

**Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda  
Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**TITIN MAULIDYAWATI**

**0910920018-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2013**

**Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda  
Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA**

**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam bidang kimia**

*Disusun oleh:*

**Titin Maulidyawati  
(0910920018-92)**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2013**

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA**

Oleh:

**Titin Maulidyawati  
(0910920018)**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing II

Dr. Atikah, Apt., M.Si

Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si

NIP. 19570208 198601 2 001

NIP. 19770705 200312 2 001

Menyetujui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas  
Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS

NIP. 19571227 198603 1 003

## LEMBAR PERNYATAAN

**Saya yang bertandatangan di bawah ini :**

Nama : Titin Maulidyawati

NIM : 0910920018

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**”Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA”**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 2013

Yang menyatakan,

(Titin Maulidyawati)

NIM. 0910920018

# Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA

## ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA sebagai ionofor. ESI Cd(II) yang dibuat terdiri dari kawat platina (Pt) dilapisi membran yang tersusun atas ionofor D2EHPA, polimer PVC, dan pemlastis DBP dengan perbandingan (16%:28%:56% (b/v)). ESI Cd(II) tipe kawat terlapis menunjukkan sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst 27,70 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M, limit deteksi  $6,6 \times 10^{-6}$  M, waktu respon 40 detik serta usia pakai 42 hari. Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan mengukur potensial larutan CdCl<sub>2</sub> dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M pada pH 3, 4, 5, 6 dan 7. Pengaruh temperatur dipelajari dengan mengukur potensial larutan CdCl<sub>2</sub> dengan rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M pada variasi temperatur (20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 dan 60)°C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI Cd(II) tipe kawat terlapis dapat digunakan pada rentang pH 4 – 6 dan temperatur 20 – 50°C.

Kata kunci: elektroda selektif ion tipe kawat terlapis, kadmium, D2EHPA, potensiometri, membran

# Influences of pH and Temperature toward the Performance of Coated Wire Cd(II) Ion Selective Electrode Based on D2EHPA Membrane

## ABSTRACT

The aim of this research was to know how pH and temperature influence toward the coated wire Cd(II) ion selective electrode (Cd(II) CWE) based on D2EHPA as an ionophore. Cd(II) CWE which had been made was consisted of platinum (Pt) wire coated by a membrane composed of D2EHPA ionophore, PVC polymer and DBP plasticizer with the proportions of 16%:28%:56% (w/v). Cd(II) CWE showed *Nernstian* response with Nernst factor of 27,70 mV/decade of concentration, linier concentration range of  $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-5}$  M, detection limit of  $6,6 \times 10^{-6}$  M, response time of 40 seconds and lifetime of 42 days. The determination of pH influence was carried out by measuring CdCl<sub>2</sub> solution potential of  $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-5}$  M concentration in pH value 3, 4, 5, 6 and 7. The effect of temperature was studied by measuring CdCl<sub>2</sub> solution potential in the range concentration of  $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-5}$  M at varied temperature of (20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 and 60)°C. The results showed that coated wire Cd(II) ion selective electrode could be used in the range of pH 4 – 6 and temperature 20 – 50°C.

Keywords: coated wire ion selective electrode, cadmium, D2EHPA, potentiometry, membrane

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat dan ridho-Nya sehingga penyusunan tugas akhir ini dapat terselesaikan dengan baik. Penulisan tugas akhir yang berjudul **Pengaruh pH dan Temperatur terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA** ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan ungkapan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian tugas akhir ini. Ungkapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

1. Dr. Atikah, Apt., M.Si dan Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, kesabaran serta segala sesuatu yang telah diberikan kepada penulis selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Hermin Sulistyarti dan Dr. Soebiantoro, Apt., M.Sc selaku dosen penguji atas segala saran dan masukan terhadap tugas akhir ini.
3. Prof. Dr.Ir. Chanif Mahdi, MS dan Dr. Soebiantoro, Apt. M.Sc selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatian selama penulis melaksanakan studi.
4. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya serta seluruh dosen dan staf pengajar untuk segala bantuan yang telah diberikan.
5. Ayah dan Ibu tercinta yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang yang tak terhingga.
6. Semua teman – teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna sehingga diharapkan kritik dan saran dari pembaca. Semoga tulisan ini bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Juli 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Kadmium.....	5
2.2 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis .....	5
2.3 Membran Elektroda Selektif Ion .....	6
2.4 Komposisi Membran Elektroda Selektif Ion .....	7
2.4.1 Asam di-2-etil heksil fosfat .....	7
2.4.2 Polivinilklorida (PVC) .....	9
2.4.3 Dibutilftalat (DBP).....	10
2.4.4 Tetrahidrofuran (THF) .....	10
2.5 Prinsip Pengukuran Elektroda Selektif Ion .....	10
2.6 Karakteristik Elektroda Selektif Ion .....	12
2.6.1 Pengaruh pH .....	12
2.6.2 Pengaruh Temperatur .....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	16
3.2.1 Alat penelitian.....	16
3.2.2 Bahan penelitian .....	16
3.3 Tahapan Penelitian.....	16

3.4 Cara Kerja .....	17
3.4.1 Preparasi D2EHPA .....	17
3.4.2 Pembuatan membran.....	17
3.4.3 Pembuatan badan elektroda .....	18
3.4.4 Pembuatan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis .....	18
3.4.5 Pembuatan larutan bufer asetat pH 5 .....	18
3.4.6 Pembuatan larutan bufer asetat pH 3 – 7.....	18
3.4.7 Pembuatan larutan induk CdCl <sub>2</sub> 0,2 M.....	19
3.4.8 Pembuatan larutan CdCl <sub>2</sub> 1x10 <sup>-1</sup> M–1x10 <sup>-5</sup> M pH 3–7 ...	19
3.4.9 Pengaruh pH .....	19
3.4.10 Pengaruh Temperatur .....	20
3.5 Analisis Data .....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Pengaruh pH terhadap Kinerja ESI Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA .....	22
4.2 Pengaruh Temperatur terhadap Kinerja ESI Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA .....	27
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	30
5.2 Saran.....	30
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	31

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Diagram sel potensiometri menggunakan ESI.....	6
Gambar 2.2	Struktur D2EHPA.....	8
Gambar 2.3	Mekanisme pertukaran ion pada antarmuka membran – larutan analit.....	8
Gambar 2.4	Skema pengukuran ESI.....	11
Gambar 2.5	Distribusi spesi Cd pada berbagai pH.....	13
Gambar 3.1	Kurva hubungan $E_{sel}$ dan $-\log [CdCl_2]$ .....	20
Gambar 4.1	Pengaruh pH terhadap nilai faktor Nernst pada ESI Cd(II) berbasis D2EHPA .....	23
Gambar 4.2	Kompleks dimer D2EHPA – $Cd^{2+}$ .....	25
Gambar 4.3	Pengaruh temperatur terhadap nilai faktor Nernst pada ESI Cd(II) berbasis D2EHPA .....	28



