



PERBANDINGAN KARAKTERISTIK PIM BERBASIS POLIVINIL KLORIDA, DI-(2- ETHYLHEXYL) PHOSPHORIC ACID DAN ASAM OLEAT SEBELUM DAN SESUDAH EKSTRAKSI Zn(II) DALAM SUASANA ASAM

Fidelis Nitti^{1*}, Suwari¹, Yoana F.D.C. Kedang¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Kupang

* Corresponding author, email: fnitti@staf.undana.ac.id

ABSTRACT

Research has been conducted titled Comparison of the Characteristics of Polyvinyl Chloride-Based PIM, Di-(2-Ethylhexyl) Phosphoric Acid, and Oleic Acid Before and After Zn(II) Extraction in Acidic Conditions. The research aimed to evaluate the ability of PIM to extract Zn(II) and compare the physical and chemical characteristics of PIM before and after Zn(II) extraction in an acidic environment. This was determined by applying PIM for Zn(II) extraction, followed by testing its physical and chemical properties, including measurements of water contact angle, water uptake, tensile strength, and % elongation, as well as characterizing PIM using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Scanning Electron Microscope (SEM) to assess its performance and stability for future applications. The results showed that PIM successfully extracted Zn(II) in an acidic conditions at a concentration of 21.24 mg/L from an initial concentration of 24 mg/L, achieving a separation efficiency of 88.5%. Comparisons of FTIR and SEM characterizations, as well as the physical and chemical property tests before and after extraction, revealed no significant differences. The membrane remained hydrophilic, with the water contact angle decreasing slightly from 48.5° to 46.6° and water uptake increasing from 8.1% to 11.7%. Additionally, PIM maintained flexibility, with tensile strength decreasing from 10.7 MPa to 5.6 MPa and % elongation decreasing from 172% to 117.3%.

Keywords: PIM, Zn(II) Extraction.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian dengan judul Perbandingan Karakteristik PIM Berbasis Polivinil Klorida, Di-(2-Ethylhexyl) Phosphoric Acid dan Asam Oleat Sebelum dan Sesudah Ekstraksi Zn(II) dalam Suasana Asam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan PIM dalam mengekstraksi Zn(II) serta perbandingan karakteristik sifat fisik dan kimia pada PIM sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi Zn(II) dalam suasana asam. Hal ini ditentukan dengan mengaplikasikan PIM untuk ekstraksi Zn(II) yang kemudian diuji sifat fisika dan kimianya berupa pengukuran *Water Contact Angle*, *Water Uptake*, *Tensile Strength* dan % *Elongation* serta karakterisasi PIM menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui kinerja dan stabilitas PIM dalam aplikasi selanjutnya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa PIM mampu mengekstraksi Zn(II) dalam suasana asam sebanyak 21,24 mg/L dari konsentrasi 24 mg/L atau efisiensi pemisahan sebesar 88,5%. Sedangkan perbandingan karakterisasi FTIR, SEM serta nilai pengujian sifat fisik dan kimia sebelum dan sesudah ekstraksi tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan dimana membran masih bersifat hidrofilik dengan nilai *Water Contact Angle* dari 48,5° ke 46,6°, *Water Uptake* dari 8,1% ke 11,7%. PIM juga bersifat fleksibel dengan nilai *Tensile Strength* dari 10,7 ke 5,6 Mpa dan %*Elongation* dari 172% ke 117,3%.

Kata Kunci: PIM, Ekstraksi Zn(II).

PENDAHULUAN

Teknik untuk memisahkan satu atau lebih senyawa dari suatu sampel dengan

menggunakan pelarut yang sesuai disebut dengan ekstraksi. Salah satu jenis ekstraksi yang kini banyak digunakan adalah ekstraksi pelarut karena prosesnya mudah dan cepat, serta telah banyak digunakan untuk mengekstraksi ion logam dari suatu larutan yang dapat mencemari lingkungan [35]. Meskipun demikian, penggunaan metode jenis ini kurang ekonomis dan dapat merugikan lingkungan karena menggunakan pelarut organik dalam jumlah banyak yang dapat berdampak buruk bagi lingkungan dan kesehatan manusia. Pelarut yang digunakan cenderung mengganggu hasil analisis karena zat lain yang tidak diinginkan ikut terlarut dalam proses ekstraksi. Hal ini menyebabkan ekstraksi pelarut kurang efisien dalam memisahkan logam [8, 33]. Untuk mengatasi kelemahan tersebut, dikembangkan metode alternatif lainnya yaitu membran. Membran merupakan penghalang selektif antara dua fase cair yang berbeda dengan tingkat selektivitas dan efisiensi yang dapat disesuaikan dengan banyak proses pemisahan serta pemurnian dibandingkan dengan proses ekstraksi pelarut, misalnya pemisahan senyawa organik dari larutan, pemurnian logam, pemurnian air, dan sebagainya [1]. Salah satu jenis membran yang mampu menutupi kekurangan dari ekstraksi pelarut adalah *Polymer Inclusion Membrane* (PIM).

