



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**KONDISI OPTIMUM TRANSPOR Pb(II) ANTAR FASA DENGAN
MEMAKAI AMONIUM PIROLIDIN DITIOKARBAMAT ((APDC)
SEBAGAI ZAT PEMBAWA MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR
FASA RUAH**

SKRIPSI



**RAHMA PUTRI
07132070**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2011**

**KONDISI OPTIMUM TRANSPOR Pb(II) ANTAR FASA
DENGAN MEMAKAI AMONIUM PIROLIDIN DITIOKARBAMAT
(APDC) SEBAGAI ZAT PEMBAWA MELALUI TEKNIK
MEMBRAN CAIR FASA RUAH**

Oleh :

RAHMA PUTRI

07132070

**Skripsi diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Andalas**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG**

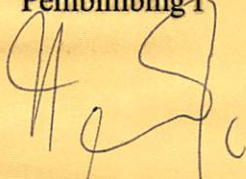
2011

LEMBARAN PENGESAHAN

KONDISI OPTIMUM TRANSPOR Pb(II) ANTAR FASA DENGAN MEMAKAI AMONIUM PIROLIDIN DITIOKARBAMAT (APDC) SEBAGAI ZAT PEMBAWA MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH, skripsi oleh **Rahma Putri (07132070)** diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S1) pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas Padang, telah diuji dan lulus pada tanggal : 23 Desember 2011.

Disetujui oleh :

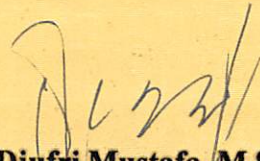
Pembimbing I



Zaharasmi Kahar, M.Si

NIP. 194610131971062001

Pembimbing II



Djufri Mustafa, M.Sc

NIP. 195011041975031002

Mengetahui :

Ketua Jurusan Kimia,



Dr. Adlis Santoni

NIP. 196212031988111002

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka."

(Ali Imran : 190-191)

Kupersembahkan "Master Piece" ini untuk my lovely parents, mama (alm) dan papa (alm) yang pasti mengukir senyuman atas pencapaianku hingga tahap ini... Tiada tara apa yang telah kalian berikan dari ku masih dikandung.....
Love n miss them so much :')

THANKS TO

Terima kasih kepada om Firman, tante Sil, Mak Tuo Cece, Pak Tuo, tante Tet, om Chai, Mabang atas semua Doa dan dukungan sehingga diperoleh motivasi agar terus melangkah dan memberikan yang terbaik... ☺

Thanks to my brothers 'n sister (bg Iqbal, Rizki, Defi) untuk semua dukungan dan semangatnya.. Semoga Rizki 'n Defi jg mencapai gelar sarjananya sesegera mungkin, dapat mencapai cita-cita yang diimpikan dan kita dapat sukses di dunia dan di akhirat.. Aamiin....

Thanks to Farid 'n Fadhil yg senantiasa jadi jasa antar jemput saat kak butuh 'n kepepet,,,,haahaaaaa (selalu berbakti kepada orang tua, belajar lebih rajin lg supaya jadi anak yang membanggakan dan berguna), Faisal (Fafai) juga harus lebih giat dan rajin lagi belajarnya, si ucuk kecil (Farhan) yang juga harus bisa jadi anak yang berguna, membanggakan dan berbakti kepada kedua orang tua,, Aamiin y Rabb

Thanks to all my big family yang namanya tidak dapat disebutkan satu persatu,, Thanks for u all.....

Thank u so much to Wildan Ba'ina Iedai El Islami atas semua waktu, kasih sayang, motivasi, dukungan, 'n sandaran yang diberikan untuk segala curahan hati disaat senang atau pun sedih,,, ☺ Semoga apa yang menjadi cita-cita dan impian qt dapat cepat tercapai,,, success for us... Amin ya rabbal'alamín...

Thanks to all my best friends (Melly, Je2n, Etha, Demi, Fani, Ayu, Ame, Herman, 'n many more yg udah support 'n jadi tempat berbagi... Thank u guys.... ^, ^

Terima kasih kepada senior2 'n junior2 di Kimia Unand untuk dukungan, motivasi dan doanya... Thanks to "Tim 8 Membran" (Maria, Fani, Ame, Boy, Uti, Tiska, 'n Lia), kawan-kawan So_CH4...semoga kita semua dapat mengharumkan nama Angkatan 2007 dan jurusan Kimia Unand...

ABSTRAK

KONDISI OPTIMUM TRANSPOR Pb(II) ANTAR FASA DENGAN MEMAKAI AMONIUM PIROLIDIN DITIOKARBAMAT (APDC) SEBAGAI ZAT PEMBAWA MELALUI TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH

Oleh:

Rahma Putri

**Sarjana Sains (S.Si) dalam bidang Kimia Fakultas MIPA
Universitas Andalas**

Dibimbing oleh Zaharasma Kahar, M.Si dan Djufri Mustafa, M.Sc

Transpor Pb(II) antar fasa dapat dilakukan dengan menggunakan teknik membran cair fasa ruah. Pb(II) $9,65 \cdot 10^{-5}$ M diekstraksi dari pelarut air dengan cara mentranspornya memakai amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC) sebagai zat pembawa ke dalam pelarut organik kloroform kemudian distriping ke dalam pelarut air kembali yang mengandung HCl sebagai reagen penerima. Persentase transpor Pb(II) ditentukan dari persentase Pb(II) yang tertranspor ke fasa penerima dan yang tersisa di fasa sumber dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada λ_{maks} 283,0 nm dibantu dengan pengadukan magnetik stirer pada kecepatan 300 rpm. Dari hasil penelitian diperoleh bahwa kondisi optimum transpor Pb(II) yaitu pada pH 2 dengan perbandingan konsentrasi Pb(II) dengan APDC 1:30 M untuk fasa sumber, konsentrasi HCl 1 M untuk fasa penerima dan waktu transpor 2 jam. Pada kondisi ini, Pb(II) yang ditranspor ke fasa penerima 99,7 % dan yang tersisa di fasa sumber tidak terdeteksi.

Kata kunci : Transpor Pb(II), membran cair fasa ruah, amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC), spektrofotometer serapan atom.

ABSTRACT

THE OPTIMUM CONDITION TRANSPORT OF Pb(II) AMONG PHASES WITH USING AMMONIUM PYRROLIDINE DITHIOCARBAMATE (APDC) AS A CARRIER THROUGH A BULK LIQUID MEMBRANE TECHNIQUE

By:

RAHMA PUTRI

**Bachelor of Science in Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science
University of Andalas**

Advised by Zaharasmı Kahar, M.Si and Djufri Mustafa, M.S

The transport of Pb(II) among phases can be done by using bulk liquid membrane technique. Pb(II) $9,65 \cdot 10^{-5}$ M was extracted from the water solvent by using ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC) as a carrier into an organic solvent of chloroform and then it was stripping into the water solvent that containing HCl as a reagent stripping. Percentage of Pb(II) transport was determined from the percentage of Pb(II) transport to receiving phases and the remaining in source phases using Atomic Absorption Spectrophotometer towards λ_{maks} 283,0 nm and operation technique helped with magnetic stirring at 300 rpm. The result of the research showed the optimum condition for the transport of Pb(II) was at pH 2 with a ratio of concentration Pb(II) with APDC was 1:30 M for the source phase, concentration of HCl 1 M to receiving phase and stirring time was 2 hours. In this condition, Pb(II) was transported to receiving phase was 99,70% and the remaining in source phase was not detected.

Key word : Transport of Pb(II), bulk liquid membrane, ammonium pyrrolidine dithiocarbamate (APDC), Atomic Absorption Spectrophotometer.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Kondisi Optimum Transpor Pb(II) Antar Fasa dengan Memakai Amonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDC) sebagai Zat Pembawa Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah”**. Penyusunan skripsi ini merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas. Dalam pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi ini penulis banyak mendapatkan masukan, bantuan, dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Ibu Zaharasma Kahar, M.Si dan Bapak Djufri Mustafa, M.Sc sebagai Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan, motivasi dan bantuan kepada penulis.
2. Bapak Dr. Adlis Santoni sebagai Ketua Jurusan Kimia dan Bapak Dr. Mai Efdi sebagai Koordinator Pendidikan Jurusan Kimia FMIPA UNAND.
3. Ibu Yefrida, M.Si sebagai Pembimbing Akademik.
4. Seluruh staf pengajar di Jurusan Kimia, pegawai Jurusan Kimia, serta analis laboratorium kimia UNAND.
5. Rekan-rekan mahasiswa jurusan kimia.

Tentunya penulisan skripsi ini jauh dari kesempurnaan, untuk itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk perbaikan di masa mendatang. Semoga skripsi ini bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan. Akhir kata penulis mohon maaf bila ada kesalahan dan kekurangan dalam penulisan skripsi ini.