## DAFTAR TABEL

Tabel L.C.1	Pembuatan bufer asetat pH 3 – 7.....	39
Tabel L.D.1.1	Penentuan faktor Nernst pH 3 .....	44
Tabel L.D.1.2	Penentuan faktor Nernst pH 4 .....	44
Tabel L.D.1.3	Penentuan faktor Nernst pH 5 .....	45
Tabel L.D.1.4	Penentuan faktor Nernst pH 6 .....	45
Tabel L.D.1.5	Penentuan faktor Nernst pH 7 .....	45
Tabel L.D.1.6	Pengaruh pH terhadap faktor Nernst.....	46
Tabel L.D.2.1	Penentuan faktor Nernst pada 20°C.....	46
Tabel L.D.2.2	Penentuan faktor Nernst pada 25°C.....	46
Tabel L.D.2.3	Penentuan faktor Nernst pada 30°C.....	47
Tabel L.D.2.4	Penentuan faktor Nernst pada 35°C.....	47
Tabel L.D.2.5	Penentuan faktor Nernst pada 40°C.....	47
Tabel L.D.2.6	Penentuan faktor Nernst pada 45°C.....	48
Tabel L.D.2.7	Penentuan faktor Nernst pada 50°C.....	48
Tabel L.D.2.8	Penentuan faktor Nernst pada 55°C.....	48
Tabel L.D.2.9	Penentuan faktor Nernst pada 60°C.....	49
Tabel L.D.2.10	Pengaruh temperatur terhadap faktor Nernst.....	49
Tabel L.E.1.1	Hubungan antara variasi pH dengan faktor Nernst.....	50
Tabel L.E.1.2	Analisis sidik ragam satu arah faktor Nernst terhadap pengaruh pH .....	52
Tabel L.E.2.1	Hubungan antara variasi temperatur terhadap faktor Nernst.....	53
Tabel L.E.2.2	Analisis sidik ragam satu arah faktor Nernst terhadap pengaruh temperatur .....	55

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Diagram Alir Penelitian.....	36
LAMPIRAN B	Preparasi Larutan .....	37
LAMPIRAN C	Perhitungan Preparasi Larutan.....	39
LAMPIRAN D	Data Hasil Penelitian.....	44
LAMPIRAN E	Data Hasil Uji Statistika .....	50

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pencemaran logam berat merupakan masalah yang sangat penting pada lingkungan, terutama di lingkungan perairan. Kadmium merupakan salah satu logam berat yang memiliki toksisitas tinggi. Kadmium dapat menyebabkan kerusakan pada beberapa organ dalam tubuh manusia, di antaranya ginjal, hati, dan paru – paru serta dapat juga menyebabkan tekanan darah tinggi dan kerusakan pada sel darah merah [1]. Kadmium dapat memasuki perairan melalui limbah cair yang dihasilkan oleh beberapa industri besar seperti industri *electroplating*, baterai nikel-kadmium, pupuk posfat, cat, dan pertambangan [2].

Analisis secara kuantitatif kandungan Cd dalam perairan dapat dilakukan dengan metode spektroskopi di antaranya spektroskopi serapan atom, spektroskopi emisi atom dengan teknik *Inductively Coupled Plasma (ICP)*, dan spektroskopi massa serta metode kromatografi cair [3]. Pengujian Cd dengan metode – metode tersebut menghasilkan sensitivitas pengukuran yang sangat baik. Namun, metode tersebut juga memiliki beberapa kekurangan di antaranya harga instrumen yang relatif mahal, membutuhkan preparasi sampel yang cukup rumit, serta tidak dapat digunakan untuk analisa lapang secara langsung oleh karena kesulitan dalam mobilitas instrumen [4].

Dalam sejarah perkembangan metode analisis Cd secara kuantitatif, telah dibuat suatu metode analisis menggunakan elektroda selektif ion (ESI) yang didasarkan pada pengukuran secara potensiometri. ESI merupakan metode analisis non-destruktif berupa sensor kimia yang dapat merespon ion tertentu secara selektif [4]. Penentuan kinerja ESI didasarkan pada karakteristik dasar ESI yaitu faktor Nernst, limit deteksi, rentang konsentrasi linier, waktu respon, usia pakai, serta sensitivitas yang dipengaruhi oleh pH dan temperatur pengoperasian. Beberapa kelebihan dari metode ESI yaitu memiliki sensitivitas dan selektivitas yang sangat tinggi, harga relatif murah, pengoperasiannya sangat sederhana dan cepat, serta tidak memerlukan proses pemisahan terlebih dahulu. Namun, metode ESI

juga memiliki kekurangan seperti usia pakai yang cukup singkat. Untuk mengatasi hal tersebut, perlu dibuat ESI dengan komposisi membran yang optimum sehingga ESI dapat digunakan dalam waktu yang cukup lama.

Pada penelitian Shamsipur (2000), telah dibuat elektroda selektif ion kadmium dengan menggunakan tetrathia-12-crown-4 sebagai ionofor. ESI kadmium yang diperoleh menunjukkan rentang konsentrasi pengukuran yang cukup lebar yaitu  $4 \times 10^{-7}$  hingga  $1 \times 10^{-1}$  M dengan *slope*  $29 \pm 1$  mV/dekade, limit deteksi rendah sebesar  $1 \times 10^{-7}$  M, waktu respon cepat yaitu kurang dari 10 detik serta dapat digunakan pada rentang pH 2,5 – 8,5 [5]. Penelitian lainnya yang dilakukan oleh Panggabean (2001) menghasilkan elektroda selektif ion  $\text{Cd}^{2+}$  bermembran kitosan dengan faktor Nernst sebesar 32,03 mV/dekade, batas deteksi  $2,512 \times 10^{-5}$  M, dan rentang pH pengukuran mulai pH 3 hingga 7 [6]. Karakter dasar ESI yang dihasilkan dari kedua penelitian tersebut sangat baik, namun konstruksi ESI masih tergolong ke dalam ESI tipe tabung (konvensional).

*Di (2-Ethyl Hexyl) Phosphoric Acid* (D2EHPA) merupakan senyawa organik yang bersifat sebagai penukar kation dan dengan demikian dapat digunakan sebagai bahan aktif membran. D2EHPA termasuk ke dalam asam lemah sehingga kekuatan ikatannya terhadap logam dipengaruhi oleh nilai pKa D2EHPA, yaitu 2,75 [7]. Pada pH terlalu asam ( $< 2,75$ ) atau terlalu basa ( $\geq 7$ ), keberadaan ion  $\text{H}^+$  dan  $\text{OH}^-$  dapat mempengaruhi mekanisme pertukaran ion di dalam membran. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan pengujian pengaruh pH pada rentang 3 – 7 untuk mengetahui sejauh mana ESI dengan menggunakan D2EHPA sebagai bahan aktif dapat bekerja secara optimum.