PIM merupakan jenis membran cair terbaru yang mampu mempertahankan stabilitasnya serta memiliki sifat yang transparan, tipis, homogen, fleksibel, dan tidak berminyak [28]. Sebagai suatu alternatif, pemisahan berbasis PIM lebih baik dibandingkan dengan ekstraksi pelarut karena penggunaan pelarut organik yang lebih sedikit dan bahan kimia lainnya yang tidak terlalu berbahaya serta tidak mudah terbakar dalam proses pembuatannya, sehingga dampaknya terhadap lingkungan dan kesehatan manusia dapat diminimalkan [37]. Selain itu, PIM juga memiliki kemampuan untuk melakukan ekstraksi berulang dengan mempertahankan selektivitas pelarut yang terkait, dimana proses pemisahannya lebih cepat. PIM terdiri dari tiga bahan utama, yaitu polimer pendukung, ekstrak, dan *plasticizer* [16]. Polimer pendukung merupakan bahan utama yang membentuk struktur, memberi dukungan mekanis pada membran termasuk ketahanannya terhadap asam dan basa serta menahan fase cair [23]. *Polyvinyl chloride* (PVC) adalah polimer pendukung yang sering digunakan karena lebih tahan pada kondisi asam, basa, garam serta merupakan polimer amorf dengan tingkat kristalinitas yang rendah dan hampir tidak terhidrasi [27]. Ekstrak dalam pembuatan PIM berfungsi untuk mengekstraksi senyawa target dari fase sumber ke fase penerima melalui membran. Selektivitas, efisiensi pengangkutan, dan stabilitas membran bergantung pada ekstrak [9]. Salah satu jenis ekstrak yang sering digunakan adalah *Di-(2-ethylhexyl) phosphoric acid* (D2EHPA) karena dapat berfungsi sebagai penukar kation dan memiliki sifat selektivitas dan efektivitas yang lebih baik dibandingkan dengan ekstrak lainnya [20]. Kelebihan lainnya, D2EHPA juga memiliki kelarutan yang baik dalam banyak pelarut organik, stabilitas kimia yang tinggi, dan non-volatilitas [32]. Selain polimer pendukung dan ekstrak, PIM juga

mengandung *plasticizer* yang berfungsi untuk meningkatkan fleksibilitas membran [37]. *Plasticizer* yang banyak digunakan saat ini adalah *plasticizer* sintetik yang mana dapat berbahaya bagi lingkungan dan harganya yang cukup mahal. Oleh sebab itu, penggunaan *plasticizer* alami sangat diperlukan seperti asam oleat dengan kelebihanannya yang dapat meningkatkan fleksibilitas dan elastisitas pada membran. *Plasticizer* ini juga bersifat ramah lingkungan, harganya yang murah, dapat diperbaharui, memiliki kelarutan yang rendah dalam air dan tidak beracun dibandingkan dengan *plasticizer* sintetik [39, 7]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Mone [26], asam oleat dapat digunakan sebagai *plasticizer* alami dalam pembuatan PIM dengan polimer pendukung PVC dan ekstraktan D2EHPA.

PIM dengan komponen tersebut juga terbukti menunjukkan tingkat stabilitas yang baik dalam suasana asam [31]. Untuk mengetahui kemampuan PIM lebih lanjut maka perlu dilakukan pengaplikasiannya pada proses ekstraksi logam. PIM banyak diteliti karena kemampuannya untuk mengekstraksi logam berat dan senyawa organik dari media berair. Salah satu ion logam yang berbahaya bagi lingkungan adalah Zn. Dalam penggunaannya pada konsentrasi yang tinggi, Zn dapat bersifat toksik bagi lingkungan dan juga manusia [10]. Oleh karena itu, ekstraksi Zn(II) dari larutan perlu dilakukan untuk meminimalkan limbah yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Almeida [2], PIM telah terbukti sebagai alternatif untuk mengekstraksi Zn dari larutan. Keberhasilan penggunaan PIM dalam proses ekstraksi ini sangat bergantung pada kemampuan PIM itu sendiri dalam mempertahankan sifat fisika dan sifat kimianya. Sehingga perlu dilakukan perbandingan perubahan kedua sifat tersebut sebelum dan sesudah ekstraksi Zn(II) dalam suasana asam untuk memahami kinerja dan stabilitas PIM dalam aplikasi selanjutnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Perbandingan karakteristik PIM sebelum dan sesudah ekstraksi dilakukan untuk mengetahui kemampuan PIM dalam mempertahankan sifat fisika dan kimia sehingga dapat mengetahui kelayakannya dalam proses ekstraksi selanjutnya

Pembuatan PIM

Proses pembuatan PIM hingga pengukuran sifat fisik dan karakterisasi PIM sebelum diekstraksi merujuk pada peneliti sebelumnya [26]. Dalam pembuatan PIM, setiap komponen penyusunnya memiliki pengaruh terhadap pembentukan PIM yang memenuhi kriteria ideal. Berdasarkan peneliti sebelumnya, PIM dengan komposisi optimum 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat memenuhi kriteria membran yang ideal, yaitu tipis, transparan, fleksibel, dan tidak berminyak yang dapat dilihat pada Gambar 1.

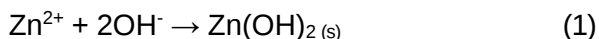


Gambar 1. PIM komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat

Kriteria ideal PIM yang dihasilkan menunjukkan bahwa semua komponen PIM memiliki kompatibilitas yang baik satu sama lain. Komposisi PIM yang digunakan sebanding dengan penelitian yang dilakukan oleh Bahrami [7] dengan persentase komposisi yang sama, namun dengan komposisi yang berbeda yaitu, 50% PVC, 40% aliquat 336, dan 10% asam oleat.

Ekstraksi Zn(II)

PIM dengan komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat digunakan dalam proses ekstraksi ion logam yang bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam melakukan pemisahan dan pemurnian ion logam. Ekstraksi ini menggunakan larutan Zn(II) sebagai larutan umpan yang dibuat dari garam $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dan larutan HCl sebagai larutan penerima. Larutan umpan mengandung 24 mg/L logam Zn yang dibuat pada kondisi asam dengan pH 3. Kondisi ini dianggap sebagai kondisi yang ideal untuk dilakukan ekstraksi menggunakan PIM dengan D2EHPA sebagai pembawa karena ion logam tetap dalam bentuk kationik sehingga lebih mudah berinteraksi dengan D2EHPA [12]. Pada pH yang ideal (biasanya sekitar pH 3-5 untuk Zn^{2+}), efisiensi ekstraksi Zn^{2+} mencapai puncaknya karena kondisi ini mendukung pembentukan kompleks antara ion logam dan D2EHPA tanpa adanya gangguan oleh ion H^+ . Namun, pada pH yang terlalu tinggi (biasanya sekitar pH >5), efisiensi ekstraksi akan menurun secara signifikan karena Zn^{2+} dapat mengendap dalam bentuk $\text{Zn}(\text{OH})_2$ atau bentuk lainnya, yang membuatnya tidak dapat diangkut oleh membran [19].



