

**EKSTRAKSI PERAK DARI LIMBAH RONTGEN MENGGUNAKAN
CARRIER ASAM DI-2-ETIL HEKSILFOSFAT (D2EHPA) DENGAN
TEKNIK EKSTRAKSI CAIR-CAIR DUA TAHAP**

SKRIPSI

**Disusun untuk melengkapi syarat-syarat guna
memperoleh gelar Sarjana Sains**



**Ali Sibro Malisi
3325051739**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA**

2011

LEMBAR PERSETUJUAN PANITIA UJIAN SKRIPSI

EKSTRAKSI PERAK DARI LIMBAH RONTGEN MENGGUNAKAN CARRIER ASAM DI-2-ETIL HEKSILFOSFAT (D2EHFA) DENGAN TEKNIK EKSTRAKSI CAIR-CAIR DUA TAHAP

Nama : Ali Sibro Malisi
No.Reg : 3325051739

	Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung jawab			
Dekan	: <u>Dra. Marheni, M.Sc</u> NIP. 19500606 197412 2 001
Wakil Penanggung jawab			
Pembantu Dekan I	: <u>Dr.rer.nat. Apriliana L.F., M.S. M.Ed.</u> NIP. 19600408 199003 2 002
Ketua	: <u>Irma Ratna Kartika, M.Sc.Tech.</u> NIP. 19721204 200501 2 001
Sekretaris	: <u>Arif Rahman, M.Si.</u> NIP. 19790216 200501 1 003
Anggota :			
Pembimbing I	: <u>Dr. Imam Santoso, M.Si.</u> NIP. 19640917 199003 1 018
Pembimbing II	: <u>Dra. Tritiyatma H., M.Si.</u> NIP. 19611225 198701 2 001
Penguji	: <u>Dr. Erdawati, M.Sc.</u> NIP. 19510912 198103 2 001

Dinyatakan lulus ujian skripsi tanggal : 15 Juli 2011

LEMBAR PERSEMBAHAN

Dan katakanlah, "Bekerjalah kamu, maka Allah akan melihat pekerjaanmu, begitu juga Rasul-Nya dan orang-orang mukmin, dan kamu akan dikembalikan kepada (Allah) Yang Mengetahui yang ghaib dan yang nyata, lalu diberitakan-Nya kepada kamu apa yang telah kamu kerjakan.

(QS. At Taubah : 105)

Saudaraku kau tahu bencana datang lagi
Porak lagi negeri ini
Hilang sudah selera orang-orang untuk mengharap
Sementara jiwa-jiwa nelangsa itu
Sudah sedari lama berbaris-baris memanggil
Keluarlah-keluarlah saudaraku
Dari kenyamanan mihrabmu
Dari kekhusuan I'tikafmu
Dari keakraban sahabat-sahabatmu
Keluarlah-keluarlah saudaraku
Dari keheningan kampusmu
Bawalah roh intelektualitasmu ke jalan-jalan
Ke pasar-pasar ke majelis dewan yang terhormat
Ke kantor-kantor pemerintah dan pusat-pusat pengambilan keputusan
Keluarlah-keluarlah saudaraku
Dari nikmat kesendirianmu
Satukan kembali hati-hati yang berserakan ini
Kumpulkan kembali tenaga-tenaga yang tersisa
Pimpinlah dengan cahayamu kafilah nurani yang terlatih
Di tengah badai gurun kehidupan
Keluarlah-keluarlah saudaraku
Berdirilah tegap di ujung jalan ini
Sebentar lagi sejarah kan lewat
Mencari aktor baru untuk drama kebenarannya
Sambutlah ia
Engkau yang ia cari

-Anis Matta-

Enam tahun bukanlah waktu yang sebentar untuk berkutat dengan buku, rumus dan berbagai zat kimia.

Namun enam tahun ternyata masih belum cukup lama untuk belajar dan menghasilkan karya.

Setidaknya dalam kurun enam tahun inilah saya menyelesaikan amanah, yang bagi sebagian orang bisa jadi terlalu lama, namun hal ini tidak akan menghalangi saya tetap untuk tersenyum dan bersyukur.

Syukur yang mendalam kepada Allah, yang rahmatNya tidak pernah sedetikpun berhenti. Yang telah menganugerahkan orang-orang hebat disekitar saya.

Teruntuk Ibu, yang telah memberikan segalanya. Senyumnya, kehangatan kasih sayangnya beserta do'a-do'a yang tidak pernah terputus.

Kakak, beserta segenap keluarga besar yang telah memberikan dukungan moril maupun materil, serta tidak pernah bosan mengingatkan agar saya cepat lulus.

Para sahabat yang telah menemani, bekerja sama dan memberikan banyak inspirasi, starchem'05, HIMA Kimia, BEM FMIPA'08, BEM UNJ '09, MUA, gedung G, BEM Seluruh Indonesia, Formula 115, serta saudara dalam lingkaran cinta.

Tak lupa juga rekan-rekan geng UNO, yang telah membantu selama di lab, terutama Eka dan Mita.

Serta semua orang yang pernah berinteraksi dengan saya dari petugas parkir sampai anggota dewan, yang telah memberikan inspirasi, semangat, dan do'a.

Saya sadar, setiap akhir dari suatu urusan maka itu adalah awal dari urusan yang lain. Maka saya berdo'a semoga Allah meridhoi apa yang sudah saya lakukan sampai berujung pada karya kecil ini dan memberikan kekuatan untuk senantiasa beramal untuk keluarga, ummat, dan negara.

"Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari satu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap." (Al Insyirah : 6-8)

Dhuha, 9 Ramadhan 1432 H

ABSTRAK

ALI SIBRO MALISI. Ekstraksi Perak dari Limbah Rontgen Menggunakan *Carrier* Asam Di-2-Etil Heksilfosfat (D2EHPA) dengan Teknik Ekstraksi Cair-Cair Dua Tahap. **Skripsi.** Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jakarta. 2011.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan ekstraksi cair-cair dua tahap dalam mengekstraksi ion perak (Ag^+) dari limbah rontgen dengan pengaruh pH fasa umpan, konsentrasi *carrier* D2EHPA, dan lama pengocokan, sebagai upaya mengurangi pencemaran dan pemanfaatan limbah. Sampel limbah rontgen diperoleh dari unit radiologi RS Darma Nugraha. Metode ekstraksi cair-cair dua tahap merupakan metode pengambilan (kembali) logam dari fasa air dengan pelarut organik yang mengandung *carrier* dan dilakukan sebanyak dua tahap. Pengaruh yang dipelajari yaitu pH fasa umpan pH 1, 3, 5, dan 9, konsentrasi *carrier* D2EHPA 0,250 M; 0,380 M; 0,750 M; 1,00 M; 1,50 M dan lama pengocokan 3 menit, 5 menit, dan 7 menit. Dari hasil penelitian diperoleh % ekstraksi maksimum pada pH fasa umpan yaitu pH 3, konsentrasi *carrier* D2EHPA 1,00 M, dan lama pengocokan 5 menit. Persen ekstraksi perak dari limbah rontgen sebesar 3,85%.

Kata kunci : rekoveri perak, ekstraksi cair-cair dua tahap, D2EHPA, limbah rontgen

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, Rabb semesta alam yang menggenggam jiwa dan menguatkannya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “Ekstraksi Perak dari Limbah Rontgen Menggunakan *Carrier* Asam Di-2-Etil Heksilfosfat (D2EHPA) dengan Teknik Ekstraksi Cair-Cair Dua Tahap”.

Keberhasilan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, arahan serta bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Imam Santoso, M.Si dan Ibu Dra. Tritiyatma H., M.Si selaku dosen pembimbing yang telah berkenan memberikan ilmu, arahan, motivasi dan saran-sarannya yang sangat berguna.
2. Bapak Drs. Agung Purwanto, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia, Bapak Drs. Zulhipri, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia dan Ibu Prof. Dr. Rukaesih Achmad, M.Si selaku dosen pembimbing akademik, dan para Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan bimbingan dan saran yang menunjang akademis penulis selama masa perkuliahan.
3. Bapak H. Refrizal (Ketua POM UNJ/Anggota DPR RI) beserta staf (Pak Drajat, Pak Supri, dan Bang Agus) dan Bapak Hendratmo selaku Kepala Unit Radiologi Rumah Sakit Darma Nugraha, atas bantuan dan kerja samanya.

4. Pihak lain yang telah berkontribusi selama penyelesaian makalah ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, saran dan kritik yang bersifat membangun penulis harapkan sebagai masukan. Semoga skripsi ini berguna dan bermanfaat bagi semua pihak serta mendapatkan keridhoan Allah SWT.

Jakarta, Juni 2011

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Pembatasan Masalah	5
D. Perumusan Masalah.....	5
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	6
BAB II KAJIAN PUSTAKA	7
A. Landasan Teori	7
1. Perak dan Sifat-sifatnya	7
2. Limbah Radiologi	8
3. Proses Pengolahan dan Pencucian Film Rontgen	9
a. Proses Pemotretan/penangkapan Gambar	9
b. Proses <i>Developing</i>	9

c. Proses Pencucian <i>Fixer</i>	10
4. Mekanisme dan Proses Difusi	11
5. <i>Carrier</i> (senyawa reaktif)	15
6. Spektrofotometri Serapan Atom.....	17
B. Penelitian yang Relevan	18
C. Kerangka Berpikir	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	21
A. Tujuan Operasional Penelitian	21
B. Tempat dan Waktu Penelitian	21
C. Metode Penelitian	21
D. Instrumentasi Penelitian.....	22
1. Alat dan Bahan.....	22
2. Prosedur Kerja	22
a. Preparasi Reagensia.....	22
b. Penentuan Kondisi Optimum	23
c. Aplikasi dengan Menggunakan Limbah Rontgen	25
d. Uji Coba Penggunaan Kembali Fasa Organik	26
E. Bagan Kerja	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
A. Penentuan Kondisi Optimum Ekstraksi Perak	28
1. Pengaruh pH Fasa Umpan.....	28
2. Pengaruh Konsentrasi <i>Carrier</i> D2EHPA.....	29

3. Pengaruh Lama Pengocokan	30
B. Ekstraksi Perak dari Limbah Rontgen	32
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	34
A. Kesimpulan	34
B. Saran	34
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	37

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Bongkahan Perak dan Penggunaan Perak	7
Gambar 2. Skema Proses Transpor Ag^+ melalui Ekstraksi Cair-Cair Dua Tahap.....	14
Gambar 3. Struktur D2EHPA	16
Gambar 4. Struktur Kompleks AgD2EHPA	16
Gambar 5. Skema Sederhana Alat AAS.....	17
Gambar 6. Bagan Penelitian	27
Gambar 7. Kurva Pengaruh pH Fasa Umpan terhadap % Ekstraksi Perak.....	28
Gambar 8. Kurva Pengaruh Konsentrasi D2EHPA terhadap % Ekstraksi Perak.....	30
Gambar 9. Kurva Pengaruh Lama Pengocokan terhadap % Ekstraksi Perak	31
Gambar 10. Pemakaian Ulang Fasa Organik.....	32

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Bagan Alir	37
Lampiran 2. Pengolahan Data	42

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pencemaran logam berat di Indonesia cenderung meningkat sejalan dengan meningkatnya proses industrialisasi. Pencemaran logam berat di lingkungan bisa menimbulkan bahaya bagi kesehatan, baik pada manusia, hewan, tanaman, maupun lingkungan. Logam berat dapat menimbulkan efek gangguan terhadap kesehatan manusia, tergantung pada bagian mana dari tubuh yang mengikat logam tersebut serta besar dosis paparannya. Efek toksik logam berat mampu menghalangi kerja enzim sehingga mengganggu metabolisme tubuh, menyebabkan alergi, bersifat mutagen, teratogen, atau karsinogen bagi manusia maupun hewan (Widowati dkk, 2008).

Tingkat toksisitas logam berat terhadap hewan air, mulai dari yang paling toksik adalah $Hg > Cd > Zn > Pb > Cr > Ni > Co$. Sementara itu, tingkat toksisitas terhadap manusia dari yang paling toksik adalah $Hg > Cd > Ag > Ni > Pb > As > Cr > Sn > Zn$ (Widowati dkk, 2008).

Salah satu logam berat yang banyak digunakan dalam industri adalah perak (Ag). Beberapa hasil penelitian tentang toksisitas senyawa perak terhadap tumbuh-tumbuhan, bakteri, hewan, dan manusia adalah sebagai berikut: dosis $10^{-4}M$ sampai dengan $10^{-5}M$ perak nitrat ($AgNO_3$) merupakan dosis lethal bagi tumbuh-tumbuhan semak, sedangkan dosis

0,0098 µg/mL merupakan dosis yang mematikan bagi tumbuhan jagung. Perairan yang mengandung 0,0001 µg/mL juga akan mematikan ikan yang terdapat di dalamnya. Toksisitas perak nitrat terhadap manusia tergolong cukup berbahaya karena dosis 10 gram perak nitrat menyebabkan kematian sedangkan pada dosis 3 gram dapat diselamatkan. Walaupun berbahaya, perak juga merupakan logam berharga yang banyak digunakan sebagai perhiasan, koin, antibakteri, alat-alat elektronik, dan fotografi (Cough *et al.*, 1979).