Padang, Desember 2011

Rahma Putri

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	
LEMBARAN PENGESAHAN	i
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Karakterisasi Timbal(Pb)	4
2.2 Karakteristik APDC	5
2.3 Teknologi Membran Cair Fasa Ruah	5
2.3.1. Membran Cair.....	5
2.3.2. Teknik Membran Cair Fasa Ruah dalam Proses Pemisahan.....	6
2.3.3. Metoda Pemisahan Pb(II) Berdasarkan Teknologi Membran Cair Fasa Ruah.....	7
2.3.4 Interaksi Transpor Pb(II) Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah.	8
2.4 Spektrofotometer Serapan Atom.....	9
III. METODOLOGI PENELITIAN	11
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan.....	11
3.2.1 Alat yang Digunakan	11
3.2.2 Bahan yang Digunakan	11

3.3	Pembuatan Reagen untuk Keperluan Analisis	11
3.3.1	Pembuatan Larutan Fasa Sumber	11
3.3.2	Pembuatan Larutan Fasa Membran	12
3.3.3	Pembuatan Larutan Fasa Penerima	12
3.4	Prosedur Kerja	12
3.4.1	Penentuan Transpor Pb(II) dengan Teknik Membran Cair Fasa Ruah.....	12
3.4.2	Penetapan Konsentrasi Pb(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atom.....	12
3.4.3	Penentuan Kondisi Optimum Transpor Pb(II)	13
3.4.3.1	Pengaruh pH Fasa Sumber	13
3.4.5.2	Pengaruh Jenis Reagen Fasa Penerima	13
3.4.3.3	Pengaruh Konsentrasi APDC dalam Fasa Sumber.....	13
3.4.3.4	Pengaruh Konsentrasi Reagen Fasa Penerima.....	13
3.4.3.5	Pengaruh Lama Pengadukan.....	13
IV.	HASIL DAN DISKUSI.....	14
4.1	Penentuan Pengaruh pH Fasa Sumber terhadap Transpor Ion Logam Pb... ..	14
4.2	Penentuan Pengaruh Jenis Reagen Fasa Penerima	15
4.3	Penentuan Pengaruh Konsentrasi APDC	16
4.4	Penentuan Pengaruh Konsentrasi Fasa Penerima.....	18
4.5	Penentuan Pengaruh Lama Pengadukan.....	18
V.	KESIMPULAN DAN SARAN	20
5.1	Kesimpulan.....	20
5.2	Saran.....	20
	DAFTAR PUSTAKA	21
	LAMPIRAN.....	23

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur APDC.....	5
Gambar 2. Model percobaan transpor ion Pb(II) melalui teknik membran cair fasa ruah.....	7
Gambar 3. Diagram mekanisme transpor Pb(II) melalui teknik membran cair fasa ruah menggunakan APDC sebagai zat pembawa.....	8
Gambar 4. Pengaruh variasi pH terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb (II) dalam fasa sumber (-▲-).....	14
Gambar 5. Pengaruh jenis reagen fasa penerima terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-), dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).....	16
Gambar 6. Pengaruh variasi konsentrasi APDC terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-), dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).....	17
Gambar 7. Pengaruh variasi konsentrasi HCl terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-), dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).....	18
Gambar 8. Pengaruh variasi lama pengadukan terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-), dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).....	19

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data pengaruh pH fasa sumber.....	23
Lampiran 2. Data jenis reagen fasa penerima	25
Lampiran 3. Data pengaruh konsentrasi APDC dalam fasa sumber.....	26
Lampiran 4. Data pengaruh konsentrasi fasa penerima	27
Lampiran 5. Data pengaruh lama pengadukan	28
Lampiran 6. Kurva Kalibrasi Standar Pb(II) dengan menggunakan AAS.....	29

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Kemajuan teknologi yang memunculkan berbagai macam industri tidak dapat dipisahkan dari pertimbangan lingkungan hidup, maka diperlukan suatu keseimbangan dimana pengembangan industri tidak mencemarkan lingkungan dan perubahan lingkungan tidak menghambat perkembangan industri. Hal ini menyangkut hasil buangan industri yang mempengaruhi dampak penting lingkungan, terutama lingkungan perairan¹.

Limbah industri dapat berupa bahan organik maupun bahan anorganik. Di antara zat-zat pencemar dari bahan anorganik, timbal (Pb) adalah salah satu logam berat yang berlabel "hazardous". Timbal dan oksidanya banyak digunakan dalam berbagai industri, diantaranya PbO yang digunakan dalam industri aki, gelas, pemoles keramik dan semen^{2,3}. Keberadaan logam timbal dengan konsentrasi yang tinggi dalam lingkungan perairan dapat membahayakan makhluk hidup. Oleh sebab itu sebelum limbah cair tersebut dibuang ke lingkungan, terlebih dahulu dilakukan penanganan khusus sampai mencapai batas aman untuk dibuang.

Salah satu metoda yang dapat digunakan untuk penanganan kasus di atas adalah dengan pemanfaatan fasa cair sebagai membran, kemudian dikembangkan untuk proses pemisahan, pemekatan, dan pemurnian spesi kimiawi yang ada dalam campuran. Membran cair merupakan pilihan handal yang dapat digunakan untuk pemisahan spesi kimia tertentu karena bersifat selektif permeabel dengan cara memanfaatkan pelarut organik ataupun anorganik tertentu yang berfungsi sebagai lintasan transpor dari komponen kimia yang akan dipisahkan⁴.

Proses pemisahan ion logam dari campuran dengan memakai membran cair telah banyak dipublikasikan. Keselektifan membran cair terhadap komponen yang akan ditranspor dapat diperoleh dengan menambahkan zat aditif tertentu dan pengaruh kondisi operasi yang tepat saat pemakaian membran sehingga tidak terjadi reaksi balik⁵. Berbagai macam zat pembawa yang ditambahkan ke dalam membran cair sebagai mediator untuk memacu proses transpor ion logam tersebut dalam pemisahan telah banyak diuji keakuratannya^{6,7}. Zat pembawa ini berfungsi

sebagai ligan yang mampu menarik dan menyeleksi ion-ion logam yang diinginkan di fasa tertentu dan mengantarkannya ke fasa lain berdasarkan perbedaan kelarutan ion pada antar muka dan kompetisinya dalam pembentukan kompleks. Zat pembawa yang digunakan pada penelitian yang akan dilakukan adalah amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC).

Pada penelitian ini dikembangkan teknik membran cair fasa ruah untuk memindahkan Pb(II) dalam air dimana teknik ini mempunyai beberapa keuntungan, antara lain cara pembuatan yang mudah dan praktis bahkan lebih mudah bila dibandingkan dengan teknik membran cair emulsi. Selain itu dapat didaur ulang serta proses ekstraksi dan ekstraksi balik (stripping) Pb(II) berlangsung dalam satu tahap sehingga memungkinkan sistem proses ekstraksi dengan teknik membran cair fasa ruah ini lebih praktis dibandingkan dengan teknik ekstraksi pelarut. Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan yang diambil dari metoda ekstraksi menggunakan APDC. Membran cair fasa ruah merupakan metoda yang praktis dan dapat berlangsung secara kontinu jika dibandingkan dengan metoda ekstraksi pelarut yang dilakukan berulang-ulang.

1.2 Perumusan Masalah

Pemisahan Pb(II) dengan pemakaian APDC sebagai pengompleks telah pernah dilakukan sebelumnya oleh para ahli yaitu dengan menggunakan teknik ekstraksi biasa. Pada dasarnya teknik ekstraksi biasa ini cukup akurat dan dapat digunakan untuk pemisahan Pb(II) dengan baik. Akan tetapi proses ekstraksi ini pelaksanaan kerjanya kurang praktis karena melakukan pemindahan larutan secara berulang. Oleh sebab itu dalam penelitian ini dicoba memodifikasi sistem pemisahan Pb(II) ini dengan metoda yang lebih sederhana yaitu metoda teknik membran cair fasa ruah.

1.3 Tujuan Penelitian

Menentukan kondisi optimum sistem transpor Pb(II) antarfasa melalui teknik membran cair fasa ruah. Diharapkan diperoleh konformasi data kondisi optimum sistem transpor untuk ion logam Pb(II) sehingga kesemuanya dapat ditranspor ke fasa penerima.

1.4 Manfaat Penelitian

Setelah diperoleh kondisi optimum, diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi dasar untuk membuka peluang penelitian lebih lanjut sehingga dapat diaplikasikan pada teknik pemisahan terapan, baik dalam skala laboratorium maupun dalam skala industri.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakterisasi Timbal(Pb)

Timbal atau plumbum (Pb) yang lebih dikenal dengan nama timah hitam adalah unsur logam yang memiliki nomor atom 82, massa atom relatif 207,19 g/mol, kerapatan yang tinggi (11,48 g/mL pada suhu kamar), bilangan oksidasinya adalah II dan IV. Unsur ini terletak pada golongan IV dan periode VI dalam sistem periodik unsur-unsur dengan konfigurasi elektron $[\text{Xe}]4f^{14}5d^{10}6s^26p^2$. Logam timbal berwarna abu-abu kebiruan dengan titik leleh 327°C dan titik didih 1725°C ^{2,3,8}.