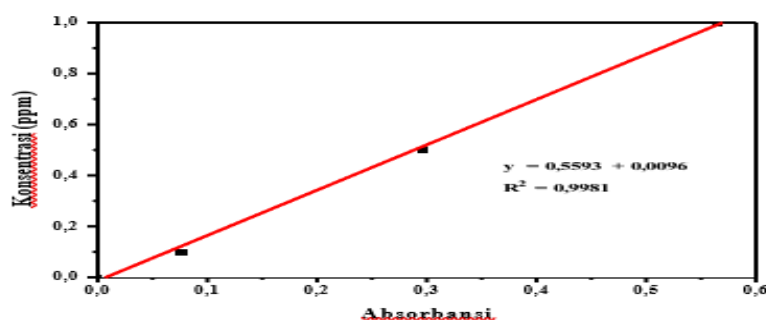
Selama proses ekstraksi dilakukan, terjadi pembentukan senyawa kompleks Zn-D2EHPA. Hal ini dikarenakan D2EHPA mempunyai gugus asam yang terikat pada dua rantai alkil (etilheksil) sehingga dapat membentuk struktur dimer yang stabil melalui ikatan hidrogen antara dua gugus fosfat ($\text{P}=\text{O}$ dan $-\text{OH}$) [4]. Pembentukan kompleks Zn-D2EHPA mengikuti persamaan reaksi berikut:



Berdasarkan persamaan 2, dapat dilihat bahwa dimer D2EHPA bertindak sebagai ligan yang berinteraksi dengan ion logam yang menunjukkan bahwa ion logam masuk ke dalam

membran selama proses ekstraksi. Senyawa kompleks yang terbentuk harus dibuat tidak bermuatan karena apabila senyawa kompleks yang terbentuk memiliki muatan, maka senyawa tersebut tidak dapat diekstraksi ke fase organik [3].

Pengukuran konsentrasi Zn(II) dalam larutan dilakukan setelah proses ekstraksi. Namun sebelum itu, terlebih dahulu dilakukan pengukuran absorbansi pada larutan standar Zn(II) untuk memperoleh kurva kalibrasi. Pengukuran absorbansi dilakukan pada deret standar Zn(II), yaitu 0 ppm, 0,1 ppm, 0,5 ppm, dan 1 ppm. Kurva kalibrasi larutan standar Zn(II) dapat dilihat pada Gambar 2.

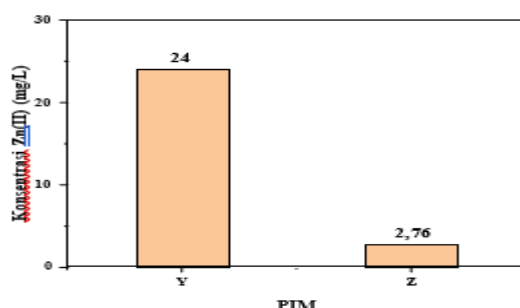


Gambar 2. Kurva kalibrasi larutan standar Zn(II)

Berdasarkan Gambar 2, diperoleh bahwa persamaan regresi linear $y = 0,5593x + 0,0096$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) = 0,9981. Kemudian nilai koefisien korelasi (r) dicari dengan menggunakan rumus $\sqrt{R^2}$, maka didapatkan nilai r yaitu 0,999. Nilai R^2 ataupun r yang didapat

menyatakan adanya korelasi yang kuat antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansi.

Menurut Badan Standardisasi Nasional [5], jika nilai koefisien korelasi regresi liniernya $>0,995$ maka telah memenuhi syarat keberterimaan uji linieritas. Dalam penelitian ini diketahui bahwa persamaan kurva kalibrasi telah memenuhi syarat linearitas. Hal ini menunjukkan bahwa ketika konsentrasi standar meningkat, absorbansi juga meningkat secara proporsional. Setelah diperoleh persamaan regresi linear, dilakukan pengukuran konsentrasi Zn(II) dalam larutan sebelum dan sesudah ekstraksi. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 3.



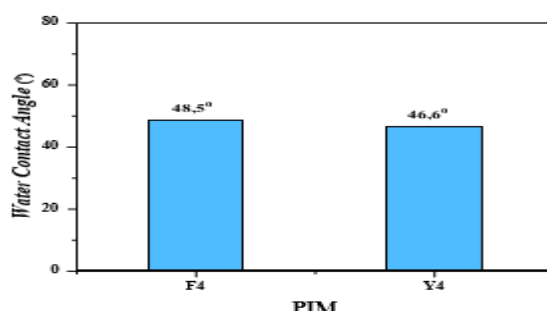
Gambar 3. Perbandingan konsentrasi larutan Zn(II) sebelum ekstraksi (Y) dan sesudah ekstraksi (Z)

Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa konsentrasi Zn(II) dalam larutan mengalami penurunan yang semula 24 mg/L menjadi 2,76 mg/L. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa PIM berhasil mengekstraksi Zn(II) sebanyak 21,24 mg/L dari konsentrasi 24 mg/L. Penurunan konsentrasi Zn(II) menunjukkan bahwa efisiensi perpindahan ion logam dari larutan umpan ke membran sebesar 88,5%. Dengan demikian, PIM dengan komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat berhasil mengekstraksi Zn(II) dalam larutan.

