

EKSTRAKSI ION LOGAM Cd(II) MENGGUNAKAN ADSORBEN DARI ABU SEKAM PADI TERMODIFIKASI DITIZON

Alya Yuni Maulana*, Nanang Tri Widodo dan Aman Sentosa Panggabean
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman, Kampus Gunung Kelua, Samarinda
Kalimantan Timur 75123, Indonesia

*Corresponding Author : maulanaalya0@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian tentang ekstraksi ion logam Cd(II) dengan menggunakan adsorben dari abu sekam padi termodifikasi ditizon telah dilakukan. Silika gel yang dimodifikasi dengan ditizon dikarakterisasi dengan menggunakan spektroskopi FT-IR yang menghasilkan serapan gugus-gugus spesifik dari abu sekam padi termodifikasi ditizon. Untuk mengetahui kemampuan adsorpsi adsorben yang dimodifikasi, dilakukan pengukuran pada variasi pH dan variasi waktu kontak terhadap ion logam Cd(II). pH optimum yang diperoleh adalah pH 9 dengan persen adsorpsi ion logam Cd(II) sebesar 99,62 % dan waktu optimum sebesar 60 menit dengan persen adsorpsi ion logam Cd(II) sebesar 94,68 %.

Kata Kunci: Abu Sekam Padi, silika gel, ditizon, Cd(II).

PENDAHULUAN

Keberadaan logam berat di air maupun limbah dengan konsentrasi yang melebihi ambang batas dapat menimbulkan dampak buruk terhadap siklus biologi yang terdapat pada lingkungan yang normal. Logam berat adalah logam yang memiliki kriteria yang hampir sama dengan logam lainnya. Yang membedakan adalah efek yang ditimbulkan jika masuk ke dalam tubuh makhluk hidup [1]. Beberapa ion logam pencemar lingkungan yang paling berbahaya yaitu kadmium, seng, timbal, merkuri, krom, besi dan tembaga. Bahaya logam kadmium bagi lingkungan adalah dapat merusak ekosistem lingkungan dan juga dapat menyebabkan gejala penyakit *nephropathy* atau kelainan fungsi ginjal dan *osteomalacia* atau kelainan fungsi tulang pada manusia bahkan dapat menyebabkan kematian [2]. Menurut Pemerintah Republik Indonesia tahun 1990, ambang batas logam kadmium dalam air yaitu sebesar 0,05 ppm hingga 0,10 ppm [3].

Berbagai teknik pengambilan logam berat dari air telah banyak dikembangkan, misalnya seperti dekantasi, filtrasi, pengendapan secara kimia, adsorpsi pertukaran ion, *electron deposition* dan sistem membran. Dari beberapa teknik tersebut, metode adsorpsi yang menggunakan adsorben sering digunakan karena tidak memerlukan pelarut yang sifatnya berbahaya [4]. Penentuan logam berat Cd (II) dengan menggunakan metode adsorpsi dapat dilakukan dengan cara menggunakan adsorben yang dimodifikasi dengan zat lain. Salah satu adsorben

yang dapat digunakan adalah silika yang terbuat dari sekam padi sebagai penyerap logam [5].

Pembuatan silika gel dapat memanfaatkan limbah pertanian yaitu abu sekam padi. Sekam padi yang akan diproses menjadi silika gel harus diolah menjadi abu sekam padi terlebih dahulu. Abu sekam padi yang berwarna putih memiliki kandungan silika (SiO_2) yang banyak yaitu sekitar 86,9-97,3 %. Kandungan silika yang berlebih tersebut dapat digunakan menjadi bahan penyerap logam berat. Namun, silika tersebut perlu dimodifikasi dengan zat lain agar dapat mengubah komposisi kimia pada permukaannya dimana pada proses modifikasi tersebut dapat mengganti gugus Si-OH menjadi gugus Si-OM. Salah satu senyawa yang dapat digunakan untuk memodifikasi silika adalah ditizon.