Kinerja ESI salah satunya dipengaruhi oleh temperatur saat pengukuran. Pada penelitian ini, pengujian temperatur dilakukan berdasarkan kemungkinan adanya pengaruh temperatur di atas dan di bawah temperatur ruang ( $25^\circ\text{C}$ ). Perubahan temperatur sebesar  $10^\circ\text{C}$  dapat menyebabkan terjadinya perubahan harga faktor Nernst 1 mV/dekade akibat menurunnya migrasi ion – ion pada reaksi yang terjadi pada antar muka membran dan larutan analit sehingga arus listrik yang mengalir menjadi terganggu. Kenaikan temperatur juga dapat menyebabkan terjadinya dekomposisi membran sehingga reaksi pertukaran ion pada membran dapat terganggu [8].

Berdasarkan uraian di atas maka di dalam penelitian ini perlu dilakukan pengujian pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) dengan D2EHPA sebagai ionofor.

### **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan uraian pada latar belakang di atas, maka masalah yang diajukan dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat berlapis berbasis D2EHPA?
2. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat berlapis berbasis D2EHPA?

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. ESI Cd yang digunakan dalam penelitian ini adalah ESI Cd(II) tipe kawat berlapis dengan komponen penyusun membran berupa bahan aktif D2EHPA, polimer PVC, pemlastis DBP serta pelarut THF dengan komposisi optimum membran D2EHPA:PVC:DBP adalah 16:28:56.
2. Rentang konsentrasi pengukuran adalah  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M
3. Kisaran pH pengukuran adalah 3 – 7
4. Variasi temperatur pengukuran yaitu (20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 dan 60)°C.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh pH terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat berlapis berbasis D2EHPA.
2. Mengetahui pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat berlapis berbasis D2EHPA.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi mengenai rentang pH dan temperatur optimum yang dapat memberikan respon potensial yang bersifat *Nernstian* dalam pengukuran konsentrasi Cd(II) menggunakan Elektroda Selektif Ion Cd(II) tipe kawat terlapis berbahan aktif D2EHPA.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Kadmium

Kadmium merupakan unsur logam transisi yang secara alami terdapat dalam bijih sulfida bersama dengan zink dan timbal. Kadmium pada umumnya berada pada tingkat oksidasi +2 dengan sifat fisik berupa padatan lunak berwarna putih, memiliki densitas  $8,64 \text{ g/cm}^3$ , titik leleh  $320,9^\circ\text{C}$ , titik didih  $765^\circ\text{C}$  pada tekanan 100 kPa, serta larut dalam asam nitrat dan asam sulfat pekat [9]. Pada kerak bumi, konsentrasi kadmium mencapai 0,16 ppm yaitu dua kali lebih besar dari konsentrasi merkuri dan perak pada kerak bumi (0,08 ppm). Kegunaan utama dari kadmium adalah dalam industri baterai (67%) dan pelapisan logam (7%). Dalam bentuk senyawanya, kadmium digunakan sebagai pigmen ( $\text{CdS} - 15\%$ ) dan *stabilizer* pada PVC untuk mencegah degradasi oleh panas atau radiasi ultraviolet (10%) [10].

Jika dibandingkan dengan logam transisi lainnya, kadmium termasuk ke dalam jenis logam berat yang memiliki toksisitas tinggi, penyebaran luas dan memiliki waktu paruh yang sangat panjang dalam tubuh organisme hidup, yaitu sekitar 10 – 30 tahun [11]. Sumber utama masukan kadmium adalah udara, perairan dan makanan. Kadmium di udara berada dalam bentuk kadmium oksida yang dihasilkan dari hasil pembakaran pada industri, terutama industri logam. Pada perairan yang tidak terpolusi, konsentrasi kadmium biasanya berada di bawah  $1\mu\text{g/L}$ . Sedangkan pada makanan, kadmium berasal dari tanah atau air yang telah tercemar kemudian masuk dan tertimbun di dalam tanaman atau hewan [9].

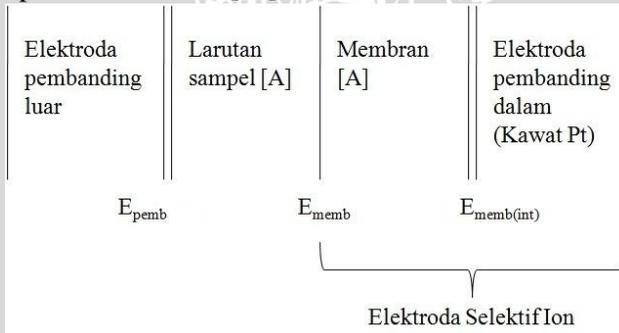
### 2.2 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis

Elektroda selektif ion merupakan suatu jenis elektroda indikator yang memiliki respon *Nernstian* terhadap suatu ion tertentu dalam larutan [12]. Elektroda selektif ion tersusun atas elektroda pembanding dalam yang dicelupkan pada suatu larutan pembanding dalam yang mengandung ion analit. Elektroda dipisahkan oleh suatu membran permeabel yang mengalami kontak dengan larutan analit

dan akan merespon aktivitas dari ion tertentu secara selektif yang diukur sebagai potensial membran [13].

ESI tipe kawat terlapis merupakan suatu tipe ESI yang ukurannya disederhanakan dari ESI konvensional dengan menghilangkan larutan pembeding dalam dimana membran polimer secara langsung dikontakkan dengan konduktor elektronik berupa kawat logam. Konduktor elektronik yang umum digunakan adalah kawat platina, tetapi perak, tembaga dan grafit juga dapat digunakan. ESI tipe kawat terlapis dibuat dengan menggabungkan suatu bahan elektroaktif dengan membran polimer berpendukung lalu dilapiskan secara langsung pada kawat logam [14].

Elektroda selektif ion menggunakan membran yang dapat bereaksi secara selektif dengan ion tertentu. Adapun diagram sel potensiometri yang dilengkapi dengan suatu elektroda selektif ion disajikan pada Gambar 2.1 [15]:



**Gambar 2.1** Diagram sel potensiometri menggunakan ESI

### 2.3 Membran Elektroda Selektif Ion

Membran elektroda merupakan salah satu bagian terpenting penyusun ESI. Membran adalah suatu lapisan tipis yang memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkan [16]. Membran elektroda pada umumnya tersusun atas bahan – bahan konduktor yang bersifat permselektif ion yang memisahkan sampel dengan bagian dalam elektroda, tidak berpori, tidak larut air, serta stabil secara mekanik. Bagian dalam elektroda diisi dengan larutan yang mengandung ion yang akan diteliti dengan nilai aktivitas konstan. Komposisi membran diatur sedemikian rupa

sehingga dapat memberikan respon potensial yang stabil terhadap ion analit [17].

Berdasarkan sifat fisik dan kimia membran yang digunakan, ESI digolongkan menjadi ESI bermembran kaca, membran padat dan kristal, membran cair, membran polimer, dan ESI pendeteksi gas [18]. Pada penelitian ini, jenis ESI yang digunakan adalah ESI bermembran cair yang dilapiskan pada suatu kawat logam. Membran cair tersusun atas campuran bahan pendukung berupa polimer organik dan bahan aktif penukar ion (ionofor). Ionofor mengandung gugus ionik yang mampu membentuk kompleks dengan analit yang memiliki muatan berlawanan secara reversibel, sehingga transfer ion – ion analit melalui membran dapat berlangsung secara kontinu. Adanya difusi ion – ion analit di dalam dan di luar membran akan menimbulkan suatu potensial listrik yang disebut potensial membran [17].