Karakterisasi Fisik dan Kimia PIM

a. *Water contact angle*

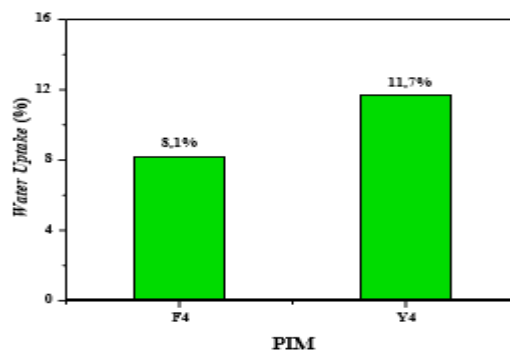
Kebasahan permukaan atau hidrofilisitas membran umumnya diukur menggunakan uji pengukuran sudut kontak. Sudut yang lebih besar ($>90^\circ$) menunjukkan membran bersifat hidrofobik sedangkan sudut yang lebih kecil ($<90^\circ$) menunjukkan membran bersifat hidrofilik. Hidrofilisitas membran dikatakan lebih tinggi ketika sudut kontak yang dibuat oleh air dengan membran lebih kecil [5]. Pengukuran ini dilakukan sebelum dan sesudah ekstraksi Zn(II). Berikut hasil WCA PIM sebelum dan sesudah ekstraksi:



Gambar 4. Hasil pengukuran WCA PIM sebelum ekstraksi (F4) dan sesudah ekstraksi (Y4). Gambar 4 menunjukkan perbandingan nilai sudut kontak air sebelum dan sesudah dilakukan proses ekstraksi Zn(II). Sebelum ekstraksi, nilai sudut kontak air pada membran sebesar $48,5^\circ$ dan sesudah dilakukan ekstraksi $46,6^\circ$. Berdasarkan nilai tersebut, tidak terjadi penurunan nilai sudut kontak secara signifikan dalam penggunaan membran untuk proses ekstraksi Zn(II). Hal ini mengindikasikan bahwa membran cukup baik dan stabil walau telah diaplikasikan yang mana dibuktikan pula dalam penelitian yang dilakukan oleh Lusiana dan Santosa [24], yang menyatakan bahwa nilai sudut kontak air pada membran ditemukan stabil setelah proses penggunaannya.

b. *Water uptake*

Pengukuran *water uptake* atau daya serap membran bertujuan untuk mengetahui banyaknya air yang dapat berdifusi ke dalam pori-pori membran [16]. Serapan air suatu membran ditentukan oleh jumlah rongga kosong dan kemampuan interaksi antara molekul-molekul penyusun senyawa membran dengan air yang berdifusi di sekelilingnya. Pengukuran ini dilakukan sebelum dan sesudah ekstraksi Zn(II). Berikut hasil *water uptake* PIM sebelum dan sesudah ekstraksi:

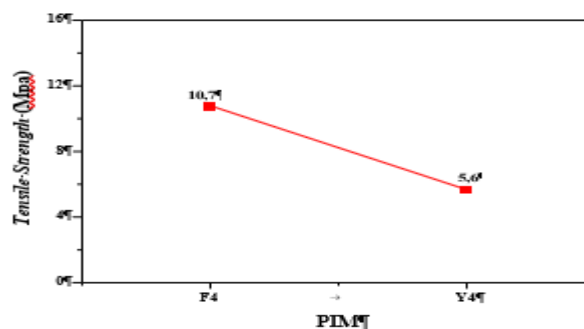


Gambar 5. Hasil pengukuran *water uptake* PIM sebelum ekstraksi (F4) dan sesudah ekstraksi (Y4).

Gambar 5 menunjukkan hasil pengukuran *water uptake* pada PIM sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi Zn(II). PIM sebelum proses ekstraksi memiliki nilai serapan sebesar 8,1% yang berarti PIM bersifat hidrofilik. Sementara pada PIM setelah dilakukan ekstraksi nilai serapan airnya meningkat menjadi 11,7%. Peningkatan nilai serapan ini menunjukkan bahwa jumlah pori pada membran setelah proses ekstraksi semakin meningkat. Dimana air yang masuk akan mengisi pori pada membran sehingga semakin banyak air yang diserap oleh membran [41]. Peningkatan jumlah pori tersebut dikarenakan selama proses ekstraksi terdapat komponen penyusun membran yang terlepas sehingga penampang atau permukaan membran menjadi berpori [21]. Nilai serapan yang semakin besar ini menunjukkan bahwa PIM mampu mempertahankan sifat hidrofilisitasnya walau telah digunakan dalam proses ekstraksi pada suasana asam.

c. *Tensile strength*

Tensile strength adalah salah satu sifat mekanik membran untuk mengetahui kekuatan tarik yang dapat ditahan membran sebelum putus terhadap gaya yang diberikan hingga dapat merusak membran. Dalam pengujian ini, PIM diuji kekuatan tariknya sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi Zn(II) guna mengetahui kemampuan PIM dalam aplikasi selanjutnya.



Gambar 6. Hasil pengukuran *tensile strength* sebelum ekstraksi (F4) dan sesudah ekstraksi Zn(II) (Y4)

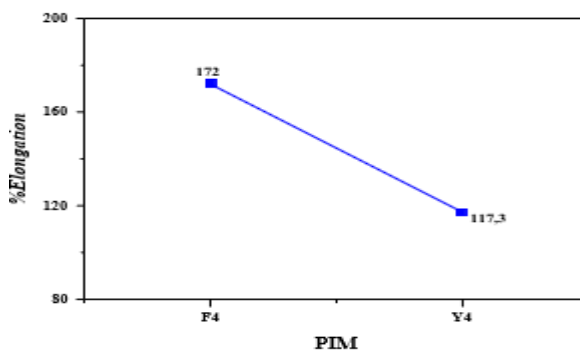
Gambar 6 menunjukkan perbandingan kekuatan tarik membran sebelum diekstraksi dan sesudah diekstraksi. Penurunan nilai kuat tarik PIM biasanya menunjukkan bahwa PIM

bersifat fleksibel [30]. Berdasarkan hasil pada grafik, kekuatan tarik membran setelah diekstraksi Zn(II) lebih kecil yaitu 5,65 Mpa dibandingkan sebelum dilakukan ekstraksi Zn(II) yaitu 10,73 Mpa. Hal ini dikarenakan adanya komponen penyusun membran yaitu asam oleat yang mempunyai interaksi gugus polar dengan PVC, serta sifat pemlastis yang dimiliki oleh D2EHPA sehingga mengurangi interaksi antar rantai polimer yang membuat membran fleksibel dan tidak mengalami degradasi mekanis yang mana hal ini juga dapat berdampak terhadap kelenturan membran dalam jangka panjang [18]. Hal ini menunjukkan penambahan *plasticizer* dapat mendukung sifat fisik dari membran. Penambahan asam oleat dalam penelitian ini berhasil menjadikan membran lebih fleksibel dan tidak mudah putus walau telah melalui proses ekstraksi Zn(II).