Salah satu senyawa yang dapat digunakan untuk memodifikasi silika adalah ditizon. Seperti yang dilakukan oleh Tatamailau dkk (2015) yaitu memodifikasi silika mesopori MCM-48 yang memiliki gugus aktif Si-OH yang dapat berinteraksi dengan atom N yang terdapat pada ditizon. Dari hal tersebut dapat diduga bahwa gugus Si-OH pada silika gel yang berasal dari abu sekam padi dapat berinteraksi juga dengan atom N pada ditizon. Ditizon adalah ligan organik yang mengandung atom S dan N pada gugus S-H dan juga gugus N-H yang dapat berperan sebagai pendonor pasangan elektron sehingga dapat membentuk khelat dengan adsorben [5]. Selain itu, ditizon termasuk pada golongan ligan polidentat yang dapat menyumbangkan lebih dari

dua atom donor saat pembentukan ikatan dengan suatu logam [6].

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan ekstraksi ion logam Cd(II) menggunakan adsorben dari abu sekam padi termodifikasi ditizon. Dalam penelitian ini dilakukan tahapan pembuatan silika gel yang berasal dari sekam padi yang telah diabukan kemudian dimodifikasi dengan ditizon dan di karakterisasi dengan spektroskopi FT-IR. selanjutnya dilakukan uji daya serap silika gel termodifikasi ditizon dengan logam Cd dengan variasi pH dan variasi waktu yang akan dideteksi menggunakan *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan adalah *furnace*, neraca analitik, ayakan 100 mesh, pipet gondok, pipet volume, pipet tetes, labu ukur, batang pengaduk, spatula, Erlenmeyer, *hot plate*, wadah sampel, oven, lumpang dan alu, sendok, *hot plate with magnetic stirrer*, *shaker*, corong Buchner, pompa vakum, corong kaca, seperangkat instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan seperangkat instrumen Spektroskopi FT-IR,

Bahan

Bahan yang digunakan adalah sekam padi, ditizon, larutan HCl (*p.a*), padatan $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, NaOH, akuades, toluena (*p.a*), kertas Whatmann, pH universal, dietil eter (*p.a*), akuades.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Abu sekam Padi

Pada penelitian ini digunakan sekam padi yang telah dicuci dengan akuades dan dikeringkan. Selanjutnya sekam padi dibakar dengan menggunakan *furnace* pada suhu 800°C selama 4 jam, kemudian abu yang diperoleh digerus hingga halus [6]

Pembuatan Natrium Silikat

Abu sekam padi yang telah kering dilarutkan dengan 60 mL NaOH 1 N, diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 2,5 jam dengan suhu 80°C . Hasilnya disaring menggunakan kertas Whatman dan pompa vakum. Kemudian dicuci sisa abu dengan akuades panas dan filtrat yang terbentuk yang merupakan larutan natrium silikat [7].

Pembuatan Silika Gel

Natrium silikat dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan ditambahkan larutan HCl 1 N setetes demi setetes hingga pH netral dan

terbentuk gel. Hasil yang diperoleh didiamkan selama 18 jam. Kemudian hasil yang diperoleh disaring menggunakan kertas Whatmann dan pompa vakum. Lalu dicuci dengan menggunakan akuades hingga pH netral dan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 4 jam untuk mengeliminasi kandungan air dari silika gel. Ditimbang hasil yang diperoleh. Setelah itu digerus dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh dan padatan putih tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) [8].

Pembuatan Silika Gel-Ditizon

Sebanyak 2,5 gram padatan silika yang sudah diayak dimasukkan ke dalam gelas kimia. Ditambahkan 75 mL larutan ditizon. Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Hasil yang diperoleh disaring dan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 60°C selama 30 menit untuk menjaga kestabilan ditizon. Padatan Silika gel-Ditizon tersebut di karakterisasi dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) [7].

Uji Adsorpsi Ion Logam Cd(II) Terhadap Abu Sekam Padi Termodifikasi Ditizon dengan Variasi pH

Sebanyak 0,05 gram adsorben silika-ditizon diatur keasamannya pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10. Kemudian ditambahkan 25 mL larutan Cd(II) dengan konsentrasi 25 ppm dan dikocok dengan menggunakan *shaker* selama 60 menit pada 100 rpm kemudian disaring dan diambil filtrat yang dihasilkan. Selanjutnya, filtrat hasil adsorpsi diukur absorbansinya menggunakan *Atomic Adsorption Spectrophotometer* (AAS) [8].

