

PENGARUH KONSENTRASI Na₂EDTA TERHADAP DESORPSI Ce(IV) PADA ADSORBEN KITOSAN-KARBON

Sucihati Sa'adah^{1*}, Titin Anita Zaharah¹, Anis Shofiyani¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura,

Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi,

*email: ssucihati@ymail.com

ABSTRAK

Pasir tailing PETI (puya) diidentifikasi mengandung mineral ikutan logam tanah jarang (LTJ). Karakteristik puya melalui analisis XRF menunjukkan keberadaan LTJ jenis Ce, Nd, Y dan Yb. Ce(IV) pada puya diekstraksi menggunakan metode adsorpsi pada kitosan-karbon. Selanjutnya Ce(IV) dilepas kembali dengan metode desorpsi untuk mengetahui efisiensi Ce(IV) yang berhasil didesorpsi dari adsorben kitosan-karbon. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum Na₂EDTA sebagai agen pendesorpsi Ce(IV) terikat pada adsorben kitosan-karbon beads. Ce(IV) diikat oleh adsorben melalui proses adsorpsi dan dilepaskan kembali menggunakan agen pendesorpsi Na₂EDTA. Optimasi konsentrasi Na₂EDTA pendesorpsi ditentukan pada variasi konsentrasi 0,01M, 0,025 M, 0,05M, 0,10 M dan 0,15 M. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi optimum Na₂EDTA yang diperlukan untuk mendesorpsi Ce(IV) terikat pada adsorben kitosan-karbon beads adalah 0,10 M, dengan efisiensi sebesar 98,7%. Berdasarkan hasil penelitian bahwa larutan Na₂EDTA 0,10 M mampu mendesorpsi Ce dari konsentrat Ce yang terikat pada adsorben kitosan-karbon beads dengan efisiensi 92,42%

Kata kunci: logam tanah jarang, desorpsi, adsorben, kitosan-karbon beads

PENDAHULUAN

Kalimantan Barat merupakan salah satu provinsi yang memiliki sumber daya alam cukup potensial di bidang pertambangan. Kabupaten Landak terdapat 26 lokasi penambangan emas termasuk Kecamatan Mandor dengan luas 3.782 Ha (Triana *et al.*, 2012). Bahan galian yang tersisa pada wilayah tambang emas tersebut memiliki potensi mineral ikutan yaitu logam tanah jarang yang terdapat sebagai mineral ikutan pada komoditas utama terutama emas dan timah aluvial (Rodliyah *et al.*, 2014). Logam tanah jarang memegang peranan penting dalam kebutuhan material produksi modern, karena banyak kegunaannya dalam industri berteknologi tinggi.

Cerium merupakan logam tanah jarang dengan nomor atom 58 dan nomor massa 140, dengan dua keadaan oksidasi utama yaitu +3 dan +4. Logam ini mampu bereaksi dengan oksigen dalam udara yang membentuk serium oksida dan menyala apabila dipanaskan. Serium dijumpai pada galian yang disebut sebagai seria (Court dan Hill, 2010).

Uji pendahuluan sampel puya yang diambil pada tailing PETI di daerah Kayu Ara Kecamatan Mandor dan telah didestruksi dengan analisis XRF yang dilakukan Rena *et al.* (2018) menunjukkan Ce memiliki persentase paling tinggi dibandingkan logam tanah jarang lainnya seperti Neodimium dan Yttrium. Adanya potensi logam Ce tersebut, maka perlu dilakukan pemisahan Ce dari puya pada tailing PETI.