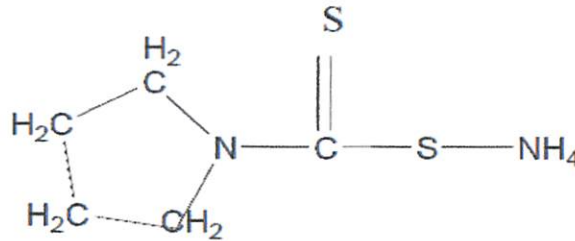
Timbal merupakan salah satu logam berat non esensial yang sangat berbahaya dan dapat menyebabkan keracunan (toksisitas) pada makhluk hidup. Racun ini bersifat kumulatif, artinya sifat racun akan timbul apabila terakumulasi dalam jumlah yang cukup besar dalam tubuh makhluk hidup. Efek dari keracunan Pb dapat menimbulkan kerusakan pada otak, antara lain epilepsi, halusinasi, dan kerusakan pada otak besar.

Pb (timah hitam/timbal) dan persenyawaannya dapat berada di badan perairan dalam bentuk terlarut dan tersuspensi, baik secara alamiah maupun sebagai dampak aktivitas manusia. Secara alami Pb masuk ke perairan melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan, juga proses korosifikasi batuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin. Sebagai dampak aktivitas manusia, Pb masuk ke perairan melalui buangan limbah industri dan pertambangan. Badan perairan yang telah tercemar senyawa atau ion Pb sehingga konsentrasinya melebihi konsentrasi batas maksimum kandungan timbal dalam perairan yaitu 0,03 mg/L dapat mengakibatkan kematian bagi biota perairan^{9,10}.

Senyawa anorganik timbal(II) nitrat dengan rumus kimia $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ umumnya merupakan kristal yang tidak berwarna atau berbentuk bubuk putih. Dibandingkan dengan garam timbal yang lain, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ini sangat mudah larut dalam air. Timbal(II) nitrat dapat menyebabkan keracunan timbal akut, seperti yang berlaku untuk semua senyawa timbal larut. Beberapa bentuk keracunan timbal, yaitu keracunan akut, subakut dan kronis.

2.2 Karakteristik APDC

Ligan APDC dengan nama dagang 1 - pyrrolidine dithiocarboxylic acid ammonium salt merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air. APDC mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur $C_5H_{12}N_2S_2$.



Gambar 1. Struktur APDC

Ligan APDC dapat digunakan untuk ekstraksi logam-logam dalam pelarut organik seperti kloroform dan metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan APDC digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, dan timbal. Selain itu, APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismut dalam baja dengan EDTA dan KCN sebagai zat penopang¹¹.

Pada ekstraksi APDC-MIBK, logam berat seperti Pb(II) akan diikat oleh APDC dan membentuk senyawa khelat dimana APDC akan melepaskan ion amoniumnya dan mengikat logam Pb(II) sehingga terbentuk kompleks khelat.

2.3 Teknologi Membran Cair Fasa Ruah

2.3.1 Membran Cair

Membran cair merupakan suatu fasa cair yang membatasi dua fasa cair lain yang saling melarutkan, sedangkan membran cair itu sendiri tidak dapat larut dalam kedua fasa cair yang dibatasinya. Membran cair dapat dibuat dari fasa cair hidrofobik yang memisahkan dua fasa cair hidrofilik atau sebaliknya. Karakterisasi dari membran cair dapat bersifat semipermeabel dan berperan sebagai lintasan transpor komponen antar fasa. Keselektifan utama dari membran cair untuk teknik pemisahan umumnya terjadi karena adanya perbedaan koefisien distribusi atau perbedaan kelarutan komponen di antar fasa permukaan membran. Keselektifan akan lebih tinggi dengan penambahan zat pembawa yang tepat ke

dalam membran sebagai mediator yang mampu meningkatkan afinitas salah satu zat terlarut untuk memacu proses transpor ion antar fasa^{12,5}.

Membran mempunyai kemampuan untuk mentranspor suatu komponen dengan baik karena adanya sifat-sifat fisika dan kimia antara membran dan komponen yang diserap. Proses transpor melalui membran cair dari suatu fasa ke fasa lain terjadi karena adanya gaya pendorong yaitu perbedaan konsentrasi dan kelarutan ion logam Pb(II) dalam pelarut organik dengan air serta faktor pengadukan yang dialami oleh komponen.

Mekanisme transpor melalui membran cair fasa ruah ini sangat mirip dengan model ekstraksi kembali dan ekstraksi pelarut. Hanya saja pada sistem ekstraksi dilakukan secara bertahap, tetapi pada membran cair fasa ruah berlangsung secara kontinu dalam satu tahap dan jumlah pelarut organik yang digunakan sedikit⁶.

Keuntungan menggunakan senyawa pembawa dalam membran cair adalah fluks yang tinggi, pemisahan lebih selektif, zat pembawa yang digunakan lebih sedikit karena membran hanya membutuhkan jumlah pelarut yang sedikit.

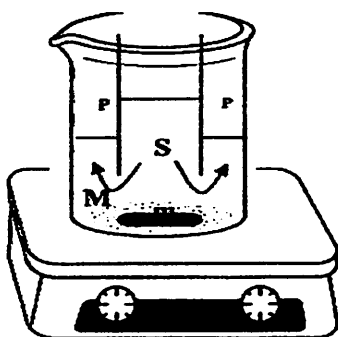
2.3.2 Teknik Membran Cair Fasa Ruah dalam Proses Pemisahan

Teknologi membran cair fasa ruah merupakan metoda yang memanfaatkan membran cair untuk teknik pemisahan. Terdapat 3 model alat yang biasa dioperasikan untuk teknik pemisahan pada metoda ini yaitu sel tipe U, sel tipe V, dan sel beker gelas yang dirakit sedemikian rupa dengan sebuah tabung gelas di dalamnya (sel savafi). Pada teknik ini membran cair berfungsi sebagai fasa membran yang terletak membentang di dasar kedua fasa yang dipisahkannya karena densitasnya lebih besar. Seluruh permukaannya dapat bertindak sebagai tempat terjadinya transpor ion. Fasa cair yang mengandung spesi atau senyawa yang akan ditentukan dinamakan dengan fasa sumber sedangkan fasa cair yang menerima hasil transportasi dinamakan fasa penerima⁵. Proses transpor melalui membran terjadi karena adanya gaya penggerak yang dialami oleh komponen berupa perbedaan tekanan hidrostatis, perbedaan potensial elektrik atau perbedaan konsentrasi^{13,14}.

Karakteristik dari transpor melalui membran yang menggunakan zat pembawa sebagai mediator adalah reaksi antara zat pembawa dengan ion yang akan dipisahkan membentuk kompleks yang tidak bermuatan di dalam membran berlangsung reversibel. Pada antar muka membran dengan fasa penerima terjadi reaksi dekompleksasi dimana zat pembawa melepaskan ion yang akan dipisahkan ke fasa penerima sedangkan zat pembawa itu sendiri kembali terdifusi ke dalam membran⁵. Untuk itu kompleks antara ion yang akan dipisahkan dengan zat pembawa tidak perlu terlalu stabil untuk mempermudah proses dekompleksasi ke permukaan membran¹². Jumlah ion yang sampai ke fasa penerima dan tersisa di fasa sumber dapat diperiksa dengan spektrofotometer serapan atom.

2.3.3 Metoda Pemisahan Pb(II) Berdasarkan Teknologi Membran Cair Fasa Ruah

Pada percobaan ini proses transpor dilakukan seperti percobaan Savafi (1998) yang dilaksanakan dalam suatu beker gelas (diameter dalam 4,3 cm) yang diisi dengan pelarut organik sebagai fasa membran. Kemudian sebuah tabung kaca (diameter dalam 2,1 cm) dicelupkan ke dalamnya dan diisi dengan larutan ion yang akan ditranspor. Disekeliling kaca di atas fasa membran diisi dengan fasa penerima yang saling melarutkan dengan fasa sumber di dalam tabung kaca. Fasa membran ditempatkan pada dasar sel kaca dan membentang di bawah permukaan kedua fasa yang terpisah seperti Gambar 2 di bawah ini :