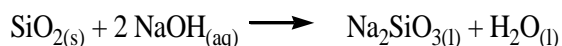
Uji Adsorpsi Ion Logam Cd(II) Terhadap Abu Sekam Padi Termodifikasi Ditizon dengan Variasi Waktu Kontak

Sebanyak 0,05 gram adsorben silika-ditizon dengan pH optimum dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Kemudian ditambahkan dengan 25 mL larutan logam Cd(II) 25 ppm dan dikocok dengan menggunakan *shaker* dengan variasi waktu kontak 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit kemudian disaring dan diambil filtrat yang dihasilkan. Selanjutnya, filtrat hasil adsorpsi diukur absorbansinya menggunakan *Atomic Adsorption Spectrophotometer* (AAS) [8].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Abu sekam Padi dan Pembuatan Natrium Silikat

Sekam padi yang telah bersih dipanaskan dengan *furnace* untuk menghilangkan komponen-komponen organik dan mengoksidasi karbon dengan sempurna. Kemudian abu sekam padi yang telah diperoleh ditambahkan dengan larutan NaOH 1 N agar dapat membentuk Natrium Silikat (Na_2SiO_3) seperti reaksi dibawah ini



Pada reaksi diatas, natrium hidroksida (NaOH) akan terdisosiasi sempurna menjadi ion natrium (Na^+) dan ion hidroksida (OH^-). Ion OH^- yang diperoleh bertindak sebagai nukleofil akan menyerang atom Si pada SiO_2 yang bermuatan elektropositif sehingga dapat membentuk silikat. Atom O pada SiO_2 bermuatan elektronegatif akan membentuk intermediet SiO_2OH^- yang tidak stabil sehingga pada tahap selanjutnya intermediet tersebut akan melepaskan ion OH^- dan pada atom O akan terjadi pemutusan ikatan rangkap sehingga akan membentuk SiO_3^{2-} . Selanjutnya akan terjadi proses dehidrogenasi, dimana ion hidroksil (OH^-) yang kedua akan berikatan dengan hidrogen (H^+) membentuk molekul air (H_2O). Dua ion natrium (Na^+) akan menyeimbangkan muatan dari molekul SiO_3^{2-} sehingga akan terbentuk natrium silikat (Na_2SiO_3) [6].

Pembuatan Silika Gel dan Silika Gel Termodifikasi Ditizon

Pada tahap awal pembuatan silika gel, larutan natrium silikat memiliki pH awal 14 yang menandakan bahwa natrium silikat tersebut bersifat basa. Natrium silikat diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* serta diiringi dengan penambahan larutan HCl 1 M hingga larutan ber-pH 7 dimana pada pH tersebut asam silikat akan membentuk dimer, trimer dan selanjutnya sampai membentuk polimer asam silikat dan bergabung membentuk bola polimer yang akan mengalami kondensasi membentuk fasa padatan yang disebut dengan alkogel. Kemudian alkogel tersebut akan mengalami pelepasan NaCl sehingga akan terbentuk hidrogel. Hidrogel tersebut didiamkan selama ± 18 jam untuk melepaskan garam-garam natrium yang

