

PENENTUAN KADMIUM DALAM LIMBAH ELEKTROPLATING DENGAN METODE KOPRESIPITASI MENGGUNAKAN AMONIUM PIROLIDIN DITIOKARBAMAT

Suryat Hadi Kusuma^{*}, Agung Tri Prasetya dan Mohammad Alauhdin

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima Januari 2015
Disetujui Pebruari 2015
Dipublikasikan Mei 2015

Kata kunci:
kadmium
limbah elektroplating
kopresipitasi

Abstrak

Penentuan kadar kadmium dalam limbah industri dilakukan dengan metode kopresipitasi. Penelitian bertujuan untuk mengetahui kadar logam kadmium yang bersifat racun dan dapat membahayakan kehidupan manusia. Penentuan kadar kadmium dalam limbah industri elektroplating dengan metode kopresipitasi menggunakan bantuan ligan ammonium pirolidin ditiokarbamat (APDC). Beberapa variasi yang diselidiki antara lain adalah: variasi pH dari 2-8, volume ligan APDC dari 0,5-4 mL, waktu pengadukan dari 5-25 menit, dan pengaruh interferensi ion logam Cr^{6+} terhadap hasil analisis Cd^{2+} . Penelitian memberikan hasil sebagai berikut: pH optimum larutan adalah 4, volume APDC optimum adalah 1 mL, waktu pengadukan optimum 5 menit, dan % recovery ion Cd^{2+} pada kondisi optimum sebesar 96,91%. Logam Cr^{6+} dapat mengganggu analisis logam Cd^{2+} pada perbandingan 1:10. Kondisi optimum yang diperoleh kemudian diaplikasikan dalam limbah industri elektroplating dan diperoleh kadar kadmium sebesar 0,579 ppm.

Abstract

Determination of cadmium in industrial waste is done by coprecipitation method. The research aims to determine the metal content of cadmium which is toxic and can endanger human life. Determination of cadmium in the electroplating industry wastewater by coprecipitation method using APDC ligand assistance. Several variations of the investigated include: variations in pH of 2-8, the volume of 0.5-4 mL APDC, stirring time of 5-25 minutes, and the interference effects of metal ions to Cr^{6+} analysis Cd^{2+} . Research provides the following results: pH optimum solution is 4, the volume is 1 mL APDC optimum, optimum stirring time 5 minutes, and % recovery Cd^{2+} ions at the optimum conditions of 96.91%. Metal Cr^{6+} can interfere with the analysis of metal Cd^{2+} in 1:10 ratio. The optimum conditions obtained were then applied in electroplating industry wastes and cadmium levels obtained at 0.579 ppm.

Pendahuluan

Salah satu zat berbahaya dalam limbah industri adalah logam berat. Ada golongan logam berat yang sangat beracun terhadap makhluk hidup, misalnya Cd, Pb, Sn, As, Ag dan Sb. Penyebab utama logam berat menjadi bahan pencemar berbahaya adalah karena sifatnya yang tidak bisa dihancurkan oleh organisme hidup yang ada di lingkungan. Akibatnya, logam-logam tersebut terakumulasi ke lingkungan, terutama mengendap di dasar perairan membentuk senyawa kompleks bersama bahan organik dan anorganik (Palar; 1994).

Kadmium merupakan logam yang lunak dan berwarna putih, termasuk golongan IIB pada sistem periodik unsur dengan konfigurasi elektron $[\text{Kr}] 4d^{10} 5s^2$. Unsur ini bernomor atom 48, mempunyai bobot atom 112,41 g/mol dan densitas 8,65 g/cm³, mempunyai berat molekul 236,430 g/mol. Titik didih dan titik lelehnya berturut-turut 765°C dan 320,9°C (Palar; 1994).

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dapat digunakan untuk ekstraksi logam-logam kelumit dalam pelarut organik kloroform dan metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan APDC digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobal, nikel, vanadium, tembaga, arsen, antimon dan timbal. Selain itu, APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismuth dalam baja menggunakan EDTA dan KCN sebagai penopeng (Stary dan Irving; 1964).

Kopresipitasi adalah pengendapan ikutan. Proses dimana zat yang biasanya dapat larut, ikut tersangkut mengendap selama pengendapan zat yang diinginkan (Underwood dan Day; 1989). Handyana (2004) memberikan definisi kopresipitasi yaitu kopresipitasi dapat diartikan sebagai pengendapan di dalam atau pada permukaan endapan pengotoran yang disebabkan adanya zat yang larut dalam larutan induk atau disebut juga pengendapan seiring. Kelebihan dari kopresipitasi adalah teknik yang ekonomis dan aneka variasi kondisi yang dapat dipilih mulai dari pH, suhu, agen pengendap dan lainnya.

