

## Pengaruh Bufer Asetat Terhadap Kemampuan Adsorpsi Ion Timbal(II) Menggunakan *Ion Imprinted Polymer* (IIP) Termodifikasi Ligan EDTA

Cesno Pereira Lorenzo Dos Santos, Maria Monica Sianita\*

Universitas Negeri Surabaya

\*Email: [mariamonica@unesa.ac.id](mailto:mariamonica@unesa.ac.id)

---

### Abstrak

Timbal adalah salah satu unsur logam yang mempunyai tingkat toksisitas cukup tinggi dan jika terpapar dapat mengganggu kesehatan manusia. Berbagai metode untuk removal ion timbal(II) mempunyai kelemahan kemampuan adsorpsi yang rendah, karena bekerja pada pH tertentu. *Ion Imprinted Polymer* (IIP) adalah adsorben yang sangat efektif dalam removal ion timbal(II). IIP pada penelitian ini telah berhasil disintesis menggunakan metode presipitasi dengan menggunakan material seperti etilendiamintetraasetat (EDTA) (ligan), asam metakrilat (MAA) (monomer), etilen glikol dimetakrilat (EGDMA) (crosslinker), etanol-asetonitril (2:1) (porogen). Tujuan dari penelitian ini untuk menentukan pH optimum bufer fosfat terhadap kemampuan adsorpsi ion timbal(II) pada IIP termodifikasi ligan EDTA. Metode ekstraksi ion timbal(II) dari kerangka polimer menggunakan 1 mol/L asam nitrat. Hasil pengulangan ekstraksi dan cucian dengan akuademin menunjukkan konsentrasi ion timbal(II) terendah pada pencucian ke-4. Hasil penelitian diperoleh nilai pH optimum bufer asetat untuk adsorpsi ion timbal(II) pada pH 5,6 dengan persentase adsorpsi sebesar 30,45%.

Kata kunci: **Timbal, IIP, EDTA, Bufer Asetat.**

### Abstract

*Lead is one of the metal elements that has a fairly high level of toxicity and, if exposed, can interfere with human health. Various methods for removing lead(II) ions have the weakness of low adsorption capacity, because they work at a certain pH. Ion Imprinted Polymer (IIP) is a very effective adsorbent in removing lead(II) ions. In this study, IIP was successfully synthesized using a precipitation method with materials such as ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) (ligand), methacrylic acid (MAA) (monomer), ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) (crosslinker), and ethanol-acetonitrile (2:1) (porogen). The purpose of this study was to determine the optimum pH of phosphate buffer for the adsorption of lead(II) ions on IIP modified with EDTA ligands. Lead (II) ions were extracted from the polymer framework using 1 mol/L nitric acid. Repeated extraction and washing with Aquadest resulted in the lowest concentration of lead(II) ions in the 4th washing. The research results obtained the optimum pH value of acetate buffer for the adsorption of lead(II) ions at pH 5.6 with an adsorption percentage of 30.45%.*

**Keywords: Lead, IIP, EDTA, Acetate Buffer.**

### Pendahuluan

Timbal termasuk salah satu unsur yang mempunyai tingkat toksisitas yang tinggi dan menempati urutan kedua teratas setelah arsen (Agency For Toxic Substances and Disease Registry, 2022). Paparan timbal(II) pada manusia dapat membuat kompilasi penyakit seperti anemia (Arshad, 2022), kardiovaskular, dan gangguan saluran kemih (Khan et al., 2023). Oleh karena itu diperlukan agen *removal* untuk ion timbal(II).

*Ion imprinted polymer* (IIP) merupakan salah satu adsorben selektif yang mengenali ion logam sesuai dengan template yang telah terbentuk (Gatabi et al., 2020). Keunggulan IIP dibandingkan metode adsorpsi karbon aktif (Kharrazi et al., 2020) dan biosorben (Fathollahi et al., 2021), yaitu IIP dapat digunakan kembali (*reusability*) dan tingkat selektivitas terhadap ion logam target lebih tinggi.