Penelitian ini sebanding dengan penelitian yang dilakukan oleh Kiswandono [21] yang menyatakan penurunan *plasticizer* selama proses ekstraksi dapat menurunkan nilai kuat tarik membran dari 11,3 Mpa menjadi 6 Mpa. Adapun juga penelitian yang dilakukan oleh Wassi [48] yang menunjukkan nilai kuat tarik membran tanpa penambahan *plasticizer* yang semakin melemah setelah dilakukan ekstraksi yaitu dari 9,11 Mpa menjadi 12,77 Mpa.

d. %Elongation

Perpanjangan atau *%elongation* diperoleh dari perbandingan pertambahan panjang maksimum membran dengan panjang awalnya. Rasio regangan menunjukkan seberapa jauh permukaan membran dapat meregang, dan regangan menunjukkan kelenturan atau fleksibilitas membran. Pengukuran *%elongation* dilakukan sebelum dan sesudah ekstraksi Zn(II). Berikut hasil *%elongation* PIM sebelum dan sesudah ekstraksi



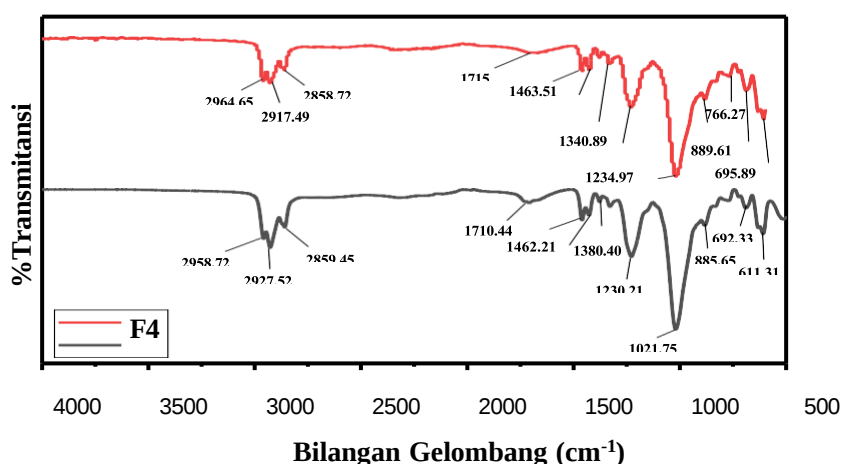
Gambar 7. Hasil pengukuran *%elongation* sebelum ekstraksi (F4) dan sesudah ekstraksi Zn(II) (Y4)

Berdasarkan Gambar 7 menunjukkan persentase pemanjangan membran sebelum dan sesudah melewati proses ekstraksi Zn(II). Nilai persen pemanjangan sebanding dengan nilai kekuatan tarik pada membran. Pada membran sebelum ekstraksi Zn(II) memiliki nilai persen pemanjangan sebesar 172%. Nilai pemanjangan ini menunjukkan penambahan D2EHPA dan *plasticizer* asam oleat meningkatkan persentase pemanjangan membran sebelum putus [30]. Sementara untuk membran setelah melewati proses ekstraksi Zn(II) menunjukkan penurunan persentase pemanjangannya yaitu 117,3%. Selama proses ekstraksi Zn(II) dapat

mengakibatkan hilangnya sejumlah kecil bahan pemlastis (dekomposisi sebagian) komponen membran tersebut sehingga kemampuan membran untuk merenggang semakin berkurang yang menyebabkan nilai persen pemanjangannya menjadi menurun [14].

e. Analisis FTIR

Pada analisis spektroskopi FTIR dilakukan sebelum dan sesudah PIM diekstraksi yang bertujuan untuk mengidentifikasi pergeseran pita serapan yang menunjukkan adanya interaksi antara logam Zn(II) dengan gugus fungsional pada membran setelah dilakukan ekstraksi.



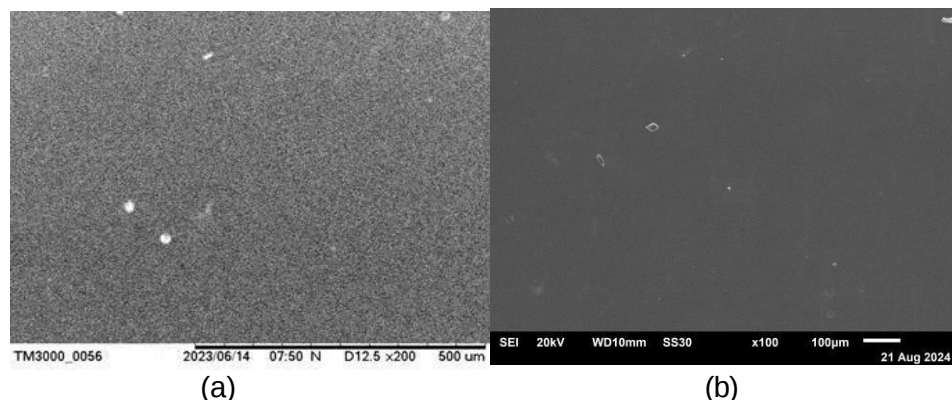
Gambar 8. Spektra FTIR PIM sebelum ekstraksi (F4) dan sesudah ekstraksi Zn(II) (Y4)

