

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN ANALISA DATA

5.1 Hasil Penelitian dan Analisa Data

Penelitian ini menggunakan desain penelitian eksperimental yang dilakukan di Laboratorium Farmasi Polinema, Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran, Universitas Brawijaya. Prinsip penelitian adalah berdasarkan prinsip potensiometri, yaitu dengan mengukur potensial larutan analit HgCl_2 dengan konsentrasi tertentu menggunakan elektroda selektif ion merkuri (ESI Hg^{2+}) tipe kawat terlapis berbasis kitosan dan elektroda pembanding kalomel. Berikut ini adalah gambar penggunaan ESI Hg^{2+} tipe kawat terlapis yang dipakai pada proses pengukuran:



Gambar 5.1 ESI Hg^{2+} Tipe Kawat Terlapis



Gambar 5.2 ESI Hg²⁺ tipe kawat terlapis pada proses pengukuran

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi preparasi larutan, pembuatan ESI merkuri tipe kawat terlapis, optimasi komposisi membran ESI Hg²⁺, optimasi waktu perendaman membran ESI Hg²⁺, dan karakterisasi ESI Hg²⁺ yang terdiri dari faktor *Nernst*, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, dan waktu respon. Preparasi larutan yang dilakukan mulai dari pembuatan larutan induk Hg²⁺ 0,25 M dan pembuatan larutan analit 1×10^{-1} – 1×10^{-8} M. Pembuatan ESI Hg²⁺ tipe kawat terlapis meliputi pembuatan kitosan cair pH 5, pembuatan membran sensor, pembuatan elektroda, dan pelapisan membran pada kawat ESI Hg²⁺. Pengukuran potensial membran dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pada proses optimasi, evaluasi terhadap kinerja sensor potensiometri ion Hg²⁺ didasarkan pada harga faktor *Nernst* sebesar $29,5 \pm 5$ mV/ dekade konsentrasi.

5.2 Optimasi Komposisi Membran ESI Hg²⁺

Pada penelitian ini membran dibuat dengan menggunakan 3 variasi komposisi bahan penyusun yang terdiri dari kitosan, PVC, dan DOP dalam pelarut THF. Suatu ESI Hg²⁺ agar dapat bekerja secara optimal dipengaruhi oleh komposisi membran yang dipakai. Oleh sebab itu, diantara ketiga variasi komposisi membran yang digunakan perlu dicari satu komposisi yang optimum. Berikut ini adalah hasil optimasi komposisi membran ESI Hg²⁺ pada berbagai macam variasi bahan penyusun membran.