Berdasarkan sifat bahaya dan kegunaan perak tersebut, berbagai teknologi telah digunakan untuk mendapatkan Ag kembali dari limbah, terutama pada limbah fotografi, teknologi yang digunakan tergantung pada batas konsentrasi Ag. Perak yang terdapat pada limbah fotografi berada dalam bentuk kompleks anionik tiosulfat $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$. Kompleks ini dapat dipisahkan dari larutannya dengan cara elektrolisis, pergantian logam (*metallic replacement*), pengendapan, penukar ion, membran cair emulsi (ELM), dan adsorpsi dengan kitin (Songkroah *et al.*, 2003).

Metode elektrolisis dan pergantian logam mengubah senyawa kompleks perak tiosulfat menjadi logam Ag. Sedangkan metode pengendapan akan mengubah kompleks Ag menjadi bentuk endapan dengan penambahan zat pengendap misalnya sodium sulfida, sodium borohidrida, atau sodium dithionit. Keuntungan metode elektrolisis adalah kemurnian Ag yang didapat lebih besar namun metode ini hanya dapat digunakan pada konsentrasi perak yang tinggi. Sedangkan metode

pengendapan dan pergantian logam keuntungannya adalah biaya operasinya relatif murah, namun endapan yang dihasilkan tidak murni, sehingga membutuhkan pemurnian lebih lanjut. Selain itu metode ini tidak dapat digunakan pada konsentrasi Ag^+ kurang dari 100 mg/L. Metode resin penukar anion hanya efektif digunakan pada konsentrasi Ag^+ yang kecil yaitu kurang dari 1 mg/L dan biaya operasinya mahal (Songkroah *et al.*, 2003).

Metode lain yang dapat digunakan untuk rekoveri perak adalah metode membran cair berpendukung dan membran cair emulsi. Komponen utama dalam membran cair berpendukung adalah polipropilen dan senyawa pembawa yang larut dalam pelarut organik. Kelemahan metode ini adalah tersumbatnya polipropilen oleh banyak endapan, sehingga mengurangi proses transfer logam berikutnya ke fasa penerima. Selain itu, waktu yang diperlukan pun cukup lama (Djunaidi dkk, 2007). Sedangkan pada metode membran cair emulsi langkah percobaan dikelompokkan menjadi dua tahap, yaitu pembentukan emulsi dan ekstraksi. Kelemahan metode ini adalah sulitnya menjaga kestabilan emulsi yang terbentuk serta adanya penggembungan emulsi yang disebabkan masuknya fasa air yang ikut bersama zat yang diekstrak ke dalam fasa penerima. Selain itu untuk memperoleh logam di fasa internal dilakukan proses pemecahan emulsi dengan kecepatan putaran stirer atau dengan medan magnet frekuensi tinggi (Santoso, 2000).

Berdasarkan kelemahan pada metode yang telah digunakan tersebut, maka pada penelitian ini akan digunakan metode ekstraksi cair-cair dua tahap dalam proses rekoveri perak dari limbah film rontgen. Ekstraksi ini menggunakan senyawa pembawa (*carrier*) yang dilarutkan ke dalam pelarut organik. Metode ini merupakan pengembangan dari metode ekstraksi pelarut biasa. Perbedaannya adalah pada metode ekstraksi cair-cair dua tahap ekstraksi dilakukan dua tahap serta adanya penambahan senyawa reaktif (*carrier*) untuk meningkatkan transfer perak dari fasa umpan ke fasa organik (Schweitzer, 1998). Perak yang berada di fasa organik diekstraksi kembali dengan fasa air (penerima). Sehingga diharapkan dapat diperoleh konsentrasi perak dengan kadar kemurnian yang tinggi di fasa penerima. Selain itu, metode ini juga cukup efektif dan sederhana pengoperasiannya, ekonomis karena pelarut organik yang digunakan dapat digunakan secara berulang.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan pemaparan latar belakang penelitian ini, maka dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Berdasarkan metode yang telah dijelaskan di latar belakang, metode manakah yang paling baik untuk diterapkan pada rekoveri perak dari limbah rontgen?
2. Apakah teknik ekstraksi cair-cair dua tahap dapat digunakan untuk memisahkan logam perak dari limbah rontgen?

3. Apakah teknik ekstraksi cair-cair dua tahap lebih unggul dibandingkan teknik ekstraksi konvensional (satu tahap)?
4. Faktor apa saja yang mempengaruhi optimasi ekstraksi perak dengan menggunakan teknik ekstraksi cair-cair dua tahap?

C. Pembatasan Masalah

Berdasarkan latar belakang dan identifikasi masalah, maka untuk memperjelas ruang lingkup dalam penelitian ini dilakukan pembatasan masalah yaitu studi rekovery perak dari limbah rontgen dengan teknik ekstraksi cair-cair dua tahap menggunakan *carrier* asam di-2-etilheksilposfat (D2EHPA) dengan pengaruh pH fasa umpan, konsentrasi *carrier*, dan lama pengocokan.

D. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dan pembatasan masalah diatas, maka rumusan masalah yang diajukan dalam penelitian ini adalah “Apakah teknik ekstraksi cair-cair dua tahap dapat digunakan untuk memisahkan logam perak dari limbah rontgen?”.

E. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode yang efektif dalam merekovery perak dari limbah rontgen.

F. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai salah satu metode alternatif dalam pengolahan limbah rontgen, sehingga dapat digunakan kembali dan mengurangi pencemaran lingkungan.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Landasan Teori

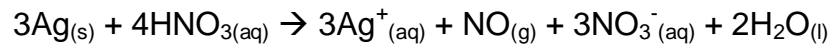
1. Perak dan Sifat-sifatnya

Perak (*Argentum*) adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Ag dan nomor atom 47, termasuk logam transisi lunak, berwarna putih, mengkilap, rapatannya tinggi ($10,5 \text{ gram mL}^{-1}$) dan melebur pada suhu $960,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (Dean, 1999). Perak memiliki konduktivitas listrik dan panas tertinggi di antara semua logam, terdapat dalam mineral dan dalam bentuk bebas, digunakan dalam koin, perhiasan, antibakteri, peralatan elektronik, dan fotografi (Anonim, 2010). Bentuk bongkahan perak dan beberapa penggunaan perak dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Bongkahan Perak dan Penggunaan Perak dalam Piala, Perhiasan dan Uang Logam (Anonim, 2010)

Perak tidak larut dalam asam klorida, asam sulfat encer (1M) atau asam nitrat encer (2M), tetapi larut dalam asam nitrat yang lebih pekat (8M). Pelarutan dengan asam nitrat (8M) akan mengoksidasi logam perak menjadi ion perak seperti reaksi di bawah ini (Svehla, 1990):



Proses pelarutan logam perak dengan asam nitrat pekat seperti pada reaksi di atas akan menghasilkan garam perak nitrat. Kristal garam perak nitrat merupakan bahan dasar dalam pembuatan perak bromida (AgBr) yang terutama dipakai dalam industri pembuatan film. Disamping itu perak nitrat juga digunakan sebagai bahan dasar pada industri pembuatan kaca cermin, cat rambut, tinta merk, dan penyepuhan (elektroplating). Dari berbagai kegiatan industri tersebut, pembuatan film mendominasi hingga 30% dalam penggunaan bahan baku perak.

2. Limbah Radiologi

Lembaran film yang digunakan dalam fotografi maupun dalam proses rontgen adalah suatu lembaran plastik yang dilapisi kristal perak bromida (AgBr). Pada proses pencucian film, lapisan perak pada lembaran film tersebut akan larut bersama dengan cairan pencuci yang disebut larutan *fixer*. Hal ini menyebabkan pada limbah *fixer* terdapat perak dengan kadar cukup tinggi dan berbahaya jika dibuang ke perairan (Anonim, 2007).

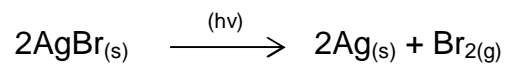
Larutan *fixer* mengandung natrium tiosulfat, natrium sulfit dan natrium bisulfit, kalium alumunium sulfat, dan asam asetat sebagai buffer. Larutan *fixer* secara lambat menimbulkan gas sulfur dioksida. Gas ini bersifat toksik dan sangat sensitif bagi pengidap asma.

3. Proses Pengolahan dan Pencucian Film Rontgen

Pada proses pengolahan dan pencucian film rontgen terdiri dari tiga tahap yaitu (Anonim, 2007) :

a. Proses pemotretan/penangkapan gambar

Ketika lembaran film fotografi kontak dengan cahaya, maka tidak langsung terlihat ada perubahan. Gambar akan muncul setelah lembaran film dicelupkan ke dalam larutan *developer*. Pada proses tersebut akan terjadi penguraian perak bromida pada lembaran film seperti reaksi dibawah ini:

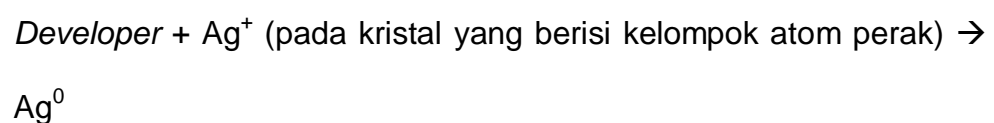


Banyak atau sedikitnya penguraian perak bromida sangat tergantung waktu dan kekuatan cahaya.

b. Proses *developing*

Ketika lapisan film diproses di dalam larutan *developer*, hanya kristal yang mengandung kelompok-kelompok logam perak yang berubah menjadi hitam. Sedangkan bagian yang lain berubah menjadi tidak berwarna. Lapisan kristal yang berwarna hitam membentuk suatu bentuk gambar yang difoto akibat reduksi dari ion perak menjadi logam perak oleh larutan *developer*. Untuk lembaran film foto rontgen proses di *developer* ini berlangsung selama 10 detik.

Reaksi yang terjadi sebagai berikut :

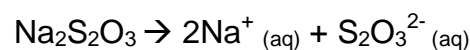


Developer + Ag^+ (pada kristal yang tidak berisi kelompok atom perak) \rightarrow tidak ada reaksi

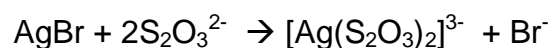
Gambar yang muncul belum stabil sehingga perlu proses selanjutnya yaitu pencucian dengan pelarut *fixer*.

c. Proses pencucian *fixer*

Setelah proses *developing* di dalam larutan *developer* berhenti, pada lapisan film masih berisi kristal AgBr yang tidak kontak dengan cahaya. Bagian lapisan tersebut sensitif terhadap cahaya sehingga harus disisihkan. Jika tidak, bagian tersebut akan berubah menjadi hitam apabila kontak dengan cahaya. Akibatnya semua bagian gambar menjadi hitam. Kristal-kristal AgBr tidak larut dalam air sehingga harus dicuci dengan *fixer*. *Fixer* mengandung natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) yang terlarut di dalam air menjadi ion tiosulfat ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$):

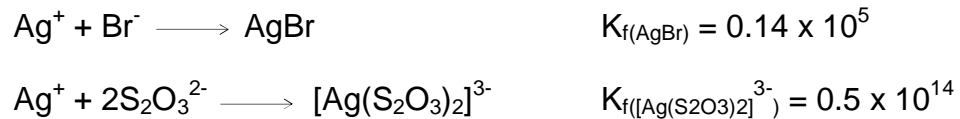


Ion tiosulfat bereaksi dengan AgBr sehingga membentuk senyawa terlarut, ditiosulfatoargentat (I):



Dengan demikian AgBr dapat dibersihkan dan lembaran film tidak lagi sensitif terhadap cahaya. Sedangkan larutan kompleks perak tiosulfat terdapat pada *fixer* sebagai limbah.

Larutan endapan AgBr pada saat penghentian gambar dengan larutan tiosulfat secara teoritis dapat dilihat dari perbandingan konstanta pembentukan senyawa antara keduanya.



Konstanta pembentukan senyawa kompleks peraktiosulfat lebih besar dibandingkan konstanta pembentukan senyawa AgBr, hal ini menyebabkan AgBr dapat larut di dalam larutan tiosulfat pada proses pencetakan kertas foto. Senyawa kompleks peraktiosulfat yang terbentuk dari hasil pencetakan merupakan senyawa yang stabil, hal ini dapat dilihat dari konstanta disosiasinya yang kecil yaitu $K_D = 2 \times 10^{-14}$ (Yanto, 1997).