Pemisahan logam Ce dari *tailing* PETI pada penelitian ini dilakukan dengan mengadsorpsi logam Ce menggunakan adsorben komposit kitosan-karbon, sedangkan pendesorpsi yang digunakan adalah agen Na₂EDTA. EDTA merupakan pengompleks yang berperan sebagai agen khelat karena kemampuannya untuk mengikat ion logam, sehingga dapat digunakan sebagai agen pendesorpsi (Allen *et al.*, 2014). EDTA mengandung donor elektron dari atom oksigen dan atom

nitrogen sehingga dapat menghasikan khelat bercincin enam (Santoso *et al.*, 2008). Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap efisiensi hasil desorpsi adalah konsentrasi agen pendesorpsi, sehingga pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh konsentrasi pendesorpsi terhadap efisiensi hasil desorpsi logam tanah jarang menggunakan adsorben komposit kitosan-karbon *beads*.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu ayakan 300 mesh dan 230 mesh, grinding mill, seperangkat peralatan gelas kimia, *hot plate*, magnetic stirrer, pH-meter, neraca analitik, oven, syringe, shaker, magnet, mortar dan termometer. Sedangkan instrumentasi yang digunakan adalah spektrofotometer XRF, spektrofotometer Uv-Vis, dan spektrofotometer FTIR.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain akuades, asam sulfat pekat, asam asetat 2%, metanol, glutaraldehid 5%, natrium sulfat, natrium hidroksida, kalium bromat, amonium hidroksida, asam nitrat, amonia, Na₂EDTA, buffer asetat pH 4,6, Ce(IV) sulfat, Alizarin Red S dan fenol merah. Adsorben dari bahan dasar kitosan dan karbon aktif. Sedangkan sampel mineral LTJ (*puya*) diambil dari lahan bekas PETI di Kabupaten Landak-Kalimantan Barat.

Prosedur Kerja

Pembuatan kurva standar Ce(IV)

Pembuatan kurva standar mengacu pada penelitian Amalia (2015). Larutan induk Ce(IV) 100 mg/L dimasukkan masing-masing 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL; 25 mL dan 30 mL ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan beberapa tetes fenol merah dan NaOH sampai larutan berubah warna menjadi merah muda dan ditambahkan 1 mL buffer asetat pH 4,6 dan 2 tetes alizarin Red S, diencerkan sampai tanda batas. Larutan kontrol diperlakukan sama tanpa larutan induk Ce(IV). Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer Uv-Vis, dan diukur adsorbansinya untuk membuat kurva standar.

Penentuan konsentrasi optimum Na₂EDTA dalam desorpsi Ce(IV) dari adsorben kitosan-karbon *beads*

Larutan induk Ce(IV) 1000 mg/L dibuat dengan melarutkan padatan Ce(SO₄)₂·4H₂O sebanyak 0,288 g dalam 100 mL asam sulfat 0,1 M. Larutan diencerkan menjadi 200 mg/L dan diambil masing-masing sebanyak 10 mL ke dalam 6 buah botol vial, lalu ditambahkan 0,1 g adsorben dalam 5 buah botol vial tersebut. Botol vial 1 digunakan sebagai kontrol. Setelah itu dikocok menggunakan shaker dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Adsorben dipisahkan dengan penyaringan dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C sampai berat konstan, lalu dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR. Larutan Ce(IV) sebelum diadsorpsi dan setelah diadsorpsi diukur kadarnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Adsorben kemudian di masukkan kembali ke dalam botol vial dan ditambahkan sebanyak 10 mL Na₂EDTA pada masing-masing botol vial dengan variasi konsentrasi 0,01 M, 0,025 M, 0,05 M, 0,10 M dan 0,15 M, kemudian di aduk kembali menggunakan shaker dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Adsorben dipisahkan dengan penyaringan dan dikeringkan sampai berat konstan dan dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR. Kemudian larutan diukur kadarnya menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

Pemisahan Ce dari konsentrat LTJ menggunakan adsorben kitosan-karbon *beads*

Konsentrat Ce yang digunakan dalam penelitian ini adalah hasil destruksi pasir puya, seperti yang dilakukan oleh Rena *et al.* (2018). Konsentrat Ce sebanyak 0,01 g dilarutkan dalam 50 mL asam asetat 0,1 M. Kemudian dipindahkan dalam 2 buah botol vial masing-masing sebanyak 10 mL dan ditambahkan 0,1 g adsorben dalam salah satu botol vial tersebut. Botol vial yang lain digunakan sebagai kontrol. Setelah itu diaduk menggunakan shaker dengan kecepatan 150 rpm

selama 1 jam. larutan sebelum di adsorpsi dan setelah diadsorpsi diukur kadarnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Dilakukan duplo.