Kemampuan IIP dalam mengadsorpsi ion timbal(II) sangat dipengaruhi oleh pH larutan. Aguilar et al. (2022) menghasilkan kapasitas adsorpsi yang rendah dengan ligan 4-vinil piridin yaitu sebesar 3,15 mg/g pada pH netral. Untuk mengatasi hal itu maka diperlukan kombinasi yang tepat antara bahan pembentuk polimer dengan ligan yang mempunyai kestabilan dan kemampuan adsorpsi ion timbal(II) yang kuat.

EDTA merupakan ligan dengan kemampuan kelat yang kuat membentuk kompleks heksadentat dan mampu mengikat ion logam dalam suasana sedikit asam (pH 4) hingga pH basa (Christian et al., 2014). Kombinasi antara EDTA dengan MAA akan meningkatkan afinitas pengikatan ion timbal(II), dikarenakan kemudahan MAA sebagai monomer fungsional membentuk ikatan hidrogen (Asni & Sianita, 2020), sehingga meningkatkan fleksibilitas dengan ligan EDTA. Penelitian tentang IIP termodifikasi ligan EDTA belum pernah dilaporkan dan fokus penelitian ini meneliti pengaruh bufer asetat terhadap kemampuan adsorpsi ion timbal(II) IIP dengan bahan EGDMA, EDTA, BPO, MAA, etanol dan asetonitril.

## **Metode**

### *Alat dan Bahan*

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS) (Shimadzu AA-7000). Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $Pb(NO_3)_2$ ,  $Na_2EDTA \cdot 3H_2O$ , BPO, MAA, dan asetonitril yang diperoleh dari Sigma Aldrich, Jerman. EGDMA dengan kemurnian 100% diperoleh dari Sigma Aldrich, Germany. Etanol dengan kemurnian 95% diperoleh dari Sigma Aldrich, Germany.  $HNO_3$  dengan kemurnian 65% diperoleh dari Fluka, Jerman. Gas nitrogen disuplai dari Aneka Gas, Indonesia. Bufer asetat dibuat dari pencampuran asam asetat glasial dan natrium asetat.

### *Sintesis NIP*

Metode polimerisasi presipitasi digunakan untuk sintesis *Non Imprinted polymer* (NIP). Sebanyak 0,331 g (0,1 mmol)  $Pb(NO_3)_2$  dan 0,09306 g (0,1 mmol)  $Na_2EDTA$  dicampurkan ke dalam pelarut etanol dan asetonitril 60 mL (2:1) disertai pengadukan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah itu MAA ditambahkan sebanyak 340  $\mu$ L (0,4 mmol), 3,9644 g (20 mmol) EGDMA, dan 0,048 g (0,2 mmol) BPO. Sebelum pemanasan larutan disuplai gas nitrogen selama 5 menit, kemudian diaduk pada kecepatan 600 rpm suhu 70°C. Pasta yang terbentuk dicuci dengan etanol dan akuademin 100 mL, dan dioven hingga kering (Wirawan et al., 2019).

### *Ekstraksi NIP*

Ekstraksi NIP dilakukan dengan  $HNO_3$  1 M sebanyak 100 mL dengan pengulangan lima kali dan dicuci dengan akuademin 100 mL. Filtrat yang dihasilkan dianalisis dengan FAAS. Residu yang dihasilkan berupa IIP, kemudian di oven hingga kering pada suhu 70°C. Filtrat yang dihasilkan dianalisis dengan FAAS dan persentase ekstraksi ditentukan dengan persamaan 1 (Asni & Sianita, 2020).

$$Ekstraksi (\%) = \frac{massa\ timbal(II)\ terekstrak\ (mg)}{massa\ timbal(II)\ terjebak\ (mg)} \times \frac{massa\ NIP\ terbentuk\ (g)}{massa\ NIP\ yang\ diekstrak\ (g)} \times 100$$