4. Mekanisme dan Proses Difusi

Ekstraksi pelarut atau disebut juga ekstraksi cair-cair merupakan metode pemisahan yang paling baik dan populer. Alasan utamanya adalah bahwa pemisahan ini dapat dilakukan baik dalam skala mikro ataupun makro. Metode ini tidak memerlukan alat yang khusus dan canggih kecuali corong pemisah. Prinsip metode ini didasarkan pada distribusi tertentu antara dua pelarut yang tidak saling bercampur, seperti benzena, karbon tetraklorida atau kloroform. Batasannya adalah zat terlarut dapat ditransfer pada jumlah yang berbeda dalam kedua fase pelarut. Metode ini dapat digunakan untuk kegunaan preparatif,

pemurnian, memperkaya, pemisahan serta analisis, kemudian berkembang menjadi metode yang baik, sederhana, cepat dan dapat digunakan untuk ion-ion logam yang bertindak sebagai *tracer* (pengotor) dan ion-ion logam dalam jumlah makrogram (Khopkar, 1990).

Koefisien distribusi (K_D) atau koefisien partisi yang merupakan tetapan keseimbangan yang merupakan kelarutan relatif dari suatu senyawa terlarut dalam dua pelarut yang tidak bercampur (Sudjadi, 1983). Hubungan kuantitatif inilah yang dikenal sebagai hukum distribusi dan dapat dinyatakan dengan persamaan berikut:

$$KD = \frac{[A]_1}{[A]_2}$$

Dengan,

K_D = koefisien distribusi

$[A]_1$ = konsentrasi spesi A pada fasa 1

$[A]_2$ = konsentrasi spesi A pada fasa 2

Dalam pemisahan berbagai ion logam, dapat dilakukan melalui metode ekstraksi pelarut yang terlebih dahulu membentuk spesi netral dari logam bersangkutan. Kompleks tidak bermuatan dapat dibentuk melalui proses pembentukan kelat (yaitu kelat netral), solvasi atau pembentukan pasangan ion. Salah satu cara yang umum dilakukan dalam hal ini melalui pembentukan senyawa kompleks atau senyawa kelat dengan pereaksi organik yang bersifat ligan (Masykuri, 2000). Pada proses pembentukan kelat, karakteristik umum kelat tergantung pada sifat basa dari ligan

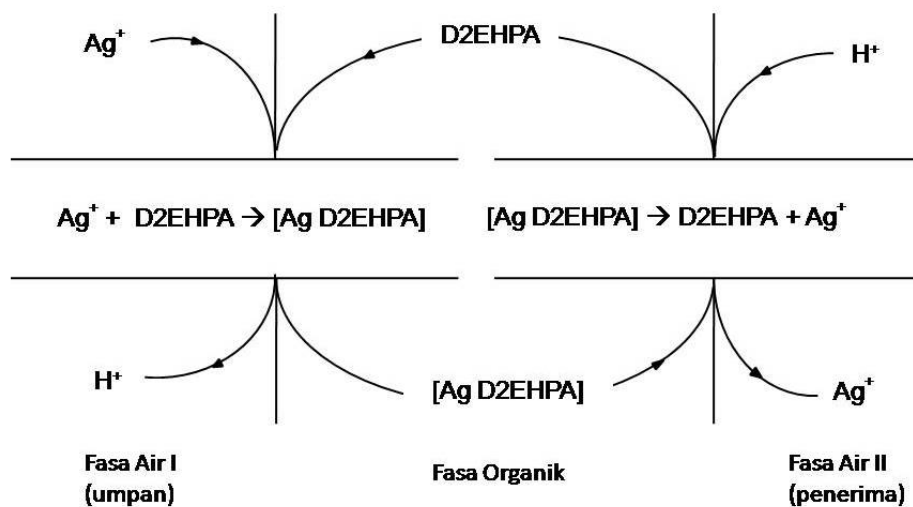
pengkelat, keasaman ion logam, dan faktor-faktor yang berasal dari logam kelat sendiri (Khopkar, 1990).

Pemisahan logam menggunakan metode ekstraksi pada umumnya kurang efektif. Bahkan logam yang dipisahkan kemurniannya relatif rendah. Oleh karena itu dikembangkanlah suatu metode baru yaitu ekstraksi cair-cair dua tahap, sehingga dapat dihasilkan kemurnian logam yang lebih tinggi. Ekstraksi cair-cair dua tahap memiliki prinsip yang hampir sama seperti ekstraksi biasa, hanya pada ekstraksi cair-cair dua tahap memiliki keunggulan yaitu adanya penambahan senyawa *carrier* yang dapat menstabilkan logam dalam bentuk kompleks sehingga pada saat ekstraksi, logam yang akan dipisahkan terdistribusi ke dalam fasa organik. Selanjutnya logam yang terdistribusi ke dalam fasa organik dapat diekstraksi kembali sehingga diperoleh fasa air yang mengandung garam logam yang lebih murni daripada fasa organik. *Carrier* dalam fasa organik dapat digunakan kembali untuk ekstraksi berikutnya. Hal tersebut masuk dalam azas *Green Chemistry* yaitu hemat zat sehingga dapat mengurangi pembuangan zat kimia di lingkungan.

Mekanisme transpor ekstraksi cair-cair dua tahap didasarkan pada jenis reaksi pengompleksan antara logam yang terlarut dalam fasa umpan dengan *carrier* di fasa organik menghasilkan senyawa kompleks yang langsung tertransport ke fasa organik (Lee, 2004). Senyawa kompleks terstripping ke fasa penerima, kemudian logam akan terlepas dengan *carrier* karena adanya penambahan asam. Senyawa *carrier* yang telah

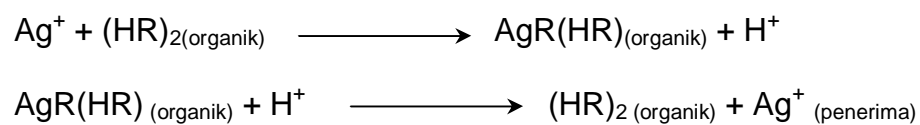
melepas logam kembali ke permukaan fasa organik sehingga diperoleh garam logam murni di fasa penerima yang dapat dimanfaatkan kembali.

Secara keseluruhan proses transpor berpasangan difusi ion digambarkan seperti gambar 2.



Gambar 2. Skema Proses Transpor Ag^+ Melalui Ekstraksi Cair-cair Dua Tahap

Proses transpor ion Ag^+ secara singkat adalah sebagai berikut :



D2EHPA di dalam fasa organik berada dalam keadaan dimer $(HR)_2$. Pada saat ekstraksi pertama di fasa umpan ion Ag^+ akan membentuk kompleks dengan $(HR)_2$ yaitu $AgR(HR)$ dalam fasa organik dan melepaskan H^+ ke fasa umpan. Selanjutnya kompleks $AgR(HR)$ terurai karena ada HNO_3 di fasa penerima sehingga Ag^+ akan tertransfer

ke fasa penerima membentuk AgNO_3 sedangkan HR_2^- dengan H^+ akan menjadi $(\text{HR})_2$ dan kembali ke fasa organik.

5. *Carrier* (senyawa reaktif)

Fungsi *carrier* secara umum adalah sebagai ekstraktan, pengompleks dan penukar ion. Syarat yang dimiliki senyawa *carrier* antara lain : mempunyai *fluks* serta selektivitas pemisahan yang tinggi, mempunyai difusi yang besar, dapat larut dalam pelarut organik yang sesuai dan dapat digunakan dalam jumlah sedikit (Coelhose *et al.*, 1995).

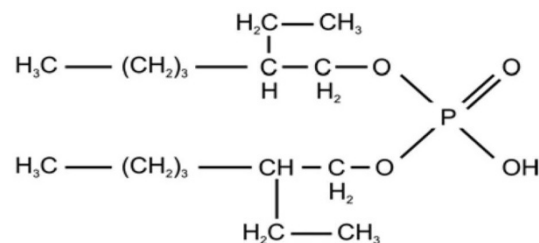
Senyawa *carrier* berfungsi untuk mentransfer suatu zat dari fasa umpan ke fasa penerima melalui pembentukan senyawa kompleks. Senyawa *carrier* agar dapat berperan dengan baik sebagai fasilitas transpor harus mempunyai sifat-sifat sebagai berikut (Mulder, 1996):

- a. Dapat larut dalam pelarut organik yang sesuai
- b. Mempunyai selektivitas yang tinggi terhadap kation
- c. Mempunyai koefisien distribusi yang besar dalam fasa membran
- d. Dapat membentuk kompleks dengan baik dan mempunyai kestabilan yang tinggi pada daerah yang dikehendaki
- e. Dapat berdifusi dengan kecepatan yang tinggi melalui fasa membran
- f. Dapat digunakan dalam jumlah yang relatif sedikit.

Dalam hal ini senyawa *carrier* berfungsi untuk mentransfer logam Ag (I) dari fasa umpan ke penerima melalui pembentukan senyawa

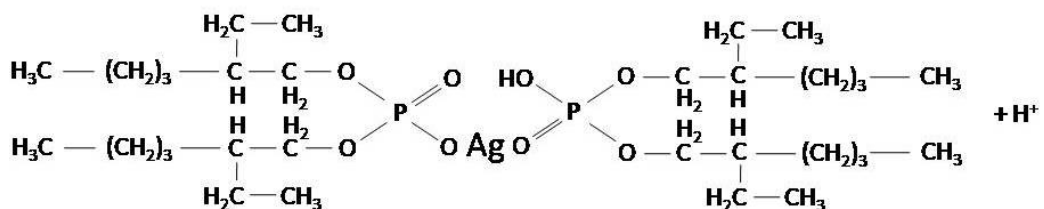
kompleks. Senyawa *carrier* dapat bersifat asam, basa, atau netral (Lee, 2004). Senyawa pembawa (*carrier*) sangat menentukan efektivitas (persen ekstraksi) dan selektivitas pada berbagai teknik ekstraksi.

Carrier yang digunakan dalam ekstraksi perak adalah asam di-2-etil heksil posfat (D2EHPA). Struktur molekul D2EHPA dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Struktur D2EHPA (Djunaidi dkk, 2007)

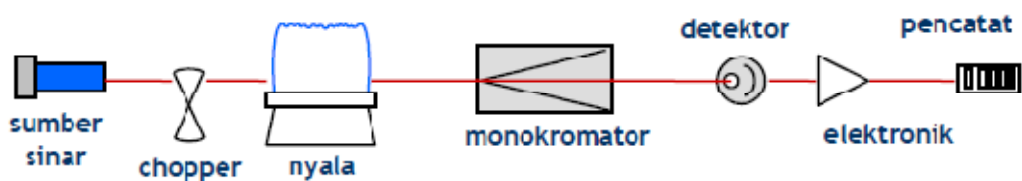
Selanjutnya senyawa *carrier* D2EHPA akan melepaskan ion H^+ dan membentuk kompleks dengan ion Ag^+ dari fasa umpan. Senyawa kompleks ini terdiri dari satu ion Ag^+ dan dua molekul D2EHPA. Hal ini dikarenakan adanya elektron bebas pada oksigen sehingga memungkinkan terjadinya ikatan koordinasi dengan ion Ag^+ . Struktur kompleks AgD_2EHPA dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Struktur Kompleks AgD_2EHPA

6. Spektrofotometri Serapan Atom

Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merupakan metode analisis untuk penentuan kadar unsur-unsur logam dan metaloid berdasarkan pada penyerapan (absorbansi) radiasi oleh atom bebas unsur tersebut (Miller dan Rutzke, 2003). Disamping relatif sederhana, metode ini juga selektif dan sangat sensitif. Metode analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Secara umum skema sederhana alat SSA ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 5. Skema Sederhana Alat SSA (Bachri, 2008)

Komponen Dasar SSA meliputi sumber radiasi, modulator, unit atomisasi, monokromator, detektor, amplifier, dan piranti pembacaan. Secara sederhana prinsip kerja SSA adalah sebagai berikut: sinar radiasi yang dihasilkan oleh lampu katode berongga (*Hollow Cathode Lamp*) diteruskan ke pembagi. Sinar bagi digunakan sebagai referensi, dan sinar lurus diteruskan ke atom-atom sampel yang diatomisasi melalui nyala maupun listrik tegangan tinggi. Sinar yang telah melewati atom sampel masuk ke dalam monokromator. Sinar monokromatis yang dihasilkan ditangkap oleh detektor, diamplifikasi, diolah dan dicatat oleh *recorder*

secara komputerisasi. Hasil bacaan berupa absorbansi, selanjutnya ditetapkan melalui sistem ini (Miller dan Rutzke, 2003).