Kelebihan analisis unsur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) antara lain analisis dapat dilakukan dengan cepat, ketelitian tinggi sampai tingkat runtu (kemungkinan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runtu) dan tidak memerlukan pemisahan (penentuan suatu unsur dapat dilakukan dengan kehadirannya unsur-unsur lain, asal-

kan lampu katoda berongga yang diperlukan tersedia) (Khopkar; 1984).

Pada penelitian ini, dilakukan pengukuran kadar logam kadmium dalam sampel limbah industri elektroplating. Elektroplating adalah proses pelapisan bahan padat dengan lapisan logam menggunakan bantuan arus listrik melalui elektrolit yang dapat menghasilkan limbah berupa logam berat. Air limbah yang dihasilkan dari industri elektroplating berbahaya karena mengandung banyak logam-logam terlarut seperti kromium, nikel, kadmium, tembaga, dan sebagainya. Limbah cair yang dihasilkan tentu memerlukan perlakuan yang secara khusus sebelum dibuang ke lingkungan (Srisuwan dan Thongcha; 2002).

Metode Penelitian

Alat-alat yang digunakan adalah: spektrofotometer serapan atom *Perkin Elmer* model *Aanalyt100*, timbangan elektrik (merk *Voyager* ketelitian 0,1 mg), dan indikator pH. Bahan-bahan yang digunakan adalah: $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, HNO_3 , HCl , APDC $[(\text{CH}_2)_4\text{CNS}_2\text{NH}_4]$ dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, limbah Industri elektroplating dan aqua demin.

Optimasi pH larutan dilakukan dengan cara mengambil 50 mL larutan Cd^{2+} 2 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm dan 1 mL larutan APDC 2% pHnya diatur menjadi 2, 4, 6 dan 8. Kemudian larutan diaduk 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA.

Penambahan ligan APDC dengan cara mengambil 50 mL larutan Cd^{2+} 2 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm dan 0,5, 1, 2, 3 dan 4 mL larutan APDC 2% pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA.

Variasi pengadukan waktu dilakukan dengan mengambil 50 mL larutan Cd^{2+} 2 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm dan tambahkan pada APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk 5, 10, 15, 20, 25 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan

dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA.

Pengaruh interferensi Cr^{6+} mengambil 50 mL larutan Cd^{2+} 2 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm dan tambahkan APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya ditambah 0, 1, 2 dan 3 mL larutan Cr^{6+} 10 ppm. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA.

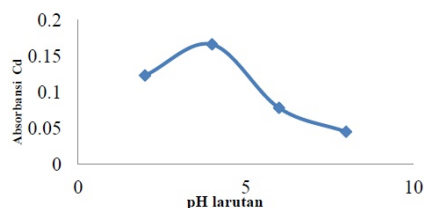
Pengaruh variasi konsentrasi Cd^{2+} dalam kondisi optimum dengan cara mengambil 50 mL larutan Cd^{2+} pada 2, 4 dan 6 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm, dan ditambah larutan APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA.

Cara kerja penentuan kadar kadmium dalam limbah industri yaitu dengan cara membuat 4 seri larutan, masukkan 1 mL sampel limbah industri elektroplating ke dalam beker gelas, ditambah dengan larutan Cd^{2+} 2 ppm dengan variasi volume 0, 2, 4 dan 6 mL ditambah 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm, larutan APDC 2% optimal, dan pH optimum. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut menjadi jernih. Larutan yang terjadi diukur dengan SSA. Kemudian tentukan kadar kadmium dalam sampel limbah elektroplating.

Hasil dan Pembahasan

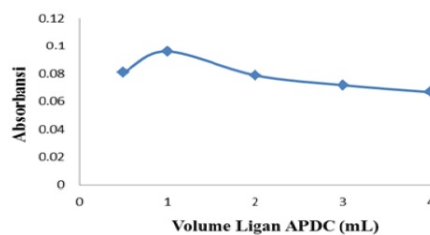
Penentuan kadar kadmium dalam limbah industri elektroplating menggunakan berbagai variasi sebelum menentukan kadar sampel limbah yang mau dianalisis, antara lain: optimasi pH larutan, penambahan jumlah ligan APDC, waktu pengadukan, dan keberadaan ion logam Cr^{6+} , pengaruh variasi konsentrasi kadmium kondisi optimum, dan penentuan kadar sampel terhadap penentuan kadar kadmium.