Berdasarkan hasil FTIR pada Gambar 8 PIM yang tersusun dari 50% PVC, 40% D2EHPA dan 10% asam oleat sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi Zn(II) menunjukkan spektra yang tidak berbeda secara signifikan. Ini membuktikan bahwa komponen PIM yang terdapat dalam membran mampu dipertahankan dengan baik walau telah digunakan dalam proses ekstraksi Zn(II) yang ditandai dengan gugus-gugus fungsional seperti CH_2 pada pita serapan dengan panjang gelombang 2927 cm^{-1} yang merupakan puncak karakteristik PVC, dan gugus POC dan POH pada panjang gelombang 1021 cm^{-1} adalah puncak karakteristik D2EHPA [30]. Dari data FTIR pula diketahui adanya interaksi antara Zn(II) dan membran. Hal ini dibuktikan dengan perubahan intensitas serapan dan sedikit perubahan bilangan gelombang. Pada serapan 1715 cm^{-1} yang merupakan karakteristik gugus C=O *stretching* dari asam oleat mengalami perubahan setelah diekstraksi dengan Zn(II) menjadi 1710 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan terjadinya penurunan intensitas yang menandakan adanya interaksi logam Zn(II) yang terperangkap pada gugus O pada gugus C=O yang merupakan gugus asetil dari turunan karboksil [45]. Pengujian ini membuktikan bahwa PIM dengan komposisi ini dapat digunakan dalam proses pemisahan atau ekstraksi logam dari larutan.

f. Analisis SEM

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi dari permukaan membran serta menganalisis penyebaran komponen membran baik sebelum dilakukan

ekstraksi Zn(II) maupun sesudah dilakukan ekstraksi Zn(II). Berikut hasil SEM PIM sebelum dan sesudah ekstraksi:



Gambar 9. Hasil SEM sebelum ekstraksi Zn(II) (a) dan sesudah ekstraksi Zn(II) (b)

Gambar (a) merupakan hasil SEM sebelum dilakukan ekstraksi Zn(II) yang menunjukkan permukaan membran yang halus serta penyebaran pori yang merata dimana *plasticizer* dan ekstrak tersebar merata pada polimer pendukung dan terdapat *micro-channels* yang membuktikan adanya ekstrak D2EHPA dalam PIM yang berguna untuk meningkatkan transport elektron atau ekstraksi ion logam [34]. Sedangkan pada gambar (b) merupakan hasil SEM setelah dilakukan ekstraksi Zn(II) yang menunjukkan permukaan membran yang homogen. Membran yang sebelumnya berpori, telah terisi gumpalan dengan bentuk seragam yang diduga merupakan kation Zn^{2+} dari ion logam Zn(II) yang terperangkap pada membran ketika bereaksi dengan komponen membran selama proses ekstraksi. Hasil penelitian ini sebanding dengan penelitian yang dilakukan oleh Wassi [48] yang membuat PIM dengan komposisi 60% RPVC dan 40% D2EHPA dan menunjukkan hasil yang serupa pula yaitu membran setelah proses ekstraksi Zn(II) memiliki permukaan yang halus dan homogen.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

1. PIM dengan komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat menunjukkan kemampuan yang baik dalam proses ekstraksi yang terbukti dari hasil ekstraksi Zn(II) sebesar 21,24 mg/L dengan efisiensi pemisahan 88,5%.
2. Perbandingan karakteristik PIM sebelum dan sesudah proses ekstraksi Zn(II) menunjukkan hasil yang tidak berbeda secara signifikan dimana PIM masih bersifat hidrofilik setelah proses ekstraksi dengan nilai *water contact angle* 46,6° dan *water uptake* 11,7%. Kemudian fleksibilitas membran masih terjaga dengan hasil pengukuran *tensile strength* yaitu 5,65 Mpa, dan %*elongation* 117,3%.
3. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa PIM mampu mempertahankan keberadaan komponen penyusunnya yang ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak serapan

yang masih terlihat jelas setelah proses ekstraksi, dan dalam analisis SEM memperlihatkan pula permukaan membran yang homogen setelah proses ekstraksi Zn(II).

DAFTAR PUSTAKA

1. Abedini, R. dan Nezhadmoghadam, A. 2010. Application of membrane in gas separation processes: its suitability and mechanisms. *Petroleum and Coal*, 52(2): 69-80.
2. Almeida, M.I.G.S., Cattrall, R. W., dan Kolev, S. D. 2012. Recent trends in extraction and transport of metal ions using polymer inclusion membranes (PIMs). *Journal of Membrane Science*, 415-416: 9–23.
3. Anggraeni, A., Mutalib, A., Primadhini, dan Bahti, H.H. 2015. Ekstraksi gadolinium(III) dan samarium(III) dengan pelarut n-heksana melalui pembentukan kompleks dengan ligan asam di- (2-etilheksil) fosfat. *Chimica et Natura Acta*, 3(2): 80-83.
4. Aziz, M., Arifin N.F.T., dan Lau W.J. 2019. Preparation and characterization of improved hydrophilic polyethersulfone/reduced graphene oxide membrane. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 23(3): 479-487.
5. Badan Standardisasi Nasional. 2009. Air dan Air Limbah - Bagian 4: Cara Uji besi (Fe) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-Nyala. *Badan Standardisasi Nasional*, 1–9.
6. Bahmid, N, A., Khaswar, S., Maddu, A. 2014. Pengaruh ukuran serat selulosa asetat dan penambahan dietilen glikol (DEG) terhadap sifat fisik dan mekanik bioplastik. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, 24(3): 226-234.
7. Bahrami, S., Dolatyari, L., Jam, H.S., Yaftian, M.R. 2022. Membrane extraction of V(V) by an oleic acid plasticized poly (vinyl chloride)/Aliquat® 336 polymer inclusion membrane. *Journal of Applied Polymer Science*, 139:52434.
8. Carner, C.A. Croft, C.F., Kolev, S.D., dan Almeida, M.I.G.S. 2020. Green solvents for the fabrication of polymer inclusion membranes (PIMs). *Separation and Purification Technology*, 239: 1–7.
9. Govindappa, H., Bhat, M.P., Uthappa, U.T., Sriram, G., Altalhi, T., Kumar, S.P., Kurkuri, M. 2022. Fabrication of a novel polymer inclusion membrane from recycled polyvinyl chloride for the real-time extraction of arsenic (V) from water samples in a continuous process. *Chemical Engineering Research and Design*, 182: 145-156.
10. Harefa, N. 2018. Sensitivitas ligan ditizon terhadap absorpsi logam zink dengan teknik emulsi membran cair. *Jurnal EduMatSains*, 3(1): 57-68.
11. Harumarani, S., dan Ma'ruf, W. F. 2016. Pengaruh perbedaan konsentrasi gliserol pada karakteristik edible film komposit semirefined karagenan eucheuma cottoni dan beeswax. *Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan*, 5(1): 101-105.
12. Hoque, B., Almeida, M.I.G.S., Cattrall, R.W., Gopakumar, T.G., dan Kolev, S.D. 2019. Effect of cross-linking on the performance of polymer inclusion membranes (PIMs) for the extraction, transport and separation of Zn (II). *Journal of Membrane Science*, 589: 117256.
13. Izak, P., Hovorka, S., Bartovský, T., Bartovská, L., dan Crespo, J.G. 2007. Swelling of polymeric membranes in room temperature ionic liquids, *Journal of Membrane Science*, 296(1-2): 131-138.
14. Jha, R., Rao, M. D., Meshram, A., Verma, H. R., dan Singh, K. K. 2020. Potential of polymer inclusion membrane process for selective recovery of metal values from waste