B. PENELITIAN YANG RELEVAN

Penelitian *recovery* perak dari limbah cuci cetak dengan metode ELM telah dilakukan oleh Santoso (2000) dan Hadikawuryan (2005). Dalam limbah ini Ag^+ berada dalam bentuk $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$. Santoso menggunakan zat pembawa dimetil dioktadesil amonium bromida (penukar anion) dalam kerosen dan surfaktan SPAN 80 dengan efisiensi transpor perak sebesar 77,33%, sedangkan Hadikawuryan menggunakan D2EHPA-TBP 1 M dalam kerosen dan surfaktan SPAN 80 dengan efisiensi transpor perak sebesar 89,27%.

Rahmawati (2005) menggunakan metode SLM untuk mengambil perak dari larutan limbah buatan yang mengandung perak dan timbal. Sebagai membran pendukung digunakan (politetrafluoroetilen) PTFE dengan pembawa D2EHPA dalam kerosen. Persen transpor ion perak tertinggi diperoleh pada pH fasa umpan 3 dan fasa penerima 0,74 dengan HCl sebagai fasa penerima yaitu sebesar 82%.

Penelitian selanjutnya dilakukan oleh Djunaidi (2007) menggunakan metode yang sama untuk mengambil perak dari limbah fotografi. Dengan menggunakan membran pendukung, senyawa pembawa dan pelarut yang sama. Dari penelitian ini diperoleh persen transpor perak dari limbah fotografi dengan variasi pH larutan umpan

memberikan persen transpor perak optimum pada pH 2,5 yaitu 96,44% dengan larutan penerima HCl, sedangkan untuk persen transpor perak pada fasa penerima dengan variasi larutan penerima memberikan hasil optimum pada larutan penerima (HCl-EDTA) yaitu 63,85% dan untuk variasi konsentrasi larutan umpan memberikan hasil optimum pada pengenceran 10 kali.

C. KERANGKA BERPIKIR

Berdasarkan kelemahan pada metode rekoveri perak yang sudah pernah dilakukan, antara lain yaitu perak yang dihasilkan tidak murni, memerlukan waktu cukup lama, dan menggunakan alat yang cukup rumit, maka muncul suatu ide untuk mengembangkan metode baru agar perolehan kembali perak terutama pada limbah rontgen dapat dilakukan secara sederhana, efektif, dan efisien. Metode yang digunakan adalah ekstraksi cair-cair dua tahap yang menggunakan prinsip pemisahan antara dua pelarut yang tidak saling campur dengan menambahkan senyawa pembawa pada fasa organik untuk meningkatkan persen ekstraksi.

Metode ekstraksi cair-cair dua tahap merupakan metode yang sederhana karena alat yang digunakan hanya membutuhkan corong pisah dan proses pemisahan dilakukan tidak membutuhkan waktu yang lama. Metode ekstraksi cair-cair dua tahap juga efektif dan efisien karena dalam proses ekstraksi ditambahkan senyawa pembawa (*carrier*) D2EHPA, yang

diharapkan dapat meningkatkan perolehan perak pada fasa penerima. Hal ini karena transpor perak dari fasa umpan ke fasa organik tidak hanya didorong oleh adanya gradien konsentrasi, namun juga melalui kemampuan D2EHPA yang membentuk kompleks dengan perak di fasa organik. Selain itu, dengan menggunakan HNO_3 sebagai fasa penerima, maka perak yang dihasilkan dalam kemurnian yang tinggi yaitu dalam bentuk AgNO_3 .

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Tujuan Operasional Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode yang efektif dalam merekoveri perak dari limbah rontgen.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada Juli 2010 sampai Maret 2011. Lokasi penelitian :

1. Laboratorium kimia kampus A Universitas Negeri Jakarta
2. Laboratorium afiliasi kimia Universitas Indonesia

C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen yang meliputi:

1. Preparasi reagensia.
2. Penentuan kondisi optimum ekstraksi perak meliputi pengaruh pH larutan fasa umpan, konsentrasi senyawa reaktif (*carrier*), serta pengaruh lama pengocokan ekstraksi.
3. Rekoveri perak dari limbah rontgen

4. Penetapan konsentrasi perak dengan spektrofotometer serapan atom.

D. Instrumentasi Penelitian

1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah corong pisah (Pyrex), spektrometer serapan atom (Simadzu AA-6300), pH meter (Eutech) dan alat-alat gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium kimia. Sementara bahan yang digunakan adalah larutan sampel limbah rontgen, kerosin (pa), D2EHPA (Sigma), AgNO_3 (Merck), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Merck), HNO_3 (Merck), dan aquades.

2. Prosedur Kerja

Tahapan prosedur kerja terdiri dari empat tahap, yaitu:

- a. Preparasi reagensia,
- b. Penentuan kondisi optimum ekstraksi perak
- c. Rekoveri perak dari limbah rontgen

Cara kerja tahap-tahap tersebut dijelaskan sebagai berikut :

a. Preparasi Reagensia

- 1) Larutan standar perak 100 ppm

Sebanyak 0,015748 gram AgNO_3 dilarutkan dengan aquades dalam gelas kimia 50 mL. Larutan dipindahkan ke dalam labu

ukur 100 mL lalu diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

2) Pra reparasi limbah rontgen

Sebelum limbah rontgen dianalisis lebih lanjut, maka perlu dilakukan pra reparasi limbah antara lain: penyaringan, mengukur pH, mengukur kandungan perak, dan melakukan pengenceran.

b. Penentuan Kondisi Optimum Ekstraksi Perak

1) Pengaruh pH pada fasa umpan

Sebanyak 10,0 mL larutan AgNO_3 dengan pH tertentu (variasi pH: 1, 3, 5, 7, 9) dimasukkan ke dalam corong pisah berkapasitas 250 mL. Selanjutnya ditambahkan 10,0 mL larutan D2EHPA 0,25 M dalam kerosin. Campuran dikocok selama lima menit dan selanjutnya didiamkan hingga lapisan air dan lapisan fasa organik memisah dengan sempurna. Setelah fasa organik dipisahkan dari fasa air, selanjutnya ke dalam fasa organik ditambahkan 10,0 mL larutan HNO_3 dengan pH 0,75 untuk mengekstrak kembali logam Ag^+ yang berada di fasa organik. Campuran dikocok selama lima menit dan didiamkan agar fasa air dan fasa organik memisah dengan sempurna. Tahap berikutnya adalah memisahkan fasa air dan fasa organik. Kemudian fasa air dilakukan pengukuran dengan SAA.

2) Pengaruh *Carrier* D2EHPA

Sebanyak 10,0 mL larutan AgNO_3 dengan pH optimum yang diperoleh pada proses optimasi (langkah 1) dimasukkan ke dalam corong pisah berkapasitas 250 mL. Selanjutnya ditambahkan 10,0 mL larutan D2EHPA (variasi konsentrasi $0,250 \text{ molL}^{-1}$; $0,500 \text{ molL}^{-1}$; $0,750 \text{ molL}^{-1}$; $1,00 \text{ molL}^{-1}$; $1,50 \text{ molL}^{-1}$). Campuran dikocok selama lima menit dan selanjutnya dibiarkan hingga lapisan air dan lapisan fasa organik memisah dengan sempurna. Setelah fasa organik dipisahkan dari fasa air, selanjutnya ke dalam fasa organik ditambahkan 10,0 mL larutan HNO_3 dengan pH 0,75 untuk mengekstrak kembali logam Ag^+ yang berada di fasa organik. Campuran dikocok selama lima menit dan dibiarkan agar fasa air dan fasa organik memisah dengan sempurna. Tahap berikutnya adalah memisahkan fasa air dan fasa organik. Kemudian fasa air dilakukan pengukuran dengan SAA.

3) Pengaruh lama pengocokan

Sebanyak 10,0 mL larutan AgNO_3 dengan pH optimum yang diperoleh pada proses optimasi sebelumnya dimasukkan ke dalam corong pisah berkapasitas 250 mL. Selanjutnya ditambahkan 10,0 mL larutan D2EHPA dengan konsentrasi

optimum. Campuran dikocok selama waktu tertentu (variasi waktu: 3, 5, 7 menit) selanjutnya dibiarkan hingga lapisan air dan lapisan fasa organik memisah dengan sempurna. Setelah fasa organik dipisahkan dari fasa air, selanjutnya ke dalam fasa organik ditambahkan 10,0 mL larutan HNO_3 dengan pH 0,75 untuk mengekstrak kembali logam Ag^+ yang berada di fasa organik (fasa penerima). Campuran dikocok selama waktu tertentu pula (variasi waktu: 3, 5, 7 menit) dan dibiarkan agar fasa air dan fasa organik memisah dengan sempurna. Tahap berikutnya adalah memisahkan fasa air dan fasa organik. Kemudian fasa air dilakukan pengukuran dengan SAA.

c. Aplikasi dengan menggunakan limbah rontgen

Kondisi optimum yang diperoleh yaitu pH fasa umpan, konsentrasi D2EHPA, dan lama pengocokan, digunakan untuk ekstraksi perak dari limbah rontgen.

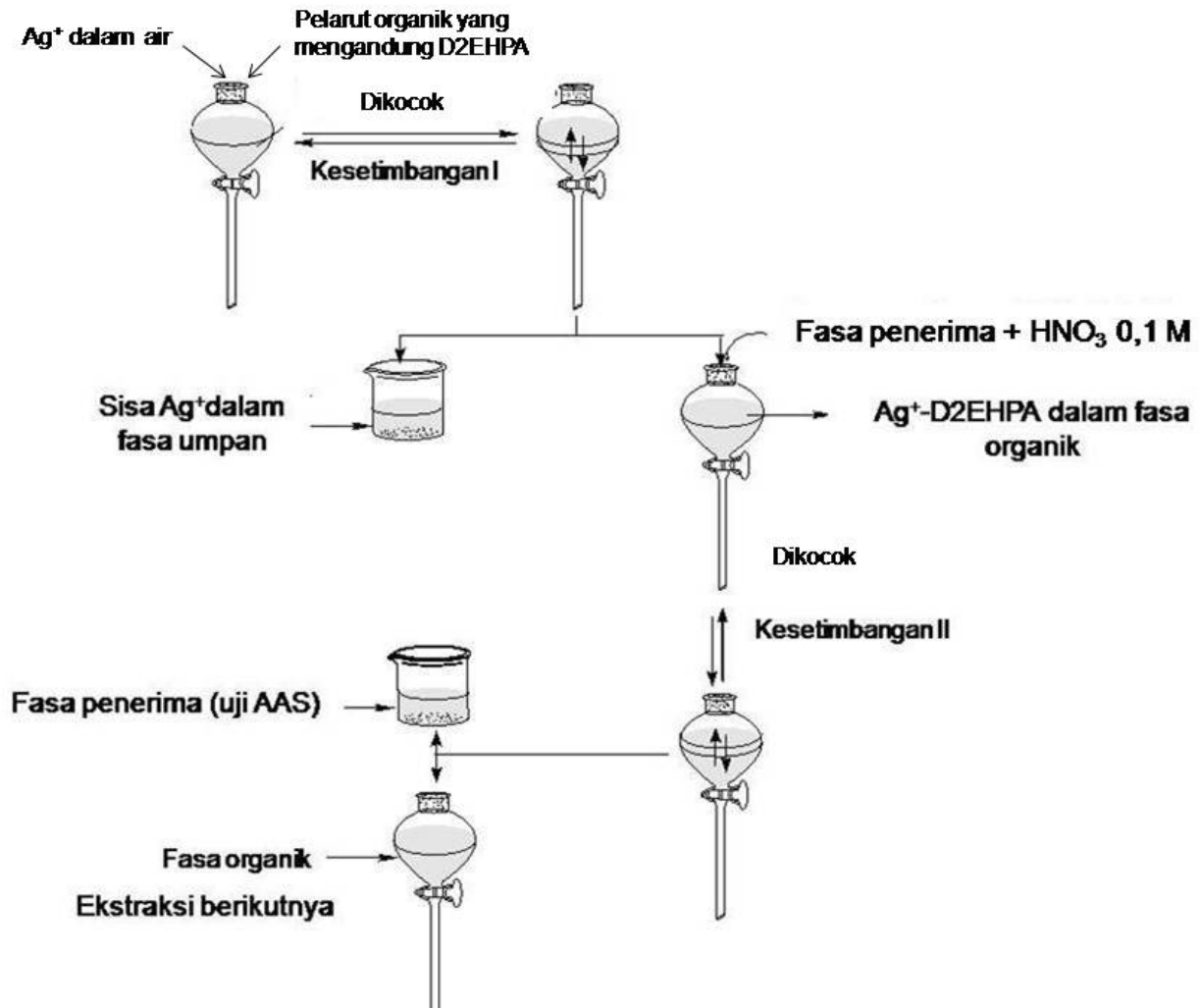
Sebanyak 10,0 mL limbah rontgen dimasukkan ke dalam corong pisah berkapasitas 250 mL, selanjutnya ditambahkan 10,0 mL larutan D2EHPA. Campuran dikocok (semua kondisi dalam keadaan optimum) selanjutnya dibiarkan hingga lapisan air dan lapisan fasa organik memisah dengan sempurna. Setelah fasa organik dipisahkan dari fasa air, selanjutnya ke dalam fasa organik ditambahkan 10,0 mL larutan HNO_3 dengan pH 0,75 untuk

mengestrak kembali logam Ag yang berada di fasa organik. Campuran dikocok dengan waktu pengocokan optimum dan didiamkan agar fasa air dan fasa organik memisah dengan sempurna. Tahap berikutnya adalah memisahkan fasa air dan fasa organik. Kemudian fasa air dilakukan pengukuran dengan SAA.

d. Uji coba penggunaan kembali fasa organik

Setelah fasa organik dipisahkan dari fasa air, selanjutnya fasa organik digunakan kembali untuk ekstraksi limbah perak berikutnya.