Elektroda selektif ion dikatakan baik jika memiliki sensitivitas dan selektivitas yang tinggi terhadap kation maupun anion tertentu. Oleh karena itu, membran ESI harus memenuhi sifat – sifat berikut [18]:

1. Memiliki kelarutan yang rendah dalam larutan analit (mendekati nol)
2. Dapat menghasilkan konduktivitas listrik meskipun kecil. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi migrasi ion – ion bermuatan di dalam membran
3. Spesi aktif yang terkandung dalam matriks membran harus dapat mengikat ion analit secara selektif, baik melalui reaksi pertukaran ion, kristalisasi, maupun kompleksasi.

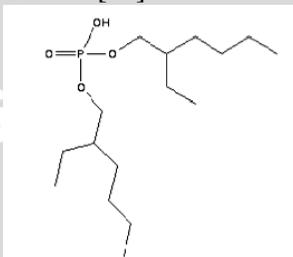
## **2.4 Komposisi Membran Elektroda Selektif Ion**

### **2.4.1 Asam di-2-etil heksil fosfat (D2EHFA)**

Asam di-2-etil heksil fosfat (D2EHFA) merupakan senyawa organik yang umumnya digunakan sebagai ekstrak asam untuk berbagai jenis kation logam. D2EHFA memiliki rumus molekul  $C_{16}H_{35}O_4P$  dengan berat molekul 322, 43 g/mol dan berat jenis 0,97 [19]. D2EHFA termasuk donor proton yang kuat dimana dapat mengalami deprotonasi menjadi bentuk anionnya seperti pada persamaan 2.1 [20]:



Atom H yang terdapat pada D2EHPA dapat digantikan oleh ion – ion logam sehingga dapat bersifat sebagai penukar kation. Sedangkan gugus P=O juga dapat membentuk kompleks dengan ion logam melalui ikatan kovalen koordinasi [19]. Struktur molekul D2EHPA ditunjukkan pada Gambar 2.2 [21]:

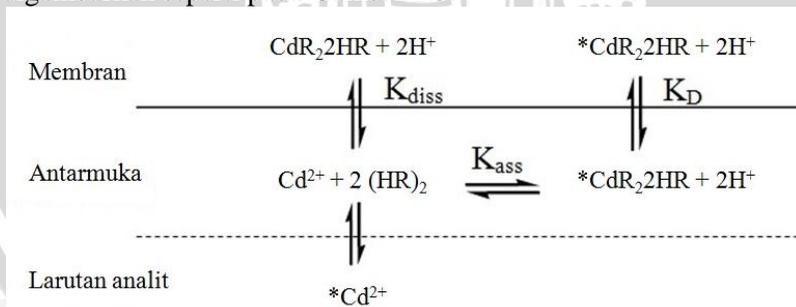


**Gambar 2.2** Struktur D2EHPA

Pada umumnya D2EHPA dapat mengalami dimerisasi dan berubah menjadi bentuk dimernya ( $H_2R_2$ ) yang terdiri atas dua molekul D2EHPA. Dalam bentuk dimer ini, satu dari dua ikatan hidrogen akan putus saat berikatan dengan ion logam sehingga dihasilkan spesi tak bermuatan yang terdistribusi dalam pelarut organik seperti pada persamaan 2.2 [19]:



Mekanisme reaksi pertukaran ion  $Cd^{2+}$  pada antarmuka membran-larutan analit dengan D2EHPA sebagai ionofor dapat digambarkan seperti pada Gambar 2.3:



**Gambar 2.3** Mekanisme pertukaran ion pada antarmuka membran-larutan analit

Suatu membran cenderung memiliki tetapan dielektrik yang rendah. Namun ketika membran dikontakkan dengan suatu larutan yang mengandung ion – ion, tetapan dielektrik membran akan menjadi lebih besar. Seperti pada Gambar 2.3, saat membran elektroda selektif ion Cd(II) dicelupkan ke dalam larutan analit yang mengandung ion  $Cd^{2+}$ , ion  $Cd^{2+}$  yang terikat pada gugus ionofor (D2EHPA) akan mengalami disosiasi dan terdifusi menuju antarmuka membran dan larutan analit. Apabila kation logam yang berada dalam larutan dapat menembus batas antarmuka membran dengan larutan analit yang tidak saling campur, maka akan terjadi reaksi pertukaran ion antara ion  $Cd^{2+}$  dalam larutan dengan ion  $Cd^{2+}$  pada antarmuka membran hingga mencapai kesetimbangan. Reaksi pertukaran ion ini menyebabkan terjadinya gradien konsentrasi ion – ion di dalam membran dan larutan analit sehingga menimbulkan potensial listrik.

#### 2.4.2 Polivinilklorida (PVC)

PVC merupakan polimer organik yang paling banyak digunakan sebagai bahan pendukung membran. PVC berbentuk kristal tak berwarna yang bersifat kuat dan inert, yaitu tahan terhadap bahan – bahan kimia seperti asam dan basa serta sulit larut dalam pelarut organik dan memiliki sifat dielektrik yang baik [22]. Pada umumnya, PVC komersial memiliki struktur kompak dan amorf dengan nilai transisi gelas ( $T_g$ ) yang cukup tinggi yaitu  $83^{\circ}C$ . Suatu membran harus bersifat permeabel dan memiliki struktur yang fleksibel agar mampu menghantarkan listrik serta memudahkan terjadinya mobilitas ion – ion di dalam membran. Oleh karena itu, nilai  $T_g$  PVC harus diturunkan hingga berada di bawah temperatur ruang dengan penambahan *plasticizer* yang akan masuk pada struktur PVC amorf sehingga ikatan antarmolekulnya menjadi lebih elastik [23].

### **2.4.3 Dibutilftalat (DBP)**

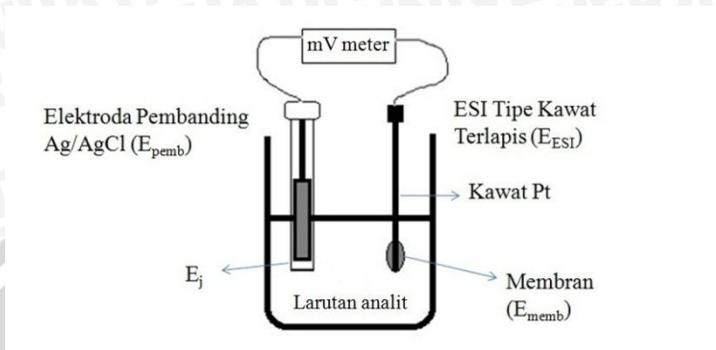
Membran ESI membutuhkan suatu bahan pemlastis (*plasticizer*) disamping bahan pendukung. Dibutilftalat (DBP) merupakan jenis pemlastis yang umum digunakan untuk PVC. DBP berbentuk cairan kental tak berwarna dan tak berbau dengan viskositas sangat rendah yaitu 0,203 cP pada 20°C, bersifat tidak larut dalam air, memiliki volatilitas rendah serta stabilitas tinggi terhadap panas dan zat pengoksidasi [24-25]. Penggunaan bahan pemlastis seperti DBP pada membran berfungsi untuk meningkatkan kelarutan bahan aktif (ionofor) dan membuat struktur PVC menjadi lebih fleksibel sehingga mobilitas ion – ion di dalam membran dapat berlangsung dengan baik. Selain itu, penambahan pemlastis dapat membuat membran menjadi bersifat lipofilik sehingga tidak akan terlarut dalam larutan analit dan dapat menghasilkan potensial elektrokimia yang stabil untuk pengukuran dengan ESI [26].