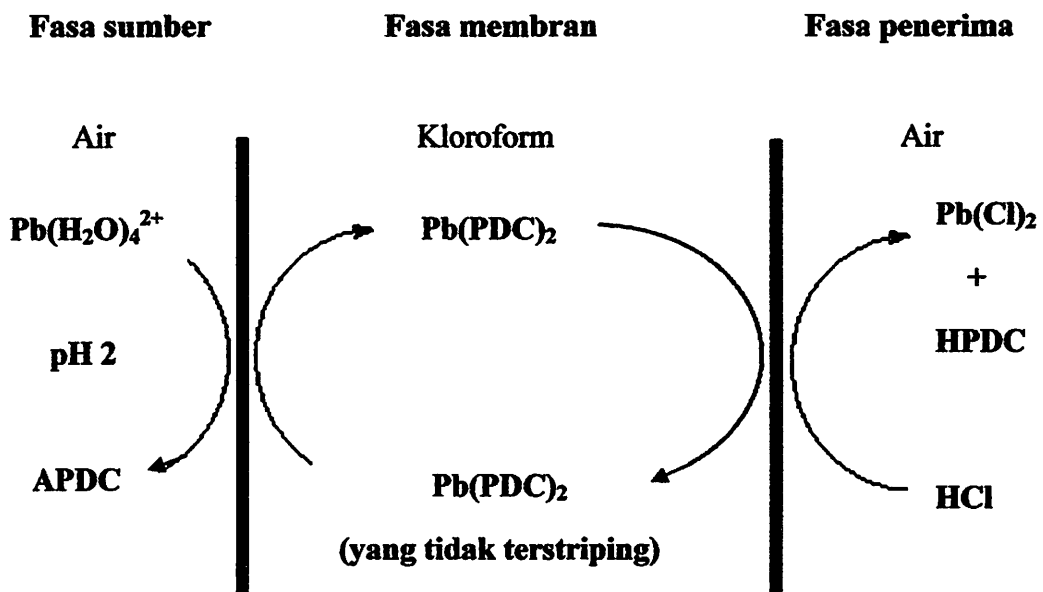
- S = fasa sumber yang berisi Pb(II) dan APDC
- M = fasa membran
- P = fasa penerima
- m = magnetik stirrer

Gambar 2. Model percobaan transpor ion Pb(II) melalui teknik membran cair fasa ruah.

Sirkulasi dari proses transpor ion logam dalam teknik ini diatur sedemikian rupa sehingga hanya berlangsung dari fasa sumber ke fasa penerima. Transpor dipercepat dengan bantuan teknis pengaduk magnet dan dikendalikan melalui pengaturan kondisi kestabilan kompleks antar fasa sumber dan fasa penerima¹⁵.

2.3.4 Interaksi Transpor Pb(II) Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah

Interaksi sistem transpor Pb(II) dalam teknik membran cair fasa ruah, dapat digambarkan dengan diagram mekanisme transpor Pb(II) antarfasa yang disusun seperti Gambar 3 di bawah ini:



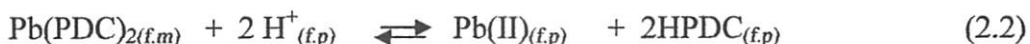
Gambar 3. Diagram mekanisme transpor Pb(II) melalui teknik membran cair fasa ruah menggunakan APDC sebagai zat pembawa.

Reaksi pertama dimulai dimana dalam fasa sumber terjadi interaksi Pb(II) dalam bentuk kompleks $\text{Pb(H}_2\text{O)}_4^{2+}$ dengan APDC pada pH 2 membentuk kompleks Pb(PDC)_2 . Kompleks Pb(PDC)_2 merupakan kompleks yang tidak bermuatan sehingga mengalami transportasi dari fasa sumber ke fasa membran. Proses ini berlangsung dengan bantuan pengadukan magnet dan penyusunan sistem alir berdasarkan urutan kekuatan kestabilan kompleks antar fasa. Gaya sentrifugal akibat pengadukan yang dilakukan dengan putaran magnet akan mempercepat kelarutan kompleks Pb(PDC)_2 kedalam fasa membran

kloroform^{13,14}. Hal ini merupakan salah satu cara untuk menarik Pb(II) ke dalam pelarut organik sebelum ditranspor ke fasa penerima, interaksi yang terjadi dapat dilihat seperti reaksi (2.1) dibawah ini:



Amonium yang diproduksi oleh reaksi diatas berasal dari APDC masuk kembali ke fasa sumber. Kompleks Pb(PDC)₂ ini sifatnya labil, sehingga di permukaan membran dengan fasa penerima terjadi reaksi dekompleksasi dan dengan adanya asam kuat di fasa penerima Pb(II) mengalami reaksi protonasi sesuai dengan reaksi (2.2) berikut :



2.4 Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometri Serapan Atom merupakan suatu metoda analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam cuplikan yang berdasarkan pada penyerapan energi oleh suatu atom bebas yang dihasilkan cuplikan pada panjang gelombang spesifik dan karakteristik setiap unsur. Besarnya energi yang diserap spesifik untuk setiap jenis atom yang menjalani transisi, dan hubungan antara jumlah atom yang mengalami transisi ini bersesuaian dengan hukum Lambert Beer, yaitu :

$$A = a \cdot b \cdot c$$

dimana, A = absorban

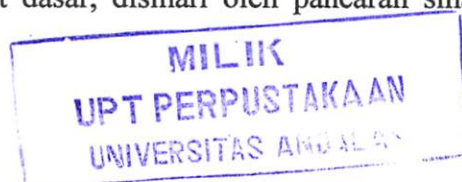
a = absorptifity

b = panjang lintasan sinar yang melalui nyala

c = konsentrasi atom-atom dalam nyala yang menyerap energi.

Berdasarkan persamaan ini, pengukuran absorban dari larutan dengan menggunakan alat dan kondisi yang sama akan didapatkan hubungan antara absorban dan konsentrasi berupa garis lurus. Garis ini diperoleh dengan mengukur absorban dari larutan standar dengan memvariasikan konsentrasinya, maka dengan bantuan kurva kalibrasi standar ini konsentrasi dari larutan sampel dapat ditentukan^{16,17}.

Prinsip kerja dari alat SSA adalah mengubah unsur yang dianalisis menjadi atom-atom netral yang berada pada tingkat dasar, disinari oleh pancaran sinar



kemudian sebagian dari intensitas sinar dengan panjang gelombang tertentu diserap oleh atom-atom unsur di dalam nyala dan sebagian lagi diteruskan.

Metoda ini dipilih untuk menentukan kadar logam dalam sampel yang sangat kompleks secara tepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk unsur-unsur yang ditentukan. Disamping itu metoda ini sangat menguntungkan karena dapat digunakan untuk penentuan kadar logam yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu. Sistem peralatan SSA dibagi atas beberapa komponen yaitu sumber sinar, nyala, monokromator, detektor, amplifier, dan recorder¹⁷. Spektroskopi serapan atom menggunakan lampu sesuai panjang gelombang maksimum yang dapat menyerap sampel secara maksimal. Persentase transpor Pb(II) ditentukan dari persentase Pb(II) yang tertransportasi ke fasa penerima dan yang tersisa di fasa sumber dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada λ_{maks} : 283,0 nm. Konsentrasi untuk larutan standar Pb(II) yaitu 0,5 ; 1 ; 3 ; 5 ; 10 ; dan 15 ppm. Fungsi dari larutan standar ini adalah sebagai standar dalam pengukuran dengan alat yang hasilnya akan diplotkan pada kurva standar untuk menentukan nilai regresi dari kurva. Jika nilai regresi tersebut mendekati 1 maka keakuratan hasil perhitungan yang diperoleh dapat dipertanggung jawabkan atau jika dilakukan pengulangan akan memiliki hasil yang hampir sama.

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Elektrofotokimia Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas Padang dan Laboratorium Kopertis Padang mulai bulan Maret sampai Oktober 2011.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer serapan atom SpectrAA Varian AA240, sel membran cair fasa ruah, neraca analitik Ainsworth, magnetik stirrer, pH meter Hanna Instruments tipe HI 8010, dan alat-alat gelas kimia lainnya.

3.2.2 Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan umumnya spesifikasi p.a, antara lain: garam $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, kloroform (CHCl_3), APDC, HCl, HNO_3 , H_2SO_4 , NaEDTA, natrium pirofosfat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), dan akuades.

3.3 Pembuatan Reagen Untuk Keperluan Analisis

3.3.1 Pembuatan Larutan Fasa Sumber

Sejumlah 0,7993 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dilarutkan dengan HNO_3 0,1 M sebanyak 3 mL, kemudian dilarutkan dengan akuades sampai volumenya 500 mL, larutan yang diperoleh adalah larutan Pb(II) 1000 ppm ($48,26 \cdot 10^{-4}$ M). Diambil sebanyak 1 ml larutan induk dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Sebanyak 0,0079 g APDC dilarutkan dengan 20 mL akuades (dengan sedikit pemanasan). Larutan ini dimasukkan ke dalam labu ukur yang berisi larutan Pb(II), ditambahkan NH_4OH 0,01 M untuk menaikkan pH atau HNO_3 0,01 M untuk menurunkan pH, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan fasa sumber dengan perbandingan konsentrasi Pb(II) dengan APDC 1 : 10 ($9,65 \cdot 10^{-5}$ M : $9,65 \cdot 10^{-4}$ M). Untuk membuat larutan kerjanya, dibuat perbandingan konsentrasi Pb (II) dengan APDC 1:10, 1:15, 1:20, 1;25, 1;30, dan 1:35 M.

