA}$, teramati puncak semikristalin kitosan dengan indeks miller (020) dan (110) menghilang dan berubah menjadi puncak amorf silika tapi tidak ada puncak tajam, serapan intensitas $d: 3,3890\text{\AA}$ menunjukkan komposisi mineral silika kuarsa $d: 2,12\text{\AA}$ dan $d : 1,21\text{\AA}$, karakterisasi SiO_2 di $d: 3,3845\text{\AA}$; $d: 2,1806\text{\AA}$; $d: 2,0737\text{\AA}$; $d: 1,4489\text{\AA}$. SEM menunjukkan Komposit dengan rasio perbandingan yang sama akan semakin cepat melepaskan Si sedangkan komposit dengan rasio nanosilika tinggi akan semakin lambat melepaskan Si. Uji Lepas-Lambat komposit dalam media larutan menunjukkan komposit pada variasi 1 : 1 melepaskan Si lebih cepat dari komposit pada variasi 1 : 0,5.

DAFTAR ISI

RINGKASAN	3
DAFTAR ISI	5
BAB I	
PENDAHULUAN	7
BAB II	
TINJAUAN PUSTAKA.....	11
BAB III	
TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	21
A. TUJUAN PENELITIAN	21
B. MANFAAT PENELITIAN	21
BAB IV	
METODE PENELITIAN	23
A. Bahan dan Alat Penelitian.....	23
B. Prosedur Penelitian	24
C. Karakterisasi Derajat Deasetilasi, Nanopartikel silika dan Komposit nanosilika-kitosan.....	27
BAB V	
HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI	31
A. Hasil dan Pembahasan.....	31

B. Uji Lepas-Lambat Komposit Dalam Media Larutan.....	43
---	----

BAB VI

RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA.....	47
--	-----------

BAB VII

KESIMPULAN DAN SARAN	49
-----------------------------------	-----------

A. Kesimpulan.....	49
--------------------	----

B. Saran.....	50
---------------	----

DAFTAR PUSTAKA.....	51
----------------------------	-----------

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kasus lahan kritis telah menjadi isu nasional sejak beberapa dekade terakhir. Salah satu sumber munculnya lahan kritis adalah pengelolaan terhadap lahan yang tidak tepat, akibatnya lahan kritis di Indonesia meningkat setiap tahun. Dampak yang nyata dari adanya lahan kritis adalah kerusakan lingkungan dan penurunan kondisi sosial ekonomi. Lahan kritis dapat mengakibatkan menurunnya produktivitas lahan dan masalah utama yang dihadapi di lahan kritis adalah lahan mudah tererosi, tanah bereaksi masam dan miskin unsur hara.

Permasalahan kritisnya lahan pertanian merupakan faktor yang berpengaruh paling besar dalam mewujudkan ketahanan pangan nasional. Permasalahan tersebut karena pembangunan sumberdaya alam hanya berorientasi pada nilai ekonomi tanpa memperhatikan aspek konservasi sehingga kelestarian sumberdaya alam tidak dapat dipertahankan. Kritisnya lahan pertanian di Indonesia akibat kurangnya unsur hara dalam lahan pertanian. Lahan pertanian di Indonesia sudah lebih dari 60 % dalam kondisi kritis, dimana unsur hara tanah sudah

jauh dibawah kadar normal yang 4-5%. Banyak unsur haranya yang tinggal 2%, bahkan ada yang tinggal 1% (Prima,2009).

Silika merupakan salah satu unsur hara yang sangat dibutuhkan tanaman. Manfaat silika antara lain dapat menstimulasi fotosintesis, menyuburkan tanaman, dapat mengatasi kekeringan tanah, menetralkan pH tanah yang cenderung bersifat asam karena pemberian pupuk urea dan pestisida yang tidak ramah lingkungan serta dapat memperkuat jaringan tanaman sehingga lebih tahan terhadap serangan penyakit (Suwardi,2007). Silika yang digunakan pada pembuatan nanosilika adalah silika yang disintesis dari limbah kulit tebu yang merupakan salah satu alternatif untuk meminimalisir limbah yang menyebabkan pabrik gula terpaksa mengeluarkan biaya tambahan untuk pembuangan limbah kulit tebu ini. Satu kali ekstraksi pada saat pabrik beroperasi menghasilkan ampas tebu sekitar 35-40% dari berat tebu yang digiling secara keseluruhan. Limbah kulit tebu yang dihasilkan sebagian digunakan sebagai bahan bakar boiler dan sisanya masih sebagai limbah yang tidak dimanfaatkan, padahal ampas kulit tebu mengandung banyak unsur hara seperti: Si, Fe, Al, dan K. Unsur hara tersebut dapat diperoleh dengan cara furnace limbah kulit tebu dan disintesis untuk karakterisasi material (Fernandes, 2012). Purnomo dan Prasetya (2007) telah meneliti komposisi BFA (*Bagasse Fly ash* yaitu jenis karbon aktif yang berasal dari limbah hasil pembakaran ampas tebu saat produksi gula) dengan menggunakan analisis XRF, senyawa yang terkandung dalam BFA, antara lain SiO_2 (silika):49,98%; Al_2O_3 : 2,20%; CaO :

2,78%; MgO: 1,65%; FeO:1,22%; K₂O: 3,97% dan Karbon: 36,50%. Karakteristik permukaan BFA telah dianalisis BET, dimana luas permukaan spesifiknya sebesar 255 m²/g, volume total pori sebesar 0,127 cm³/g dan rata-rata diameter pori sebesar 20 Å (Shouman *et al.*, 2011). Berdasarkan penelitian Mall *et al* (2006) menggunakan difraksi sinar-X bahwa kandungan pada BFA meliputi Al₂O₃ (alumina), SiO₂ (silika), CaO, CaSiO₃ dan CaSi₅O₁₈ dan menurut Arizanova (2010) yang menganalisa dengan XRF terhadap ampas tebu dihasilkan abu ampas tebu mengandung Si yang paling besar yaitu sebesar 55,5%. Dengan adanya kandungan senyawa Si yang sangat besar sehingga pada penelitian ini digunakan ampas tebu sebagai sumber silika yang diharapkan menghasilkan komposit yang bersifat lepas-lambat Si.

Silika dalam pemanfaatannya sebagai pupuk, agar tidak mengalami degradasi atau terbawa hanyut oleh air tanah maka perlu dilapisi dengan senyawa yang tidak dapat larut dalam air yaitu kombinasi dengan kitosan. Kitosan merupakan polimer yang biodegradabel paling melimpah dan merupakan komponen penting pada kerangka hewan golongan Artropoda, Annelida, Molusca, Coelentrata, Nematoda serta beberapa jenis serangga dan jamur.

Beberapa manfaat yang terdapat pada kitosan antara lain memperlambat laju pelepasan nutrisi pupuk dengan menutupi sebagian besar pori-porinya sehingga air bisa tetap masuk untuk melarutkan melalui pori-pori yang tidak tertutup. Oleh sebab itu digunakan kitosan sebagai pelapis karena kitosan tidak dapat larut dalam air dan mampu melapisi pupuk dan

juga memiliki sifat biodegradibel, biokompatibel, nontoksik dan ramah lingkungan (Mingzu, 2007). Penelitian mengenai komposit Nanosilika-kitosan sebagai pupuklepas-lambat Si yang disintesis dari limbah belum pernah diteliti sehingga dilakukan penelitian dengan harapan pupuk lepas-lambat Si mampu memperlambat laju pelepasan nutrisi pupuk sehingga dapat meningkatkan produksi tanaman padi dan dapat membantu ketahanan pangan nasional.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Telaah Pustaka

1. Kitosan

Kitosan merupakan suatu polimer multifungsi karena mengandung tiga gugus fungsi yaitu amina serta gugus hidroksil primer dan sekunder. Kitosan bukan merupakan senyawa tunggal melainkan senyawa kompleks yang terdeasetilasi dengan derajat polimerisasi yang beragam (Suhardi dalam Lasindrang *et al.*, 2015).

Kitosan tersusun oleh ikatan polimer glukosamin β -1,4 (2-amino-2-deoksi- β -D-glukosa) dengan jumlah N-asetilglukosamin yang lebih sedikit, diperoleh melalui reaksi deasetilasi kitin (poli-N-asetil-glukosamin) dan merupakan limbah yang melimpah dari industri pengolahan kepiting dan udang. Secara umum pembuatan kitosan terdiri dari dua proses utama yaitu proses isolasi kitin dan proses deasetilasi kitin. Kitin dan kitosan dapat mengalami proses depolimerisasi dan degradasi polimer yang disebabkan oleh hidrolisis asam atau basa sehingga dapat mempengaruhi kristalinitas kitin dan kitosan (Chebotok *et al.*, 2006). Proses isolasi kitin terdiri dari 4 (empat) tahap yaitu deproteinasi, demineralisasi,

depigmentasi/dekolorisasi dan deasetilasi (Kurita *et al* dalam Lasindrang *et al.*, 2015). Proses deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil dari rantai molekul kitin. Proses ini menghasilkan senyawa kitosan yang memiliki gugus amina ($-NH_2$) yang relatif lebih reaktif. Hal ini yang menyebabkan derajat deasetilasi merupakan sifat fisikokimia kitosan yang penting dalam berbagai aplikasi tersebut (Kim, 2004).