### **2.4.4 Tetrahidrofuran (THF)**

Tetrahidrofuran (THF) merupakan senyawa organik berupa cairan tak berwarna dan berbau seperti eter yang sering digunakan sebagai pelarut untuk berbagai jenis polimer dan resin [27]. THF termasuk ke dalam senyawa eter dengan rumus molekul  $C_4H_8O$  yang bersifat paling polar di antara senyawa eter lainnya, bercampur baik dengan air, dan dapat melarutkan baik senyawa polar maupun nonpolar [28]. Pelarut THF dapat berperan sebagai basa Lewis dengan tetapan dielektrik 7,6 dan memiliki viskositas rendah (0,48 cP pada 25°C) [24].

## **2.5 Prinsip Pengukuran Elektroda Selektif Ion**

Pengukuran ESI didasarkan pada metode potensiometri, yaitu penentuan beda potensial saat arus nol pada kondisi kesetimbangan antara dua elektroda yang dicelupkan dalam suatu larutan analit, seperti ditunjukkan pada gambar berikut [13]:



**Gambar 2.4** Skema pengukuran ESI

Potensial ESI dapat ditentukan dengan menggunakan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding yang memiliki potensial konstan [29]. Elektroda pembanding Ag/AgCl dapat dibuat dengan memberikan potensial oksidasi pada kawat perak yang dibenamkan dalam larutan HCl. Lapisan tipis AgCl akan terbentuk dan melekat kuat pada kawat perak, kemudian direndam dalam larutan KCl jenuh. Potensial dari elektroda Ag/AgCl yang terukur adalah +0,22 V relatif terhadap elektroda hidrogen standar (ESH) dengan reaksi setengah sel seperti pada persamaan 2.3 [18]:



Potensial sel yang terukur merupakan selisih antara potensial ESI dan potensial elektroda Ag/AgCl seperti dituliskan pada persamaan 2.4 [11]:

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{ESI}} - E_{\text{pemb}} + E_j \quad (2.4)$$

dimana  $E_j$  merupakan potensial yang timbul karena adanya migrasi ion – ion melalui membran dan dapat diminimalisasi dengan adanya jembatan garam.

Pada ESI Cd(II) tipe kawat terlapis, kawat Pt merupakan elektroda pembanding dalam. Beda potensial antara kawat Pt dan permukaan internal membran ( $E_{\text{IRE}}$ ) adalah konstan, sedangkan beda potensial antara permukaan eksternal membran dan larutan sampel ( $E_{\text{memb}}$ ) bergantung pada aktivitas dari ion  $\text{Cd}^{2+}$ . Oleh karena itu, potensial ESI yang terukur merupakan gabungan dari potensial pada kedua antarmuka membran dan persamaan 2.4 dapat dituliskan sebagai persamaan 2.5:

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{IRE}} + E_{\text{memb}} - E_{\text{pemb}} + E_j \quad (2.5)$$

Beda potensial pada membran ( $E_{\text{memb}}$ ) dapat digambarkan melalui persamaan Nernst yang ditunjukkan pada persamaan 2.6:

$$E_{\text{memb}} = 2,303 \frac{RT}{zF} \log \frac{a_{\text{i(larutan)}}}{a_{\text{i(pemb)}}} \quad (2.6)$$

Aktivitas ion target ( $\text{Cd}^{2+}$ ) di dalam elektroda pembanding ( $a_{\text{i(pemb)}}$ ) bersifat konstan sehingga membran hanya bersifat permeabel terhadap ion  $\text{Cd}^{2+}$ . Jika nilai  $E_j$  dianggap nol, maka beda potensial sel ( $E_{\text{sel}}$ ) yang terukur hanya dipengaruhi oleh aktivitas ion  $\text{Cd}^{2+}$  dalam larutan analit ( $a_{\text{i(larutan)}}$ ) dan dapat dituliskan seperti persamaan 2.7:

$$E_{\text{sel}} = E^\circ + 2,303 \frac{RT}{zF} \log a_{\text{i(larutan)}} \quad (2.7)$$

dimana  $E^\circ$  adalah potensial elektroda standar,  $R$  adalah konstanta gas ideal ( $8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ ),  $T$  adalah temperatur mutlak (K),  $z$  adalah muatan ion yang akan ditentukan, dan  $F$  adalah tetapan Faraday ( $96.485 \text{ Cmol}^{-1}$ ).

Ion  $\text{Cd}^{2+}$  merupakan kation logam divalen yang memiliki jumlah muatan 2. Apabila nilai konstanta gas ideal, temperatur ruang (298 K), tetapan Faraday, serta muatan ion dimasukkan, maka persamaan Nernst untuk ion  $\text{Cd}^{2+}$  dituliskan seperti persamaan 2.8:

$$E_{\text{sel}} = E^\circ + 29,60 \log a_{\text{Cd}^{2+}(\text{larutan})} \quad (2.8)$$

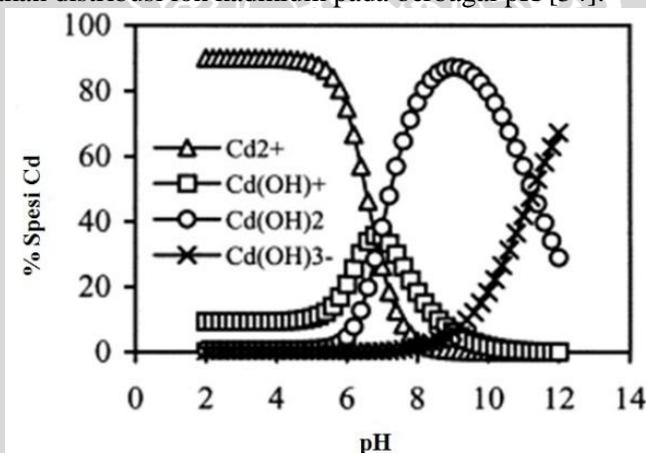
## 2.6 Karakteristik Elektroda Selektif Ion

### 2.6.1 Pengaruh pH

Perubahan pH dapat mempengaruhi kinerja ESI baik dalam selektivitas maupun sensitivitasnya. Oleh karena itu perlu ditentukan rentang pH optimum dimana membran dapat terdeprotonasi secara sempurna sehingga ESI dapat merespon ion analit dengan baik tanpa adanya gangguan dari ion hidrogen. Pada pH asam, potensial sel yang terukur akan menjadi lebih positif. Hal ini disebabkan pada pH semakin asam, jumlah ion hidrogen semakin meningkat dan terjadi kompetisi antara ion hidrogen dengan ion logam untuk terikat pada

situs penukar kation dari bahan aktif, sehingga ion hidrogen dapat terikat pada membran dan menyebabkan sensitivitas dari membran ESI akan semakin berkurang. Sedangkan pada pH basa, potensial sel yang terukur akan menjadi lebih negatif karena adanya gangguan dari ion hidroksida [30-31].