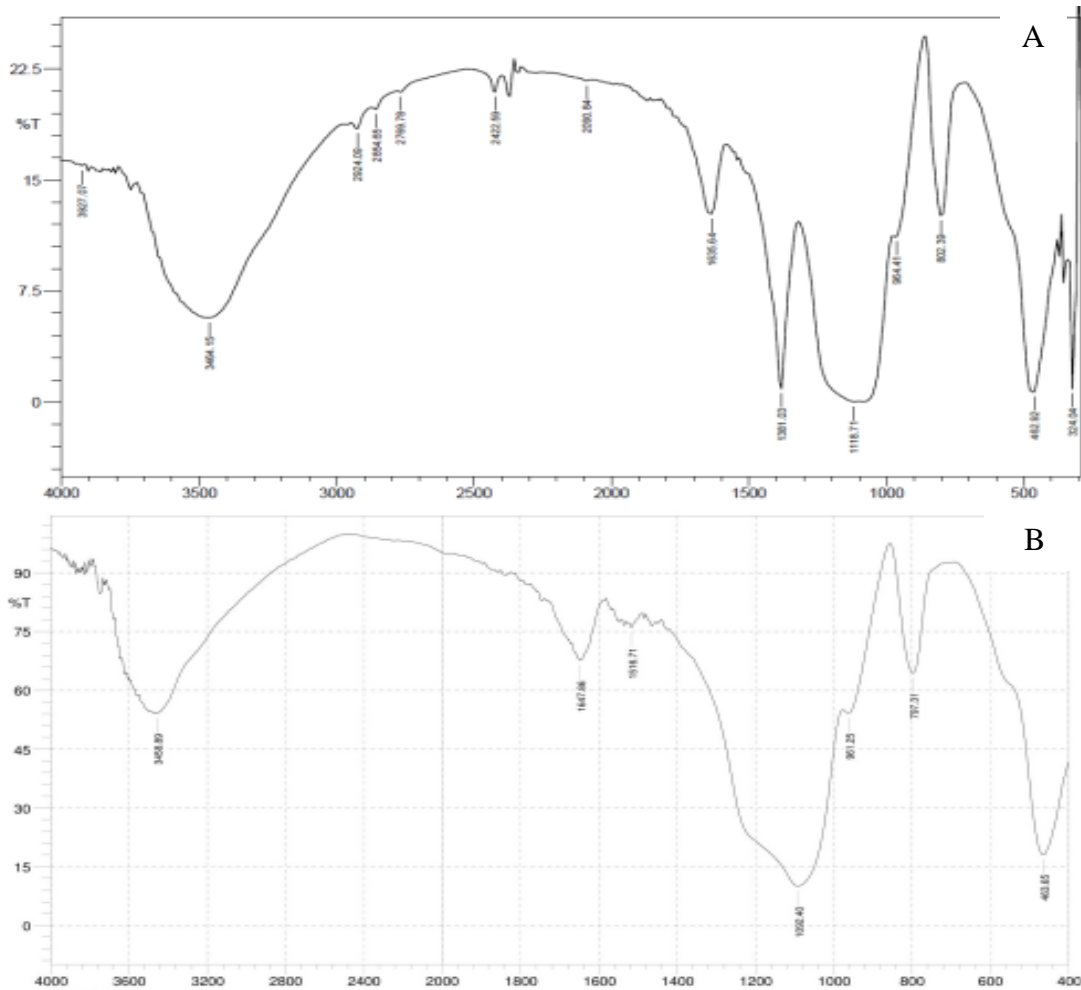
terkandung. Kemudian dicuci hingga netral dan dikeringkan untuk mengeliminasi kandungan air yang terkandung dan akan membentuk silika gel.

Pada tahap pembuatan silika termodifikasi ditizon ini menggunakan metode impregnasi secara langsung. Dimana tujuan memodifikasi ini adalah untuk meningkatkan kapasitas ekstraksi dari silika gel. Gugus amina dari ditizon akan mensubstitusi sisi aktif dari silika gel pada gugus Si-OH atau Si-O-Si yang akan dibuktikan pada spektrum IR dari silika gel dari abu sekam padi dengan silika gel termodifikasi ditizon.

Karakterisasi dengan Spektroskopi FT-IR

Hasil karakterisasi silika gel dan silika gel termodifikasi dengan ditizon menggunakan spektroskopi FT-IR disajikan pada gambar 1. Berdasarkan Gambar 1, hasil analisa FTIR dari silika gel terdapat serapan bilangan gelombang 3458,89 cm^{-1} yang menandakan adanya vibrasi ulur gugus OH dari Si-OH. Keberadaan gugus OH tersebut dipertegas dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1647,86 cm^{-1} yang mana terdapat adanya vibrasi tekuk gugus OH dari Si-OH. Pada serapan bilangan gelombang 1092,40 cm^{-1} terdapat vibrasi ulur simetri gugus Si-O dari Si-O-Si dan dipertegas oleh adanya serapan bilangan gelombang 463,65 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa silika gel yang berasal dari abu sekam padi ini memiliki karakteristik yang sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Yusrin dkk. pada tahun 2014.

Kemudian, hasil analisa FTIR silika gel yang telah termodifikasi oleh ditizon. Dimana pada bilangan gelombang 462,92 cm^{-1} , 802,39 cm^{-1} dan 964,41 cm^{-1} merupakan serapan gugus Si-O dari Si-O-Si. Pada serapan bilangan gelombang 3464,15 cm^{-1} merupakan adanya serapan gugus OH yang berasal dari Si-OH. Serapan gugus S-H ditunjukkan pada bilangan gelombang 2422,59 cm^{-1} , gugus N-H ditunjukkan pada bilangan gelombang 1635,64 cm^{-1} , gugus C=S terdapat pada bilangan gelombang 1381,03 cm^{-1} dan gugus CH_2 pada bilangan gelombang 2924,09 cm^{-1} yang merupakan gugus dari ditizon.