3.3.2 Pembuatan Larutan Fasa Membran

Diambil 30 mL larutan kloroform dan dimasukkan kedalam beker sel membran cair fasa ruah untuk difungsikan sebagai fasa membran.

3.3.3 Pembuatan Larutan Fasa Penerima

Fasa penerima berupa asam kuat (asam klorida, asam sulfat, dan asam nitrat) dengan konsentrasi 1 - 4 M, NaEDTA dan natrium pirofosfat dengan konsentrasi 1 M.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Penentuan Transpor Pb(II) dengan Teknik Membran Cair Fasa Ruah

Kedalam beker gelas 50 mL dimasukkan sebagai fasa membran 30 mL larutan kloroform. Kemudian kedalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah tabung kaca selindris dan dipipetkan ke dalamnya 6 mL larutan fasa sumber berisi Pb(II) dan APDC pada perbandingan 1 : 10 M dan pH tertentu. Di luar tabung gelas dipipetkan 12 mL fasa penerima larutan asam klorida 1 M. Teknis operasi dilakukan melalui pengadukan dengan memakai magnetik stirer pada kecepatan 300 rpm selama 1 jam. Setelah pendiaman 15 menit, fasa penerima dan fasa sumber diambil untuk diukur jumlah konsentrasi Pb(II) yang terkandung di dalamnya dengan spektrofotometer serapan atom pada λ_{maks} : 283,0 nm.

3.4.2 Penetapan Konsentrasi Pb(II) dengan Spektrofotometer Serapan Atom

Konsentrasi Pb(II) di dalam fasa sumber dan fasa penerima sesudah proses transpor ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom melalui metoda kurva kalibrasi. Pengukuran konsentrasi Pb(II) dilakukan pada λ_{maks} : 283,0 nm. Kurva kalibrasi dibuat dari pengukuran absorban konsentrasi larutan standar 0.5, 1, 3, 5, 10, dan 15 ppm (Lampiran 6). Dari hasil pengukuran, dibuat persamaan regresi linear Pb(II). Kurva kalibrasi dibuat setiap kali pengukuran dan setiap kondisi percobaan. Dengan mensubstitusikan harga absorban ion sampel pada kurva kalibrasi standar, maka konsentrasi sampel dapat diketahui.

3.4.3 Penentuan Kondisi Optimum Transpor Pb(II)

3.4.3.1 Pengaruh pH fasa sumber (dari 1 - 9)

Prosedur kerja sama seperti prosedur 3.4.1. Penelitian dilakukan dengan variasi pH fasa sumber 1 – 9.

3.4.3.2 Pengaruh jenis reagen fasa penerima (H_2SO_4 , HCl, dan HNO_3 , NaEDTA, natrium pirofosfat)

Prosedur kerja sama seperti prosedur 3.4.1, tetapi menggunakan kondisi optimum dari pH fasa sumber yang diperoleh dari prosedur 3.4.3.1 dengan memvariasikan jenis dari reagen penerima.

3.4.3.3 Pengaruh konsentrasi APDC dalam fasa sumber (1:10 - 1:35 M)

Prosedur kerja sama seperti prosedur 3.4.1, tetapi menggunakan kondisi optimum dari pH fasa sumber dan reagen penerima yang diperoleh dari prosedur 3.4.3.1 dan 3.4.3.2.

3.4.3.4 Pengaruh konsentrasi reagen fasa penerima (1 - 4 M)

Prosedur kerja sama seperti prosedur 3.4.1, tetapi menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dari prosedur 3.4.3.1 s/d 3.4.3.3.

3.4.3.5 Pengaruh lama pengadukan (1 – 3 jam)

Prosedur kerja sama seperti prosedur 3.4.1, tetapi menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dari prosedur 3.4.3.1 s/d 3.4.3.4.



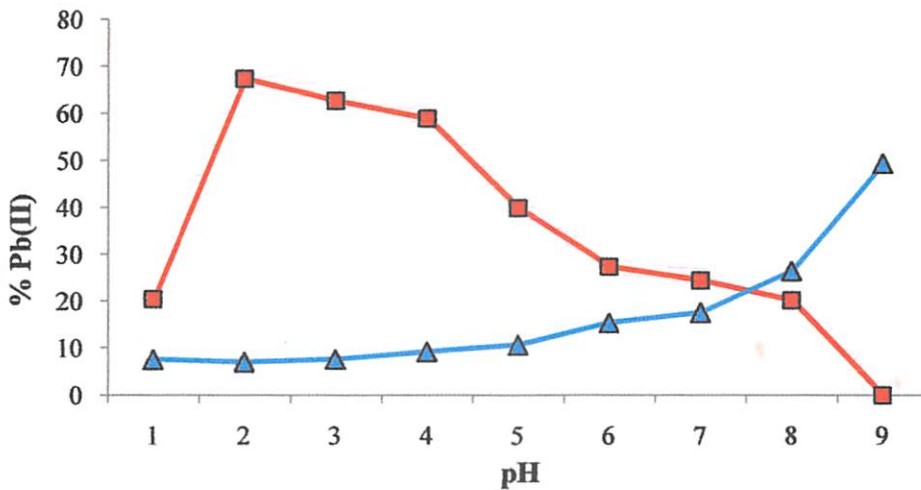
IV. HASIL DAN DISKUSI

4.1 Pengaruh pH Fasa Sumber

Transpor Pb(II) antar fasa dari fasa sumber masuk ke membran dan kemudian diteruskan ke fasa penerima yang diatur sedemikian rupa melalui reaksi pengompleksan dengan APDC di antar fasa sumber – membran, kemudian reaksi protonasi terjadi pada antar fasa membran – penerima. Kecendrungan Pb(II) untuk membentuk kompleks dengan APDC sangat dipengaruhi oleh pH fasa sumber. Pada pH yang tepat $Pb(PDC)_2$ akan terbentuk dan terjadi ekstraksi Pb(II) dari fasa sumber ke fasa membran karena kompleks ini larut baik dalam pelarut organik dan selanjutnya distripping ke fasa penerima karena keberadaan asam klorida seperti reaksi dibawah ini:



Kompleks $Pb(PDC)_2$ ini merupakan kompleks tidak bermuatan sehingga larut baik dalam pelarut organik (kloroform) yang melibatkan proses transpor Pb(II) dari fasa sumber ke fasa membran dan berlanjut ke fasa penerima.



Gambar 4. Pengaruh pH terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).

Kondisi percobaan : Fasa sumber 6 ml Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M mengandung APDC dengan perbandingan konsentrasi Pb(II) : APDC (1 : 10 M), dengan variasi pH 1-9, fasa membran 30 ml kloroform dan fasa penerima 12 ml HCl 1 M, waktu transpor 1 jam dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Dari Gambar 4 (Lampiran 1) dapat dilihat bahwa sesuai dengan yang dinyatakan oleh beberapa literatur, APDC merupakan pengompleks yang sangat baik untuk logam berat umumnya karena range pHnya yang cukup besar^{18,19}. Khusus untuk Pb(II), kenyataannya terekstrak ke fasa penerima pada daerah pH 1 – 8. Persentase Pb(II) optimum di fasa penerima terjadi pada pH fasa sumber 2, yaitu 67,39 %, tersisa di fasa sumber 7,01 % dan yang masih terperangkap dalam fasa membran 25,60 %.

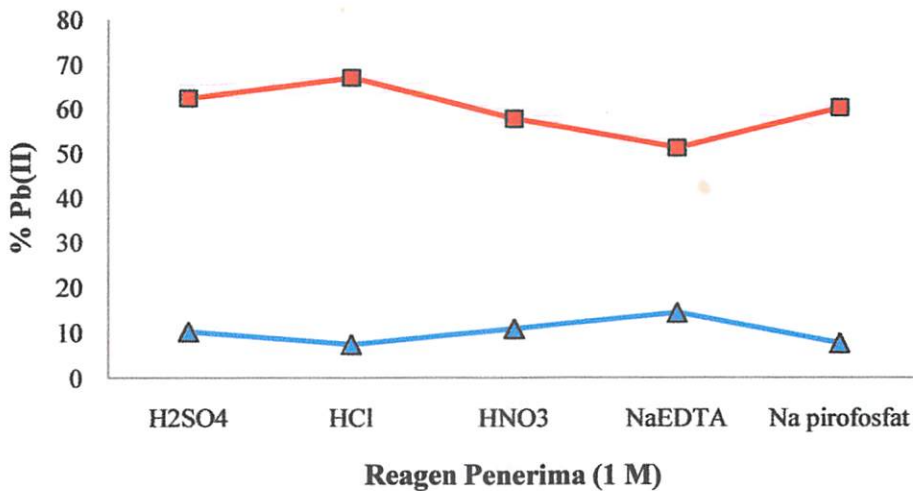
Bila ditinjau dari sifat logam, maka kestabilan kompleks akan dipengaruhi oleh sifat keasaman dari logam yaitu kemampuan dari logam untuk menerima pasangan elektron dari ligan²⁰. Disini dapat dilihat bahwa pada keadaan asam, ekstraksi Pb(II) membentuk kompleks Pb(PDC)₂ terjadi karena kesetimbangan reaksi terbentuknya kompleks dan secara kontinuas distripping oleh HCl di fasa penerima, pada kondisi ini kerjasamanya berjalan dengan baik. Sebaliknya pada pH basa (pH 9), Pb(II) tidak terekstraksi ke fasa penerima dan tersisa di fasa sumber sampai 49,47%.