- printed circuit boards: A review. *Journal of Cleaner Production*, 265: 121621.
15. Jia, P., Hu, L., Shang, Q., Wang, R., Zhang, M., dan Zhou, Y. 2017. Self-plasticization of PVC materials via chemical modification of mannich base of cardanol butyl ether. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*. 5(8): 6665- 6673.
 16. Keskin, B., Gökoğlu, B.Z., dan Koyuncu, I. 2021. Polymer inclusion membrane applications for transport of metal ions: A critical review. *Chemosphere*, 279: 130604.
 17. Kislik, V.S. 2010. *Liquid membranes principles and applications in chemical separations and wastewater treatment*. Elsevier.
 18. Kiswandono, A. A., Siswanta, D., Aprilita, N. H., Santosa, S. J., dan Hayashita, T. 2013. Extending the life time of polymer inclusion membrane containing copoly (eugenol-DVB) as carrier for phenol transport. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13(3): 254-261.
 19. Kolev, S.D., Baba, Y., Cattrall, R.W., Tasaki, T., Pereira, N., Perera, J. M., dan Stevens, G.
 - W. 2009. Solid phase extraction of zinc(II) using a PVC-based polymer inclusion membrane with di(2-ethylhexyl)phosphoric acid (D2EHPA) as the carrier. *Talanta*, 78(3): 795-799.
 20. Li, C., Jia, Y., Lu, X., and Chen, H. 2023. Transport of Zn (II) through matrix enhanced polymer inclusion membrane containing OHA and D2EHPA. *Chemical Engineering Journal*, 452: 139288.
 21. Lusiana, R. A., Sangkota, V. D. A., dan Santosa, S. J. 2018. Chitosan succinate/PVA-PEG membrane: preparation, characterization and permeation ability test on creatinine. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 21(2): 80-4.
 22. Maiphetlho, K., Chimuka, L., Tutu, H., and Richards, H. 2021. Technical design and optimisation of polymer inclusion membranes (PIMs) for sample pre-treatment and passive sampling: A review. *Science of the Total Environment*, 799: 149483.
 23. Maiphetlho, K., Shumbula, N., Motsoane, N., Chimuka, L., dan Richards, H. 2020. Evaluation of silver nanocomposite polymer inclusion membranes (PIMs) for trace metal transports: selectivity and stability studies. *Journal of Water Process Engineering*, 37: 101527.
 24. Masta, N. 2020. *Buku Materi Pembelajaran Scanning Electron Microscopy*. Jakarta: Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan Universitas Kristen Indonesia.
 25. Miguel, E.R.D.S., Aguilar, J. C., dan Gyves, J.D. 2008. Structural effects on metal ion migration across polymer inclusion membranes: dependence of transport profiles on nature of active plasticizer. *Journal of membrane science*, 307(1): 105-116.
 26. Mone, C.M. 2023. Penggunaan asam oleat sebagai alternatif plasticizer alami dalam pembuatan dan karakterisasi polymer inclusion membrane (PIM). Skripsi. Kupang: Universitas Nusa Cendana.
 27. Wassi, E.U., Nitti, F., Ola, P.D. 2024. Ekstraksi Zn(II) menggunakan *polymer inclusion membrane* (PIM) dari resin polivinil klorida (RPVC) dan di(2-ethylhexyl) phosphoric acid (D2EHPA). Skripsi. Kupang: Universitas Nusa Cendana.

METODE PENELITIAN

Bahan

Dalam melakukan penelitian ini, peneliti menggunakan bahan-bahan seperti PVC (*Sigma- Aldrich, USA*), asam oleat (JIC89, Indonesia), D2EHPA (*Sigma-Aldrich, USA*), *tetrahydrofuran* (THF) (*EMD Millipore Corporation, Germany*), garam $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, aquades, HCl 1 M dan bahan sekali pakai seperti tisu dan *aluminium foil*.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *petridish* dengan diameter internal 9 cm, pipet tetes, pipet mikro 5000 μL , *white tip* (5 mL), *magnetic stirrer*, *shaker*, spatula, timbangan digital, botol lab duran 25 mL, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pinset, plastik klip (13x20 cm), *aluminium tray*, *microlens*, *smartphone*, *tensile testing machine* (Brookfield CT3), *atomic absorption spectrophotometry* (AAS), serta instrumen untuk karakterisasi PIM yaitu FTIR dan SEM (AA-6880).