Faktor utama dalam preparasi kitosan secara kimiawi yang mempengaruhi harga derajat deasetilasi adalah: konsentrasi alkali (NaOH), perbandingan massa kitin dan volume larutan NaOH, temperatur reaksi dan waktu reaksi. Kitosan yang dipreparasi tanpa langkah deproteinasi memiliki derajat deasetilasi yang rendah dan berat molekul yang tinggi dibanding kitosan yang dipreparasi menggunakan tahap deproteinasi (Champagne, 2008). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa penggunaan konsentrasi NaOH yang rendah tidak signifikan merubah harga derajat deasetilasi walaupun temperatur dan waktu reaksi diperbesar. Hasil penelitian Methacanon *et al* (2003) dalam Champagne (2008) menunjukkan bahwa peningkatan harga derajat deasetilasi merupakan fungsi peningkatan dari konsentrasi NaOH, temperatur reaksi dan waktu reaksi seperti yang terlihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Efek Konsentrasi NaOH, Rasio kitosan/NaOH, temperatur dan waktu terhadap derajat deasetilasi kitosan. Methacanon *et al* (2003) dalam Champagne (2008).

Rasio Kitin/ larutan	Konsentrasi NaOH (%)	Temperatur (°C)	Waktu (menit)	Derajat Deasetilasi (%)
1: 20	20	100	15	21,6
			120	22,8
1:10	40	40	15	21,6
			120	43,3
		60	15	34,8
			60	52,4
			120	68,0
		80	15	56,7
			60	70,9
			120	84,0
		100	60	73,6
			120	88,7
	60	40	120	27,5
			120	70,7
		80	45	84,2
			60	90,2
		100	120	94,7
			30	94,0
			60	97,3

Metode spektroskopi FTIR merupakan metode yang sering digunakan dalam menentukan derajat deasetilasi kitosan. Penentuan derajat deasetilasi kitosan berdasarkan pada spektra infra merah yang dihasilkan yaitu dengan

membandingkan absorbansi gugus amida (A_{1655}) dengan absorbansi gugus hidroksil (A_{3450}). Berdasarkan penelitian mereka, Domszy dan Robert (1985) dalam Khan (2002) mengusulkan persamaan menggunakan baseline (a) sebagai berikut:

$$DD = 100 - \left[\frac{A_{1655}}{A_{3450}} + \frac{100}{1,33} \right] \dots \text{baseline (a)} \quad (1)$$

Faktor 1,33 merupakan rasio (A_{1655}) / (A_{3450}) untuk N-asetilasi sempurna.

Sedangkan Baxter *et al* (1992) dalam (Khan, 2002) mengusulkan modifikasi persamaan Domszy dan Robert menggunakan baseline (b) sebagai berikut:

$$DD = 100 - \left[\frac{A_{1655}}{A_{3450}} + 115 \right] \dots \text{baseline (b)} \quad (2)$$

Absorbansi pada panjang gelombang gugus amida dan gugus hidroksil spektra infra merah pada gambar 2 dapat direpresentasikan dengan persamaan matematika yang abnis dan Block (1997) (dalam Khan, 2002) sebagai berikut:

$$\text{Log}_{10} (DF_{1/} / DE) = (A_{1655}) \text{ amida atau } \log_{10}(DF_2 / DE) = (A_{1655}) = (A_{1655}) \text{ amida dan } \log_{10} (AC/AB) = (A_{3450}) \text{ hidroksil} \quad (3)$$

Umumnya pemanfaatan kitin dan turunannya meliputi bidang-bidang biokimia, enzimologi, mikrobiologi, obat-obatan/farmasi, pangan dan gizi, pertanian, penanganan limbah, industri kertas, tekstil, membran/film dan kosmetika. Oleh sebab itu digunakankitosan yang telah dimodifikasi

dengan silikat sebagai alternatif lain yang digunakan sebagai pupuk lepas-lambat Si.

2. Silika

Silika diketahui dapat membentuk muatan negatif pada kondisi pH netral. Adanya muatan negatif pada silika ini menyebabkan silika dapat membentuk ikatan elektrostatik dengan material bermuatan positif seperti kitosan. Beberapa metode yang banyak digunakan untuk mensintesis nanopartikel silika diantaranya sol-gel, mikroemulsi terbalik dan sintesis api. Sol-gel secara luas digunakan untuk memproduksi silika murni karena kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran dan morfologi melalui pemantauan sistematis parameter reaksi (Rahman & Padavettan, 2012). Silika diketahui dapat membentuk muatan negatif pada kondisi pH netral. Adanya muatan negatif pada silika ini menyebabkan silika dapat membentuk ikatan elektrostatik dengan material bermuatan positif seperti kitosan. Melihat potensi yang begitu besar dari silika untuk dikombinasikan dengan kitosan sebagai pupuk lepas-lambat Si dan komposit silika-kitosan yang belum diteliti untuk pupuk lepas-lambat Si, maka dilakukan penelitian komposit nanosilika-kitosan sebagai pupuk lepas lambat Si

3. Komposit Nanosilika-Kitosan

Komposit diartikan sebagai material yang tersusun dari dua atau lebih bahan dengan sifat fisika atau kimia yang berbeda menjadi satu material padu. Namun jika diamati lebih teliti akan tampak bagian dari tiap-tiap material penyusunnya.

Umumnya komposit menghasilkan performa yang lebih baik dari material penyusunnya. Dalam proses pembuatannya diperlukan satu material lain yang digunakan sebagai penguat (filler).

Syarat utama agar dua material dapat dipadukan menjadi satu sistem komposit adalah adanya ikatan permukaan antara matriks dan penguat. Ikatan ini terjadi akibat dari adanya gaya adhesi dan kohesi dalam material komposit. Gaya adhesi dan kohesi terjadi melalui 3 cara yaitu: (1) adanya interlocking antar permukaan (2) adanya gaya elektrostatis dan (3) adanya gaya van der Waals. Beberapa variabel yang mempengaruhi kekuatan ikatan antara matriks dan penguat diantaranya ukuran partikel, rapat jenis bahan yang digunakan, fraksi volume material, komposisi material, bentuk partikel, kecepatan dan waktu pencampuran, penekanan serta pemanasan.

Plastik biodegradabel merupakan plastik yang terbuat dari polimer alam dan mempunyai kemampuan mudah terurai secara alami sehingga lebih ramah lingkungan. Salah satu polimer alam yang dapat digunakan sebagai bahan pembuatan plastik biodegradabel adalah kitosan. Oleh karena itu dipilih kitosan sebagai bahan pembuat pupuk karena kitosan dapat meningkatkan daya simpan produk pertanian setelah panen (Jiang, 2013). Kitosan yang mempunyai sifat biodegradabel, biokompatibel dan mempunyai aktivitas biologi sehingga banyak digunakan para peneliti untuk merencanakan material baru yang dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang mulai dari penanganan limbah, kesehatan sampai pengolahan dan kemasan makanan (Wang *et al.*, 2006)

Kitosan merupakan polimer yang sering digunakan sebagai matriks dalam preparasi komposit, baik kitosan tanpa modifikasi maupun kitosan yang telah dilakukan penambahan gugus fungsi tertentu. Penambahan gugus fungsi tersebut biasanya dilakukan untuk meningkatkan fungsi kitosan sebagai agen pereduksi di dalam sintesis nanopartikel silika. Adanya gugus aktif -NH_2 dan -OH pada rantai kitosan menyebabkan kitosan dapat membentuk ikatan hidrogen yang kuat secara intermolekuler dan intramolekuler sehingga kitosan tidak larut dalam air. Kitosan dapat larut dalam asam lemah (asam asetat) dan menjadi gel. Gel merupakan jaringan polimerik yang dapat mengembang dalam air karena keberadaan kaitan silang antar rantai polimer. Pembentukan kaitan silang dalam jaringan polimer kitosan dengan menggunakan gugus amino yang tidak terprotonasi dan gugus hidroksinya (Agnihotri *et al.*, 2012).

Interaksi muatan membuat struktur stabil dengan adanya silika anionik setelah proses gel dari nanopartikel silika. Kuatnya interaksi antara polielektrolik dapat menstabilisasi daerah mikrofase dan mempertahankan morfologi selama proses pengeringan dan penyimpanan komposit (Mahltig *et al.*, 2005).

4. *Slow Release Fertilizers* (Pupuk Lepas-lambat)

Pupuk lepas lambat (*Slow Release Fertilizer*) merupakan pupuk dengan mekanisme pelepasan unsur hara secara berkala mengikuti pola penyerapan unsur hara oleh tanaman.

Pupuk lepas-lambat yang disintesis tidak hanya berupa pupuk makronutrien tetapi juga pupuk mikronutrien.