E. Bagan Kerja



Gambar 6. Bagan Penelitian

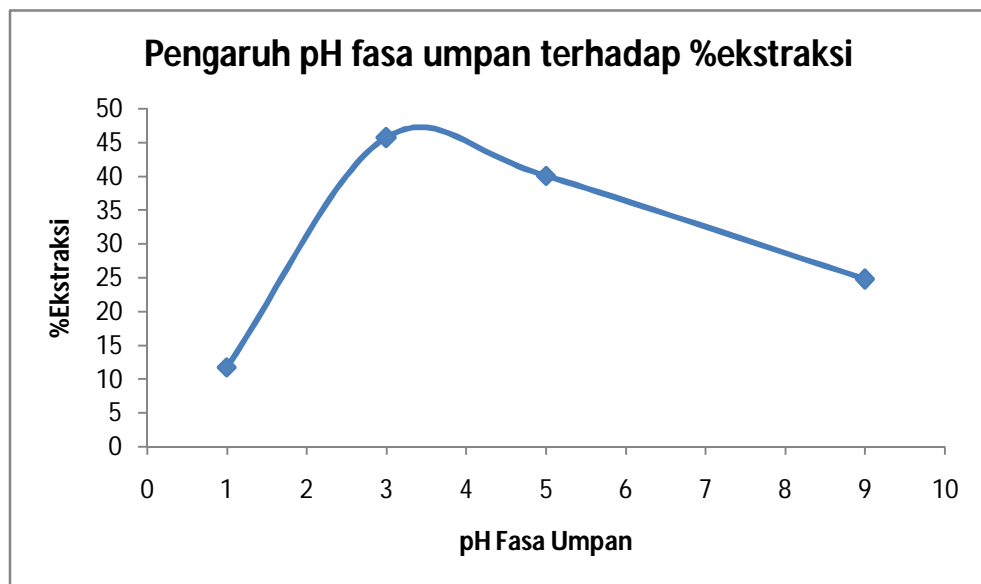
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penentuan Kondisi Optimum Ekstraksi Perak

1. Pengaruh pH Fasa Umpan

Kondisi pH sangat berpengaruh pada proses ekstraksi logam, hal ini karena pada pH yang berbeda, keadaan spesi logam juga berbeda. Dalam ekstraksi ini spesi Ag yang diharapkan adalah berada dalam keadaan ion Ag^+ agar dapat membentuk kompleks dengan *carrier* D2EHPA yang bermuatan negatif membentuk kompleks AgD_2EHPA yang netral sehingga dapat tertransfer ke fasa organik.



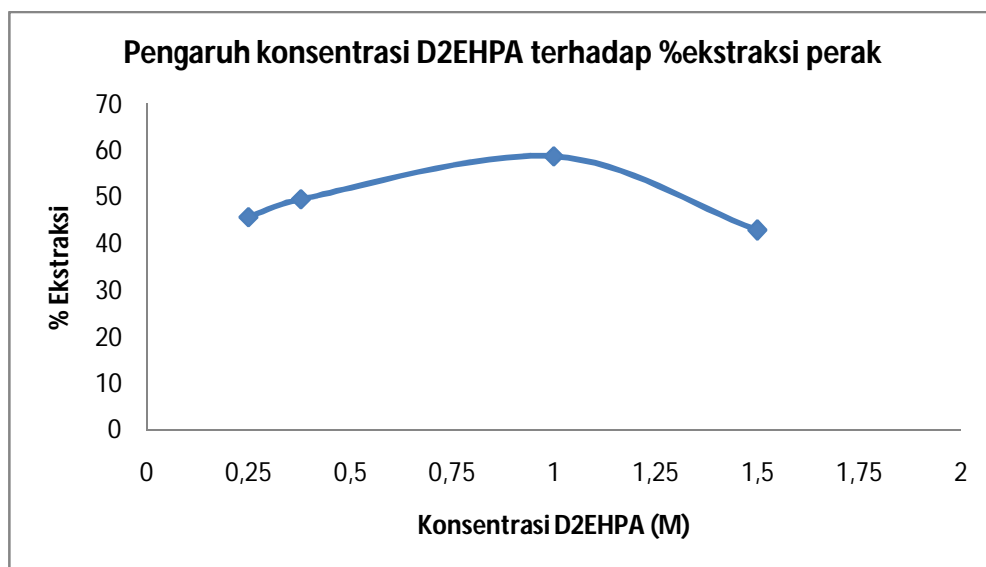
Gambar 7. Kurva Pengaruh pH Fasa Umpan terhadap % Ekstraksi Perak

Berdasarkan gambar 7 terlihat bahwa persen ekstraksi perak paling tinggi pada pH 3 (asam). Hal ini sesuai dengan diagram pourbaix dimana Ag berada pada spesi ion Ag^+ pada pH rendah sedangkan pada pH basa Ag berada dalam bentuk AgOH . Pada pH 1 persen ekstraksi lebih rendah dari pH 3, hal ini dikarenakan pada pH 1 terjadi endapan, demikian juga yang terjadi pada pH diatas 3.

Selain itu, pH pada fasa umpan juga berperan dalam pelepasan ion H^+ dari *carrier* D2EHPA, sehingga mampu membentuk kompleks dengan ion Ag^+ . Semakin rendah pH pada fasa umpan maka konsentrasi ion H^+ pada fasa umpan semakin tinggi, hal ini akan menghambat pelepasan ion H^+ dari *carrier* D2EHPA. Oleh karena itu perlu dipelajari juga pengaruh adanya gradien pH antara fasa umpan dan fasa organik.

2. Pengaruh Konsentrasi *Carrier* D2ehpa

Senyawa asam di-2-etil heksilposfat (D2EHPA) adalah senyawa asam yang dapat melepaskan ion H^+ sehingga D2EHPA bermuatan negatif. Di dalam fasa organik senyawa ini dapat membentuk kompleks AgD2EHPA dengan ion Ag^+ yang tak bermuatan sehingga memungkinkan kompleks ini terekstrak ke fasa organik.



Gambar 8. Kurva Pengaruh Konsentrasi D2EHPA terhadap % Ekstraksi Perak

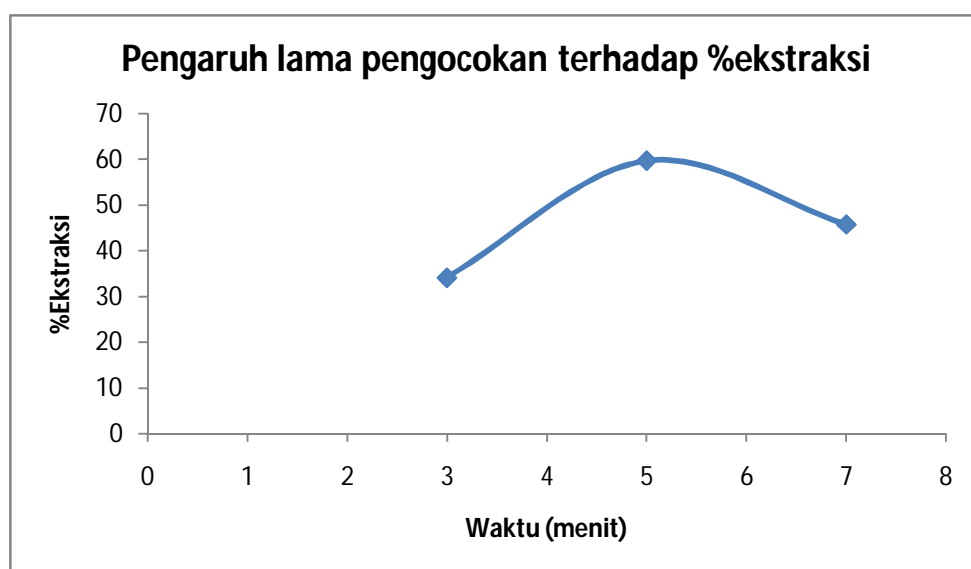
Berdasarkan gambar 8 terlihat bahwa konsentrasi D2EHPA yang optimal pada 1 M dengan perolehan persen ekstraksi sebesar 58,8%. Sedangkan pada konsentrasi lebih dari 1 M persen ekstraksi menurun, hal ini dikarenakan pada konsentrasi yang tinggi molekul-molekul D2EHPA lebih rapat sehingga mobilitasnya berkurang. Kemampuan *carrier* untuk membawa ion perak ke dalam fasa organik menurun. Pada konsentrasi D2EHPA kurang dari 1 M juga menurunkan persen ekstraksi. Hal ini dikarenakan pada konsentrasi D2EHPA yang kecil pasangan kompleks yang terbentuk juga sedikit sehingga difusi ke dalam fasa organik menurun.

3. Pengaruh Lama Pengocokan

Lama pengocokan sangat berpengaruh terhadap hasil ekstraksi karena selama pengocokan terjadi kontak antara fasa air

dan fasa organik. Jika lama pengocokan dibawah waktu optimum, kontak yang terjadi maksimal antara dua fasa belum maksimal. Begitu juga apabila lama pengocokan dilakukan diatas waktu optimum maka akan terbentuk emulsi yang sulit dipisahkan fasa air dan fasa organiknya.

Pengaruh lama pengocokan terhadap ekstraksi perak dapat dilihat pada gambar 9.



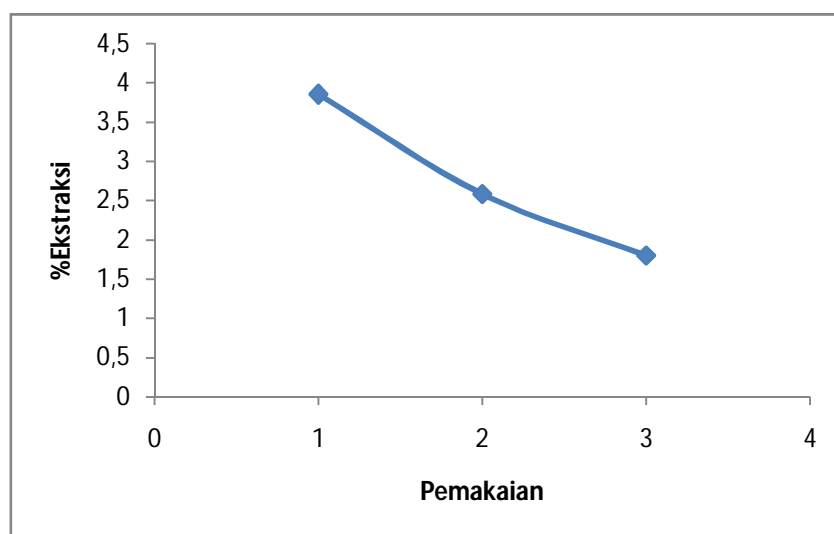
Gambar 9. Kurva Pengaruh Lama Pengocokan terhadap % Ekstraksi Perak

Berdasarkan gambar 9 dapat dilihat bahwa persen ekstraksi optimum pada lama pengocokan lima menit. Pada pengocokan kurang dari 5 menit persen ekstraksi lebih kecil. Penyebabnya adalah kompleks yang terbentuk masih belum sempurna sehingga ion perak yang tertransfer ke fasa organik juga sedikit. Sedangkan pada pada pengocokan lebih dari 5 menit persen ekstraksi juga menurun, hal ini dikarenakan pada waktu yang terlalu lama akan

terbentuk emulsi sehingga ion perak terperangkap di fasa emulsi dan tidak bisa terekstraksi di fasa organik.

B. Ekstraksi Perak dari Limbah Rontgen

Limbah rontgen yang mengandung perak berasal dari limbah fixer, berwarna jernih kekuningan, memiliki pH sebesar 4,8 dan kadar perak yang terkandung sebesar 3.898 ppm. Oleh karena itu sebelum dilakukan ekstraksi sampel diencerkan terlebih dahulu agar tidak melampaui kapasitas maksimal sehingga ekstraksi dapat maksimal.