Prosedur Kerja Optimasi Komposisi PIM Pembuatan PIM

Membran dengan komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat dibuat dengan metode *solvent casting* menggunakan pelarut THF yang sesuai dengan polimer pendukung yaitu PVC. Semua komponen PIM ditimbang dan dimasukkan kedalam botol lab duran, kemudian ditambahkan pelarut THF, dan distirrer selama ± 5 jam hingga semua komponen terlarut sempurna. Larutan kemudian dicetak dalam *petridish*, ditutup dengan penutup *petridish*, *tissue*, dan *aluminium tray* dengan tujuan menghindari adanya kontak langsung PIM dengan udara luar, larutan didiamkan selama 24 jam agar pelarut menguap dengan perlahan, kemudian dicabut dari *petridish*. Membran yang didapatkan adalah membran dengan kriteria yang ideal, yaitu tipis, transparan, tidak berminyak, fleksibel, dan homogen. Prosedur pembuatan PIM ini merujuk pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Mone [26]

Ekstraksi Zn(II)

a. Proses ekstraksi

Ekstraksi Zn(II) menggunakan PIM dengan komposisi optimum 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat diuji kemampuannya dalam memisahkan ion Zn(II) dari larutan umpan. PIM dipotong dengan diameter 4,5 cm dan ditimbang terlebih dahulu untuk mengetahui berat PIM sebelum digunakan untuk ekstraksi. Selanjutnya PIM yang telah dipotong dimasukkan ke larutan umpan, yaitu larutan Zn(II) yang mengandung 24 mg.L^{-1} dari $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dimasukan ke dalam botol kimia tertutup masing-masing 100 mL, dibuat sebanyak 4 rangkap hingga mencapai volume dengan penambahan aquades. Sampel di shaker pada kecepatan 120 rpm dengan interval waktu yang diambil yaitu setiap jam selama 5 jam. Pada setiap interval waktu, proses ekstraksi dihentikan sementara dan diambil 1 mL sampel dari masing-masing botol ekstraksi kemudian dipindahkan ke tabung reaksi yang telah disiapkan. Kemudian, ganti sampel 1 mL Zn(II) dengan menggunakan aquades dengan volume yang sama untuk mempertahankan volume larutan ekstraksi total pada 100 mL. Proses pengambilan sampel dilakukan dengan cara yang sama pada setiap interval waktu yang telah ditentukan. Setelah proses ekstraksi selesai, PIM dikeluarkan dari larutan dan dikeringkan kemudian dimasukkan kedalam larutan 100 mL HCl 1 M selama 5-6 jam untuk melepaskan (mengeksktraksi kembali) ion Zn(II) dari PIM.

b. Pengukuran Konsentrasi Zn(II)

Pengukuran kadar atau konsentrasi Zn(II) dilakukan menggunakan AAS. Terlebih dahulu dibuatkan larutan standar Zn(II) untuk membuat kurva kalibrasi dengan konsentrasi 0 ppm, 0,1 ppm, 0,2 ppm, dan 0,5 ppm. Hasil pengukuran diplot dalam bentuk grafik hubungan antara konsentrasi dan absorbansi yang dinyatakan dalam persamaan matematis yang akan digunakan untuk menentukan konsentrasi Zn(II) dalam sampel yang diekstraksi. Pengujian logam Zn diukur serapannya pada panjang gelombang 213 nm.

Pengukuran Water Contact Angle, Tensile Strength, % Elongation dan Water Uptake

Karakterisasi sifat fisik PIM dilakukan sebelum dan sesudah ekstraksi.

- a). *Water contact angle* (sudut kontak air) diukur dengan cara meneteskan air pada permukaan membran menggunakan pipet mikro dengan volume tetesan sebesar 5 μL . Setelah itu, *smartphone* yang dipasangkan *microlens* digunakan untuk mengambil gambar dari tetesan tersebut dan hasil gambar diproses menggunakan perangkat lunak pengolah gambar yaitu *Image J*. Tujuan pengukuran *water contact angle* untuk menunjukkan bagaimana hidrofobisitas dan hidrofilisitas dari suatu membran [12].
- b). *Tensile Strength* (daya tarik) dilakukan dengan menggunakan alat *tensile tester*. Membran yang dibuat akan ditarik secara perlahan hingga putus. Setiap beban tarik yang diberikan pada membran akan otomatis tercatat pada alat, lalu hasilnya dicatat dan dihitung dengan menggunakan persamaan: $\sigma = \frac{F}{A}$

Keterangan:

σ : Daya tarik (Mpa)

F : Beban tarik (N)

A : Luas permukaan (m^2)

- c). *%Elongation* (pemanjangan) dilakukan setelah uji daya tarik untuk mengetahui seberapa panjang membran yang ditarik tersebut hingga putus. Untuk mengetahui panjangnya, digunakan alat yang sama pada saat mengukur *tensile strength* yaitu *tensile tester*. Nilai *%elongation* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

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

Keterangan

:% e: Perubahan panjang membran (%)

A : Panjang awal PIM (cm)

B : Panjang akhir PIM (cm)

- d). *Water uptake* dilakukan untuk menentukan sifat hidrofilisitas PIM. Masing-masing PIM ditimbang terlebih dahulu untuk mendapatkan berat awal dan dipotong secara melingkar di bagian tengah dengan diameter 30 mm. Setelah itu, potongan PIM direndam dalam air dan didiamkan pada suhu kamar ($24 \pm 1^\circ\text{C}$) selama 24 jam, kemudian diangkat, dikeringkan dengan tisu secara perlahan dan ditimbang untuk mendapatkan berat basah. Nilai rata-rata dari berat dijadikan sebagai persentase serapan air (U) dengan persamaan:

$$U\% = \frac{W_w - W_d}{W_w} \times 100\%$$

Keterangan:

U : Daya serap air (%)

W_w : Berat basah PIM (g)

W_d : Berat kering PIM (g)

Karakterisasi PIM dengan FTIR dan SEM

PIM dengan komposisi 50% PVC, 40% D2EHPA, dan 10% asam oleat yang telah dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan ikatan yang terkandung di dalam membran dengan mendapatkan grafik antara bilangan gelombang dan transmitansi. Selain itu, dilakukan juga karakterisasi terhadap PIM menggunakan SEM

untuk mengetahui dan mempelajari morfologi permukaan PIM. Tingkat porositas dan homogenitas PIM dapat ditunjukkan oleh hasil karakterisasi SEM ini. Analisis FTIR dan SEM dilakukan sebelum dan sesudah proses ekstraksi.