Pada optimasi pH dengan menggunakan variasi asam-basa dimulai dari pH 2 sampai 8.



Gambar 1. Pengaruh variasi pH (optimum pada pH 4)

Dari data yang diperoleh bahwa reaksi pembentukan kompleks Cd-APDC_2 berlangsung optimal pada pH 4 yang ditandai oleh harga absorbansi yang maksimal. Dapat dikatakan bahwa pada pH 4 kompleks Cd(II) dengan Cu-APDC_2 berada pada keadaan paling stabil. Optimasi penambahan ligan APDC dilakukan dengan cara menambahkan ligan APDC mulai dari volume 0,5; 1, 2, 3 dan 4 mL dengan maksud mengetahui penambahan yang paling optimum agar hasilnya optimum.



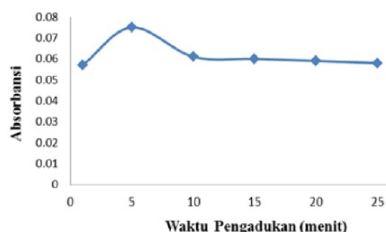
Gambar 2. Pengaruh volume ligan (optimum pada penambahan 1 mL)

Berdasarkan Gambar 2. tampak bahwa semakin besar volume ligan APDC 2% yang ditambahkan akan menghasilkan kompleks Cd-(APDC)_2 semakin besar, hal ini terlihat dari absorbansi yang semakin besar dengan adanya ligan tetapi semakin kecil dengan bertambahnya volume ligan dan mencapai keadaan optimum pada penambahan 1 mL, kemudian untuk penambahan berikutnya mengalami sedikit penurunan. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa hal yaitu endapan Cd-APDC_2 yang terbentuk terlarut kembali, endapan yang terbentuk adalah APDC sehingga Cd tidak terkompleks ikut terendapkan dan menyebabkan absorbansi Cd^{2+} menurun setelah 1 mL APDC.

Pada variasi waktu pengadukan dicoba dilakukan dari 1, 5, 10, 15, 20 dan 25 menit dengan selang waktu 5 menit. Adapun hasil optimasi waktu pengadukan diperoleh hasil seperti Gambar 3.

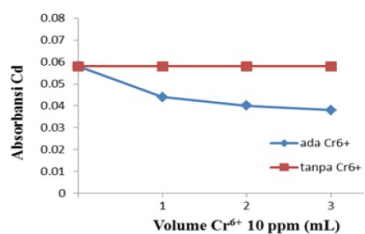
Waktu pengadukan sangat berpengaruh terhadap pembentukan kompleks. Makin cepat kesetimbangan tercapai, makin cepat juga waktu reaksi berlangsung sehingga dapat menghemat

waktu. Ini berarti bahwa reaksi yang terjadi relatif mudah berlangsung sehingga tidak membutuhkan waktu lama dalam proses kopresipitasi.



Gambar 3. Pengaruh waktu pengadukan (optimum pada menit ke 5)

Kajian interferensi Cr^{6+} bertujuan untuk mengetahui pengaruh adanya ion kromium terhadap kadmium. Kajian interferensi Cr^{6+} dilakukan dengan cara menambahkan larutan Cr^{6+} 100 ppm ke dalam sistem sejumlah 0-3 mL.



Gambar 4. Kajian interferensi Cr^{6+}

Pada Gambar 4. terlihat bahwa absorbansi Cd^{2+} menurun dengan adanya Cr^{6+} . Dengan adanya Cr^{6+} yang semakin besar mengakibatkan absorbansi Cd^{2+} semakin kecil. Cr^{6+} mulai mengganggu penentuan Cd^{2+} pada perbandingan 100 : 10 atau 10 : 1. Karena pada tanpa penambahan ion logam Cr^{6+} , absorbansi yang dihasilkan absorbansi sebesar 0,058 sedangkan pada penambahan ion Cr^{6+} sebanyak 1 mL 10 ppm absorbansi menurun menjadi 0,044 atau menurunkan absorbansi sebesar 24,13%. Maka dapat dikatakan bahwa keberadaan ion Cr^{6+} dapat mengganggu atau menginterferensi Cd^{2+} pada perbandingan 10 : 1 dan setelah penambahan ion Cr^{6+} 10 ppm sebanyak 1 mL. Hal tersebut terjadi karena antara ion Cr^{6+} dengan Cd^{2+} berkompetisi untuk membentuk endapan dengan ligan pirolidin ditiokarbamat pada saat terjadi proses pengendapan.

