

PENGARUH PERBANDINGAN VOLUME FASA AIR DENGAN FASA ORGANIK DAN KONSENTRASI Ag DALAM FASA AIR PADA EKSTRAKSI PERAK DARI LIMBAH FOTO ROENTGEN

Minasari¹, Yeti Kurniasih², & Ahmadi³

¹Mahasiswa Program Studi Pendidikan Kimia FPMIPA IKIP Mataram
^{2&3}Dosen Program Studi Pendidikan Kimia FPMIPA IKIP Mataram
Email: inne.mine28@gmail.com¹, yeti_kurniasih2008@yahoo.com²,
Ahmadi.kimia@yahoo.co.id³

ABSTRACT: Roentgen photo waste containing silver metal ion (Ag^+) in form of silver thiosulfic complex ($[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$) that danger for health and environment. To prevent contamination to environment by silver metal from roentgen photo waste, separation become need to do. Solvent extraction was one of available separation technique on this case. The aim of this research was to evaluate the influence of few extraction parameters that was water-organic phase ratio and Ag concentration on water phase to silver extraction percentage, and apply optimum condition to roentgen photo waste sample. Silver extraction was applied on various water-organic phase ratios, there were 5 : 10; 10 : 10; 25 : 10; 50 : 10; and 75 : 10 mL and various silver concentration on water phase, there were 10, 20, 30, and 40 ppm. Ag^+ ion concentration was measured by AAS in 328.22 nm wavelength before and after extraction process, than calculation of silver extraction percentage could be conducted. Based on research result, optimum condition of silver extraction was obtained on 1 : 2 of water-organic phase ratio and 10 ppm of Ag concentration on water phase. 10,27 % silver extraction was obtained on application of optimum extraction condition on roentgen photo waste.

Keywords : Solvent extraction, roentgen photo waste, D2EHPA

PENDAHULUAN

Film klise dari foto roentgen banyak mengandung bahan-bahan kimia, salah satu diantaranya adalah lapisan perak (Ag) dalam bentuk halida AgBr (Santoso, 2010). Pada proses fiksasi foto perak halida akan terlarut membentuk garam kompleks perak thiosulfat ($[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$). Perak yang terlarut dalam bentuk garam kompleks inilah yang membuat limbah foto roentgen berbahaya jika dibuang langsung ke lingkungan karena keberadaan logam perak di lingkungan berpotensi mengganggu kehidupan biota yang pada akhirnya berpengaruh terhadap kesehatan manusia.

Untuk mencegah terjadinya pencemaran terhadap lingkungan yang disebabkan oleh logam perak (Ag), berbagai macam teknik pemisahan dapat dilakukan, salah satunya adalah dengan teknik ekstraksi pelarut. Teknik ekstraksi pelarut dipilih karena merupakan salah satu teknik pemisahan yang sederhana, sangat berguna untuk pemisahan secara cepat dan bersih baik untuk zat organik maupun zat anorganik. Selain itu juga teknik ini dapat digunakan untuk analisis makro maupun mikro. Secara umum, ekstraksi pelarut ialah proses penarikan suatu zat terlarut dari larutannya di dalam air oleh suatu pelarut lain

yang tidak dapat bercampur dengan air (fasa air). Melalui proses ekstraksi, ion logam dalam pelarut air ditarik keluar dengan suatu pelarut organik (fasa organik) (Khopkar, 2010).