Gambar 10. Pemakaian Ulang Fasa Organik

Pada gambar 10 terlihat bahwa persen ekstraksi perak pada limbah rontgen sebesar 3,85%. Kecilnya persen ekstraksi ini dikarenakan adanya matriks kompleks peraktiosulfat yang mengganggu dan sangat stabil sehingga ion perak yang membentuk kompleks dengan *carrier* D2EHPA menjadi sedikit. Selain itu dalam limbah rontgen juga terdapat

senyawa lain yang mengganggu terbentuknya kompleks Ag dengan D2EHPA yaitu natrium sulfit, natrium bisulfit, kalium alumunium sulfat dan asam asetat. Penurunan persen ekstraksi pada pemakaian fasa organik secara berulang (sebanyak tiga kali) juga dapat dilihat pada gambar 10. Penurunan ini dikarenakan komposisi fasa organik berubah yaitu perubahan konsentrasi D2EHPA yang merupakan asam lemah dan sedikit bersifat polar sehingga dapat larut juga di fasa penerima. Semakin banyak D2EHPA yang larut di fasa penerima akan mengurangi konsentrasi pada fasa organik, dengan demikian konsentrasi *carrier* di fasa organik sudah tidak optimum lagi sehingga persen ekstraksi akan menurun.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut: proses rekoveri perak dari limbah rontgen dengan metode ekstraksi cair-cair dua tahap menggunakan carrier D2EHPA berhasil dilakukan yang ditunjukkan dengan persen ekstraksi sebesar 3,85%.

Kondisi optimum yang diperlukan untuk melakukan ekstraksi yaitu pH fasa umpan adalah 3, konsentrasi *carrier* D2EHPA sebesar 1 M dan lama pengocokan lima menit. Pelarut organik yang digunakan untuk melarutkan *carrier* D2EHPA adalah kerosin, dan pH fasa penerima HNO_3 dikondisikan 0,75.

B. SARAN

Untuk meningkatkan perolehan ion perak sebelum dilakukan ekstraksi sebaiknya dilakukan penguraian kompleks perak tiosulfat, karena kompleks tersebut cukup stabil sehingga mengurangi kemungkinan perak terkompleks dengan D2EHPA dan tertransfer ke fasa organik.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2010. Perak. <http://id.wikipedia.org/wiki/Perak>, tanggal 23 April 2010, pukul 11.20 WIB.
- Anonim. 2007. Limbah Rontgen. <http://www.chem.csustan.edu/CHEM2000/EXP4/bkg.htm>, tanggal 28 Juli 2011, pukul 21.09 WIB.
- Bachri, M. 2008. Spektrofotometri Serapan Atom. <http://www.mahboeb.files.wordpress.com/2008/04/spektrofotometri-serapan-atom.pdf>, tanggal 20 Mei 2011, pukul 21.15 WIB.
- Ballinger, P,W,. 1995. *Merrill's Atlas of Radiographic Positions And Radiologic Procedures*. Eight edition, vol 1. The Ohio University, Columbus.
- Coelhoso, I. M., Moura, T. F., Crespo, J. P. S. G and Carraondo, M. J. T. 1995. Transport Mechanisms in Liquid Membrane with Ion Exchange Carriers, *Journal of Membrane Science*. **108**, 231-244.
- Cough, L., Shaclette, H., and Case, A. 1979. *Element concentrations Toxic to Plants, Animals, and Man*. U.S. Government Printing Office, Washington DC.
- Dean, J. A. 1999. *Lange's Handbook of Chemistry*. McGraw-Hill Book Company, New York.
- Djunaidi, D.S. Widodo, dan S. Anwar 2007. *Recovery Perak dari Limbah Fotografi Melalui Membran Cair Berpendukung dengan Senyawa Pembawa Asam Di-2-Etil Heksilfosfat (D2EHFA)*. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Hadikawuryan, D.S. 2005. *Pemisahan Logam Perak (I) Menggunakan Membran Cair Emulsi (ELM) Dengan Pembawa Sinergi*. Skripsi. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Hendayana, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. IKIP Semarang Press, Semarang.
- Khopkar, SM. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press, Jakarta.
- Lee, S. C. 2004. Comparison of Extraction Efficiencies of Penicillin G by Amberlite LA-2 in Kerosene. *AIChE Journal*, **50** (1), 119-126.

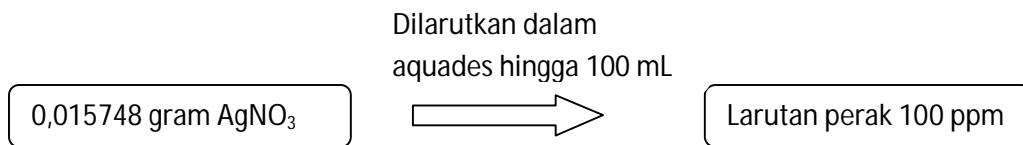
- Lee, S. C., Ahn, B. S., Lee, W. K., 1996. Mathematical Modeling of Silver Extraction by an Emulsion Liquid Membrane Process. *Journal of Membrane Science*. **114**, 171-185.
- Mahardiani, L dan Agung, N. 2007. *Studi Pendahuluan Asetilaseton Sebagai Ekstraktan Sepit dalam Proses Ekstraksi Logam Perak*. Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Marta, D. 2007. *Studi Efisiensi Pemisahan Perak Dari Limbah Cair Fixer Film Dengan Metode Elektrolisis*. Skripsi. Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Masykuri, M. 2000. *Petunjuk Praktikum Kimia Analitik 3*. FKIP UNS, Solo.
- Miller, D.D., and Rutzke, M.A. 2003 *Atomic Absorption and Emission in Food Analysis*. 3rd Edition. Purdue University West Lafayette, Indiana, New York.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principle of Membrane Technology*. Kluwe Academic Publisher, London.
- Rahmawati, A. 2005. *Pemisahan Selektif Logam Perak (I) Menggunakan Membran Cair Berpendukung (SLM)*. Skripsi. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Santoso, I. 2000. *Recovery Perak (I) Dari Limbah Cuci/cetak Foto Dengan Menggunakan Teknik Membran Cair Emulsi*. Tesis Bidang Khusus Kimia Analitik, Program Studi Kimia, Pascasarjana ITB, Bandung.
- Schweitzer, P. A. 1998. *Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*, 2nd ed. McGraw-Hill Book Company.
- Songkroah, C., Nakbanpote, C., and Thiravetyan, P. 2003. Recovery of Silver Thiosulphate Complexes With Chitin. *Process Biochemistry Journal*, **39**, 1553-1559.
- Sudjadi. 1983. *Metode Pemisahan*. Kanisius, Yogyakarta.
- Svehla, G. 1990. *Vogel : Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Underwood. 2001. *Analisis Kimia Kuantitatif edisi ke-6*. Erlangga, Jakarta.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam*. Penerbit ANDI, Yogyakarta.
- Yanto, S. 1997. *Fotografi*. C.V. Aneka, Solo.