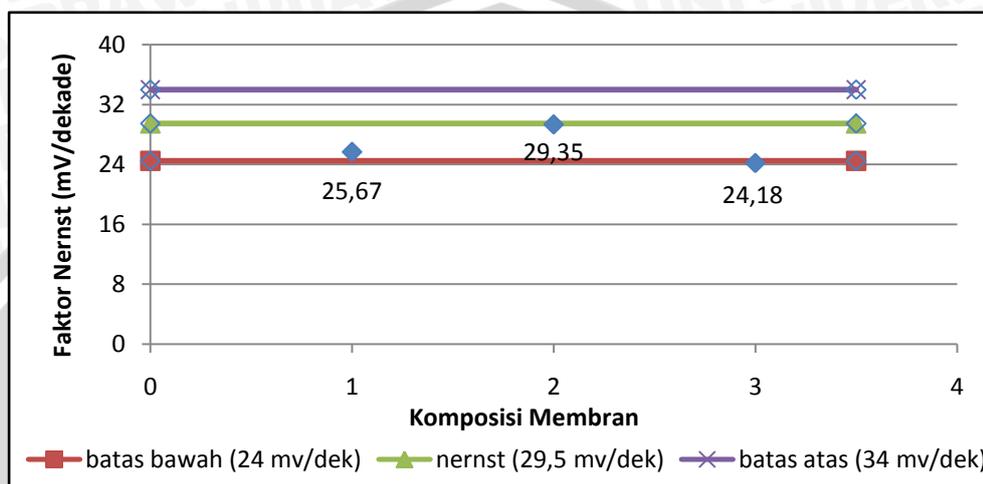
Tabel 5.1 Optimasi Komposisi Membran

	ESI Membran 1	ESI Membran 2	ESI Membran 3
Komposisi Membran	Kitosan 2% PVC 40% DOP 58%	Kitosan 3% PVC 39% DOP 58%	Kitosan 4% PVC 40% DOP 56%
Faktor Nernst	25,67 mv/dekade	29,35 mv/dekade	24,18 mv/dekade
E° (mV)	274,6	533,1	321,0
Kisaran Konsentrasi Linier	10 ⁻⁴ - 10 ⁻⁷ M	10 ⁻¹ - 10 ⁻⁷ M	10 ⁻³ - 10 ⁻⁸ M
Koefisien Regresi (R ²)	0,969	0,923	0,969
Batas Deteksi	7,39x10 ⁻⁸ M (0,020 ppm)	7,99x10 ⁻⁸ M (0,022 ppm)	8,56x10 ⁻⁴ M (232 ppm)
Standart Deviasi (SD)	1,41	0,63	0,93
Koefisien Variasi (KV)	5,50	2,13	3,86
% Kesalahan Relatif	4,13	4,81	2,94
% Akurasi	95,87	95,19	97,06
% Presisi	94,50	97,87	96,14

Pengaruh perbandingan komposisi membran terhadap karakteristik kinerja ESI ditunjukkan oleh nilai faktor *Nernst* yang dapat dilihat dari hasil pengukuran ketiga komposisi membran yang digunakan. Pada proses optimasi membran faktor yang pertama dilihat adalah nilai faktor *Nernst*, karena sensitivitas membran terhadap ion yang disensor dapat dilihat dari harga *Nernst*. Hasil yang didapat jelas menunjukkan bahwa sedikit saja

komposisi bahan membran diubah maka akan diperoleh nilai slope *Nernstian* yang berbeda (gambar 5.3).

Gambar 5.3 Pengaruh Komposisi Membran Terhadap Faktor *Nernst*



Hasil nilai faktor *Nernst* ketiga membran berada pada rentang yang diperbolehkan, yaitu 24 - 34 mV/ dekade konsentrasi. Membran 1 memiliki nilai faktor *Nernst* sebesar 25,67 mV/ dekade konsentrasi dengan nilai R^2 0,969. Membran 2 memiliki nilai faktor *Nernst* sebesar 29,35 mV/ dekade konsentrasi dengan nilai R^2 0,923. Membran 3 memiliki nilai faktor *Nernst* sebesar 24,18 mV/ dekade konsentrasi dengan nilai R^2 0,969. Jika dibandingkan antara ketiga komposisi membran yang ada, maka membran 2 merupakan membran yang optimum, dimana nilai faktor *Nernst* yang dihasilkan lebih mendekati nilai faktor *Nernst* teoritis 29,5 mV/ dekade konsentrasi.

5.3 Optimasi Waktu Perendaman ESI Hg^{2+}

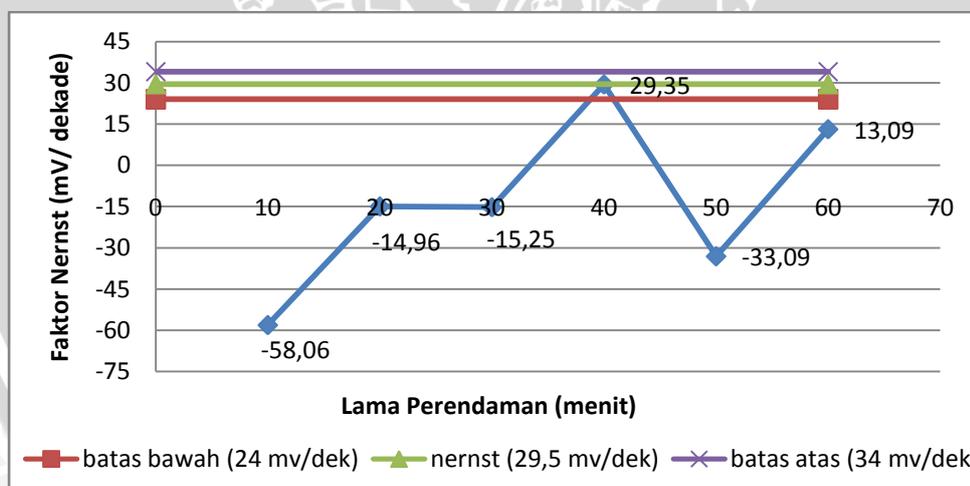
Waktu perendaman merupakan salah satu faktor yang berpengaruh terhadap kualitas karakter kinerja ESI Hg^{2+} yang digunakan. Waktu