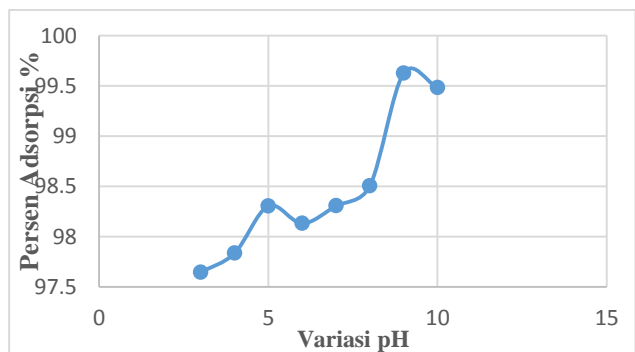


Gambar 1. (A) Spektrum FT-IR Silika Gel Termodifikasi Ditzon dan (B) Spektrum FT-IR silika gel dari Abu Sekam Padi

Uji Adsorpsi Ion Logam Cd(II) Terhadap Abu Sekam Padi Termodifikasi Ditzon dengan Variasi pH

Derajat keasaman (pH) merupakan faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi ion logam sehingga adsorpsi logam Cd(II) dengan variasi pH ini bertujuan untuk menentukan pH optimum penyerapan dari adsorben silika-ditzon terhadap logam Cd(II). Hal ini dikarenakan adanya pH yang bervariasi dapat mempengaruhi muatan pada sisi aktif.

Pada penentuan pH optimum ini digunakan adsorben silika gel-ditzon sebanyak 0,05 gram dengan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10. Hasilnya adalah sebagai berikut:



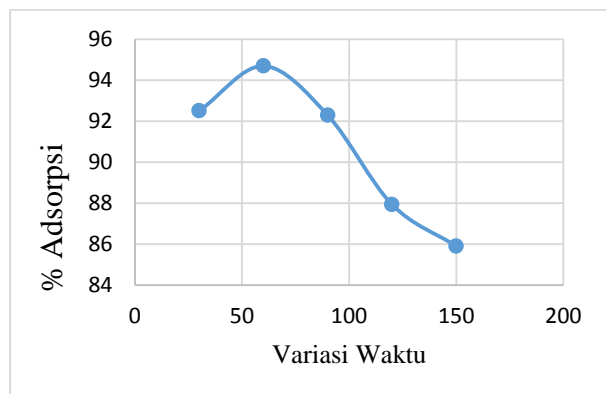
Gambar 2. Pengaruh pH terhadap adsorpsi ion logam Cd(II)

Berdasarkan Gambar 2 diperoleh pernyataan bahwa adsorpsi logam Cd(II) oleh silika gel-ditzon sangat dipengaruhi oleh pH dimana proses penyerapan tersebut optimum pada pH 9. Hal ini dikarenakan pada pH tersebut jumlah proton pada larutan relatif kecil, sehingga ion OH⁻ akan berikatan dengan salah satu ion H⁺ pada ditizon yang akan membentuk anion ditizonat

(HDz⁻). Kemudian anion tersebut akan membentuk kompleks yang stabil satu ion Cd²⁺. Berdasarkan stoikiometri, satu molekul ion Cd²⁺ dapat diikat oleh dua molekul anion ditizonat[11]. Pada pH dibawah 9, jumlah proton atau H⁺ akan sangat melimpah sehingga akan mengganggu proses pengikatan ion logam oleh adsorben[10]. Jika H⁺ berikatan dengan ditizon akan membentuk asam ditizonat (H₃Dz⁺). Sedangkan bila ion logam Cd(II) yang berikatan akan terbentuk kompleks Cd(II) ditizon yang tidak stabil[11]. Kemudian pada pH netral ion-ion logam dapat mengalami reaksi hidrolisis sehingga menyebabkan tidak stabil sehingga kemampuan penyerapan logam akan menurun.

Uji Adsorpsi Ion Logam Cd(II) Terhadap Abu Sekam Padi Termodifikasi Ditizon dengan Variasi Waktu Kontak

Variasi waktu ini dilakukan untuk mengetahui pada waktu berapa silika gel-ditizon dapat optimum dalam mengadsorpsi ion logam Cd(II). Pada proses adsorpsi logam Cd(II) oleh adsorben silika gel-ditizon ini dilakukan dalam pH optimum yaitu pada pH 9 dengan waktu kontak 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit. Persen adsorpsi silika gel-ditizon tersebut dapat dilihat pada **gambar 3**.