Penelitian pemisahan logam perak dari limbah foto roentgen dengan teknik ekstraksi pelarut telah dilakukan oleh Linda Fitria (2011) dan Nita Tri Wahyuningsih (2011). Linda Fitria menggunakan senyawa pengemban Tributyl Fosfat (TBP) dalam toluen mendapatkan persen ekstraksi perak sebesar 15,88 %, sedang Nita Tri Wahyuningsih menggunakan senyawa pengemban asam di-2-etilheksilphosfat (D2EHPA) dalam toluen mendapatkan persen ekstraksi perak sebesar 9,74%. Persen ekstrak yang didapatkan pada penelitian tersebut masih belum optimal. Oleh sebab itu diperlukan penelitian lebih lanjut tentang pemisahan logam perak dari limbah foto roentgen guna mendapatkan persen ekstraksi yang optimal yaitu dengan menggunakan senyawa pengemban D2EHPA yang dilarutkan dalam kerosin. Senyawa D2EHPA merupakan senyawa yang bersifat asam sehingga saat pembentukan kompleks dengan ion logam, senyawa ini akan memutuskan salah satu ikatan hidrogennya dan ion logam akan menggantikan atom hidrogen yang terlepas untuk membentuk struktur kompleks (De, Anil K dalam

Hadikawuryan, 2005). Dalam kerosin D2EHPA mampu membentuk dimer yang tersusun sebagai dua molekul D2EHPA. Pada keadaan dimer ini, D2EHPA akan saling mengadakan ikatan hidrogen intra molekuler dengan ion logam yang diekstraksi dengan memutus satu atau dua ikatan hidrogen yang terjadi di dalam pelarut organik. Selain itu, kerosin dipilih sebagai pelarut organik karena selain murah dan mudah diperoleh, kerosin juga memiliki kelarutan yang rendah dalam fasa air jika dibandingkan dengan pelarut organik lain.

Keberhasilan proses ekstraksi juga didukung oleh optimasi dari beberapa parameter ekstraksi seperti perbandingan volume fasa organik dan fasa air, konsentrasi ion logam yang dipisahkan dalam fasa air, waktu ekstraksi, jenis fasa organik yang digunakan, faktor pH, serta lamanya pengocokan. Berdasarkan latar belakang tersebut, pada penelitian ini akan dilakukan pemisahan logam perak dari limbah foto *roentgen* dengan teknik ekstraksi pelarut. Fasa organik yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa pengemban D2EHPA yang dilarutkan dalam kerosin. Dari penelitian ini diharapkan dapat menemukan kondisi optimum untuk pemisahan logam perak sehingga dapat diaplikasikan untuk pemisahan perak dari limbah foto *roentgen* agar dapat mengurangi pencemaran lingkungan dan logam perak dapat dimanfaatkan kembali secara ekonomis.

METODE

Jenis penelitian ini adalah eksperimen laboratorium. Sampel yang digunakan adalah limbah foto *roentgen* yang diambil dari Rumah Sakit Umum Daerah Nusa Tenggara Barat (NTB). Variabel bebas dalam penelitian ini yakni perbandingan volume fasa air dengan fasa organik dan konsentrasi Ag dalam fasa air, sedangkan variabel terikatnya yakni persen ekstraksi logam perak.

Adapun teknik pengumpulan data diambil dari hasil analisis kimia yang dilakukan di laboratorium. Pengukuran konsentrasi Ag dalam fasa air sebelum dan sesudah proses ekstraksi ditentukan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan

Tabel 2. Pengaruh Perbandingan Volume Fasa Organik dan Fasa Air Terhadap Persen Ekstraksi Logam Perak

$\frac{V_a}{V_o}$	Konsentrasi Ag awal (ppm)	Konsentrasi Ag sisa (ppm)	% Ekstraksi
5/10	23.27	0.730	96.86
10/10	23.27	2.660	88.57
25/10	23.27	10.690	54.06
50/10	23.27	16.110	30.77

lampu katoda Ag pada panjang gelombang 328,22 nm. Perhitungan konsentrasi Ag dilakukan dengan metode kurva kalibrasi. Persen ekstraksi dihitung dengan rumus :

$$\% E = \frac{A-B}{A} \times 100\%$$

Keterangan :