Beberapa mekanisme yang dapat diterapkan dalam produksi pupuk lepas lambat yaitu mekanisme pelapisan pupuk secara perlahan. Prinsip utama mekanisme tersebut adalah dengan membuat suatu hambatan berupa interaksi molekuler sehingga zat hara dalam butiran pupuk tidak mudah lepas ke lingkungan. Pupuk lepas-lambat dapat meningkatkan efisiensi penyerapan pupuk oleh tanaman menjadi 65-70%, jika dibandingkan dengan pupuk biasa hanya menyerap 40%, maka pupuk lepas-lambat lebih efisien digunakan jika dibandingkan dengan pupuk biasa pada umumnya.

Pupuk yang baik yaitu pupuk yang kelarutan ion nutrisinya dikontrol oleh akar tanaman. Syarat suatu pupuk dikatakan memiliki sifat lepas-lambat yaitu memiliki kelarutan rendah di dalam air, dan dapat memberikan suplai nutrisi secara bertahap pada tanaman dalam jangka waktu yang panjang, sehingga meningkatkan efisiensi serapan nutrisi oleh tanaman dan mengurangi kehilangan karena pencucian. Salah satu aktivitas akar tanaman yaitu melakukan sekresi asam-asam organik yang dapat membentuk kelasi dengan ion logam di dalam tanah serta menjamin ketersediaan ion nutrisi bagi akar tanaman (Chandra *et al.*, 2009). Ketersediaannya ion nutrisi dapat diuji dan dilihat kelarutannya di dalam asam organik. Bhattacharya *et al* (2007) menyatakan bahwa ion nutrisi pada pupuk diharapkan memiliki kelarutan yang rendah dalam air, tetapi mampu menjamin ketersediaannya bagi tanaman melalui kelarutan yang tinggi dalam asam organik, seperti

asam sitrat dan oksalat. Pupuk jenis ini dikenal sebagai “*Slow Release Fertilizer* (SRF)”. Pelepasan ion nutrisi pada pupuk dikontrol oleh panjang polimer, dimana semakin panjang rantai polimer yang digunakan, kelarutan ion nutrisi semakin rendah, demikian juga sebaliknya.

Pada penelitian ini, ion Si diupayakan lebih lambat untuk dilepaskan, sehingga efisiensi pelepasannya kecil. Pengendalian pelepasan Si dilakukan dengan menggunakan kombinasi komposit Nanosilika-kitosan. Penelitian dari Sing *et al* (2004) mengevaluasi efisiensi dari pupuk lepas-lambat Fe yang dilapisi resin poliolefin. Pupuk lepas-lambat Fe yang dilapisi poliolefin memiliki efisiensi pelepasan Fe yang lebih baik daripada yang tidak terlapis poliolefin.

Beberapa pupuk lepas-lambat makronutrien memanfaatkan zeolit yang termodifikasi surfaktan untuk mengikat anion makronutrien seperti fosfat (Bansiwal *et al.*, 2006) dan sulfat (Preetha *et al.*, 2014). Jamnongkan dan Kaewpirom (2010) juga telah memanfaatkan hidrogel kitosan sebagai pupuk lepas-lambat makronutrien fosfor. Beberapa penelitian ini bertujuan untuk memperoleh material yang memiliki kinetika pelepasan yang lambat, kelarutan yang rendah terhadap air dan kelarutan yang tinggi terhadap asam organik. Oleh sebab itu penelitian ini menggunakan kitosan sebagai pelapis silika yang diharapkan efisiensi pelepasan Si lebih baik daripada yang tidak terlapis kitosan.

Penggunaan pupuk lepas-lambat memiliki potensi yang penting dalam mengurangi penggunaan pupuk yang berlebih dan dampak pestisida di lingkungan (Fernandes-Perez *et*

al., 1998). Aplikasi pemupukan lepas-lambat hanya satu kali dilakukan dalam satu musim tanam, dibandingkan dengan pupuk kimia urea yang diberikan 2-3 kali dalam satu musim tanam (Akelah, 2006)

BAB III

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

A. TUJUAN PENELITIAN

1. Mengembangkan Komposit Nanosilika-kitosan sebagai pupuk yang mampu melepaskan unsur hara Si secara lepas-lambat pada tanaman padi
2. Menganalisa prosedur optimum pembentukan komposit Nanosilika-kitosan sebagai pupuk lepas-lambat Si

B. MANFAAT PENELITIAN

1. Memberikan kontribusi ilmiah pupuk lepas-lambat Si yang berbentuk komposit nanosilika-kitosan yang berbasis bahan alam
2. Memberikan kontribusi terhadap usaha untuk meningkatkan efisiensi penyerapan unsur Si pada tanaman sehingga dapat menghemat penggunaan pupuk kimia
3. Memberi kontribusi dalam usaha untuk memvariasi dengan pupuk urea untuk meningkatkan penyerapan unsur nitrogen pada tanaman sehingga dapat

menghemat penggunaan pupuk urea dalam dunia pertanian

BAB IV

METODE PENELITIAN

A. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah: Kitosan (from shrimp shells) dari Sigma Aldrich Chemical Co, Limbah kulit tebu, Bahan kimia dari produk Merck untuk pembuatan kitosan, komposit silika-kitosan meliputi: NaOH, HCl, CH_3COOH , $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, etanol teknis, akuades, akuadibes, asam asetat, NaCl, H_2SO_4 .

2. Alat Penelitian

Alat yang digunakan adalah:seperangkat alat refluks, alat centrifuge, difraktrometer sinar-X (XRD-6000 Shimadzu), mikroskop electron transmisi (TEM, JEOL JEM-1400), Oven Vakum (NAPCO 5831-8) diluar Lab anorganik dan organik UGM, Viskometer (Ostwald) di Laboratorium Teknologi Minyak Bumi Gas dan Batubara UGM, Spektrofotometer UV-VIS (UV-1700) di Laboratorium LPPT UGM, oven,thermometer,blender (phillips), toples kaca besar, wadah untuk mengeringkan Limbah kulit tebu, beker glass, gelas ukur, timbangan analitik, saringan/ ayakan, hot plate

stirer 1200 rpm, Windy oven Ceyela WFO-601 SD, Jepang, Pengaduk magnet model B-2, Toyo Seisakusho, Co, Ltd, Gelas Piala ukuran 600 ml pyrex, Iwaki glass buatan Jepang, Neraca analitik, stopwatch, buret, gelas ukur, labu ukur, pipet ukur dan pipet tetes, spatula, Spektrofotometer Infra-merah (FT-IR, Shimadzu Prestige-21), jergen 5 liter untuk aquades, aquabides, erlenmeyer 2000 ml, 1000 ml, dan 500 ml Iwaki pyrex, Cawan petri, Mikrometer (Mitutoyo 2046F) dan universal testing machine (Zwick/Z 0,5) di Laboratorium Teknologi Pertanian UGM. Botol kaca tertutup volume 50 ml dengan diameter mulut botol adalah 2,8 cm.

B. Prosedur Penelitian

1. Preparasi kitosan untuk menghasilkan derajat deasetilasi yang tinggi

Kitosan teknis yang dibeli dianalisa derajat deasetilasinya dengan menggunakan FT-IR, apabila diperoleh derajat deasetilasi rendah maka dilakukan deasetilasi ulang untuk memperoleh derajat deasetilasi yang tinggi. Redeasetilasi dilakukan secara bertahap dengan direfluks menggunakan NaOH 60% dengan perbandingan 1: 15 (massa : volume) pada temperatur 120°C selama 1 x 3 jam (deasetilasi satu tahap), 2 x 1,5 jam (deasetilasi dua tahap) dan 3 x 1 jam (deasetilasi tiga tahap). Setiap tahapan deasetilasi dilakukan regenerasi larutan NaOH dengan yang baru, serbuk hasil deasetilasi di saring dengan kertas saring biasa dan dicuci dengan akiades hingga netral. Hasil pencucian dikeringka dalam oven pada temperatur 60°C sampai massanya konstan

kemudian diserbukkan dengan penggerusan. Kitosan yang dihasilkan dari ketiga cara proses deasetilasi bertahap tersebut dikarakterisasi gugus fungsionalnya dan ditentukan derajat deasetilasi menggunakan spektrofotometer infra merah.

2. Sintesis Nanopartikel silika

Sintesis nanopartikel silika dari sekam padi oleh Tzong-Horng Liou *et al* (2011); Yuvakkumar *et al* (2012); U. Zulfiqar *et al* (2015) yang dimodifikasi:

- Ampas tebu dikeringkan dengan sinar matahari
- Dibakar pada suhu 500°C selama 4 jam
- Dicuci dengan air suling untuk menetralkan pH dan menghilangkan kotoran
- Abu ampas tebu yang dihasilkan ditambahkan HCl 2 M dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 2 jam dan diaduk dengan magnetik stirer
- Disaring dan dicuci dengan air panas berkali-kali sehingga netral dengan pH 7,0
- Dikalsinasi dengan furnace pada suhu 500°C selama 4 jam
- Abu ampas tebu yang dihasilkan dicampur dengan larutan NaOH 2 M dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 2 jam dan diaduk dengan magnetik stirer untuk mendapatkan larutan Natrium silikat
- Residu yang diperoleh dicuci bersih dengan air panas untuk mengekstrak Natrium silikat, pH

filtrat dikurangi dengan menambahkan H_2SO_4 yang terkontrol sambil diaduk dengan magnetik stirer.