Pengaruh variasi konsentrasi Cd^{2+} dalam kondisi optimum bertujuan untuk mengetahui presentase ion logam Cd^{2+} yang dapat mengendap pada kondisi optimum yang telah diperoleh meliputi pH larutan dalam proses kopresipitasi, penambahan jumlah APDC, dan waktu pengadukan.

Dari Tabel 1. telah diperoleh % temu balik variasi konsentrasi kadar Cd^{2+} sebesar 96,91%.

Hasil perolehan % temu balik relatif tinggi, namun logam Cd^{2+} tidak semuanya larut, sebagian masih berada dalam larutan sehingga akan mengurangi harga absorbansi. Hal ini berarti analisis Cd^{2+} dengan metode kopresipitasi menggunakan APDC cukup baik.

Tabel 1. Pengaruh variasi konsentrasi Cd^{2+}

No	Cd^{2+} 50 mL (ppm)	Cu^{2+} 100 ppm (mL)	APDC 2% optimum (mL)	pH optimum	Waktu pengadukan optimum (menit)	Kadar Cd^{2+} ppm	% Temu Balik
1	2	5	1	4	5	0,5963	98,240
2	4	5	1	4	5	0,8789	97,678
3	6	5	1	4	5	1,1412	94,821
Rata-rata % Temu Balik = 96,913%							

Dalam penentuan kadar kadmium dalam sampel limbah elektroplating sebagai uji coba diperoleh hasil pada Tabel 2.

Tabel 2. Kadar kadmium dalam limbah industri dengan metode kopresipitasi

No	Sampel (mL)	Cd^{2+} 2 ppm (mL)	Absorbansi	Kadar Cd^{2+} (ppm)
1	1	0	0,057	0,5793
2	1	2	0,059	0,6008
3	1	4	0,062	0,6330
4	1	6	0,063	0,6437

Dari Tabel 2. endapan yang diperoleh Cd^{2+} dalam limbah industri elektroplating tanpa penambahan Cd^{2+} 2 ppm sebesar 0,579 ppm. Hal tersebut menunjukkan bahwa kadar kadmium dalam limbah elektroplating yang diperoleh dari hasil kopresipitasi dengan APDC 2% sebesar 0,579 ppm. Hal tersebut dikarenakan kadar kadmium dalam limbah elektroplating memang lebih sedikit bila dibandingkan dengan kromium dan tembaga. Banyaknya kromium dan tembaga yang terkandung dalam limbah elektroplating dapat mengganggu proses absorbansi kadmium atau menginterferensi, sehingga kadar kadmium yang telah diperoleh dalam limbah elektroplating bisa jadi terinterferensi oleh logam-logam lain seperti kromium dan tembaga yang menyebabkan kadar kadmium yang terukur menjadi kecil.

Simpulan

Penentuan kadar Cd^{2+} dalam sampel limbah industri elektroplating dengan metode kopresipitasi menggunakan ligan ammonium pirolidin ditiokarbamat yang telah diperoleh melalui optimasi pH larutan, penambahan jumlah ligan APDC, waktu pengadukan, keberadaan ion logam Cr^{6+} , pengaruh variasi konsentrasi kadmium kondisi optimum, dan penentuan kadar sampel terhadap penentuan kadar kadmium dalam limbah elektroplating adalah sebesar 0,579 ppm.

Daftar Pustaka

- Handyana, P. 2004. *Kamus Kimia*. Jakarta: Balai Pustaka
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik* (Terjemahan). Bombay: Indian

- Institute of Technology
- Palar, H. 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta
- Srisuwan, G. and Thongcha, P. 2002, Removal of Heavy Metal from Elektroplating Wastewater by Membrane. *Membrane Sci. & Tech.* Vol. 24: 965-976
- Stary, J. and Irving, H. 1964. *The Solvent Extractions of Metal Chelates*. Amsterdam: Pergamon Press
- Underwood A.L. dan Day R.A. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-4 (Terjemah: Quantitative Analysis). Iis Sopyan (Penerjemah). Jakarta: Erlangga