% E = persen ekstraksi

A = Konsentrasi Ag awal dalam fasa air

B = Konsentrasi Ag akhir dalam fasa air

Data hasil penelitian dapat dianalisis menggunakan teknik statistik deskriptif. Untuk mencari kuatnya hubungan antar dua variabel, dalam statistik deskriptif ini dilakukan melalui teknik analisa korelasi (Sugiyono, 2014). Jika r hitung $>$ r tabel dengan taraf signifikan 5% menunjukkan adanya korelasi antara dua variabel. Adapun kriteria interpretasi terhadap koefisien korelasi yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Interpretasi Nilai r

Interval Koefisien	Kategori
0,000 – 0,199	Sangat rendah
0,200 – 0,399	Rendah
0,400 – 0,599	Sedang
0,600 – 0,799	Kuat
0,800 – 1,000	Sangat kuat

HASIL dan PEMBAHASAN

A. Hasil

1. Penentuan Perbandingan Volume Fasa Air dan Fasa Organik Optimum

Penentuan perbandingan volume fasa air dan fasa organik optimum dilakukan dengan memvariasikan volume fasa organik dan fasa air. Pada percobaan ini volume fasa organik dibuat tetap yaitu 10 mL dan volume fasa air yang divariasikan yaitu 5 mL, 10 mL, 25 mL, 50 mL, dan 75 mL, senyawa pengemban yang digunakan sebagai fasa organik adalah D2EHPA dengan konsentrasi 0,5 M dalam kerosin. Hasil percobaan untuk penentuan perbandingan volume fasa air dan fasa organik optimum dapat dilihat pada Tabel 2 :

75/10	23.27	18.280	21.44
-------	-------	--------	-------

Berdasarkan Tabel 2 tersebut, semakin besar volume fasa air dan volume fasa organik dibuat tetap, terlihat persen ekstraksi logam perak semakin menurun. Untuk mengetahui adanya korelasi antara

perbandingan volume fasa air dengan fasa organik terhadap persen ekstraksi logam perak dapat dilakukan uji analisis korelasi. Adapun hasil analisis korelasi secara ringkas dapat dilihat pada Tabel 3:

Tabel 3. Analisis Korelasi perbandingan Volume Fasa Air dengan Fasa Organik terhadap Persen Ekstraksi Logam Perak

r_{hitung}	$r_{tabel}(5\%)$	Keputusan
0,907	0,878	$r_{hitung} > r_{tabel}$ 0,907 > 0,878

Berdasarkan Tabel 3 di atas diperoleh $r_{hitung} > r_{tabel}$ yaitu sebesar 0,907 yang berarti terbukti adanya korelasi yang kuat antara perbandingan volume fasa air dengan fasa organik terhadap persen ekstraksi logam perak yang dihasilkan. Semakin besar angka koefisien korelasi, maka semakin kuat korelasi kedua variabel yang dikorelasikan tersebut

2. Penentuan Konsentrasi Ag dalam Fasa Air Optimum

Untuk mengetahui adanya pengaruh konsentrasi Ag dalam fasa air dilakukan dengan menggunakan 10 mL senyawa pengemban D2EHPA 0,5 M dalam kerosin sebagai fasa organik, dan 10 mL larutan Ag sebagai fasa air dengan konsentrasi yang divariasikan yaitu mulai dari 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, dan 40 ppm. Hasil dari percobaan dapat dilihat pada tabel 4:

Tabel 4. Pengaruh Konsentrasi Ag dalam Fasa Air Terhadap Persen Ekstraksi Logam Perak

Konsentrasi Ag (ppm)	Konsentrasi Ag awal (ppm)	Konsentrasi Ag sisa (ppm)	% Ekstraksi
10	13.380	1.160	91.3
20	26.040	3.060	88.25
30	36.590	11.970	67.29
40	45.330	20.290	55.24

Berdasarkan Tabel 4 di atas, semakin tinggi konsentrasi Ag dalam fasa air, terlihat persen ekstraksi logam perak semakin menurun. Untuk mengetahui adanya korelasi

antara konsentrasi Ag dalam fasa air terhadap persen ekstraksi logam perak dapat dilakukan uji analisis korelasi. Adapun hasil analisis korelasi dapat dilihat pada Tabel 5:

Tabel 5. Analisis Korelasi Konsentrasi Ag dalam Fasa Air terhadap Persen Ekstraksi Logam Perak

r_{hitung}	$r_{tabel}(5\%)$	Keputusan
0,986	0,905	$r_{hitung} > r_{tabel}$ 0,936 > 0,905

Berdasarkan Tabel 5 di atas diperoleh $r_{hitung} > r_{tabel}$ yaitu sebesar 0,986 yang berarti terbukti adanya korelasi yang kuat antara konsentrasi Ag dalam fasa air terhadap persen ekstraksi logam perak yang dihasilkan.

sangat tinggi yaitu mencapai 8000 ppm dengan pH = 4, sehingga untuk mendekati konsentrasi Ag optimum maka sampel perlu diencerkan sebanyak 400 kali. Larutan limbah yang diperoleh dari hasil pengenceran ini mempunyai konsentrasi ± 20 ppm dengan pH = 5. Hasil pengukuran konsentrasi Ag pada limbah sebelum dan sesudah ekstraksi dapat dilihat pada tabel 6:

3. Aplikasi kondisi optimum untuk ekstraksi logam perak dari limbah foto roentgen

Konsentrasi ion logam perak dalam limbah foto roentgen masih

Tabel 6. Persen Ekstraksi Logam Ag dalam Sampel

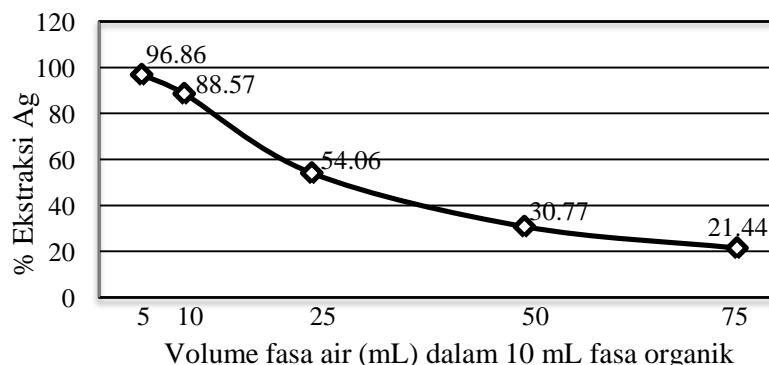
Pengulangan	Konsentrasi Ag awal	Konsentrasi Ag sisa	% Ekstraksi	% Ekstraksi rata-rata
1	25.48	22.78	10.60	10.27
2	25.48	22.95	9.93	

B. PEMBAHASAN

1. Penentuan Perbandingan Volume Fasa Organik dan Fasa Air Optimum

Perbandingan volume fasa air dengan fasa organik mempengaruhi

persen ekstraksi. Hubungan antara perbandingan volume fasa air dengan fasa organik terhadap persen ekstraksi dapat dilihat pada Gambar 1 :

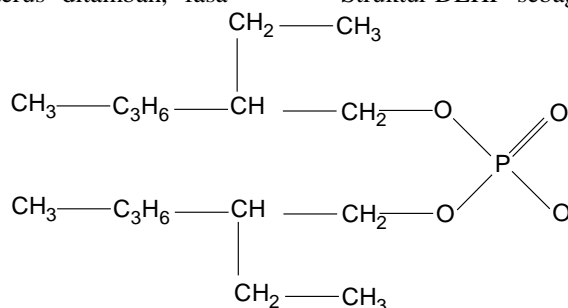


Gambar 1. Grafik pengaruh perbandingan volume fasa organik dan fasa air terhadap persen ekstraksi logam perak