perendaman yang optimal ditunjukkan oleh harga faktor *Nernst* mendekati teoritis. Variasi optimasi waktu perendaman yang dilakukan antara 10 – 60 menit. Hasil pengukuran dengan waktu perendaman yang bervariasi juga memberikan hasil faktor *Nernst* yang beragam. Berikut ini adalah data pengaruh lama waktu perendaman terhadap faktor *Nernst* yang dihasilkan.

Tabel 5.2 Optimasi Waktu Perendaman

Waktu Perendaman (menit)	Faktor Nernst	R ²
10	-58,06	0,987
20	-14,96	0,869
30	-15,25	0,946
40	29,35	0,923
50	-33,09	0,919
60	13,09	0,997

Gambar 5.4 Pengaruh Waktu Perendaman Terhadap Faktor Nernst



Pada tabel 5.2 dari waktu perendaman 10 – 60 menit rata-rata menghasilkan nilai R² yang baik. Dari gambar 5.3 dapat dilihat waktu perendaman 40 menit memberikan harga faktor *Nernst* mendekati teoritis, dengan nilai *Nernst* yang dihasilkan sebesar 29,35 mV/ dekade konsentrasi

dan R^2 0,923. Sedangkan pada waktu perendaman 10, 20, 30, 50, dan 60 menit menghasilkan nilai yang menyimpang dari rentang teoritis.

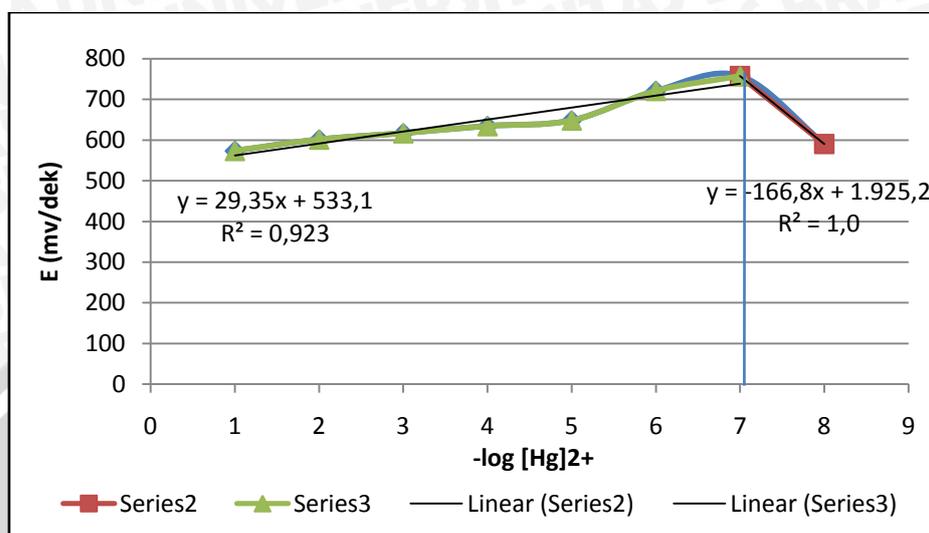
5.4 Karakterisasi ESI Hg^{2+} Tipe Kawat Terlapis

5.4.1 Faktor Nernst, Rentang Kosentrasi Linier, dan Batas Deteksi

Karakterisasi ESI Hg^{2+} dilakukan dengan menggunakan komposisi membran dan waktu perendaman yang optimum (membran 2 dan waktu perendaman 40 menit). Hasil pengukuran potensial ESI Hg^{2+} yang menyatakan faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, dan batas deteksi ditunjukkan pada tabel 5.3 dan gambar 5.4.