(1)

### *Pengaruh Kemampuan Adsorpsi IIP dengan pH Bufer Asetat*

Sebanyak 0,05 g IIP ditambahkan ke dalam larutan bufer asetat yang berisi ion timbal(II) 50 ppm sebanyak 50 mL dari rentang pH 4, 4,2, 4,6, 5, dan 5,6. Filtrat yang dihasilkan dianalisis dengan FAAS dan kemampuan adsorpsi ditentukan dengan persamaan 1 (Guo et al., 2014).

$$E = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100$$

(2)

Keterangan:  $E$  (%) adalah persen adsorpsi;  $C_i$  (mg/L) adalah konsentrasi awal; dan  $C_s$  (mg/L) adalah konsentrasi akhir.

## **Hasil dan Pembahasan**

### *Ekstraksi NIP*

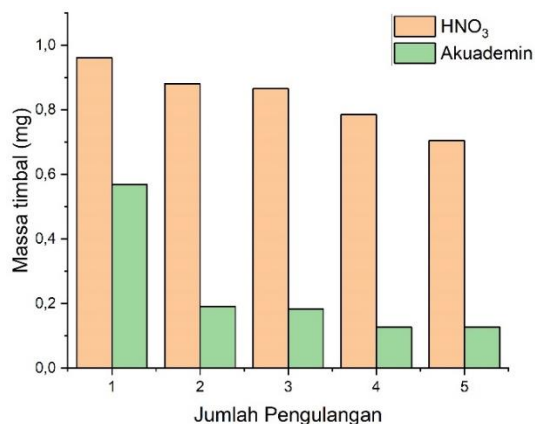
Ekstraksi NIP dilakukan dengan menggunakan  $HNO_3$  1 M untuk mengeluarkan ion timbal(II), sehingga meninggalkan pori yang spesifik terhadap ion timbal(II).  $HNO_3$

digunakan sebagai agen pengekstrak, dikarenakan mempunyai sifat yang mudah melarutkan logam dan tidak membentuk endapan ketika bereaksi dengan ion timbal(II) (Sulcius, 2015). Adsorben IIP termodifikasi ligan EDTA yang telah diekstraksi memiliki bentuk fisik serbuk, halus, dan berwarna putih (gambar 1)



Gambar 1. Bentuk fisik IIP termodifikasi ligan EDTA

Ekstraksi dilakukan berulang untuk mengekstrak ion timbal(II) lebih efektif yang terjebak dalam NIP. Setelah itu adsorben dicuci dengan akuademin untuk melarutkan sisa ion timbal(II) yang masih menempel pada polimer. Gambar 2 menunjukkan hasil ekstraksi dan cucian NIP, yang membuktikan bahwa semakin banyak proses pengulangan akan dihasilkan konsentrasi ion timbal(II) yang semakin kecil dan telah mengalami kesetimbangan pada pencucian ke-4. Nilai persen ekstraksi ion timbal(II) dari NIP setelah dihitung menggunakan persamaan 1, didapatkan sebesar 99,73%. Nilai persentase ekstraksi yang tinggi tersebut membuktikan bahwa telah terbentuk template ion timbal(II) secara merata pada permukaan IIP termodifikasi ligan EDTA.