Berdasarkan grafik di atas, menunjukkan bahwa semakin besar volume fasa air yang ditambahkan dengan volume fasa organik yang dibuat tetap yaitu 10 mL, diperoleh persen ekstraksi semakin menurun. Hal ini disebabkan karena bertambahnya volume fasa air berarti bertambahnya ion Ag^+ dalam larutan. Penambahan jumlah ion Ag^+ ini tidak sebanding dengan jumlah senyawa pengemban D2EHPA yang digunakan sebagai ekstraktan dalam fasa organik. Karena jumlah molekul D2EHPA di fasa organik yang terbatas, maka ketika volume fasa air terus ditambah, fasa

organik tidak mampu mengkomplekskan ion Ag^+ dalam fasa air. Hal tersebut mengakibatkan distribusi ion Ag^+ kedalam fasa organik semakin menurun sehingga persen ekstraksi juga semakin menurun.

Senyawa D2EHPA merupakan senyawa yang bersifat asam berbasas satu, sehingga bisa dituliskan sebagai HDEHP (asam di-2-etil heksil posfat). Karena sifat asam yang dimiliki oleh HDEHP, maka senyawa ini akan terionisasi dalam air dengan melepas ion H^+ dari gugus hidroksinya dan akan bermuatan negatif menjadi $DEHP^-$, Struktur $DEHP^-$ sebagai berikut :

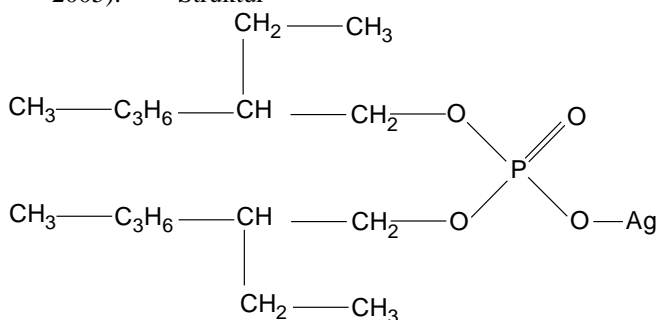


Gambar 2. Struktur $DEHP^-$

Saat pembentukan kompleks dengan ion logam Ag^+ , HDEHP yang kehilangan ion H^+ akan bermuatan

negatif, dan dalam kondisi ini ion logam Ag^+ akan menggantikan atom hidrogen yang terlepas untuk membentuk struktur

kompleks AgDEHP (De, Anil K dalam Hadikawuryan, 2005). Struktur AgDEHP sebagai berikut :



Gambar 3. Struktur kompleks AgDEHP

Berdasarkan reaksi pembentukan kompleks, hubungan antara D, KD, Kf, dan Ka dapat dituliskan dalam persamaan berikut :

$$D = \frac{KD_{AgDEHP} \cdot Kf \cdot Ka^n}{KD_{HDEHP}^n} \times \frac{[HDEHP]_0^n}{[H^+]_0^n} \quad (1)$$

Keterangan :

- D = angka banding distribusi
- KD_{HDEHP} = koefisien distribusi pereaksi pengkhelat
- KD_{AgDEHP} = koefisien distribusi senyawa kompleks
- Ka = tetapan ionisasi pengkhelat dalam pelarut air
- Kf = tetapan pembentukan kompleks logam khelat

Besarnya D menentukan kemampuan ekstraksi, akan tetapi D dalam prakteknya jarang digunakan, lebih sering digunakan istilah persen ekstraksi (%E). Hubungan antara persen ekstraksi dengan volume fasa organik dan volume fasa air serta angka banding distribusi (D) dapat dituliskan dalam persamaan :

$$\% E = \frac{100 D}{D + \frac{V_a}{V_o}} \quad (2)$$

(Vogel, 1990)

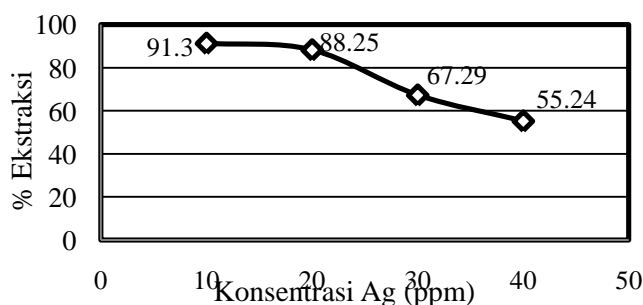
Keterangan :