Tabel 5.3 Nilai Potensial Karakterisasi ESI Hg^{2+}

[Hg^{2+}] M	P[Hg^{2+}]	E (mV) ESI Hg^{2+}			
		A	B	C	rerata
10^{-8}	8	599,7	596,5	576,1	590,8
10^{-7}	7	760	754,8	757,9	757,6
10^{-6}	6	719,7	720,9	722,5	721,0
10^{-5}	5	643,7	650,5	650,6	648,3
10^{-4}	4	629,6	636,4	637,8	634,6
10^{-3}	3	617,1	616,3	617,6	617,0
10^{-2}	2	595,5	608,5	600,5	601,5
10^{-1}	1	573,3	573,8	574	573,7
Faktor Nernst (slope)		29,82	28,64	29,59	29,35
R		0,911	0,924	0,932	0,923
Batas deteksi		$7,99 \times 10^{-8} \text{ M} = 0,022 \text{ ppm}$			
Rentang konsentrasi linier		$10^{-1} - 10^{-7} \text{ M}$			
SD slope		0,63			
% KV		2,13			
% Presisi		97,87			
% Kesalahan Relatif		4,81			
% Akurasi		95,19			

Gambar 5.5 Grafik Nilai Potensial Karakterisasi ESI Hg^{2+} 

Pada tabel 5.3 diketahui ESI Hg^{2+} yang dipakai untuk pengukuran memiliki nilai faktor *Nernst* sebesar 29,35 mV/ dekade konsentrasi yang menunjukkan ESI Hg^{2+} memiliki sensitivitas atau kepekaan yang baik karena nilai faktor *Nernst* yang dihasilkan mendekati nilai teoritis ($29,5 \pm 5$ mV/ dekade konsentrasi). Pada gambar 5.6 rentang konsentrasi linier yang dihasilkan cukup lebar yaitu mulai dari konsentrasi 10^{-7} M sampai 10^{-1} M, sedangkan pada konsentrasi 10^{-8} M terjadi penurunan nilai potensial yang sudah tidak memenuhi nilai *Nernstian* lagi. Batas deteksi dari perpotongan 2 persamaan garis ESI Hg^{2+} juga cukup rendah yaitu $7,99 \times 10^{-8}$ M atau sekitar 0,022 ppm.

Hasil pengukuran nilai potensial setelah 3 kali pengulangan menunjukkan nilai SD sebesar 0,63 dan nilai KV sebesar 2,13%. Nilai KV yang dihasilkan sedikit lebih tinggi daripada yang seharusnya, yaitu $< 2\%$. Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang dilakukan sedikit kurang tepat, sehingga nilai

% presisi yang didapat hanya sebesar 97,87%. Selain itu, dilihat dari % kesalahan reatif yang didapat sebesar 4,81% (<5%), maka ketelitian hasil pengukuran ESI Hg^{2+} yang dilakukan cukup baik. Nilai % akurasi yang didapat sebesar 95,19%.

5.4.2 Waktu Respon

Waktu respon digunakan untuk mengetahui seberapa cepat ESI Hg^{2+} dapat memberikan respon potensial yang konstan. Semakin cepat suatu ESI memberikan respon potensial yang konstan, maka menunjukkan bahwa elektroda tersebut semakin baik. Berikut ini adalah data waktu respon potensial ESI Hg^{2+} yang dihasilkan dari pengukuran potensial selama 5 menit.

Tabel 5.4 Waktu Respon ESI Hg^{2+}

$[\text{Hg}]^{2+}$ M	$\log [\text{Hg}^{2+}]$	Waktu respon (detik)
10^{-1}	1	90
10^{-2}	2	100
10^{-3}	3	100
10^{-4}	4	160
10^{-5}	5	170
10^{-6}	6	190
10^{-7}	7	200

Berdasarkan data hasil tabel 5.4, didapatkan waktu respon ESI Hg^{2+} berada pada kisaran 90 – 200 detik tergantung konsentrasi larutan yang diukur. Waktu respon ditentukan berdasarkan konsentrasi terkecil larutan analit yang berada pada rentang linier, yaitu 10^{-7} M dengan waktu 200 detik. Hal tersebut menunjukkan pembacaan potensial tidak berubah secara signifikan

dalam rentang ± 1 mV setelah 200 detik. Hasil yang didapat menunjukkan karakteristik waktu respon ESI Hg^{2+} kurang baik karena waktu respon yang dihasilkan lebih dari 60 detik (1 menit).