- -Endapan yang diperoleh dicuci tiga kali dengan aquabides hangat dan disaring
- - Residu yang dihasilkan difurnace pada suhu 500°C selama 3 jam
- - Untuk mendapatkan ukuran butiran yang diinginkan, bubuk silika dihaluskan dengan forcelin mortar dan diayak dengan ukuran 200 mesh

3. Sintesis Nanosilika-kitosan, dilakukan dengan:

- a. Menimbang kitosan sebanyak 1 gr
- b. Dilarutkan dalam 30 ml asam asetat 2% (v/v)
- c. Larutan kitosan ditambahkan dengan 0,5 g nanosilika diaduk hingga homogen
- d. Campuran yang diperoleh dimasukkan kedalam syringe dan ditetaskan ke dalam larutan NaOH 1 M, terbentuk granula
- e. Komposit dicuci dengan aquades
- f. Dikeringkan dalam oven pada temperatur 50°C selama 24 jam
- g. Plastik yang dihasilkan dikarakterisasi dengan metode SEM (Mikroskop Elektron Scanning)

4. Uji Lepas-Lambat Komposit dalam media larutan.

Sebanyak 0,1 g masing-masing sampel komposit yang dimasukkan dalam wadah kemudian ditambahkan 20 ml

larutan asam sitrat 0,33 M. Larutan kemudian dikocok dengan shaker kecepatan 170 rpm dan diambil sampel larutannya pada waktu tertentu untuk mengamati jumlah Si yang dilepaskan. Sebanyak 20 ml larutan asam sitrat yang baru kemudian dimasukkan dalam wadah yang berbeda yang telah berisi larutan asam sitrat 0,05 M untuk perbandingan. Filtrat yang mengandung ion Si kemudian diencerkan dan dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (AAS).

C. Karakterisasi Derajat Deasetilasi, Nanopartikel silika dan Komposit nanosilika-kitosan

1. Metode Spektrofotometri FTIR

Metode spektrofotometri FTIR digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi dan mengidentifikasi gugus fungsi yang hilang atau mengalami perubahan saat proses redeasetilasi. Spektrofotometri FTIR juga digunakan untuk menentukan gugus fungsi silika dan plastik berbasis kitosan. Sampel plastik dipotong-potong kecil sampai menyerupai serbuk plastik dan semua sampel yang sudah dalam bentuk serbuk diadukan pelet dengan KBr dengan perbandingan 1:200 mg. Pengukuran dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

2. Metode Difraksi Sinar X (XRD)

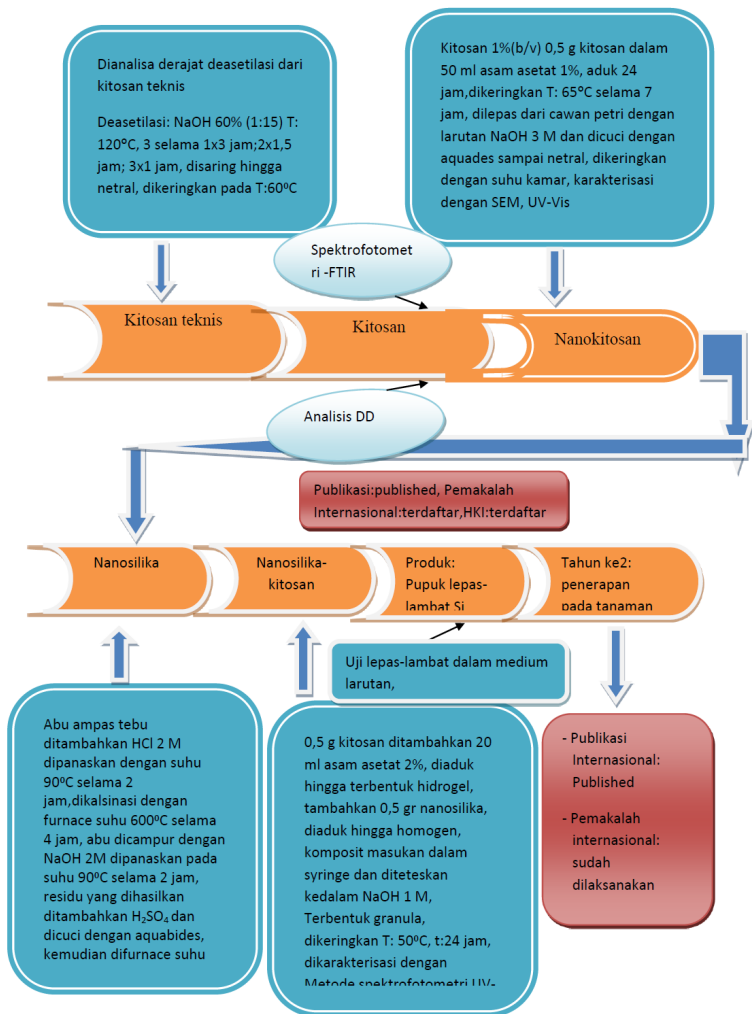
Identifikasi fasa kristal dan kristalinitas material dilakukan menggunakan difraktogram hasil analisis XRD (X-Ray Diffraction) yang dilakukan di laboratorium UNY Yogyakarta, karena di Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA UGM, Teknik

UGM dalam keadaan rusak. Analisis XRD dilakukan dengan radiasi Cu K α ($\lambda=1,54060\text{\AA}$) pada tegangan 40 kV, arus 30 mA, dengan sudut 2θ antara $3-70^\circ$ serta nikel sebagai logam filternya. Sampel yang dianalisis adalah silika dan plastik berbasis kitosan.

3. Karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan dengan menggunakan SEM JEOL tipe JED-2300. Adapun spesifikasi karakterisasi: tegangan 20 kV dan magnifikasi 6000 x.

Diagram Alir Penelitian



BAB V

HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI

A. Hasil dan Pembahasan

1. Preparasi kitosan

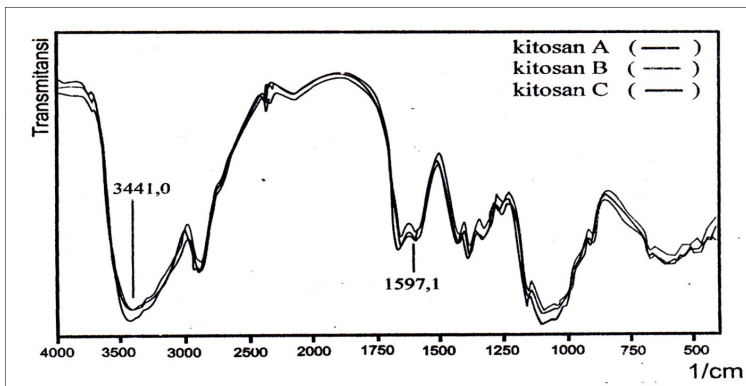
Preparasi kitosan dalam penelitian ini dilakukan lagi pada kitosan teknis karena kitosan yang dihasilkan derajat deasetilasinya rendah setelah di karakterisasi menggunakan spektroskopi FT-IR. Preparasi kitosan dilakukan secara kimiawi. Proses ini dilakukan berdasarkan hasil optimasi yang dilakukan oleh Chandra *et al* (2007) terhadap konsentrasi NaOH, perbandingan massa kitosan dengan volume NaOH, temperatur dan lamanya waktu yang digunakan dalam proses deasetilasi kitosan. Preparasi kitosan dilakukan dengan metode redeasetilasi bertingkat yaitu deasetilasi ulang yang dilakukan lebih dari satu kali reaksi. Kitosan yang sudah dilakukan redeasetilasi satu kali dilakukan redeasetilasi kembali dengan kondisi reaksi yang sama dengan kondisi reaksi yang pertama. Metode dilakukan pada kitosan yang diketahui mempunyai nilai derajat deasetilasi (DD) rendah, dengan tujuan untuk memperoleh nilai DD yang lebih tinggi. Nilai DD kitosan

awal yang dianalisis dengan FT-IR hasilnya sebesar 69,96 %. Muzzarelli (1997) menyatakan bahwa kitin dengan DD sama dengan atau lebih besar dari 75 % disebut sebagai kitosan. Oleh karena itu, untuk mendapatkan nilai Derajat Deasetilasi yang lebih tinggi dilakukan redeasetilasi terhadap kitosan yang digunakan pada penelitian ini.