- % E = persen ekstraksi
- D = angka banding distribusi
- V_a = volume fasa air
- V_o = volume fasa organik

Dari persamaan 2 tersebut, dapat dilihat bahwa persentase ekstraksi berubah menurut rasio volume fasa air dan fasa organik serta angka banding distribusi. Volume fasa air berbanding terbalik dengan persen ekstraksi, semakin besar volume fasa air maka persen ekstraksi akan semakin kecil.

2. Penentuan Konsentrasi Ag Optimum Dalam Fasa Air

Jumlah konsentrasi ion logam Ag^+ dalam fasa air dapat mempengaruhi kemampuan pengemban untuk mengekstraksi ion logam Ag dari fasa air ke fasa organik. Hubungan antara konsentrasi Ag dalam fasa air terhadap persen ekstraksi logam perak dapat dilihat pada Gambar 4 :



Gambar 4. Grafik pengaruh konsentrasi Ag dalam fasa air terhadap persen ekstraksi logam perak

Gambar 4 tersebut, menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi ion Ag^+ dalam fasa air persen ekstraksi semakin menurun. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi Ag dalam fasa air, maka ion Ag^+ yang terkandung didalamnya akan semakin banyak, akan tetapi pengemban D2EHPA memiliki gugus aktif dengan jumlah molekul tetap sehingga ion Ag^+ yang terekstrak menjadi terbatas. Pada kondisi seperti ini, senyawa pengemban telah mencapai titik jenuh dimana semua gugus aktif dari senyawa ini telah berikatan dengan ion Ag^+ sehingga meskipun konsentrasi ion logam diperbesar, hal ini tidak akan mempengaruhi jumlah ion logam yang terekstrak ke dalam pelarut organik.

3. Aplikasi Kondisi Optimum Untuk Ekstraksi Logam Perak dari Limbah Foto Roentgen

Pada tahap aplikasi ini, konsentrasi ion logam dalam limbah foto *roentgen* masih sangat tinggi yaitu mencapai 8000 ppm. Oleh karena itu, untuk mendekati konsentrasi Ag optimum maka sampel perlu diencerkan sebanyak 400 kali, sehingga diperoleh



Pada pH rendah, ion Ag^+ dalam keadaan bebas akan semakin banyak jumlahnya karena terjadi penguraian kompleks Ag-thiosulfat, sehingga pada pH rendah D2EHPA akan semakin mudah untuk mengkomplekskan ion Ag^+ dari limbah foto *roentgen* tersebut. Pada penelitian ini tidak dilakukan optimasi pH fasa air, dimana larutan limbah yang diekstraksi berada pada pH 5 sehingga ikatan kompleks Ag-tiosulfat dalam limbah ini sulit untuk diputuskan. Karena ikatan kompleks yang kuat, maka ion Ag^+ yang terekstraksi kedalam fasa organik sangat sedikit. Selain itu juga kemungkinan pada sampel limbah foto *roentgen* ini masih terdapat ion-ion pengotor lain seperti natrium tiosulfat serta natrium bromida yang mengganggu distribusi Ag^+ ke fasa organik.