Adsorben kemudian dimasukkan kembali ke dalam botol vial dan ditambahkan sebanyak 10 mL Na₂EDTA 0,10 M yang didapat dari konsentrasi optimum Na₂EDTA pada desorpsi Ce(IV), Kemudian di aduk kembali menggunakan shakker dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Larutan diukur kadarnya menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

Efisiensi desorpsi yang dilakukan dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut (Saney, 2016):

$$\% \text{ desorpsi} = \frac{C_{\text{desorpsi}}}{C_a} \times 100\%$$

keterangan :

C_{desorpsi} = jumlah ion logam yang terdesorpsi

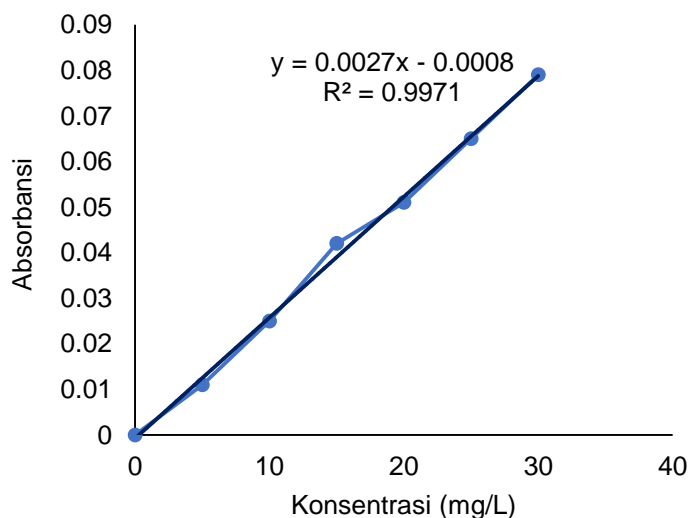
C_a = jumlah ion logam yang terserap oleh adsorben

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Konsentrasi Optimum Na₂EDTA dalam Desorpsi Ce(IV) dari Adsorben Kitosan-Karbon *Beads*

Etilen diamine tetra asetat (EDTA) merupakan senyawa pengompleks yang berperan sebagai agen kelat karena kemampuannya untuk mengikat ion logam, sehingga dapat digunakan sebagai agen pendesorpsi logam Ce(IV). Optimasi desorpsi logam Ce(IV) dilakukan bertujuan untuk menentukan konsentrasi optimum dari Na₂EDTA yang digunakan sebagai pendesorpsi.

Pada umumnya, stabilitas ion kompleks dipengaruhi oleh jenis-jenis ligan. EDTA merupakan ligan khelat, sedangkan hidroksil dan amina merupakan ligan monodentat. Kompleks khelat lebih stabil dibandingkan kompleks non-khelat (Sukardjo, 1989). Oleh sebab itu kemampuan EDTA untuk melepas Ce dalam jumlah besar mengindikasikan bahwa konstanta stabilitas [Ce-EDTA] lebih besar dibandingkan Ce-kitosan, serta kontribusi karbon dalam pengikatan Ce secara fisik juga membuat ikatan Ce pada adsorben relatif lebih lemah dibandingkan [Ce-EDTA].