Gambar 2. Pengulangan ekstraksi dan cucian NIP

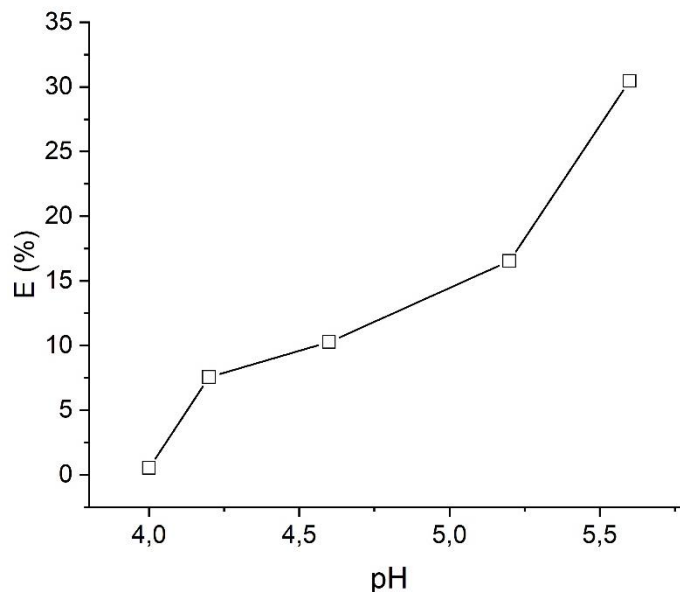
Salah satu faktor yang mempengaruhi keberhasilan ekstraksi ion timbal(II) adalah kelarutan yang tinggi antara ion timbal(II) pada larutan asam nitrat dan tidak membentuk endapan dengan anion nitrat, tetapi membentuk spesi  $Pb(NO_3)_2$  yang

terdisolvasi dalam fasa larutan berair. Selain itu kelarutan ion timbal(II) yang tinggi dalam air sebesar 56,5 g (100 g air pada suhu kamar) akan mudah melarutkan ion timbal(II) dari situs aktif IIP termodifikasi ligan EDTA, sehingga meningkatkan persentase hasil ekstraksi (Cao et al., 2017).

#### *Kemampuan Adsorpsi IIP terhadap Bufer Asetat*

Gambar 3 menunjukkan pengaruh bufer asetat terhadap kemampuan adsorpsi ion timbal(II). Pada penelitian ini dibatasi hanya pada pH 4 hingga 5,6, dikarenakan di luar rentang pH tersebut akan mempengaruhi kapasitas bufer. Bufer asetat mempunyai kelarutan yang tinggi terhadap ion timbal(II) dikarenakan tidak terbentuknya endapan, sehingga kemampuan adsorpsi ion timbal(II) oleh IIP termodifikasi ligan EDTA akan diketahui hanya ion timbal(II) yang teradsorpsi. Hasil menunjukkan bahwa nilai pH mempengaruhi kemampuan adsorpsi ion timbal(II). Sering dengan kenaikan pH hingga 5,6 menunjukkan pada pH optimum 5,6 didapatkan persentase adsorpsi tertinggi sebesar 30,45%.

Kenaikan persentase adsorpsi tersebut dikarenakan pada pH yang sangat asam, senyawa EDTA sebagai ligan akan terprotonasi sehingga membentuk spesi  $H_3Y^-$ , sedangkan pada pH lebih tinggi membentuk spesi  $H_2Y^{2-}$  (Christian et al., 2014). Semakin banyak spesi bermuatan negatif dari ligan EDTA akan meningkatkan kekuatan pengikatan timbal(II) oleh IIP termodifikasi ligan EDTA. Faktor lain yang mempengaruhi adsorpsi IIP adalah permukaan polimer yang terprotonasi pada pH rendah dan membentuk spesi positif, sehingga mengurangi mobilisasi pengikatan ion timbal(II) pada situs aktif IIP. Dengan adanya bufer asetat ion timbal(II) akan membentuk kompleks yang memiliki muatan positif ( $Pb(CH_3COO)^+$ ) dengan derajat hidrasi yang lebih rendah dikarenakan kesetimbangan kompleksasi. Spesi positif dari kompleks tersebut dapat secara mudah mendekati permukaan IIP yang memiliki spesi negatif dengan adanya interaksi elektrostatik (Bulgariu et al., 2013)



Gambar 3. Pengaruh bufer asetat terhadap kemampuan adsorpsi ion timbal(II) pada IIP termodifikasi ligan EDTA

### Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pH bufer asetat mempengaruhi persentase adsorpsi IIP termodifikasi ligan EDTA terhadap ion timbal(II). Nilai pH optimum yang dihasilkan menggunakan bufer asetat adalah pH 5.6 dengan persentase adsorpsi yang dihasilkan sebesar 30,45%.