4.2 Pengaruh Jenis Reagen Fasa Penerima

Kontinuitas transpor dalam teknik membran cair fasa ruah selain tergantung pada zat pembawa juga sangat ditentukan oleh reagen stripping di fasa penerima. Hal ini disebabkan karena reagen stripping ikut berperan sebagai penentu untuk berjalannya proses transpor satu arah dari fasa sumber ke fasa membran dan berlanjut ke fasa penerima⁵. Untuk itu dicoba memilih reagen stripping yang terbaik untuk ditempatkan di fasa penerima yaitu asam klorida (HCl), asam sulfat (H₂SO₄), asam nitrat (HNO₃), NaEDTA, dan natrium pirofosfat (Na₄P₂O₇·10H₂O) dengan konsentrasi masing-masing 1 M.

Dari Gambar 5 di bawah ini (Lampiran 2) dapat dilihat bahwa kelima senyawa tersebut dapat dipakai sebagai reagen stripping di fasa penerima. Namun, persentase Pb(II) terbesar yang dapat ditranspor ke fasa penerima diperoleh 67,10 % dan tersisa di fasa sumber sebesar 7,41 % saat digunakan asam klorida (HCl) sebagai reagen stripping. Dalam hal ini, HCl sebagai reagen stripping ternyata dapat menarik Pb(II) ke fasa penerima lebih baik dibandingkan dengan reagen-reagen stripping yang lain. Masih tersisanya Pb(II) di fasa sumber disebabkan karena

APDC yang digunakan untuk mengkomplekskan Pb(II) masih belum mencukupi sehingga belum seluruh Pb(II) dapat terekstrak ke fasa membran.



Gambar 5. Pengaruh jenis reagen fasa penerima terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).

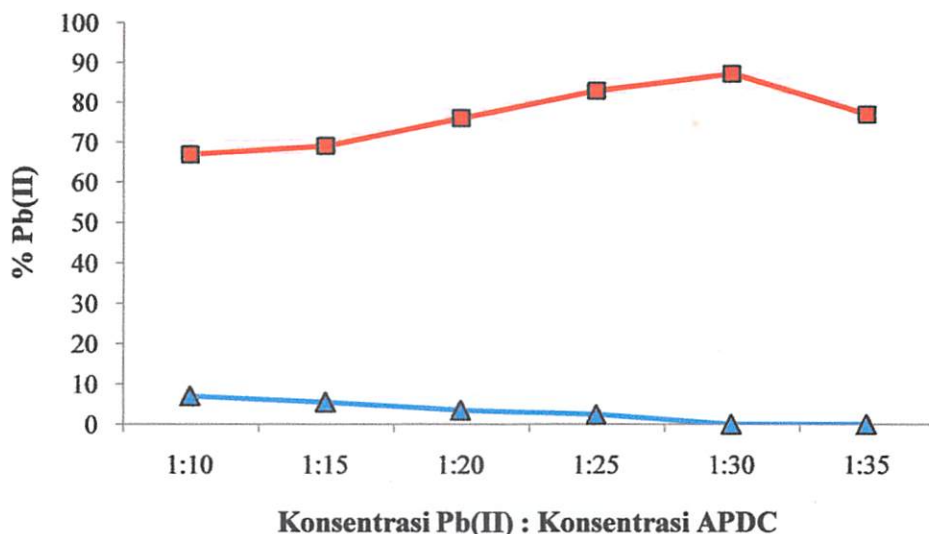
Kondisi percobaan : Fasa sumber 6 ml Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M mengandung APDC dengan perbandingan konsentrasi Pb(II) : APDC (1 : 10 M), pH fasa sumber 2, fasa membran 30 ml kloroform, dan fasa penerima 12 ml H₂SO₄ 1 M, HNO₃ 1 M, HCl 1 M, NaEDTA 1M, dan natrium pirofosfat 1M, waktu transpor 1 jam dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

4.3 Pengaruh Konsentrasi APDC

APDC merupakan senyawa pengompleks yang sering digunakan untuk penentuan adanya logam berat pada suatu cuplikan air, ataupun cuplikan biologi melalui metode ekstraksi. Kompleks ion logam dengan APDC merupakan kompleks yang umumnya stabil, dengan daerah pH kestabilan yang yang cukup besar dan membentuk kompleks banyak dengan ion-ion logam. Oleh karena itu senyawa ini sering dipakai dalam sistem ekstraksi^{18,19}. Hal ini juga merupakan dasar dari pemakaian APDC sebagai zat pembawa pada penelitian ini untuk mentranspor Pb(II) dari fasa sumber ke fasa membran melalui proses reaksi pengompleksan dengan cara mereaksikan Pb(II) sebagai sampel dan APDC sebagai zat pembawa di fasa sumber dalam bentuk campuran pada perbandingan tertentu.

APDC larut dalam air, karena itu reaksi pengompleksan ini diatur terjadinya dengan mencampurkan Pb(II) sebagai sampel dan APDC sebagai zat pembawa di fasa sumber pada perbandingan 1:10 sampai 1:35 M. Kompleks ion logam dengan

APDC yang terjadi ini tidak bermuatan sehingga larut baik dalam pelarut organik dan secara serentak merupakan gaya pendorong untuk melanjutkan proses transpor ini melalui reaksi protonasi dengan reagen stripping HCl di fasa penerima.



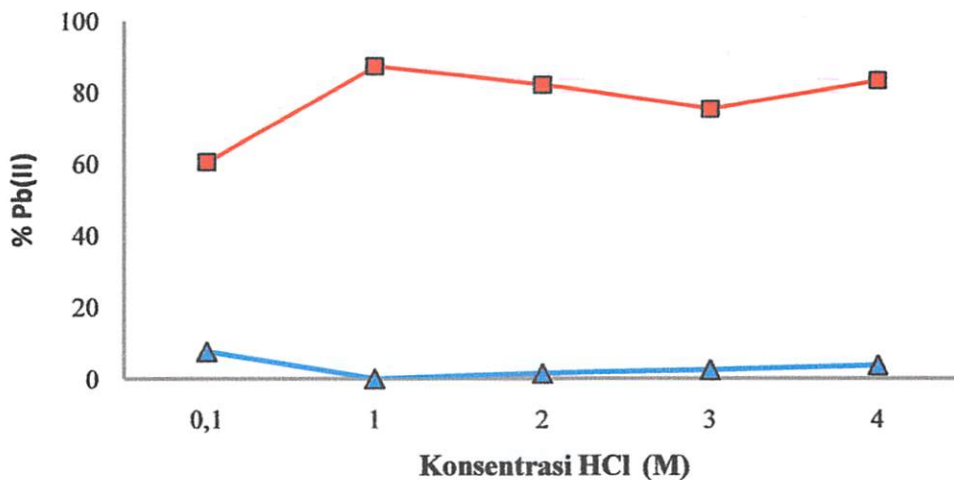
Gambar 6. Pengaruh variasi konsentrasi APDC terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).

Kondisi percobaan : Fasa sumber 6 ml Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M mengandung APDC dengan perbandingan 1:10 sampai 1:35 M, pH fasa sumber 2, fasa membran 30 ml kloroform, fasa penerima 12 ml HCl 1 M, waktu transpor 1 jam dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Dari Gambar 6 (Lampiran 3) dapat dilihat bahwa APDC sebagai zat pembawa mampu meningkatkan transpor Pb(II) ke fasa penerima dan mencapai optimum pada perbandingan konsentrasi Pb(II) : konsentrasi APDC 1:30 M. Pada kondisi ini persentase Pb(II) yang diperoleh di fasa penerima adalah 87,39 %, sedangkan di fasa sumber tidak terdeteksi lagi. Jika perbandingan dinaikkan menjadi 1:35 M, maka didapatkan persentase Pb(II) di fasa penerima turun menjadi 77,20 %. Hal ini disebabkan kompleks $Pb(PDC)_2$ yang terbentuk sangat stabil sehingga terperangkap dalam fasa membran dan dibuktikan dengan persentase Pb(II) yang tersisa di fasa sumber pada kondisi ini tidak mengalami perubahan (tidak terdeteksi), akibatnya hasil dekompleksasi untuk proses stripping Pb(II) ke fasa penerima oleh HCl sulit terjadi.