Gambar 1. Kurva standar Ce(IV)

Larutan Ce(IV) sebelum diadsorpsi dengan adsorben kitosan-karbon *beads* berwarna kuning, setelah diadsorpsi dengan adsorben kitosan-karbon *beads* larutan berubah menjadi tidak berwarna. Logam Ce(IV) yang teradsorpsi pada adsorben didesorpsi menggunakan larutan Na₂EDTA dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Konsentrasi Ce(IV) Hasil Ekstraksi

[Na ₂ EDTA]	C ₀		C _e		C _a		C _{desorpsi}		% Desorpsi
	1	2	1	2	1	2	1	2	
0,010	187,8	187,8	91,5	91,5	96,3	96,3	2,6	2,6	2,78
0,025	187,8	187,8	102,6	95,2	85,2	92,6	2,6	2,6	2,92
0,050	187,8	187,8	113,7	106,3	74,1	81,5	6,3	6,3	8,1
0,10	187,8	187,8	95,2	95,2	92,6	92,6	91,4	91,4	98,7
0,15	187,8	187,8	106,3	106,3	81,5	81,5	84,0	76,6	98,52

Keterangan:

C₀ = konsentrasi Ce(IV) sebelum diadsorpsi

C_e = konsentrasi Ce(IV) setelah diadsorpsi

C_a = konsentrasi Ce(IV) yang teradsorpsi

C_{desorpsi} = konsentrasi Ce(IV) yang terdesorpsi

Berdasarkan data yang didapat, konsentrasi optimum Na₂EDTA untuk mendesorpsi Ce(IV) yaitu pada konsentrasi 0,10 M, dengan kemampuan desorpsi logam sebesar 90,32%. Sehingga digunakan larutan Na₂EDTA dengan konsentrasi 0,10 M untuk mendesorpsi logam Ce(IV) dari sampel puya.

Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Purwani dan Biyantoro (2001) yaitu menggunakan eluen EDTA sebagai agen pengkelat pada pemurnian Ce dengan metode tukar ion. Penelitian tersebut menghasilkan bahwa semakin besar konsentrasi EDTA, daya pisah atau resolusi semakin rendah. Jika konsentrasi EDTA besar, maka laju pembentukan LTJ-EDTA besar, keadaan ini akan memperkecil selektifitas, sehingga kompetisi ion-ion tidak sempurna. Oleh sebab itu hasil terbaik yang diperoleh pada pemurnian konsentrat Ce dengan kolom penukar kation Dowex 50W-X8 yaitu eluen EDTA dalam air didapatkan resolusi tertinggi dengan konsentrasi EDTA 0,015 M.

Penelitian yang sama untuk LTJ lainnya juga pernah dilakukan oleh Purwani *et al.* (2002). Penelitian tersebut menggunakan resin Dowex 50W-X8 dengan eluen EDTA. Hasil yang sama diperoleh yaitu resolusi tertinggi didapatkan pada konsentrasi EDTA 0,015 M.

Adsorben komposit kitosan-karbon *beads* menyerap Ce(IV) dengan hasil yang berbeda-beda. Hal ini disebabkan karena adanya karbon yang terkompositkan dengan kitosan. Ukuran pori karbon yang tidak sama rata menyebabkan perbedaan jumlah Ce(IV) yang mampu diserapnya.

Adsorpsi-Desorpsi Ce(IV) pada Konsentrat LTJ dari Adsorben Kitosan-Karbon *Beads*

Desorpsi Ce(IV) dari konsentrat LTJ mengikuti kondisi optimum pada desorpsi Ce(IV). Berdasarkan hasil dari desorpsi Ce(IV) diperoleh konsentrasi tertinggi larutan Na₂EDTA pendesorpsi dengan konsentrasi 0,10 M. Oleh sebab itu, larutan Na₂EDTA dengan konsentrasi 0,10 M digunakan untuk mendesorpsi Ce(IV) pada konsentrat LTJ.