Setelah dilakukan redeasetilasi bertingkat, spektra FTIR (Lampiran 2) menyimpulkan bahwa pita serapan pada bilangan gelombang $1597,1\text{ cm}^{-1}$ hampir tidak terdeteksi karena melemahnya serapan vibrasi ulur $\text{C}=\text{O}$ pada gugus asetil. Melemahnya serapan ini menunjukkan bahwa amida sekunder yang terdapat dalam struktur molekul kitosan berkurang karena lepasnya gugus asetil akibat deasetilasi. Nilai Derajat Deasetilasi dapat diperoleh dari spektra tersebut dengan menggunakan persamaan 1 yang diusulkan oleh baxter *et al* (1992) yang merupakan modifikasi dari metode yang diusulkan oleh Domszy dan Roberts (1985). Nilai Derajat Deasetilasi yang diperoleh adalah 84,16%.

Deasetilasi kitosan ulang pada penelitian ini bertujuan untuk mengkonversi gugus N-asetil ($-\text{N}-\text{COCH}_3$) menghasilkan gugus aktif amina ($-\text{NH}_2$). Preparasi kitosan dilakukan dengan redeasetilasi bertingkat, yaitu deasetilasi dilakukan sebanyak 3 kali dengan total waktu 5,5 jam. Pada setiap redeasetilasi dilakukan regenerasi NaOH untuk mengembalikan reaktivitas NaOH dalam deasetilasi kitin. Penelitian Champagne (2008) menyatakan bahwa konsentrasi NaOH yang rendah tidak berpengaruh signifikan terhadap derajat deasetilasi walaupun temperatur dan waktu reaksi diperbesar.

Gambar 5.1. menunjukkan spektra infra merah serbuk kitosan pada proses deasetilasi dengan jumlah regenerasi larutan NaOH yang berbeda dengan tujuan menghasilkan kitosan yang memiliki derajat deasetilasi kitosan satu tahap (kitosan A), dua tahap (kitosan B) dan tiga tahap (kitosan C). Secara umum ketiga tahap tersebut tidak terdapat perbedaan yang signifikan dari ketiga jenis kitosan tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa regenerasi larutan NaOH pada proses deasetilasi tidak mempengaruhi gugus fungsional kitosan yang dihasilkan. Data Derajat Deasetilasi kitosan A, B dan C menunjukkan bahwa regenerasi larutan NaOH dapat meningkatkan laju proses deasetilasi. Selama reaksi hidrolisis berlangsung, konsentrasi larutan NaOH makin lama semakin berkurang yang menyebabkan reaktivitasnya semakin berkurang sehingga semakin kurang efektif sebagai agen deasetilasi. Dengan melakukan regenerasi larutan NaOH, maka reaktivitas NaOH untuk mendeasetilasi kitosan kembali aktif.



Gambar 5.1. Spektra infra merah: Kitosan A, kitosan B dan kitosan C

Hasil penelitian Methacanon *et al* (2003) lainnya menunjukkan bahwa peningkatan harga Derajat Deasetilasi merupakan fungsi peningkatan dari konsentrasi NaOH, temperatur reaksi dan waktu reaksi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 5.1. Hasil Penelitian Yaghobi dan Mirzadeh (2004) juga menyatakan bahwa perlakuan NaOH secara bertahap dengan regenerasi NaOH pada tiap tahap signifikan meningkatkan derajat deasetilasi kitosan yang diperoleh. Karakterisasi terhadap serbuk kitosan dilakukan menggunakan spektrofotometer inframerah dengan menggunakan dua persamaan, yaitu:

1. Persamaan Domszy dan Roberts (1985) persamaan 1
2. Persamaan Baxter *et al* (1992) persamaan 2

Tabel 5.1. Derajat deasetilasi Kitosan

NO	Sampel	Derajat Deasetilasi (%)	
		Persamaan 1	Persamaan 2
1	Kitosan A	73,22	76,47
2	Kitosan B	74,91	79,6
3	Kitosan C	75,56	84,16

Dari data tabel 5.1 menunjukkan bahwa derajat deasetilasi kitosan A, B dan C meningkat dengan regenerasi larutan NaOH, dengan melakukan regenerasi larutan NaOH, maka reaktivitas NaOH untuk mendeasetilasi kembali efektif. Data derajat deasetilasi kitosan A, kitosan B dan kitosan C yang

dihitung berdasarkan persamaan (2) menunjukkan perbedaan yang signifikan dalam menggambarkan efek regenerasi NaOH dibandingkan dengan yang dihitung berdasarkan persamaan (1). Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan baseline (b) lebih sensitif dibandingkan baseline (a) dalam mendeteksi terjadinya deasetilasi kitosan.

2. Sintesis Nanosilika

Sintesis nanosilika dalam penelitian ini dilakukan dengan beberapa cara karena belum ada metode yang digunakan untuk mensintesis nanosilika dari ampas tebu dan cara yang terbaik digunakan pada penelitian lanjutan. Sintesis nanosilika dengan metode yang dikutip dari Tzong-Horng Liou *et al* (2011); Yuvakkumar *et al* (2012); Zulfikar *et al* (2015) sehingga dihasilkan metode baru yang dipakai pada penelitian ini dan dihasilkan beberapa penelitian dari penelitian yang dilakukan, karena penelitian ini sangat luas yang menyebabkan penelitian ini berlangsung lama. Adapun cara mensintesis silika dari ampas tebu adalah:

3. Sintesis nanosilika menggunakan metode dari Tzong-Horng Liou *et al* (2011); Yuvakkumar *et al* (2012); U. Zulfikar *et al* (2015) yang dimodifikasi:

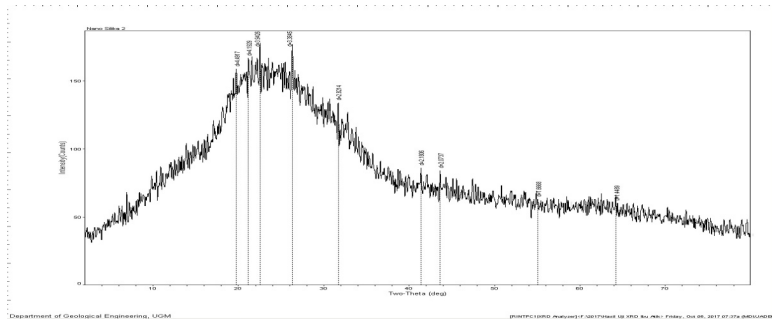
Pada penelitian ini menggunakan metode dari beberapa peneliti karena belum ada peneliti yang meneliti metode sintesis nanosilika dari ampas tebu, sehingga perlu dicoba beberapa metode untuk mendapatkan metode yang terbaik. Teknik sol-gel banyak dimanfaatkan untuk proses sintesis material, terutama memperlihatkan kemampuan, versatilitas,

kemurnian, homogenitas dan modifikasi sifat material dengan mengubah parameter sintesisnya (Zawrah *et al*, 2009). Penelitian tentang sol-gel yang telah ada menunjukkan bahwa proses sol-gel tidak hanya menghasilkan material yang homogen, tetapi juga sol-gel dapat digunakan untuk sintesis berbagai macam material campuran antara organik dan anorganik (Bandyopadhyay *et al*, 2014).

Silika termasuk dalam golongan bahan oksida yang mempunyai potensi untuk pemanfaatan aplikasi teknologi tinggi. Berkembangnya teknologi saat ini, aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama penggunaan silika yang memiliki ukuran partikel kecil sampai dengan skala nano, ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda dibanding ketika ukurannya besar. Pada penelitian ini dilakukan perendaman dengan HCl 2 M dan dipanaskan dengan suhu 90°C dan dicuci dengan air panas berkali-kali. Tujuan dari proses perendaman pada sintesis nanosilika untuk lebih mengoptimalkan kandungan silika pada sampel dan membuang senyawa pengotor selain silika pada ampas tebu. Ampas tebu yang dihasilkan dicampur dengan NaOH 2 M (destruksi) kemudian dilakukan peleburan 500°C. Peleburan pada suhu 500°C didasarkan pertimbangan titik leleh NaOH yaitu 318°C sehingga pada suhu tersebut NaOH terdisosiasi sempurna membentuk ion Na⁺ dan OH⁻. Pelarutan yang diikuti dengan peleburan ini bertujuan agar pada proses perubahan abu ampas tebu menjadi natrium silikat (Na₂SiO₃) menjadi sempurna.