Gambar 3. Pengaruh Waktu Kontak Adsorpsi Logam Cd(II) oleh Silika gel-Ditizon

Pada gambar 3 dapat diketahui bahwa proses adsorpsi logam Cd(II) oleh silika gel-ditizon optimum pada menit ke-60. Penyerapan dibawah 60 menit akan semakin meningkat yang disebabkan situs aktif dalam adsorben silika-ditizon belum jenuh sehingga proses penyerapan masih berlangsung hingga menit ke 60. Sedangkan pada penyerapan dengan waktu diatas 60 menit, ion logam yang teradsorpsi akan semakin banyak dan akan terjadi penurunan yang disebabkan adanya pencapaian titik jenuh

sehingga ion logam tersebut dapat terlepas kembali.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Ekstraksi logam Cd oleh adsorben dari abu sekam padi terodifikasi ditizon optimum pada pH 9.
2. Ekstraksi logam Cd oleh adsorben dari abu sekam padi terodifikasi ditizon optimum pada waktu 60 menit.
3. Hasil karakterisasi abu sekam padi termodifikasi ditizon adalah munculnya serapan gugus SH pada bilangan gelombang 2422,59 cm⁻¹, serapan gugus C=S pada bilangan gelombang 3464,15 cm⁻¹, serapan gugus -CH pada bilangan gelombang 2924,09 cm⁻¹ dan serapan gugus -NH pada serapan gelombang 1635,64 cm⁻¹.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Darwin, C., Panggabean, AS. dan Alimuddin. 2017. *Synthesis of Chelating Resins Polystyrene Divinylbenzene-Diethylglioksima Chelating Resin and Adsorption Characteristic to Ni (II)*. Jurnal Atomik, Vol. 2(1) Hal 128-133.
- [2] Istarani, F. dan Ellina SP. 2014. *Studi Dampak Arsen (As) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan*. Jurnal Teknik Pomits, Vol. 3, No. 1
- [3] Erfandi, D dan Ishak J. 2014. *Teknologi Pengendalian Pencemaran Logam Berat pada Lahan Pertanian*. BALITBANGTAN: Bogor.
- [4] Hardyanti, IS., Isni N., Dyan S., Evaliza A dan Emas APW. 2017. *Pemanfaatan Silika (SiO₂) dan Bentonit Sebagai Adsorben Logam Berat Fe pada Limbah Batik*, Vol. 3, No. 2.
- [5] Rohyami, Y. 2013. *Penentuan Cu, Cd dan Pb dengan AAS menggunakan Solid Phase Extraction*, Jurnal Inovasi dan Kewirausahaan Vol. 2 Hal 19-25.
- [6] Handayani, PA. Eko N. dan Wara DPR. 2014. *Pemanfaatan Limbah Sekam Padi menjadi Silika Gel*. Jurnal Bahan Alam Terbarukan, Vol. 3 Edisi 2.
- [7] Tatamailau, P.P., Paulina T. dan Maming. 2015. *Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan Ligan 1,5-Difeniltiokarbazon dan Pemanfaatannya sebagai Adsorben Ion Logam Zn²⁺*. Makassar: Universitas Hasanuddin.

- [8] Yusrin, AF., Susatyo EB. dan Mahatmanti FW. 2014. *Perbandingan Kemampuan Silika Gel dari Abu Sabut Kelapa dan Abu Sekam Padi untuk Menurunkan Kadar Logam Cd²⁺*, Jurnal MIPA 37 (2)(2014), Hal. 154-162.
- [9] Wogo, Hermania Em. Juliana O.S. dan Plus, D.R. 2011. *Sintesis Silika Gel Terimobilisasi Dithizon Melalui Proses Sol-Gel*, Vol. 5, No. 1.
- [10] Apriliani, A. 2010. *Pemanfaatan Arang Ampas Tebu sebagai Adsorben Ion Logam Cd, Cr, Cu dan Pb dalam Air Limbah*. Skripsi: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.
- [11] Putra, BR. 2010. *Pembuatan dan Pencirian Solvent Impregnated Resin mengandung Dithizon Terimpregnasi pada Amberlite XAD-16*. Skripsi: Institut Pertanian Bogor.