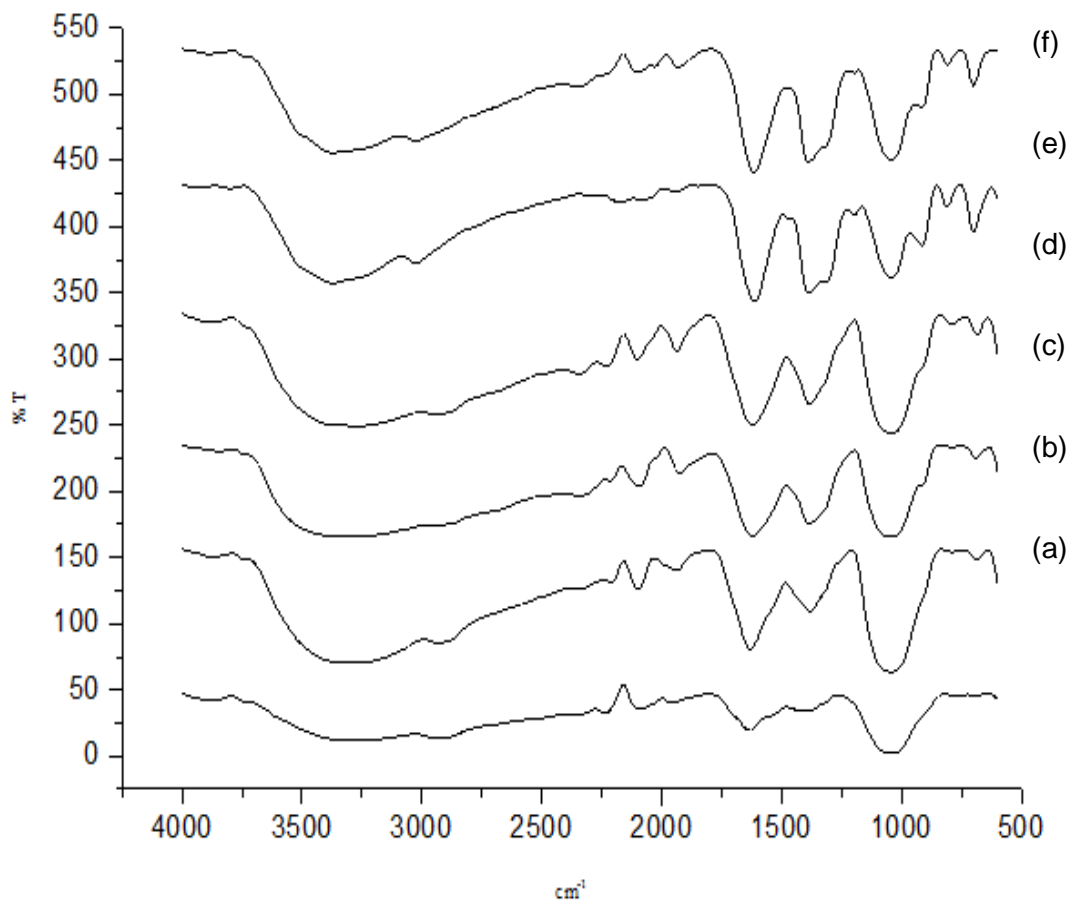
Tabel 2. Konsentrasi Ce Hasil Ekstraksi Sampel Puya

Pengulangan	C ₀	C _e	C _a	C _{desorpsi}	% Desorpsi
1	187,8 mg/L	150,7 mg/L	40,8 mg/L	36 mg/L	92,42 %
2	187,8 mg/L	147,0 mg/L	37,1 mg/L	36 mg/L	

Larutan konsentrat LTJ sebelum dikontakkan dengan adsorben komposit kitosan-karbon *beads* mengandung Ce(IV) sebesar sebesar 187,8 mg/L untuk semua perlakuan. Setelah diadsorpsi, konsentrasi berkurang menjadi 150 mg/L pada perlakuan pertama dan 147 mg/L pada perlakuan kedua, sementara Ce(IV) yang terserap oleh adsorben sebesar 40,8 mg/L pada perlakuan pertama dan 37,1 mg/L pada perlakuan kedua. Logam Ce(IV) yang terserap didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,10 M dengan perolehan Ce sebesar 36 mg/L untuk semua perlakuan. Kemampuan Na₂EDTA untuk melepaskan logam Ce(IV) dari adsorben adalah sebesar 92,42 %.