4. Sintesis Komposit Nanosilika-kitosan

menjadi puncak amorf silika tapi tidak ada puncak tajam, serapan intensitas d:3,3890Å menunjukkan komposisi mineral silika kuarsa d: 2,12Å dan d :1,21Å



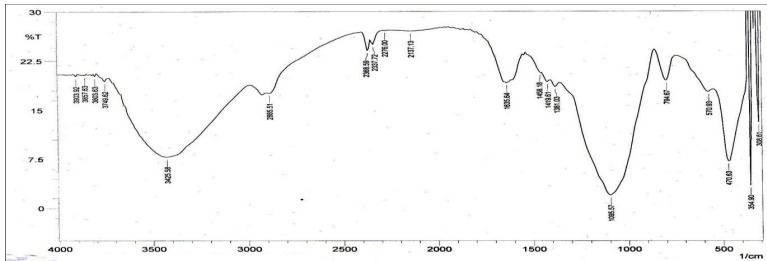
Gambar 5.5. Difraktogram XRD Nanosilika-kitosan dengan perbandingan komposit nanosilika:kitosan 1 : 1

Gambar 5.5 merupakan difraktogram sinar X komposit nanasilika-kitosan dengan perbandingan 1:1 menunjukkan kitosan serapan intensitas d: 4,1929Å, d :4,4917Å puncak melebar agak datar d:4,1928Å mengindikasikan puncak organik dari kitosan, hal ini karena gugus NH_2 kitosan terprotonasi oleh H^+ membentuk NH_3^+ . Difraktogram nanosilika-kitosan tidak teramati puncak tajam atau amorf, karakterisasi SiO_2 di d:3,3845Å; d:2,1806Å; d: 2,0737Å; d: 1,4489Å. Disimpulkan bahwa hasil analisis dengan difraksi sinar X, jenis mineral yang terdapat dalam nanosilika-kitosan dari abu ampas tebu adalah kuarsa.

b. Karakterisasi Komposit dengan Spektroskopi Inframerah (FT-IR)

Karakterisasi komposit nanosilika-kitosan menggunakan spektroskopi inframerah untuk mengetahui

bilangan gelombang 794 dan 462 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi tekuk Si-O (Paluszkievicz dkk., 2011). Pergeseran bilangan gelombang gugus karakteristik pada komposit akibat penambahan kitosan. Penambahan jumlah kitosan diketahui hanya meningkatkan intensitas puncak-puncak kitosan seperti pada difraktogram sinar X.



Bilangan Gelombang (cm^{-1})

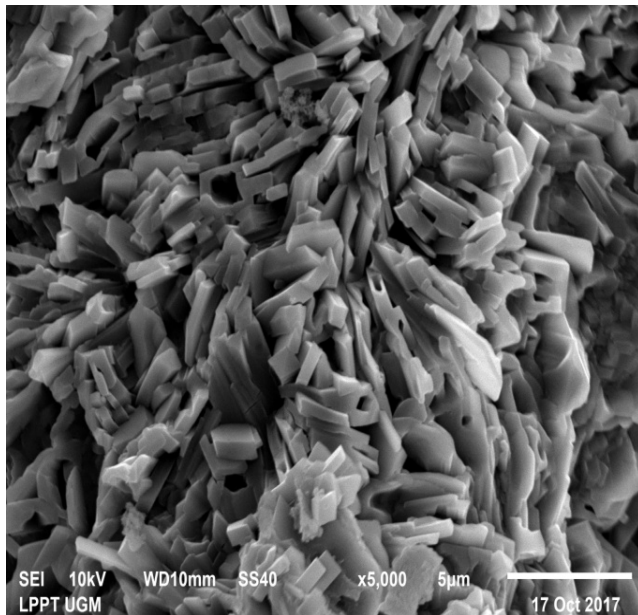
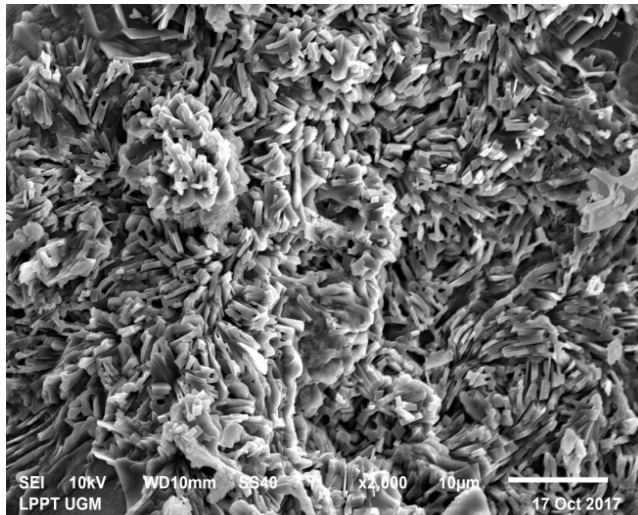
**Gambar 5.7. Spektroskopi Inframerah (FT-IR)
Nanosilika-kitosan dengan perbandingan komposit
Nanosilika: kitosan 1:1**

Spektra FT-IR pada Gambar 5.7. Menunjukkan serapan pada bilangan gelombang yang hampir sama dengan spektra FT-IR pada Gambar 2a tetapi terdapat perbedaan pada intensitas serapan. Perubahan ini diperkirakan akibat berkurangnya mineral kuarsa pada Silika. Terdapat puncak karakteristik pada daerah bilangan gelombang sekitar 3425; 2885; 1095; 470 cm^{-1} merupakan puncak serapan dari vibrasi ulur C=O amida. Gugus -OH dari silanol, aluminol, dan molekul air yang muncul pada bilangan gelombang 1636 cm^{-1} dan 3426 cm^{-1} , serta keberadaan gugus karakteristik dari kitosan yaitu gugus C-H pada bilangan gelombang 1381 cm^{-1} . Serapan pada

bilangan gelombang 1103 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi ulur Si-O, dan serapan pada bilangan gelombang 794 dan 462 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi tekuk Si-O (Paluszkiewicz dkk., 2011).

c. Karakterisasi komposit dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakteristik menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi komposit dalam kaitannya mendukung prediksi pelepasan Si dan sistem yang dibentuk oleh nanosilika-kitosan. Dengan mengetahui sistem dalam komposit, maka akan dapat diprediksi sifat pelepasan Si dalam komposit nanosilika-kitosan. Morfologi permukaan komposit nanosilika-kitosan dapat diamati pada Gambar 5.8. Foto SEM komposit nanosilika-kitosan (Gambar 5.8) menunjukkan morfologi permukaan jaringan kitosan yang berpori dan berisi partikel SiO. Jaringan kitosan ditunjukkan oleh lembaran-lembaran yang berpori, sedangkan SiO ditunjukkan oleh material yang berbentuk kubus.

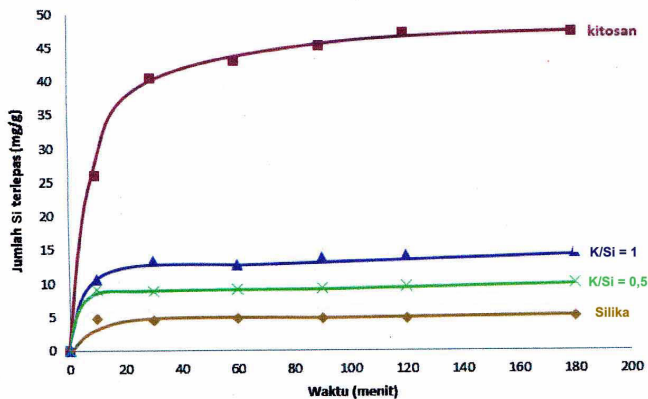


Gambar 5.8. Foto SEM (a) Nanosilika-kitosan 1:0,5 dan (b) Nanosilika-kitosan 1:1

Terlihat bahwa komposit dengan rasio massa nanosilika tinggi menunjukkan morfologi permukaan yang kasar. Hal ini mengindikasikan jaringan kitosan tidak dapat menutup silika secara efektif dan pada komposit dengan rasio massa perbandingan yang sama menunjukkan morfologi permukaan yang halus. Hal ini mengindikasikan jaringan kitosan dapat menutup silika secara efektif. Komposit dengan rasio perbandingan yang sama diprediksi akan semakin cepat melepaskan Si sedangkan komposit dengan rasio nanosilika tinggi diprediksi akan semakin lambat melepaskan Si.

B. Uji Lepas-Lambat Komposit Dalam Media Larutan.

Komposit yang diperoleh kemudian diuji pelepasan Si dalam larutan asam organik, yaitu asam sitrat 0,33 M. Alasan dilakukan pengujian dalam asam sitrat karena akar tanaman mampu mengsekresikan asam organik seperti asam sitrat sebagai pengkhelet dalam membantu penyerapan nutrisi dari dalam tanah. Sedangkan penggunaan konsentrasi asam sitrat 0,33 M dirujuk pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Chandra *et al* (2009). Jumlah Si yang dilepaskan oleh komposit dalam asam sitrat 0,33 M, kemudian dibandingkan dengan jumlah Si yang dilepaskan oleh komposit pada larutan asam sitrat 0,05 M. Hasil uji pelepasan Si dari komposit dengan variasi massa silika dalam larutan asam sitrat 0,33 M disajikan pada Gambar 5.9.