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

larutan limbah dengan konsentrasi ± 20 ppm dan pH 5. Berdasarkan hasil percobaan seperti pada Tabel 6 tersebut, dapat dilihat bahwa persen ekstraksi yang diperoleh yaitu sebesar 10,27%. Hal ini berarti persen ekstraksi tersebut lebih kecil dibandingkan dengan persen ekstraksi menggunakan logam Ag murni pada saat optimasi yaitu sebesar 88,25%. Hal ini kemungkinan disebabkan karena perak dalam limbah foto *roentgen* yang digunakan berada dalam bentuk kompleks Ag-tiosulfat ($[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$) dengan pH 5 dimana kondisinya sangat stabil. Oleh karena itu ikatan kompleks Ag-tiosulfat sangat sulit untuk diputuskan oleh ligan D2EHPA dari fasa organik. Penguraian kompleks Ag-tiosulfat ini dapat terjadi pada pH rendah yaitu pH 2,5 (Djunaidi, dkk. 2007). Hal ini dikarenakan pada pH rendah kompleks Ag-tiosulfat berada dalam kondisi yang tidak stabil dan mengalami penguraian dengan pembentukan koloidal sulfur dan sulfur oksida, sebagaimana persamaan reaksi berikut (Songkroah et al, dalam Djunaidi, dkk. 2007):

1. Perbandingan volume fasa air dengan fasa organik berpengaruh terhadap persen ekstraksi logam perak. Hal ini terbukti dengan nilai $r_{hitung} > r_{tabel}$ yaitu 0,907. Semakin besar volume fasa air dan volume fasa organik tetap, persen ekstraksi logam perak yang dihasilkan semakin kecil. Kondisi optimum ekstraksi logam perak didapatkan pada perbandingan volume fasa organik dengan fasa air 2:1.
2. Konsentrasi Ag dalam fasa air berpengaruh terhadap persen ekstraksi logam perak. Hal ini terbukti dengan nilai $r_{hitung} > r_{tabel}$ yaitu 0,986. Semakin tinggi konsentrasi Ag dalam fasa air persen ekstraksi logam perak yang dihasilkan semakin kecil. Konsentrasi Ag optimum dalam fasa air pada ekstraksi logam perak adalah 10 ppm.
3. Aplikasi kondisi optimum tersebut terhadap ekstraksi logam perak dari sampel limbah foto *roentgen* diperoleh persen ekstraksi = 10,27 %

SARAN

1. Untuk memperoleh efisiensi ekstraksi yang lebih tinggi, perlu dilakukan penelitian

lebih lanjut tentang pengaruh parameter lain pada ekstraksi pelarut, seperti pengaruh pH dan lama pengocokan terhadap persen ekstraksi logam perak.

2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang ekstraksi logam perak dengan menggunakan senyawa pengemban sinergi yang lain.

DAFTAR RUJUKAN

- Djunaidi, M.C., dan Gunawan. 2006. *Ekstraksi Zn (II) dan Cu (II) dengan Ekstraktan Di-2-EthylhexylPhosphate Acid-Tri Buthyl Phosphate*. *J.Alchemy*, Vol. 5, No. 1 Hal :60-67. ISSN 1412-4092.
- Djunaidi, M.C., dkk. 2007. "Recovery Perak dari Limbah Fotografi Melalui Membran Cair Berpendukung dengan Senyawa Pembawa Asam Di-2-Etil Heksilfosfat (D2EHFA)". *Reaktor*, Vol.11 No.2 Hal : 98-103.
- Fitria, L. 2011. *Recovery Logam Perak (Ag) Dari Limbah Foto Roentgen Dengan Menggunakan Teknik Membran Cair Emulsi Menggunakan Senyawa Pengemban Tri Butil Fosfat*. Skripsi, IKIP Mataram, Mataram.
- Hadikawuryan, D.S. 2005. *Pemisahan Logam Perak (I) Menggunakan Membran Cair Emulsi (ELM) dengan Pembawa Sinergi*. Skripsi, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Santoso., Imam dan Buchori. 2010. *Pengaruh Matriks Terhadap Persen Ekstraksi Perak (I) Dari Limbah Cuci/Cetak Foto Dengan Menggunakan Teknik Pemisahan Emulsi Membran Cair*. *Indonesian Journal Of Chemistry*.
- Tri W.N. 2011. *Recovery Logam Perak (Ag) Dari Limbah Foto Roentgen Dengan Menggunakan Teknik Ekstraksi Pelarut Menggunakan Senyawa Pengemban Tri Butil Fosfat*. Skripsi, IKIP Mataram, Mataram.