Karakterisasi Adsorben Kitosan-Karbon *Beads* Hasil Desorpsi

Adsorben komposit kitosan karbon *beads* yang digunakan pada proses desorpsi dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transport Infra Red*) guna untuk mengkonfirmasi gugus fungsi pada adsorben komposit kitosan-karbon *beads* tersebut. Hasil analisis FTIR dari adsorben komposit kitosan-karbon *beads* yang digunakan pada proses desorpsi disajikan pada spektrum yang dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum FTIR adsorben komposit kitosan-karbon beads (a) setelah dikontakkan dengan Ce(IV), (b) setelah didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,01 M, (c) setelah didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,025 M, (d) setelah didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,05 M, (e) setelah didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,10 M dan (f) setelah didesorpsi dengan Na₂EDTA 0,15 M

Tabel 3. Konfirmasi Gugus Fungsi Adsorben Kitosan-Karbon *Beads* yang Digunakan pada Proses Desorpsi

Bilangan gelombang referensi	Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})						
		(Tyas <i>et al.</i> , 2018)	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)
3500-3200*	Tumpang tindih OH dan N-H	3341,84	3250,78	3265,57	3316,05	3260,02	3372,80	3372,54
3000-2850*	CH stretching	2931,25	2924,22	2931,42	2941,47	2936,72	3027,52	3027,65
1820-1600*	C=N	1639,19	1632,29	1629,76	1620,14	1621,97	1614,29	1615,61
1640-1550**	N-H bending	1567,65	-	-	-	-	-	-
1465-1375**	CH bending	1386,93	1384,81	1380,74	1383,04	1382,00	1387,90	1387,82
1300-1000**	C-O	1039,67	1042,60	1043,75	1047,07	1043,88	1042,47	1042,81

Sumber : *Sastrohamidjojo, 2001

**Pavia *et al.*, 2009

Keterangan

(a) setelah dikontakkan dengan Ce(IV)

(b) setelah didesorpsi dengan Na_2EDTA 0,01 M

(c) setelah didesorpsi dengan Na_2EDTA 0,025 M

(d) setelah didesorpsi dengan Na_2EDTA 0,05 M

(e) setelah didesorpsi dengan Na_2EDTA 0,10 M

(f) setelah didesorpsi dengan Na_2EDTA 0,15 M

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR adsorben kitosan-karbon *beads* yang digunakan pada proses desorpsi dapat dilihat bahwa vibrasi imina (C=N) mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah, yang menunjukkan adanya kenaikan massa molekul dan gugus C=N yang muncul lebih banyak (Tyas *et al.*, 2018). Hal ini mengindikasikan bahwa Ce terikat pada adsorben melalui pembentukan kompleks pada atom N dan O masing-masing dari gugus -NH dan -OH pada kitosan.

Adsorben komposit kitosan-karbon *beads* mengikat Ce(IV) melalui reaksi pembentukan kompleks, dimana Ce terikat melalui gugus hidroksil dan amina yang merupakan ligan monodentat. Proses pengikatan Ce oleh EDTA melalui reaksi pembentukan kompleks khelat.

Pelepasan kembali Ce(IV) dari adsorben komposit kitosan-karbon menunjukkan bahwa EDTA merupakan ligan yang lebih kuat mengompleks Ce(IV) dibanding -NH dan -OH. Hal ini dihubungkan dengan kemampuan EDTA sebagai ligan pengkhelat. Hasil tersebut sejalan dengan efisiensi jumlah Ce(IV) yang berhasil dilepas oleh EDTA pada proses desorpsi.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh hasil terbaik desorpsi Ce(IV) menggunakan Na_2EDTA 0,10 M. Kemampuan Na_2EDTA 0,10 M untuk melepas Ce(IV) yang terikat pada adsorben komposit kitosan-karbon *beads* adalah sebesar 98,7%, sedangkan kemampuannya melepas Ce(IV) dari konsentrat Ce yang terikat pada adsorben komposit kitosan-karbon *beads* sebesar 92,42%.