Lampiran 1

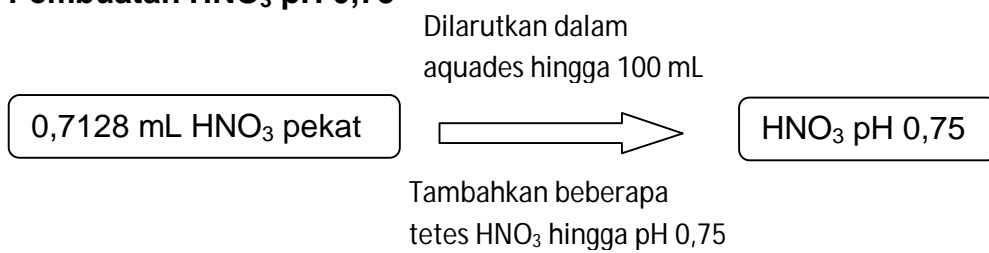
Bagan Alir

Preparasi Reagensia

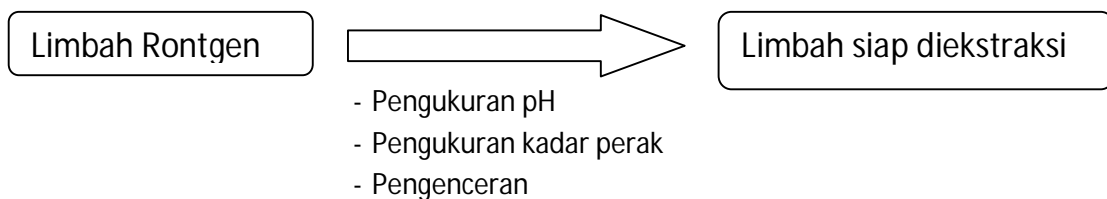
a. Larutan Standar Perak 100 ppm



b. Pembuatan HNO_3 pH 0,75

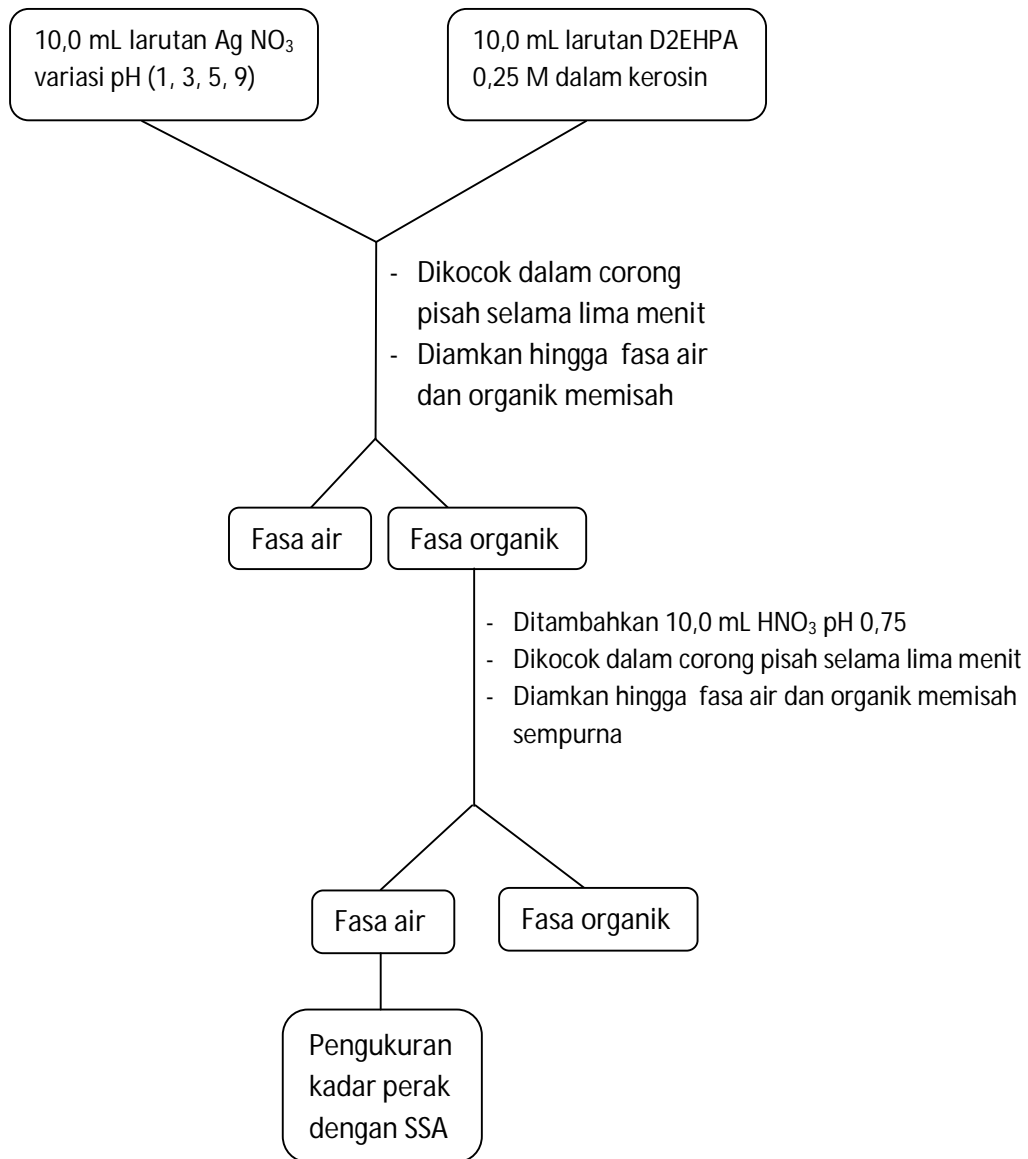


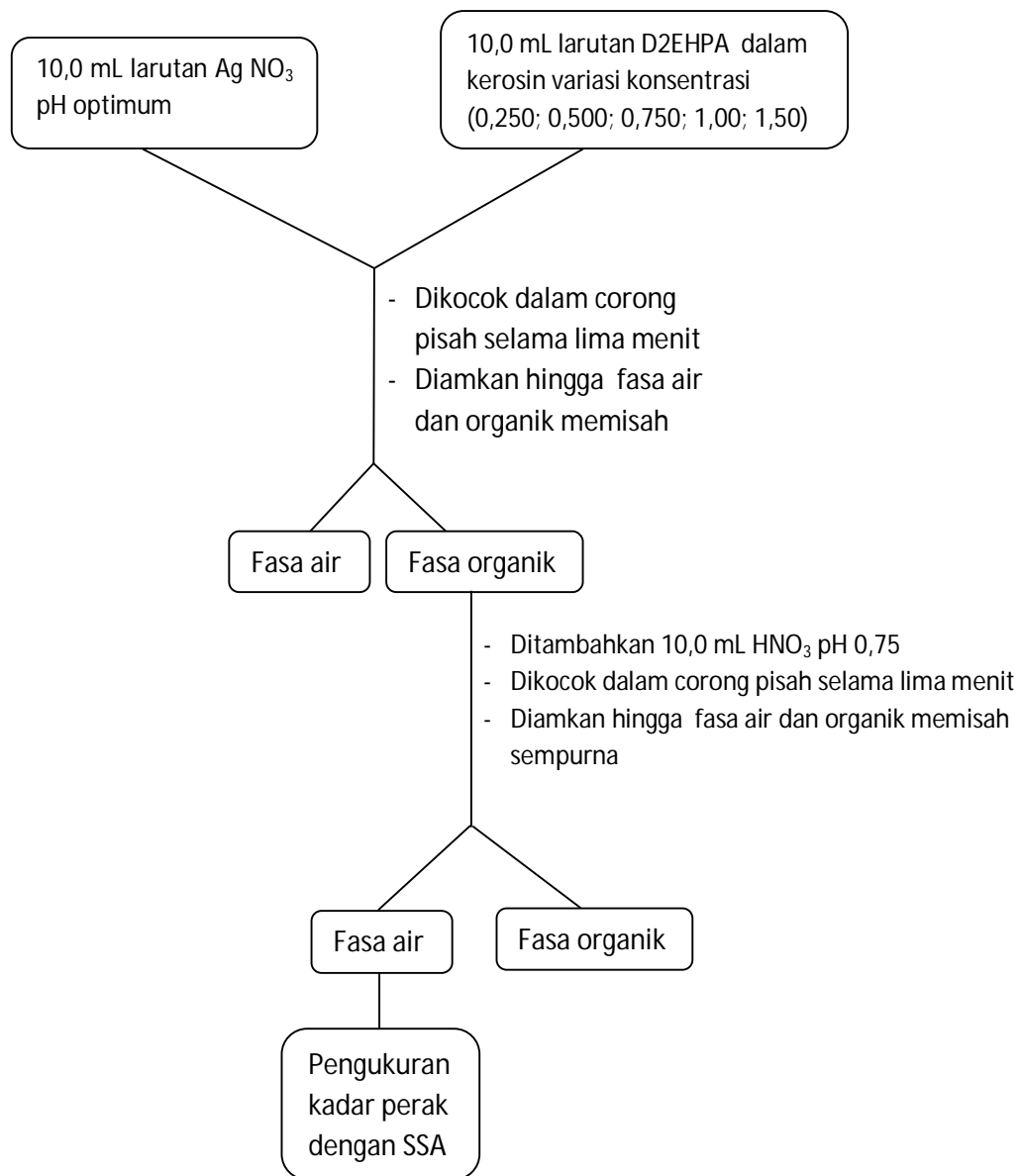
c. Pra Reparasi Limbah Rontgen



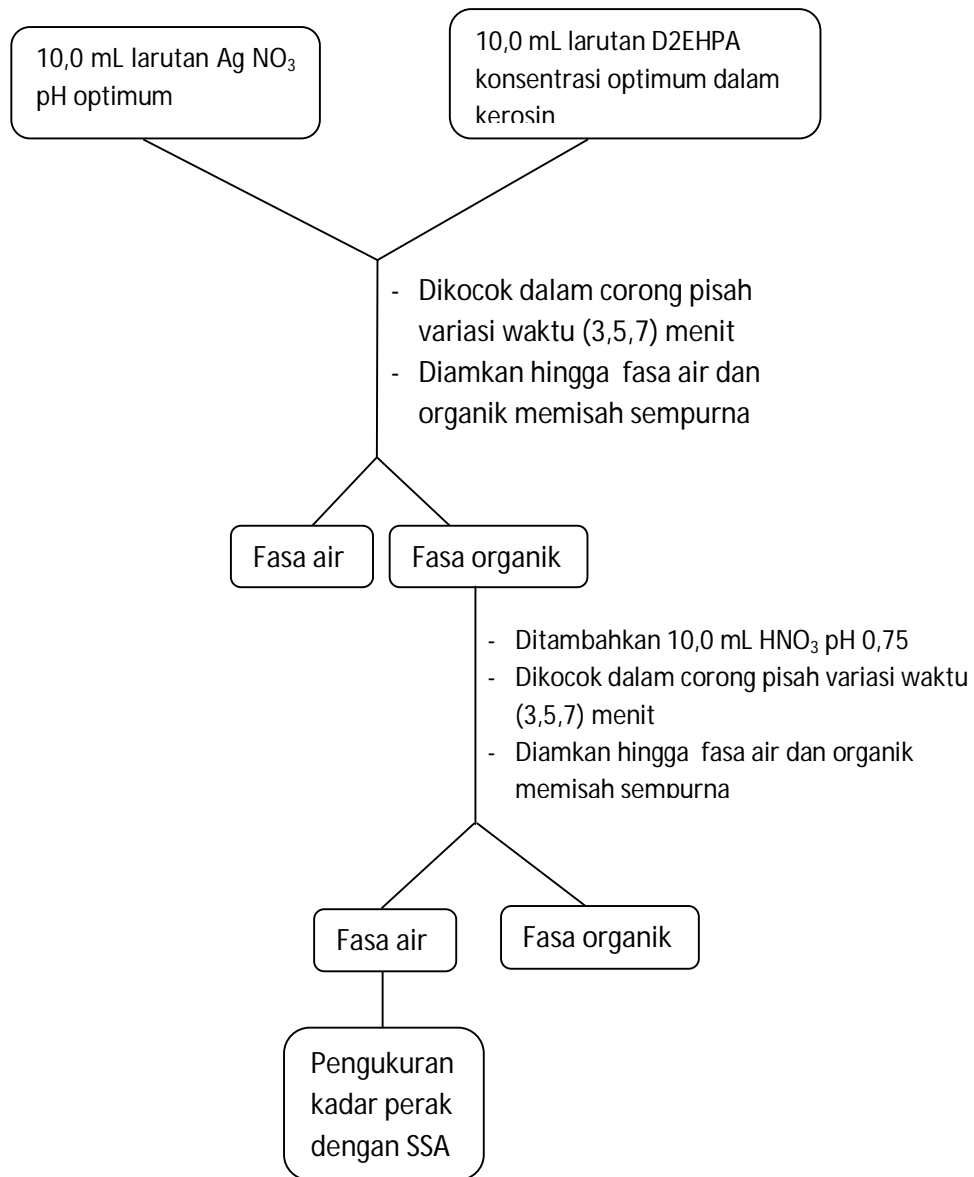
Penentuan Kondisi Optimum Ekstraksi Perak

a. Pengaruh pH fasa umpan

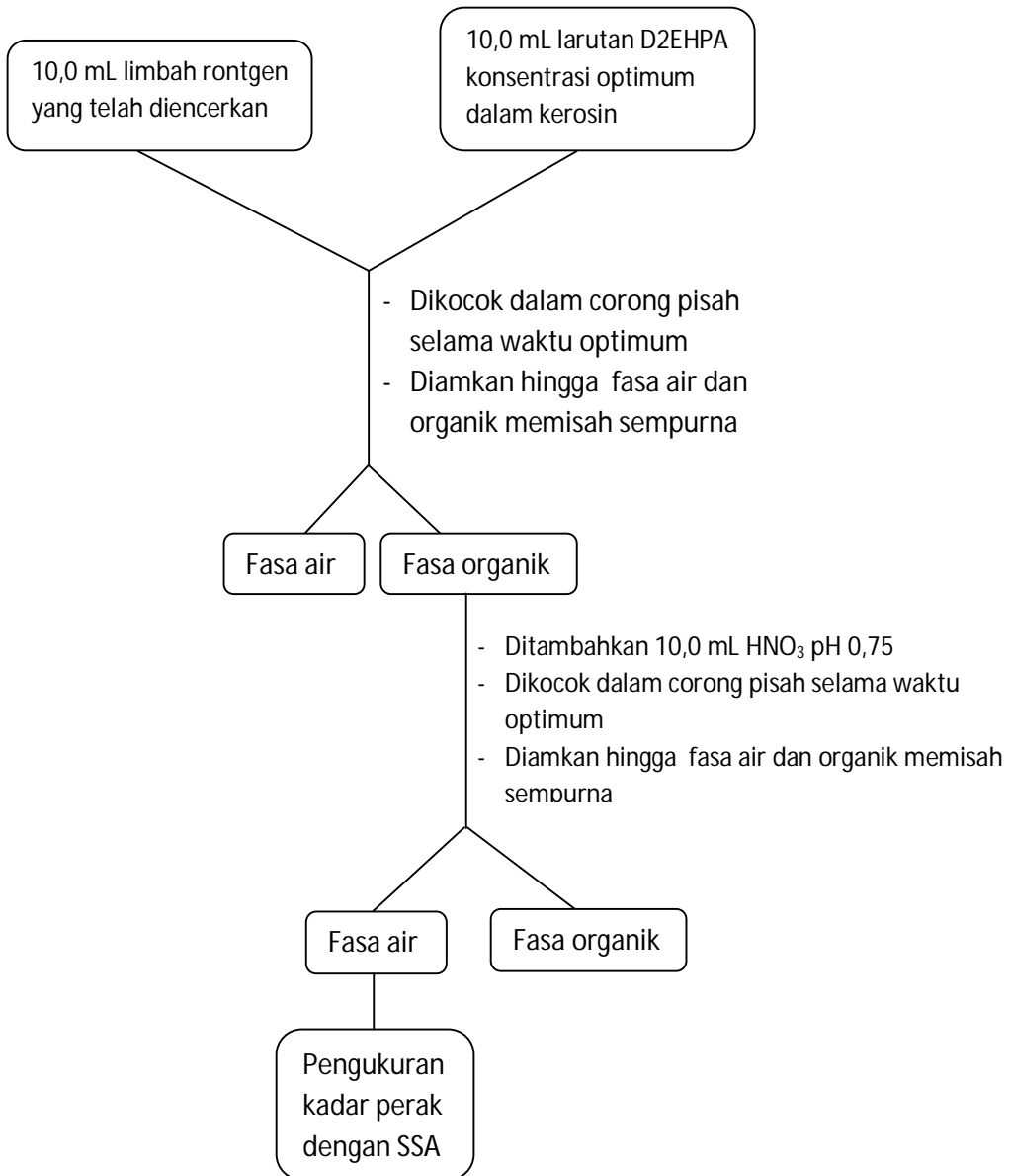


b. Pengaruh Konsentrasi Carrier D2EHPA

c. Pengaruh Lama Pengocokan



Aplikasi Pada Limbah Rontgen



Lampiran 2

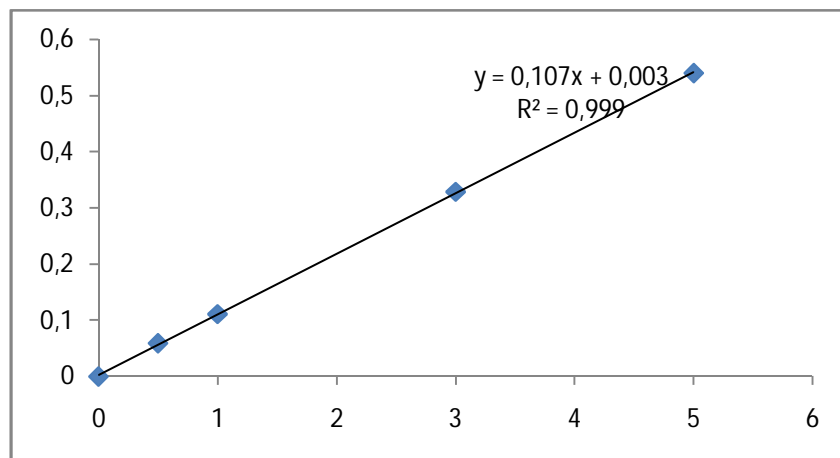
Pengolahan Data

a. Pengaruh pH fasa umpan terhadap % ekstraksi ion perak

1. Data Kurva Kalibrasi antara Larutan Standar Perak terhadap Absorban

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0.5	0,059
1	0,111
3	0,3285
5	0,5398