Beberapa ion logam dapat mencapai kestabilan pada pH tertentu. Berdasarkan penelitian Asrafi dkk (2009), ion  $Cd^{2+}$  memiliki persen ekstraksi optimal pada rentang pH 5 – 6 dengan menggunakan D2EHPA sebagai ekstraktan [32]. Untuk mencapai kestabilan suatu logam dalam bentuk ionnya, maka perlu dilakukan penambahan bufer. Namun penambahan bufer dapat menyebabkan kesalahan yang cukup signifikan dalam pengukuran [33]. Apabila pH asam, kemampuan membran dalam merespon ion logam akan berkurang karena adanya gangguan ion hidrogen. Pada pH basa, ion – ion logam berada dalam bentuk senyawa hidroksidanya sehingga konsentrasi ion logam dalam larutan menurun dan selektivitas membran terhadap ion logam menjadi berkurang [10, 34]. Berikut merupakan distribusi ion kadmium pada berbagai pH [34]:



**Gambar 2.5** Distribusi spesi Cd pada berbagai pH

D2EHPA merupakan suatu jenis asam lemah dengan nilai tetapan keasaman ( $pK_a$ ) sebesar 2,75 sehingga adanya perubahan pH dapat mempengaruhi spesi D2EHPA sebagai bahan aktif [7]. Pada umumnya, reaksi kesetimbangan suatu asam lemah dituliskan seperti pada persamaan 2.9 [15]:



Berdasarkan reaksi pada persamaan 2.9 di atas, maka nilai konstanta kesetimbangan asam ( $K_a$ ) dan  $pK_a$  dapat dituliskan berturut – turut sebagai persamaan 2.10 dan 2.11 [15]:

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad (2.10)$$

$$pK_a = pH + \log \frac{[HA]}{[A^-]} \quad (2.11)$$

Melalui persamaan 2.11 di atas dapat diketahui bahwa pada  $pH < pK_a$ , konsentrasi asam lemah HA akan menjadi lebih besar daripada konsentrasi basa konjugasi  $A^-$ . Sedangkan apabila  $pH > pK_a$ , konsentrasi asam HA lebih kecil dibandingkan konsentrasi  $A^-$ . Kemudian untuk nilai  $pH = pK_a$ , jumlah asam HA akan sama dengan jumlah anion  $A^-$ . Dengan demikian untuk asam lemah D2EHPA, pada  $pH < 2,75$  jumlah spesi asam  $(C_8H_{17}O)_2POOH$  lebih banyak dibandingkan spesi anion  $(C_8H_{17}O)_2POO^-$  dan sebaliknya pada  $pH > 2,75$  jumlah spesi anion  $(C_8H_{17}O)_2POO^-$  akan lebih banyak dibandingkan  $(C_8H_{17}O)_2POOH$ .

### 2.6.2 Pengaruh temperatur

Pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI dapat ditentukan dengan melakukan kontrol temperatur sebagai variasi. Menurut Rundle (2003), kenaikan maupun penurunan temperatur sebesar  $10^\circ C$  dapat menyebabkan kesalahan yang cukup signifikan pada pengukuran, yaitu mengubah harga faktor Nernst sebanyak 1 mV/dekade. Harga faktor Nernst yang dipengaruhi oleh temperatur dapat dihitung menggunakan persamaan 2.12 [8]:

$$\text{Faktor Nernst} = 2,303 RT/zF \quad (2.12)$$

dimana:

R = konstanta gas ideal ( $8,314 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$ )

T = temperatur mutlak (K)

Z = muatan ion

F = tetapan Faraday ( $96.485 \text{ Cmol}^{-1}$ ).

Peningkatan temperatur secara eksponensial dapat meningkatkan energi kinetik dari molekul atau ion sehingga laju reaksi dari suatu reaksi kimia menjadi semakin meningkat. Dengan demikian, laju pergerakan ion – ion melewati antarmuka membran dan larutan juga akan berlangsung dengan cepat sehingga dihasilkan respon potensial yang bersifat *Nernstian* untuk pengukuran secara potensiometri [12].

Menurut Ansuini dan Dimond (1994), temperatur memiliki pengaruh langsung dan tidak langsung terhadap potensial yang dihasilkan oleh elektroda pembanding. Pengaruh langsung menunjukkan variasi linier antara potensial elektroda pembanding dengan temperatur. Sedangkan pengaruh secara tidak langsung yaitu ketika temperatur meningkat, jumlah garam yang terlarut dalam larutan jenuh yang berada di dalam elektroda pembanding juga meningkat. Peningkatan konsentrasi garam ini akan mempengaruhi nilai potensial yang terukur. Elektroda pembanding Ag/AgCl jenuh memiliki koefisien temperatur sebesar  $-0,07 \text{ mV}/^\circ\text{F}$  ( $-0,13 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ ). Koefisien temperatur tersebut cukup untuk menghasilkan kesalahan yang signifikan dalam pengukuran potensial [35].



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan selama tiga bulan, yaitu dimulai pada bulan Maret hingga Mei 2013 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Brawijaya Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Alat penelitian**

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah potensiometer (pH meter) Schott Gerate Model CG-820, elektroda pembanding Ag/AgCl, statif, klem, neraca analitik Adventurer model AR2130, pengaduk magnetik, stirrer, oven, pemanas listrik, termometer, botol sampel, botol semprot, bola hisap, spatula, labu ukur 100 dan 25 mL, gelas kimia 25 mL dan 50 mL, pipet volume 10 dan 5 mL, pipet ukur 10 dan 5 mL, pipet tetes, gelas arloji serta corong gelas.

##### **3.2.2 Bahan penelitian**

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ESI Cd(II) tipe kawat terlapis, padatan CdCl<sub>2</sub> monohidrat p.a (Merck), padatan CH<sub>3</sub>COONa, CH<sub>3</sub>COOH glasial, HNO<sub>3</sub> 65% (b/b), etanol 96% (b/b), D2EHPA (Sigma), polimer PVC (Polivinilklorida), *plasticizer* dibutilftalat (DBP), tetrahidrofuran (THF), kawat Pt, dan akuades.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Metode penelitian yang dilakukan adalah metode percobaan di laboratorium dengan prinsip potensiometri. Penelitian dilakukan dengan mengukur besarnya potensial sel larutan Cd<sup>2+</sup> dari konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-5}$  M menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA dan elektroda pembanding Ag/AgCl.