DAFTAR PUSTAKA

- Amalia, V., 2015, Penentuan Kondisi Optimum pada Pemisahan Serium (IV) dari Mineral Monsit melalui Teknik Membran Cair Berpendukung Tubular Membran, *Edisi Juli 2015*, 9, 2.
- Allen, C.V., Destriarti, L., dan Zaharah, T.A., 2014, Recovery Timnbal dengan Ekstraksi Fase Padat menggunakan Kitosan Terimobilisasi Ditizon”, *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 3, 2 :1-6.
- Court, H., dan Hill, J., 2010, “*Uranium and the Lanthanides and Actinides*, diterjemahkan : Balqis, N.Y., Institut Terjemahan Negara Malaysia Berhad: Kuala Lumpur.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., dan Vyvyan, J.R., 2009, *Introduction to Speoscopy*, Saunders Collage, Philadelphia.
- Purwani, M.V., dan Biyantoro, D., 2001, Pemurnian dengan Cara Pertukaran Ion dan Pembuatan Serium (Ce) Oksida dari Pasir Monasit, *Prosiding Pertemuan Persentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir P3TM-BATAN*, Yogyakarta.
- Purwani, M.V., Supriyanto, C., dan Biyantoro, D., 2002, Pemurnian Nd Dengan Cara Pertukaran Ion dan Pembuatan Neodimium (Nd) Oksida dari Pasir Monasit, *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir P3TM-BATAN*, Yogyakarta
- Rena, Zaharah, T.A., dan Shofiyani, A., 2018, Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Cerium (IV) dari Tailing PETI menggunakan Komposit Kitosan-Karbon Beads Terikat Silang Glutaraldehid, *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 7, 3 :27-33.
- Rodliyah, I., Suganal, Rochani, S., Ardha, N., Umar, D.F., Aziz, M., Setiawan, W.A., Yuhelda, Azhari, Purnomo, H., Sariman, Rohayati, Y., Saleh, N., Amalia, D., Jafril, Supriyantono, Y., Rahayu, A., Jejen, dan Suyatno, E., 2014. Optimalisasi Ekstraksi Logam Tanah Jarang Berbasis Mineral Monasit dan Pasir Zirkon, *PUSLITBANG Teknologi Mineral dan Batubara*, Bandung.
- Saney, I.Y., 2016, Uji Adsropsi-Desorpsi Larutan Monologam Ni(II), Cu(II), Cd(II) dan Multilogam pada Material Biomassa Alga *Porphyridium* sp. yang Dimodifikasi dengan Pelapisan Silika-Magnetik (Fe_3O_4), Universitas Lampung, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Lampung (Skripsi).
- Santoso, U. T., Umaningrum, D., Irawati, U., dan Nurmasari, R., 2008, Immobilization of Humic Acid on Chiotosan using Protected Cross-Linking Reaction Method and its Application as Sorbent for Pb(II), Cd(II) and Cr(III), *Indo J. Chem*, 8, 2 :177-183
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Liberty Yogyakarta, Yogyakarta.
- Sukarjdo, 1989, *Kimia Anorganik*, Rineka Cipta, Yogyakarta.
- Triana, L., Nurjazuli, dan W. Nur Endah, 2012, Analisis Cemaran Logam Berat Merkuri pada Air dan Udang di Sungai Mandor Kecamatan Mandor Kabupaten Landak, *Jurnal Kesehatan Lingkungan Indonesia*, 11, 2.
- Tyas, A.H., Zaharah,A.T., dan Shofiyani, A, 2018, Penentuan Kemampuan Penggunaan Ulang Komposit Kitosan-Karbon pada Proses Adsorpsi Ce(IV), *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 7, 3 :27-33.