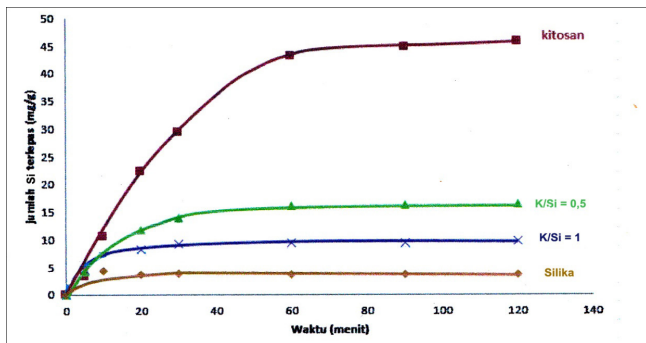
Gambar 5.9. Pelepasan Si pada komposit dengan variasi massa silika dalam larutan asam sitrat 0,33 M.

Tabel 5.2. Evaluasi jumlah Si yang dilepaskan dari komposit variasi massa silika dalam larutan asam sitrat 0,33 M

Sampel (rasio K/Si) Nanosilika- kitosan	Jumlah Si dalam sampel (mg/g)	Jumlah maksimal Si terlepas (mg/g)	k (menit ⁻¹)
1:1	20,08	14,53	0,0339
1:0,5	10,57	9,96	0,0263

Berdasarkan Tabel 1. Dilihat dari nilai k (konstanta laju pelepasan) dapat diketahui bahwa penambahan silika dapat menurunkan nilai k. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan

silika pada komposit dapat menurunkan laju pelepasan Si dalam asam sitrat. Nilai k yang besar pada nanosilika-kitosan variasi 1:1 menandakan ion Si paling cepat dilepas dari komposit nanosilika-kitosan, sedangkan nilai k yang kecil pada variasi 1:0,5 menandakan pelepasan ion Si lambat. Sistem yang terjadi dalam komposit nanosilika- kitosan adalah kitosan mampu menutupi silika, namun penutupan silika oleh kitosan tidak efektif, sehingga terdapat silika yang berlebih yang tidak tertutupi. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa jumlah Si yang dilepaskan dari komposit nanosilika-kitosan variasi 1:1 lebih banyak daripada yang dilepaskan pada variasi 1:0,5. Hal ini mengindikasikan bahwa komposit pada variasi 1:1 melepaskan Si lebih cepat dari komposit pada variasi 1:0,5. Kecenderungan data yang sama diperoleh pada pengujian pelepasan Si dari komposit pada larutan asam sitrat 0,05 M. Hasil uji pelepasan Si dari komposit dengan variasi massa silika dalam larutan asam sitrat 0,05 M disajikan pada Gambar 5.10.



Gambar 5.10. Pelepasan Si pada komposit yang dibuat dengan variasi massa

silika dalam larutan asam sitrat 0,05 M.

Tabel 5.3. Evaluasi jumlah Si yang dilepaskan dari komposit variasi massa silika dalam larutan asam sitrat 0,05 M

Sampel (Rasio K/Si) Nanosilika- kitosan	Jumlah Si dalam sampel (mg/g)	Jumlah maksimal Si terlepas (mg/g)	k (menit ⁻¹)
1 : 1	20,08	14,38	0,0265
1 : 0,5	10,57	8,85	0,0228

Berdasarkan Tabel 2. Dilihat dari nilai k (konstanta laju pelepasan) dapat diketahui bahwa penambahan silika dapat menurunkan nilai k. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan silika pada komposit dapat menurunkan laju pelepasan Si dalam asam sitrat.

BAB VI

RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA

1. Dengan adanya silika, batang tanaman menjadi lebih kuat /kekar, sehingga lebih tahan terhadap serangan penggerek batang, wereng coklat, dan tanaman tidak mudah rebah, silika juga menyebabkan perakaran tanaman lebih kuat, intensif, dan menaikkan *root oxidizing power*, yaitu:
 - a. kemampuan akar mengoksidasi lingkungannya seperti *ion fero* (Fe^{2+}) menjadi *feri* (Fe^{3+}) sehingga lahan yang banyak besi, tanaman tidak mengalami keracunan besi atau lebih tahan;
 - b. demikian pula Mn^{2+} yang biasanya dalam jumlah banyak meracuni tanaman menjadi berkurang karena teroksidasi menjadi Mn^{4+} .
3. Si diperlukan untuk menjadikan tanaman memiliki bentuk daun yang tegak (tidak terkulai), sehingga daun efektif menangkap radiasi surya dan efisien dalam penggunaan hara N yang menentukan tinggi/rendahnya hasil tanaman.
4. Tetapi N yang terkandung dalam pupuk urea tidak dapat diserap secara efisien oleh tanaman, hal ini disebabkan karena unsur nitrogen memiliki mobilitas yang sangat tinggi dalam tanah dan unsur nitrogen dengan mudah

hilang karena pencucian maupun volatilisasi yang disebabkan denitrifikasi ke atmosfer

5. Menurut Bortolin *et al*(2013) Jumlah N yang hilang selama proses volatilisasi mencapai 80% dan hanya sekitar 20% unsur N yang terkandung dalam pupuk urea yang dapat diserap tanah. sehingga perlu dicari cara untuk mengatasi masalah tersebut dengan mengembangkan pupuk lepas-lambat.
6. sehingga perlu dicari cara untuk mengatasi masalah tersebut dengan mengembangkan pupuk lepas-lambat N
7. Oleh sebab itu saya mempunyai rencana tahap berikutnya dengan meneliti “Kinetika lepas-lambat Nitrogen dari komposit Nanosilika-kitosan-Urea”
8. Uji rumah kaca untuk tanaman padi dan Uji lapangan

BAB VII

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini adalah:

- a. Kitosan yang di redeasetilasi bertingkat menghasilkan Derajat deasetilasi yang tinggi sebesar 84,9%
- b. Regenerasi larutan NaOH, meningkatkan reaktivitas NaOH untuk mendeasetilasi kitosan dan peningkatan konsentrasi larutan NaOH, Temperatur reaksi dan waktu reaksi meningkatkan derajat deasetilasi.
- c. Spektra FTIR nanosilika menunjukkan terjadi pembentukan SiO_2 serapan pada bilangan gelombang 1103 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi ulur Si-O, dan serapan pada bilangan gelombang 794 dan 462 cm^{-1} menyatakan adanya vibrasi tekuk Si-O.
- d. *X-ray Diffraction* menunjukkan intensitas serapan d : $4,4372\text{\AA}$, teramati puncak semikristalin kitosan dengan indeks miller (020) dan (110) menghilang dan berubah menjadi puncak amorf silika tapi tidak ada puncak tajam, serapan intensitas d: $3,3890\text{\AA}$ menunjukkan komposisi mineral silika kuarsa d:

2,12Å dan d :1,21Å, karakterisasi SiO₂ di d:3,3845Å; d:2,1806Å; d: 2,0737Å; d: 1,4489Å.

- e. Analisa dengan SEM menunjukkan Komposit dengan rasio perbandingan yang sama akan semakin cepat melepaskan Si sedangkan komposit dengan rasio nanosilika tinggi akan semakin lambat melepaskan Si.
- f. Uji Lepas-Lambat komposit dalam media larutan menunjukkan komposit pada variasi 1 :1 melepaskan Si lebih cepat dari komposit pada variasi 1 :0,5.

B. Saran

- a. Perlu dikaji lanjut tentang aplikasi lepas-lambat pupuk Si pada variasi jumlah silika dengan waktu pengamatan yang lebih lama sehingga dihasilkan model pelepasan yang stabil
- b. Perlu dilakukan pengujian lepas-lambat Si terhadap media tanam dan dilakukan pengamatan pertumbuhan tanaman.
- c. Perlu dilakukan aplikasi dengan pupuk urea agar diperoleh pupuk lepas lambat Nitrogen dari komposit Nanosilika-kitosan-Urea
- d. Pada tahun berikutnya perlu dilakukan uji rumah kaca untuk tanaman padi
- e. Perlu dilakukan pengujian pada lahan yang lebih luas (skala lapangan)

DAFTAR PUSTAKA

- Abuhasan, L.H ., 2010. *Enhancement of The Production Yield of Fluorescent Silicon Nanostructures Using Silicon-based Salts*. Sains Malaysiana. 39 (5): 837-844
- Adam, F., Kandasamy, K., Batakrishman, S., 2006. *Iron Incorporated Heterogeneous catalyst from rice husk ash. Journal of Colloid and Interface Science*. 304: 137-143
- Agnihotri, S., Mukherji, S., Mukherji, S., 2012. *Antimicrobial Chitosan-PVA Hydrogel as a Nanoreactor and immobilizing Matrix for Silver Nanoparticles*. *J. Appl. Nanosci* (2) : 179-188
- Arizanova, R., 2010. *Sintesis Silika Aerogel Berbasis Abu Bagasse untuk penyimpanan Hidrogen*, Tesis Teknik Kimia Fakultas Teknik Industri ITS Surabaya.
- Astuti, M.D., Nurmasari, R., Mujiyanti, D.R. 2012. *Imobilisasi 1,8- dihidroxyanthraquinon pada silika gel melalui proses sol-gel*. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia* 6(1): 25 - 34
- Bahadir, M., Pfister, G. 1990. *Controlled Release Formulations of Pesticides*. In *Controlled release, Biochemical Effect of Pesticides and Inhibition of Pathogenic Fungi; Chemistry of Plant Protection* 6; Bowers et al, Eds: Springer-verlag: New York: pp:1-60