Kurva kalibrasi larutan standar perak



2. Perhitungan Pengaruh pH Fasa Umpan terhadap % Ekstraksi

Berdasarkan kurva kalibrasi standar perak maka diperoleh persamaan garis :

$$y = 0,107x + 0,003$$

Maka kadar perak diperoleh dengan rumus :

$$\text{Kadar perak (ppm)} = \frac{\text{Abs Sampel} - 0,003}{0,107}$$

Serta persen ekstraksi :

$$\%Ekstraksi = \frac{\text{Kadar perak fasa penerima}}{\text{Kadar perak fasa umpan}} \times 100\%$$

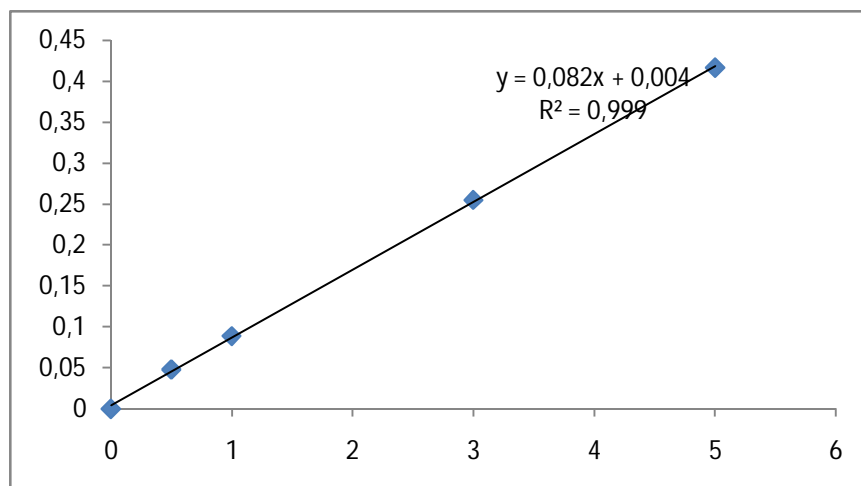
Sampel		Abs	Kadar (ppm)	FP	Akhir (ppm)	% ekstraksi
pH 1	Awal	0,2144	1,98	50	98,79	11,77
	Akhir	0,1274	1,16	10	11,63	
pH3	Awal	0,1660	1,52	50	76,17	45,74
	Akhir	0,3758	3,48	10	34,84	
pH5	Awal	0,1220	1,11	50	55,61	40,07
	Akhir	0,2414	2,23	10	22,28	
pH9	Awal	0,1233	1,12	50	56,21	24,79
	Akhir	0,1521	1,39	10	13,93	

b. Pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap % ekstraksi ion perak

1. Data Kurva Kalibrasi antara Larutan Standar Perak terhadap Absorban

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0.5	0,0480
1	0,0888
3	0,2549
5	0,4164

Kurva kalibrasi larutan standar perak



2. Perhitungan Pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap % Ekstraksi

Berdasarkan kurva kalibrasi standar perak maka diperoleh persamaan garis :

$$y = 0,082x + 0,004$$

Maka kadar perak diperoleh dengan rumus :

$$\text{Kadar perak (ppm)} = \frac{\text{Abs Sampel} - 0,004}{0,082}$$

Serta persen ekstraksi :

$$\% \text{Ekstraksi} = \frac{\text{Kadar perak fasa penerima}}{\text{Kadar perak fasa umpan}} \times 100\%$$

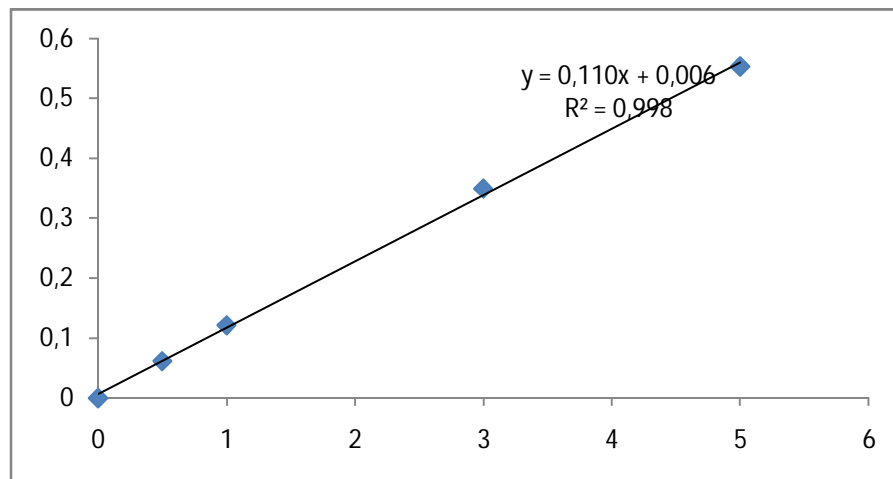
Sampel		Abs	Kadar (ppm)	FP	Akhir (ppm)	% ekstraksi
0,25 M	Awal	0,1660	1,52	50	76,17	45,74
	Akhir	0,3758	3,48	10	34,84	
0,38 M	Awal	0,0876	1,02	50	50,98	49,57
	Akhir	0,2112	2,53	10	25,27	
0,75 M	Awal	0,0876	1,02	50	50,98	50,84
	Akhir	0,2165	2,59	10	25,91	
1 M	Awal	0,0876	1,02	50	50,98	58,80
	Akhir	0,2498	3,00	10	29,98	
1,5 M	Awal	0,1708	2,03	250	508,54	42,93
	Akhir	0,1830	2,18	100	218,29	

3. Pengaruh lama pengocokan terhadap % ekstraksi ion perak

1. Data Kurva Kalibrasi antara Larutan Standar Perak terhadap Absorban

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0.5	0,0616
1	0,1214
3	0,3493
5	0,5530

Kurva kalibrasi larutan standar perak



2. Perhitungan Pengaruh konsentrasi D2EHPA terhadap % Ekstraksi

Berdasarkan kurva kalibrasi standar perak maka diperoleh persamaan garis :

$$y = 0,110x + 0,006$$

Maka kadar perak diperoleh dengan rumus :

$$\text{Kadar perak (ppm)} = \frac{\text{Abs Sampel} - 0,006}{0,110}$$

Serta persen ekstraksi :

$$\% \text{Ekstraksi} = \frac{\text{Kadar perak fasa penerima}}{\text{Kadar perak fasa umpan}} \times 100\%$$

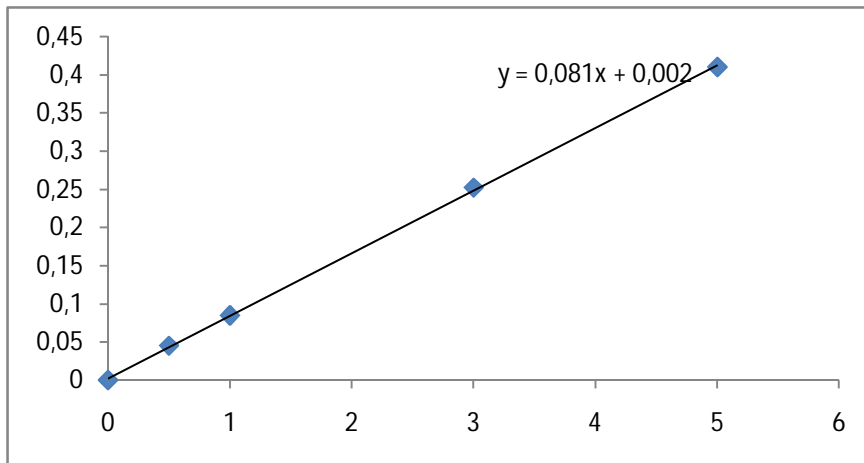
Sampel		Abs	Kadar (ppm)	FP	Akhir (ppm)	% ekstraksi
3 menit	Awal	0,1660	1,45	50	72,73	34,19
	Akhir	0,0607	0,50	50	24,86	
5 menit	Awal	0,0876	0,74	50	37,09	59,75
	Akhir	0,2498	2,22	10	22,16	
7 menit	Awal	0,1660	1,45	50	72,73	45,81
	Akhir	0,0793	0,67	50	33,32	

c. Penerapan pada limbah rontgen

1. Data Kurva Kalibrasi antara Larutan Standar Perak terhadap Absorban

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0.5	0.0451
1	0.0846
3	0.2522
5	0.4099

Kurva kalibrasi larutan standar perak



3. Perhitungan Persen Ekstraksi Perak pada Limbah Rontgen

Berdasarkan kurva kalibrasi standar perak maka diperoleh persamaan garis :

$$y = 0,110x + 0,006$$

Maka kadar perak diperoleh dengan rumus :

$$\text{Kadar perak (ppm)} = \frac{\text{Abs Sampel} - 0,002}{0,081}$$

Serta persen ekstraksi :

$$\% \text{Ekstraksi} = \frac{\text{Kadar perak fasa penerima}}{\text{Kadar perak fasa umpan}} \times 100\%$$

Sampel		Abs	Kadar (ppm)	FP	Akhir (ppm)	% ekstraksi
1	Awal	0.206	2.52	100	251.85	3.85
	Akhir	0.0177	0.19	50	9.69	
3	Awal	0.206	2.52	100	251.85	2.58
	Akhir	0.0547	0.65	10	6.51	
3	Awal	0.206	2.52	100	251.85	1.80
	Akhir	0.0387	0.45	10	4.53	

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Dengan ini saya yang bertanda tangan di bawah ini, mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta:

Nama : Ali Sibro Malisi
No. Registrasi : 3325051739
Jurusan : Kimia
Program Studi : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi yang saya buat dengan judul "**Ekstraksi Perak dari Limbah Rontgen Menggunakan *Carrier* Asam Di-2-Etil Heksilposfat (D2EHPA) dengan Teknik Ekstraksi Cair-cair Dua Tahap**" adalah:

1. Dibuat dan diselesaikan oleh saya sendiri, berdasarkan data yang diperoleh dari hasil penelitian pada Juli 2010 - Maret 2011.
2. Bukan merupakan duplikat skripsi yang pernah dibuat oleh orang lain atau jiplakan karya tulis orang lain dan bukan terjemahan karya tulis orang lain.

Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan saya bersedia menanggung segala akibat yang timbul jika pernyataan saya ini tidak benar.

Jakarta, 07 Agustus 2011

Pembuat Pernyataan

(Materai 6000)+TTD

Ali Sibro Malisi

RIWAYAT HIDUP PENULIS



ALI SIBRO MALISI. Dilahirkan di Jakarta pada tanggal 06 November 1987. Anak ketujuh dari tujuh bersaudara, dari pasangan (Alm) Bapak H. Romli dan Ibu Hj. Armanih. Saat ini bertempat tinggal di Jalan tambun Selatan Rt 007/08 No 46, Cakung Timur, Cakung, Jakarta Timur, 13910.

RIWAYAT PENDIDIKAN. Memulai pendidikan di SDN Cakung Timur 02 Pagi pada tahun 1993, kemudian melanjutkan ke MTs Jauharotul Huda dan lulus pada tahun 2002. Pada tahun yang sama masuk SMAN 115 Jakarta dan lulus pada tahun 2005. Setelah itu penulis melanjutkan studinya ke Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Universitas Negeri Jakarta.

RIWAYAT ORGANISASI. Pengalaman organisasi yang pernah diikuti selama perkuliahan adalah sebagai berikut: Staf Departemen Kaderisasi HIMA Kimia UNJ, Anggota Tim Aksinya Kampus MIPA (TanK MIPA), Ketua HIMA Kimia UNJ, Ketua BEM FMIPA, Ketua BEM UNJ, Koordinator Wilayah Jabodetabek BEM Seluruh Indonesia (BEM SI), Koordinator Pusat Isu Pendidikan BEM SI, Kepala HRD Madani Manajemen, dan Kabag Keuangan BMT Semesta Mandiri.

Selama kuliah penulis pernah mengajukan Program Kreativitas Mahasiswa bidang Penelitian (PKMP) DIKTI dan lolos mengikuti PIMNAS XXIV di Universitas Hasanuddin Makassar tahun 2011, serta menjadi peserta program Studi Banding Pimpinan BEM ke Sydney, Australia. Selain itu penulis juga pernah mengikuti kegiatan Kunjungan Industri ke PT Indomilk dan PT Yakult di Sukabumi. Penulis juga pernah menjadi asisten dosen untuk mata kuliah Praktikum Kimia Lingkungan dan Praktikum Kimia Analisis Lingkungan.