### Daftar Referensi

- Agency For Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). (2022). *ATSDR's Substance Priority List*. <https://www.atsdr.cdc.gov/spl/index.html>
- Aguilar, J. F., Islas, G., Rodríguez, J. A., Paez-Hernandez, M. E., Galán-Vidal, C. A., & Ibarra, I. S. (2022). Selective Pb(II)-Imprinted Polymer for Solid Phase Extraction in the Trace Determination of Lead in Infant Formula by Capillary Electrophoresis. *Journal of the Mexican Chemical Society*, 66(2), 221–236. <https://doi.org/10.29356/jmcs.v66i2.1694>
- Arshad, S. (2022). Lead (Pb): Health Effects and Assailable Populations. *American Journal of Biomedical Science & Research*, 15(2), 255–257. <https://doi.org/10.34297/ajbsr.2022.15.002100>

- Bulgariu, L., Asachi, G., & Bulgariu, D. (2013). *Removal of toxic heavy metals from aqueous media by sorption on low-cost materials Chapter Removal of toxic heavy metals from aqueous media by sorption on low-cost materials.*
- Cao, M.-D., Li, J.-S., Du, J., & Zhang, L.-C. (2017). The Reaction of Lead with Nitric Acid and Its Influencing Factors. *University Chemistry*, 32(10), 47–51. <https://doi.org/10.3866/PKU.DXHX201705011>
- Christian, G. D., Dasgupta, P. K., & Schug, K. A. (2013). *Analytical Chemistry. John Wiley & Sons*
- Fathollahi, A., Khasteganan, N., Coupe, S. J., & Newman, A. P. (2021). A meta-analysis of metal biosorption by suspended bacteria from three phyla. *Chemosphere*, 268. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.129290>
- Gatabi, J., Sarrafi, Y., Lakouraj, M. M., & Taghavi, M. (2020). Facile and efficient removal of Pb(II) from aqueous solution by chitosan-lead ion imprinted polymer network. *Chemosphere*, 240. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124772>
- Guo, B., Deng, F., Zhao, Y., Luo, X., Luo, S., & Au, C. (2014). Magnetic ion-imprinted and -SH functionalized polymer for selective removal of Pb(II) from aqueous samples. *Applied Surface Science*, 292, 438–446. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.11.156>
- Kartika Asni, N., & Monica Sianita, M. (2020). Pengaruh jumlah crosslinker terhadap persen ekstraksi pada sintesis molecularly imprinted polymer sebagai adsorben untuk kloramfenikol the effect of crosslinker amount to the percent extraction in molecularly imprinted polymer synthesis as an adsorben for chloramphenicol. *UNESA Journal of Chemistry*.
- Khan, Z. I., Muhammad, F. G., Ahmad, K., Alrefaei, A. F., Ahmad, T., Ejaz, A., Nadeem, M., Shahzadi, M., Muqaddas, H., & Mehmood, N. (2023). Evaluation of potential ecological risk assessment of toxic metal (lead) in contaminated meadows in the vicinity of suburban city: soil vs forages vs livestock. *Brazilian Journal of Biology*, 83. <https://doi.org/10.1590/1519-6984.272087>
- Sulcius, A. (2015). Reactions of Metals in Nitric Acid: Writing Equations and Calculating Electromotive Force of Redox Reaction. *Journal of Chemical Education*, 92(12), 1971–1972. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.5b00328>

Wirawan, T., Supriyanto, G., & Soegianto, A. (2019). Preparation of a new Cd(II)-imprinted polymer and its application to preconcentration and determination of cd(ii) ion from aqueous solution by SPE-FAAS. *Indonesian Journal of Chemistry*, 19(1), 97–105. <https://doi.org/10.22146/ijc.27703>