4.4 Pengaruh Konsentrasi HCl di Fasa Penerima

Reaksi protonasi yang terjadi di fasa penerima juga ditentukan oleh konsentrasi HCl sebagai reagen stripping di fasa penerima karena HCl berperan menarik Pb(II) yang ada di fasa membran untuk keluar ke fasa penerima.



Gambar 7. Pengaruh variasi konsentrasi HCl terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).

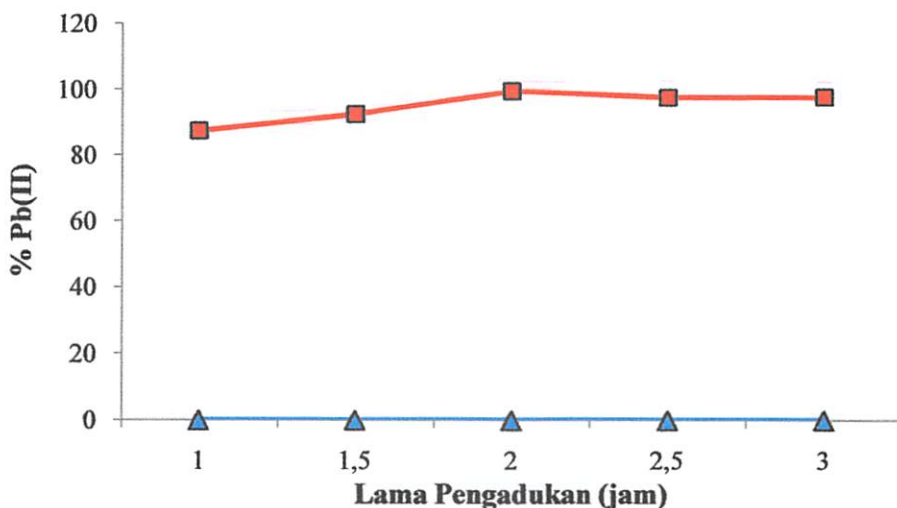
Kondisi percobaan : Fasa sumber 6 ml Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M mengandung APDC dengan perbandingan 1:30 M, pH fasa sumber 2, fasa membran 30 ml kloroform, dan fasa penerima 12 ml HCl 0,1 M sampai 4M, waktu transpor 1 jam dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Gambar 7 (Lampiran 4) memperlihatkan bahwa percobaan yang dilakukan terhadap pemakaian konsentrasi HCl 0,1 sampai 4 M, kondisi optimumnya diperoleh pada konsentrasi HCl 1 M dan cenderung konstan dengan peningkatan konsentrasi HCl lebih lanjut. Pada konsentrasi HCl 1 M optimum ini, Pb(II) yang ditranspor sampai ke fasa penerima diperoleh mencapai 87,39 % sedangkan persentase Pb(II) sisa di fasa sumber tidak terdeteksi dan yang masih terperangkap dalam fasa membran sebesar 12,61 %.

4.5 Pengaruh Lama Pengadukan

Waktu transpor ditentukan dari lamanya waktu pengadukan yang dilakukan untuk mentranspor Pb(II) dari fasa sumber ke fasa penerima. Pada dasarnya faktor pengadukan sangat mempengaruhi interaksi tumbukan antar molekul dalam memperlancar terjadinya proses difusi dari fasa sumber ke fasa penerima sehingga

proses pembentukan kompleks $Pb(PDC)_2$ dan proses reaksi protonasi ke fasa penerima lebih cepat terjadi⁴. Hal ini dapat dilihat dari hasil penelitian terhadap faktor pengadukan yang meningkat dengan bertambahnya waktu pengadukan. Pada penelitian ini, lama pengadukan divariasikan dari 1 sampai 3 jam.



Gambar 8. Pengaruh variasi lama pengadukan terhadap jumlah Pb(II) ke fasa penerima (-■-) dan sisa Pb(II) dalam fasa sumber (-▲-).

Kondisi percobaan : Fasa sumber 6 ml Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M mengandung APDC dengan perbandingan 1:30 M, pH fasa sumber 2, fasa membran 30 ml kloroform, dan fasa penerima 12 ml HCl 1 M, waktu transpor 1 sampai 3 jam, dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Gambar 8 (Lampiran 5) menunjukkan bahwa dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama waktu transpor 2 jam terjadi kenaikan transpor Pb(II) dari 87,39 % sampai mencapai 99,7 %, sedangkan persentase Pb(II) sisa dalam fasa sumber tetap tidak terdeteksi. Proses transpor dapat dinyatakan konstan dengan peningkatan waktu transpor lebih lanjut. Persentase akhir ini merupakan persentase optimum untuk sistem transpor Pb(II) dengan menggunakan APDC sebagai zat pembawa melalui teknik membran cair fasa ruah.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum transpor Pb(II) $9,65 \times 10^{-5}$ M dengan memakai APDC sebagai zat pembawa dapat ditentukan melalui teknik membran cair fasa ruah. Kondisi optimum dari metoda transpor Pb(II) antar fasa adalah pada pH fasa sumber 2, perbandingan konsentrasi ion Pb(II) dengan APDC dalam fasa sumber 1:30, konsentrasi HCl 1 M untuk fasa penerima, dan lama pengadukan (waktu transpor) 2 jam. Pada kondisi ini didapatkan persentase transpor Pb(II) ke fasa penerima 99,70 % dan persentase Pb(II) tersisa di fasa sumber tidak terdeteksi.

5.2 Saran

Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan, maka untuk menguji keselektifan metoda ini perlu dilakukan penelitian terhadap pengaruh ion-ion lain di fasa sumber terhadap kondisi optimum sistem transpor ion logam Pb(II). Selain itu juga dapat dipelajari kinetika transpor ion Pb(II) dari fasa sumber ke fasa membran dan dari fasa membran ke fasa penerima.

DAFTAR PUSTAKA

1. Benefield, L.D and Joseph F.H. *Process Chemistry for Water and Waste Water Treatment*. Prentice Hall Inc Englewood Cliffs, New Jersey. pp. 365 – 399. 1982.
2. Greenwood, N.N and Earnshaw, A. *Chemistry of The Elements*. Pergamon Press, Oxford. pp. 427 – 463. 1989.
3. Liptrot G.F. *Modern Inorganic Chemistry*. The English Language Book Society and Mills & Boon Limited, London. pp. 234 – 242. 1975.
4. Molina, C., Arenas, L., Victoria, and Ibanez, J.A. Characterization of Membrane System. Complex Character of The Permeability from an Electrical Model. *J. Phys. Chem.* 101 : 10323 – 10331. 1997.
5. Mulder, M. *Basic Principle of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publisher, Dordrecht. pp. 244 – 259. 1991.
6. Richard, A.B. *Chemical Separation with Liquid Membrane*. ACS Symposium Series 642. Eds. American Chemical Society. Washington DC. pp 1 – 202. 1996.
7. Szpakowska, M and Nagy O.B. Stability of Supported Liquid Membranes Containing Acorga P-50 as Carrier. *J. Membr. Sci.*, 129: 251-261. 1997.
8. Ralph H. Petrucci and Suminar A (alih bahasa). *Kimia Dasar : Prinsip dan Terapan Modern*, Edisi ke 4, Jilid 3, Erlangga, Jakarta. Hal 121 – 124. 1989.
9. A. Rahman, Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Beberapa Jenis Krustasea di Pantai Batakan dan Takisung Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan, *Bioscientiae*, 3 : 93 – 101. 2006.
10. Homan C.S dan Brogan C.X. *Lead Toxicity Handbook of Medical Toxicology* 1th ed. Little Brown and Co, Boston. 271 – 284. 1993.
11. Yathi, U.H. *Ekstraksi Ion Fe (III) dengan Ekstraktan APDC dalam MIBK*. Semarang: FMIPA. 2006.
12. Coehoso, I.M., Crespo, J.P.S.G., Carrondo, M.J.T. Kinetics of Liquid Membrane Extraction in System with Variable Distribution Coefficient. *J. Membr. Sci.* 127 : 141 - 152. 1997.