Variabel yang dipelajari adalah pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA.

Penelitian dilaksanakan dalam beberapa tahapan, yaitu:

1. Preparasi alat dan bahan
2. Pembuatan membran berbahan aktif D2EHPA
3. Pembuatan badan elektroda
4. Karakterisasi ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA
5. Preparasi larutan:
  - a. Pembuatan larutan bufer asetat pH 5
  - b. Pembuatan larutan bufer asetat pH 3 – 7
  - c. Pembuatan larutan CdCl<sub>2</sub> 0,2 M
  - d. Pembuatan larutan uji CdCl<sub>2</sub> konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M pH 3 – 7
6. Pengukuran potensial pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA
7. Pengolahan dan analisis data

### **3.4 Cara Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi D2EHPA**

Preparasi D2EHPA dilakukan dengan cara ekstraksi cair. Mula – mula diambil 10 mL D2EHPA dan dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL. Kemudian ditambahkan 10 mL larutan CdCl<sub>2</sub> 2 M dan diekstraksi sebanyak 4 kali dengan mengukur perubahan pH pada fase air setelah ekstraksi. Selanjutnya fasa organik (D2EHPA) dipisahkan dari fasa air dan disimpan dalam botol yang tertutup rapat untuk digunakan sebagai bahan aktif membran.

#### **3.4.2 Pembuatan membran**

Pembuatan membran dilakukan dengan cara menimbang bahan – bahan penyusun membran dengan komposisi optimum, yaitu D2EHPA sebanyak 0,16 gram, PVC sebanyak 0,28 gram, dan DBP sebanyak 0,56 gram. Setelah itu, campuran ketiga bahan tersebut dilarutkan dalam THF dengan perbandingan 1:3 (b/v) lalu diaduk dengan pengaduk magnetik selama  $\pm 3$  jam hingga diperoleh larutan membran yang homogen dan bebas dari gelembung udara. Larutan

membran yang diperoleh selanjutnya disimpan dalam wadah yang tertutup rapat.

### **3.4.3 Pembuatan badan elektroda**

Badan elektroda dibuat dengan memotong kawat Pt dengan panjang 5 cm dan diameter 0,5 mm. Kedua ujung kawat sepanjang 1,5 cm dibiarkan terbuka sedangkan bagian lainnya ditutup dengan plastik polietilen (PE) yang bersifat inert. Ujung sebelah atas kawat disambung dengan kabel koaksial RG-58 sebagai penghubung ESI ke alat potensiometer/pH meter, sedangkan ujung bawahnya direndam dalam larutan  $\text{HNO}_3$  1:1 (v/v) selama 5 menit untuk menghilangkan kotoran mekanik dan lemak yang menempel pada kawat. Selanjutnya ujung kawat dibilas dengan akuades dan dikeringkan dengan alkohol 96%.

### **3.4.4 Pembuatan ESI Cd(II) tipe kawat berlapis**

ESI Cd(II) tipe kawat berlapis dibuat dengan melapiskan membran yang tersusun atas bahan aktif D2EHPA, polimer PVC dan pemlastis DBP dengan komposisi tertentu pada kawat Pt yang telah dibersihkan dan didesain sebagai badan elektroda. Selanjutnya dilakukan pengeringan pada temperatur ruang selama  $\pm 30$  menit dan dioven pada  $50^\circ\text{C}$  selama  $\pm 12$  jam.

### **3.4.5 Pembuatan larutan bufer asetat pH 5**

Larutan bufer asetat pH 5 dibuat dengan memipet larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0,2 M sebanyak 14,8 mL dan larutan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  0,2 M sebanyak 35,5 mL lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dikondisikan pada pH 5 menggunakan pH meter. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas.

### **3.4.6 Pembuatan larutan bufer asetat pH 3 – 7**

Larutan bufer asetat pH 3 dibuat dengan mencampurkan 25 mL larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0,2 M dengan 20,6 mL larutan  $\text{CH}_3\text{COONa}$

0,2 M kemudian dikondisikan pada pH 3 menggunakan pH meter. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Untuk pembuatan bufer asetat pH 4 – 7 dibuat dengan metode yang sama namun dengan variasi volume  $\text{CH}_3\text{COOH}$  dan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  tertentu hingga diperoleh pH larutan yang sesuai pada tabel L.C.1.

### **3.4.7 Pembuatan larutan induk $\text{CdCl}_2$ 0,2 M**

Larutan induk  $\text{CdCl}_2$  0,2 M dibuat dengan cara menimbang 9,167 gram padatan  $\text{CdCl}_2$  dalam gelas arloji menggunakan neraca analitik lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia 25 mL. Kemudian ditambahkan sedikit akuades dan diaduk hingga larut, setelah itu dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya larutan dikocok hingga homogen.

### **3.4.8 Pembuatan larutan $\text{CdCl}_2$ $1 \times 10^{-1}$ M – $1 \times 10^{-5}$ M pH 3 – 7**

Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M dibuat dengan memipet larutan  $\text{CdCl}_2$  0,2 M sebanyak 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan sedikit akuades dan dikondisikan pada pH 3 – 7 dengan menambahkan bufer asetat pH 3 – 7, lalu dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif dan ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas.

Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M dibuat dengan memipet larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M sebanyak 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan bufer asetat pH 3 – 7 dan dikondisikan larutan pada pH yang sesuai menggunakan pH meter. Setelah itu larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas. Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$  dan  $1 \times 10^{-5}$  M dibuat dengan cara yang sama dengan pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M melalui prosedur pengenceran bertingkat.

### **3.4.9 Pengaruh pH**

Larutan  $\text{CdCl}_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-5}$  M pH 3 – 7 diukur potensialnya setelah 30 detik. Pengukuran potensial ESI

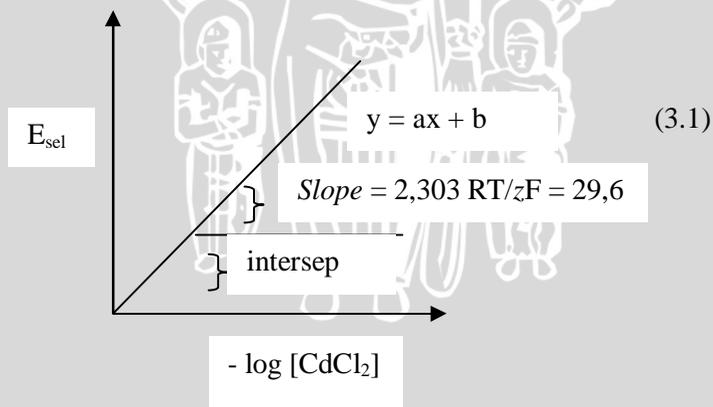
terhadap pengaruh pH diulangi sebanyak 3 kali. Penyimpangan harga faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap kinerja ESI Cd(II) berbasis D2EHPA.