- Bandyopadhyay, S., Ghosh, K., and Varadachari, C., 2014. *Multimicronutrient Slow-Release Fertilizer of Zinc, Iron, Manganese and Copper*, *J. Chem. Eng.*, 1-7
- Bansiwal, A.K., Rayalu, S. S., Labhasetwar, N. K., Juwarkar, A. A., and Deevotta, S., 2006. *Surfactant-Modified Zeolite as a Slow Release Fertilizer for Phosphorus*. *J. Agric. Food. Chem.*, 54,4773- 4779
- Bhattacharya, I., Bandyopadhyay, S., Varadachari, C., dan Ghosh, K., 2007. *Development of a Novel Slow-Releasing Iron-Manganese Fertilizer Compound*, *Ind. Eng. Chem. Res* (46): 2870-2876
- Bracho, D., V.N. Dougnac., H. Palza & R. Quijada. 2012. *Functionalization of Silica Nanoparticles For Polypropylene Nanocomposite Applications*. *Journal of Nanomaterials*. Vol.2012, article ID 263915: 1-8
- Chandra. P.K., Ghosh, K and Varadachari, C., 2009. *A New Slow-Releasing Iron- Manganese Fertilizer Compound*, *Ind. Eng. Chem. Res.*, (46) 2870-2876
- Chebotok, E. N., Novikov, V.Y, and Konovalova, I.N., 2006. *Depolymerization of Chitin and Chitosan in The Course of Base Deacetylation*, *Russian. Journal Applied Chemistry*, 79(7):1162 – 1166
- Fernandes-Perez, M; Gonzalez-Pradas, E; Ureña-amate, M.D; Wilkins, R.M; Lindup, I. 1998. *Controlled Release of Imidacloprid from a Lignin Matrix: Water Release Kinetics and Soil Mobility Study*. *Journal Agric. Food Chem*. Vol(46): 3828- 2834

- Fernandes, B.R. 2012. *Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Sol-Gel Dan Aplikasinya Terhadap Aktivitas Sitotoksik Sel Dalam Review Jurnal Nanoteknologi*. Padang: Jurusan Kimia, Program Pascasarjana Universitas Andalas
- Hikmawati. 2010. *Produksi Bahan Semikonduktor Silikon Dari Silika Limbah Arang Sekam Padi Sebagai Alternatif Sumber Silikon*. Tesis. Institut Pertanian Bogor.
- Jafarzadeh, M., I.A. Rahman & C.S. Sipaut. 2009. *Synthesis of Silica Nanoparticles by Modified Sol-Gel Process: The Effect of Mixing Modes of The Reactants and Drying Techniques*. *Journal of Sol-Gel Science Technology*, Vol (50):328-, 336
- Jamnonkan, T., and Kaewpirom. S., 2010. *Controlled-Release Fertilizer Based on Chitosan Hydrogel: Phosphorus Release Kinetics*, *Sci. J. UBU.*, 43-50
- Kalapathy. U., Proctor, A., Shults, J. 2000. *A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Hull ash*. *Bioresource Technology*. 73: 257-262
- Mahltig, C.J., Haufe, H and Bottcher, H., 2005. *Functionalisation of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coatings*. *Jurnal. Mater. Chem* Vol. 15: 4385
- Mingzhu, L., 2007. *Preparation and Properties of Chitosan Coated NPK Compound Fertilizer With Controlled Released and Water-Retention*. College of Chemical , Northwest Minorities University, Lanzho, China. *J. Polymer* Vol 55 (2014): 1964-1976

- Lasindrang, M., Hadisusanto, S., Tandjung, S.D., Kamiso, H.N., 2015. *Adsorption Pollution Leather Tanning Industry Wastewater By Chitosan Coating Coconut Shell Active Charcoal*. J. Elsevier Vol 3: 241-247
- Paluszkiewicz, C., Stodolak, E., Hasik, M., dan Blazewicz, M., 2011, *FT-IR Study of Montmorillonite-Chitosan Nanocomposite Material*, *Spectrochim. Acta A*, 79(4), 784-788
- Preetha, P.S., Subramanian, K.S., and Rahale, C.S., 2014. *Sorption Characteristics of Nano Zeolit Based Slow Release Sulphur Fertilizer*, *Inter. J. Dev. Res.*, 4:225-228
- Prima. 2009. *Permasalahan Pupuk dan Langkah-langkah Penanggulangannya di Indonesia*. Kementrian Sekretariat Negara. Indonesia. Jakarta
- Rahman, I.A., V. Padavettan. 2012. *Synthesis of Silica Nanopartikel by Sol-Gel: Size- Dependent Properties, Surface Modification and Applications In Silica-Polymer Nanocomposites*. In Review. *Journal Nanomaterials*, Vol (2012):1-15
- Tzong-Horng Liou., Chun-chen Yang., 2011. *Synthesis and Surface Characteristics of Nanosilica Produced from alkali-extracted rice husk ash*. *Journal Materials Science and Engineering B* 176:521-529
- Trisko, N., Hastiawan, I., Eddy, D.R. 2013. *Penentuan Kadar Silika dari Pasir Limbah Pertambangan dan Pemanfaatan Pasir Limbah Sebagai Bahan Pengisi Bata*

Beton. Prosiding Seminar Sains dan Teknologi Nuklir.
PTNBR-BATAN Bandung. 4 Juli 2013 :190- 196

LAMPIRAN

1. Artikel ilmiah (draft, status submission atau reprint)



2. HKI

Lampiran I
Peraturan Menteri Kehakiman R.I.
Nomor : M.01-HC.03.01 Tahun 1987

Kepada Yth. :
Direktur Jenderal HKI
melalui Direktur Hak Cipta,
Desain Industri, Desain Tata Letak,
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang
di
Jakarta

PERMOHONAN PENDAFTARAN CIPTAAN

- IV. Pencipta :
1. Nama : Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP
 2. Kewarganegaraan : Indonesia
 3. Alamat : Perum Sedayu Permai Blok D 58 RT 61 Sedayu Bantul. DIY
- V. Pemegang Hak Cipta :
1. Nama : Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP
 2. Kewarganegaraan : Indonesia
 3. Alamat : Perum Sedayu Permai Blok D 58 RT 61 Sedayu Bantul. DIY
- III. Kuasa :
1. Nama : _____
 2. Kewarganegaraan : _____
 3. Alamat : _____
- IV. Jenis dari judul ciptaan yang dimohonkan : Pupuk dengan judul; Sintesis dan karakteristik komposit nanosilika-kitosan dari abu ampas tebu sebagai system lepas-lambat Si
- V. Tanggal dan tempat di-umumkan untuk pertama kali di wilayah Indonesia

atau di luar wilayah Indonesia

VI Uraian ciptaan

: 25 September 2017, UGM Yogyakarta

: komposit nanosilika-kitosan sebagai pupuk lepas-lambat Si. Komposit nanosilika-kitosan merupakan kombinasi dari biopolimer silika dan biopolimer kitosan yang disintesis dari limbah tebu dan limbah udang. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan komposit nanosilika-kitosan sebagai pupuk yang mampu melepaskan unsur hara Si secara lepas-lambat dan mengevaluasi karakteristik fisika, kimia dan kualitas komposit sebagai pupuk lepas-lambat Si terhadap penyerapan unsur hara.

Gorontalo 23 Oktober 2017



Dr. Ir. Musrowati Lasindrang

Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP
Kewarganegaraan : Indonesia
Alamat : Perum Sedayu Permai Blok D 58 RT 61 Sedayu Bantul DIY

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya Cipta yang saya mohonkan :

Berupa : Pupuk Nanosilika-kitosan
Berjudul : Sintesis dan karakteristik komposit nanosilika-kitosan dari Abu ampas tebu sebagai system lepas-lambat Si

Tidak meniru Karya Cipta atau Karya Intelektual milik pihak lain; dan

2. Karya Cipta yang saya mohonkan pada Angka 1 tersebut di atas tidak pernah dan tidak sedang dalam sengketa Pidana dan / atau Perdata di Peradilan;
3. Dalam hal ketentuan sebagaimana dimaksud dalam Angka 1 dan Angka 2 tersebut di atas saya / kami langgar, maka saya / kami bersedia secara sukarela bahwa :
a. permohonan karya cipta yang saya ajukan dianggap ditarik kembali; atau
b. Karya Cipta yang telah terdaftar dalam Daftar Umum Ciptaan Direktorat Hak Cipta, Direktorat Jenderal Hak Kekayaan Intelektual, Kementerian Hukum Dan Hak Asasi Manusia R.I. dihapuskan sesuai dengan ketentuan perundang-undangan yang berlaku.

Demikian Surat pernyataan ini saya / kami buat dengan sebenarnya dan untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Gorontalo, 23 Oktober 2017



Yang menyatakan,

Dr. Ir. Musrowati Lasindrang, MP

3. Publikasi