13. Parham, H and Shamsipur, M. Selective Membrane Transport of Pb^{2+} Ion by a Cooperative Carrier Composed of 18-Crown-6, Tetrabutylammonium Iodide and Palmitic Acid. *J. Membr. Sci.* 95 : 21 – 27. 1994.
14. Safavi, A., and Shams, E. Selective and Efficient Transport of Hg (II) Through Bulk Membrane Using Methyl Red as Carrier. *J. Membr. Sci.*, 144 : 37 – 43. 1998.
15. Morrison, H.G and F. Hendry. *Solvent Extraction Indonesia Analytical Chemistry*. Jhon Whilley and Son. 10 – 15. 1957.
16. Day R.A. and Underwood A.L. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi ke 4, Erlangga. Jakarta.
17. Suwarsa, S. *Dasar-dasar Teori Spektrofotometri Serapan Atom*. Departemen Kimia FMIPA ITB. 1981.
18. Kinrade, J.D and Van Loon, J.C. *Analytical Chemistry*. 46 : 1894 – 1898. 1974.
19. Nutchison, J.C and Wal, C.M. *Analytical Chemistry*. 54 : 2536 – 2539. 1982.
20. Suweti, Esi. *Ekstraksi Pelarut Kompleks Ditiokarbamat dan Ekstraksi Kembali Dengan Larutan Merkuri(II) Untuk Penentuan Logam Runut Cu, Zn dan Cd Dengan Cara Spektrofotometri Serapan Atom*. Tesis Sarjana Kimia. 1988.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Data pengaruh pH fasa sumber

Tabel: Pengaruh pH fasa sumber terhadap persentase transpor Pb(II)

No	pH	[Pb(II)]p (ppm)	[Pb(II)]s (ppm)	% Pb(II)p	% Pb(II)s
1	1	2,044	1,510	20,44	7,55
2	2	6,739	1,402	67,39	7,01
3	3	6,277	1,520	62,77	7,60
4	4	5,900	1,840	59,00	9,20
5	5	4,000	2,140	40,00	10,70
6	6	2,735	3,080	27,35	15,40
7	7	2,447	3,520	24,47	17,60
8	8	2,022	5,292	20,22	26,46
9	9	0*	9,894	*	49,47

Keterangan: [Pb(II)]p = konsentrasi Pb(II) dalam fasa penerima
[Pb(II)]s = konsentrasi Pb(II) dalam fasa sumber
% Pb(II)p = persentase transpor Pb(II) dalam fasa penerima
% Pb(II)s = persentase transpor Pb(II) sisa dalam fasa sumber
* = tidak terdeteksi

Kondisi percobaan yang dilakukan:

1. Fasa sumber : 6 mL Pb(II) 20 ppm mengandung APDC 1:10 M
2. pH fasa sumber : 1 - 9
3. Fasa membran : 30 mL kloroform
4. Fasa penerima : 12 mL HCl 1 M
5. Kecepatan pengadukan : 300 rpm
6. Lama pengadukan : 1 jam

Contoh perhitungan persentase Pb(II) sisa di fasa sumber dan yang tertransportasi ke fasa penerima:

- % Pb(II) sisa di fasa sumber

$$\% [\text{Pb(II)}]_s = \frac{(\text{konsentrasi Pb(II)}_{fs})}{(\text{konsentrasi Pb(II)}_{\text{awal fs}})} \times \frac{V_s}{V_s} \times 100\%$$

$$\% [\text{Pb(II)}]_s = \frac{1,510 \text{ ppm}}{20 \text{ ppm}} \times \frac{6 \text{ mL}}{6 \text{ mL}} \times 100\% = 7,55\%$$

- % Pb(II) dalam fasa penerima

$$\% [\text{Pb(II)}]_p = \frac{(\text{konsentrasi Pb(II)}_{fp})}{(\text{konsentrasi Pb(II)}_{\text{awal fs}})} \times \frac{V_p}{V_s} \times 100\%$$

$$\% [\text{Pb(II)}]_p = \frac{2,044 \text{ ppm}}{20 \text{ ppm}} \times \frac{12 \text{ mL}}{6 \text{ mL}} \times 100\% = 20,44\%$$

Keterangan: fs = fasa sumber
fp = fasa penerima
Vs = volume fasa sumber
Vp = volume fasa penerima

Lampiran 2

Data pengaruh reagen penerima

Tabel: Pengaruh reagen penerima terhadap persentase transpor Pb(II)

No	Reagen Penerima	[Pb(II)]p (ppm)	[Pb(II)]s (ppm)	% Pb(II)p	% Pb(II)s
1	H ₂ SO ₄	6,239	2,034	62,39	10,17
2	HCl	6,710	1,482	67,10	7,41
3	HNO ₃	5,790	2,174	57,90	10,87
4	Na EDTA	5,140	2,892	51,40	14,46
5	Na pirofosfat	6,046	1,540	60,46	7,70

Keterangan : [Pb(II)]p = konsentrasi Pb(II) dalam fasa penerima
[Pb(II)]s = konsentrasi Pb(II) dalam fasa sumber
% Pb(II)p = persentase transpor Pb(II) dalam fasa penerima
% Pb(II)s = persentase transpor Pb(II) sisa dalam fasa sumber

Kondisi percobaan yang dilakukan:

1. Fasa sumber : 6 mL Pb(II) 20 ppm mengandung APDC 1:10 M
2. pH fasa sumber : 2
3. Fasa membran : 30 mL kloroform
4. Fasa penerima : 12 mL H₂SO₄, HCl, HNO₃, Na EDTA dan natrium pirofosfat 1 M
5. Kecepatan pengadukan : 300 rpm
6. Lama pengadukan : 1 jam

Lampiran 3

Data pengaruh konsentrasi APDC

Tabel: Pengaruh konsentrasi APDC terhadap persentase transpor Pb(II)

No	Konsentrasi APDC (M)	[Pb(II)]p (ppm)	[Pb(II)]s (ppm)	% Pb(II)p	% Pb(II)s
1	1:10	6,693	1,402	66,93	7,01
2	1:15	6,911	1,100	69,11	5,50
3	1:20	7,619	0,700	76,19	3,50
4	1:25	8,308	0,490	83,08	2,45
5	1:30	8,739	0*	87,39	*
6	1:35	7,720	0*	77,20	*

Keterangan : [Pb(II)]p = konsentrasi Pb(II) dalam fasa penerima
[Pb(II)]s = konsentrasi Pb(II) dalam fasa sumber
% Pb(II)p = persentase transpor Pb(II) dalam fasa penerima
% Pb(II)s = persentase transpor Pb(II) sisa dalam fasa sumber
* = tidak terdeteksi

Kondisi percobaan yang dilakukan:

1. Fasa sumber : 6 mL Pb(II) 20 ppm mengandung APDC
1:10 - 1:35 M
2. pH fasa sumber : 2
3. Fasa membran : 30 mL kloroform
4. Fasa penerima : 12 mL HCl 1 M
5. Kecepatan pengadukan : 300 rpm
6. Lama pengadukan : 1 jam

Lampiran 4

Data pengaruh konsentrasi fasa penerima

Tabel: Pengaruh konsentrasi fasa penerima terhadap persentase transpor Pb(II)

No	Konsentrasi HCl (M)	[Pb(II)]p (ppm)	[Pb(II)]s (ppm)	% Pb(II)p	% Pb(II)s
1	0,1	6,050	1,508	60,50	7,54
2	1	8,739	0*	87,39	*
3	2	8,220	0,300	82,20	1,50
4	3	7,530	0,490	75,30	2,45
5	4	8,350	0,740	83,50	3,70

Keterangan : [Pb(II)]p = konsentrasi Pb(II) dalam fasa penerima
[Pb(II)]s = konsentrasi Pb(II) dalam fasa sumber
% Pb(II)p = persentase transpor Pb(II) dalam fasa penerima
% Pb(II)s = persentase transpor Pb(II) sisa dalam fasa sumber
* = tidak terdeteksi

Kondisi percobaan yang dilakukan:

1. Fasa sumber : 6 mL Pb(II) 20 ppm mengandung APDC 1:30 M
2. pH fasa sumber : 2
3. Fasa membran : 30 mL kloroform
4. Fasa penerima : 12 mL HCl 0,1 – 4 M
5. Kecepatan pengadukan : 300 rpm
6. Lama pengadukan : 1 jam

Lampiran 5

Data pengaruh lama pengadukan

Tabel: Pengaruh lama pengadukan terhadap persentase transpor Pb(II)

No	Lama Pengadukan (jam)	[Pb(II)]p (ppm)	[Pb(II)]s (ppm)	% Pb(II)p	% Pb(II)s
1	1	8,739	0*	87,39	*
2	1,5	9,250	0*	92,50	*
3	2	9,970	0*	99,70	*
4	2,5	9,780	0*	97,80	*
5	3	9,800	0*	98,00	*

Keterangan : [Pb(II)]p = konsentrasi Pb(II) dalam fasa penerima
[Pb(II)]s = konsentrasi Pb(II) dalam fasa sumber
% Pb(II)p = persentase transpor Pb(II) dalam fasa penerima
% Pb(II)s = persentase transpor Pb(II) sisa dalam fasa sumber
* = tidak terdeteksi

Kondisi percobaan yang dilakukan:

1. Fasa sumber : 6 mL Pb(II) 20 ppm mengandung APDC 1:30 M
2. pH fasa sumber : 2
3. Fasa membran : 30 mL kloroform
4. Fasa penerima : 12 mL HCl 1 M
5. Kecepatan pengadukan : 300 rpm
6. Lama pengadukan : 1 – 3 jam

Lampiran 6

Kurva kalibrasi standar Pb(II) dengan menggunakan AAS

Konsentrasi Larutan Standar Pb(II) (ppm)	Absorban
0,5	0,035
1	0,065
3	0,159
5	0,255
10	0,452
15	0,651