### 3.4.10 Pengaruh temperatur

Pengukuran potensial dilakukan terhadap larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1} \text{ M} - 1 \times 10^{-5} \text{ M}$  dengan pengaturan variasi temperatur yaitu  $20^\circ\text{C}$ ,  $25^\circ\text{C}$ ,  $30^\circ\text{C}$ ,  $35^\circ$ ,  $40^\circ\text{C}$ ,  $45^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$ ,  $55^\circ\text{C}$  dan  $60^\circ\text{C}$ . Peningkatan temperatur dilakukan dengan menggunakan pemanas listrik, sementara penurunan temperatur menggunakan pendinginan larutan pada baskom berisi es batu. Temperatur larutan diamati dengan menggunakan termometer dan dicatat respon potensial yang dihasilkan. Penyimpangan harga faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) berbasis D2EHPA.

### 3.5 Analisis Data

Nilai potensial yang diperoleh dari hasil percobaan pada berbagai konsentrasi larutan  $\text{CdCl}_2$  selanjutnya dibuat kurva hubungan antara potensial sel ( $E_{\text{sel}}$ ) yang terukur dengan  $\log[\text{CdCl}_2]$  seperti pada gambar berikut:



**Gambar 3.1** Kurva hubungan  $E_{\text{sel}}$  dan  $-\log [\text{CdCl}_2]$

Melalui kurva tersebut diperoleh persamaan garis lurus  $y = ax + b$  yang dapat dianalogikan dengan persamaan Nernst:

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} + 29,60 \log a_{\text{Cd}^{2+}} (\text{larutan}) \quad (2.5)$$

dimana *slope* merupakan kemiringan pada kurva yang menunjukkan nilai faktor Nernst.

Nilai rata-rata dari potensial yang terukur dari larutan uji  $\text{CdCl}_2$  dapat dihitung melalui persamaan berikut:

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n x^i / n \quad (3.2)$$

Keterangan :

- $\bar{x}$  = rata-rata
- $x^i$  = sampel ke  $i$
- $i$  = pengulangan ke  $i$
- $n$  = jumlah pengulangan
- $\Sigma$  = jumlah sampel

Suatu nilai dapat diketahui tingkat ketelitiannya melalui perhitungan standar deviasi. Semakin kecil standar deviasi yang diperoleh maka pengukuran tersebut memiliki ketelitian tinggi, begitu pula sebaliknya. Nilai standar deviasi dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.3)$$

Keterangan :

- SD = standar deviasi
- $x_i$  = sampel ke  $i$
- $\bar{x}$  = rata-rata
- $n$  = jumlah pengulangan
- $\Sigma$  = jumlah sampel

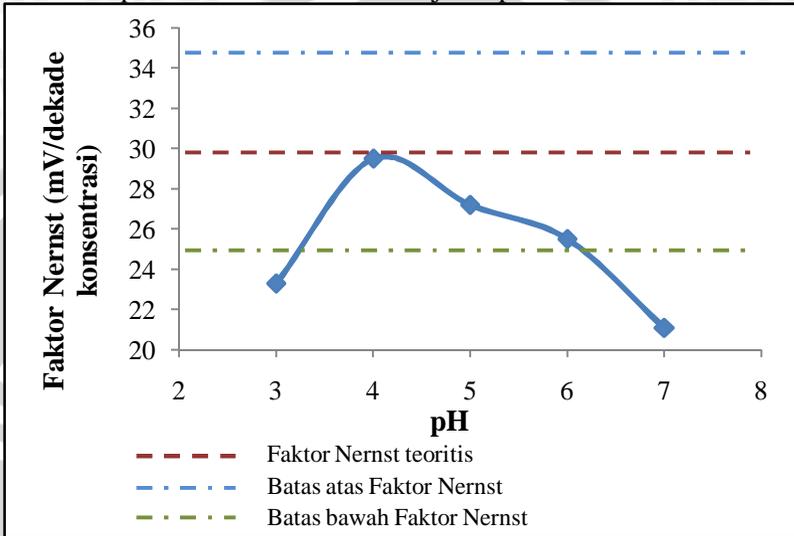
## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Putra (2013), telah dikembangkan suatu Elektroda Selektif Ion Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA. Komposisi optimum membran yang digunakan memiliki perbandingan jumlah bahan – bahan penyusun membran antara lain D2EHPA:PVC:DBP sebesar 16% : 28% : 56% yang dilarutkan dalam THF dengan perbandingan 1:3 (b/v) [36]. Setelah dilakukan karakterisasi terhadap kinerja ESI Cd(II) bermembran D2EHPA oleh Kusriani (2013), dapat diketahui bahwa ESI Cd(II) tersebut mempunyai nilai faktor Nernst sebesar 27,70 mV/dekade dengan rentang konsentrasi linier  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M, limit deteksi  $6,6 \times 10^{-6}$  M, waktu respon 40 detik, dan usia pakai selama 42 hari [37].

### **4.1 Pengaruh pH terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA**

Derajat keasaman (pH) merupakan salah satu faktor yang sangat mempengaruhi kinerja dari ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA. Hal ini dapat ditinjau dari struktur bahan aktif D2EHPA yang termasuk ke dalam suatu asam lemah dan sangat dipengaruhi oleh adanya perubahan pH serta jumlah spesi ion  $\text{Cd}^{2+}$  pada berbagai pH. Oleh karena itu, perlu dilakukan uji pengaruh pH terhadap kinerja ESI Cd(II) untuk menentukan kisaran pH optimum dimana ESI Cd(II) tersebut dapat memberikan respon potensial yang bersifat *Nernstian*. Kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA oleh adanya pengaruh pH pada penelitian ini dapat ditentukan berdasarkan perubahan nilai faktor Nernst pada rentang pH pengukuran 3 – 7 dengan kisaran konsentrasi larutan uji  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M. Pengaruh pH terhadap nilai faktor Nernst dapat dievaluasi dengan membandingkan nilai faktor Nernst yang diperoleh dari pengukuran dengan faktor Nernst teoritis, dimana nilai faktor Nernst untuk ion divalen adalah  $29,6 \pm 5$  mV/dekade konsentrasi. Batas minimal faktor Nernst yang diperbolehkan adalah 24,6 mV/dekade konsentrasi, sedangkan batas maksimal yang

diperbolehkan adalah 34,6 mV/dekade konsentrasi. Perubahan nilai faktor Nernst pada rentang pH pengukuran untuk ESI Cd(II) tipe kawat berlapis berbasis D2EHPA disajikan pada Gambar 4.1 berikut:



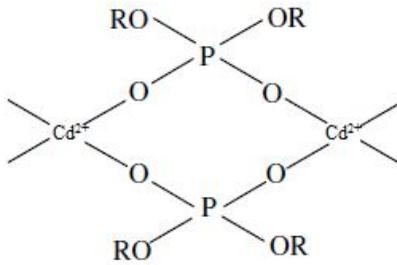
**Gambar 4.1** Pengaruh pH terhadap nilai faktor Nernst pada ESI Cd(II) berbasis D2EHPA

Berdasarkan data pada Gambar 4.1 dapat dinyatakan bahwa pada pH 3, adanya ion  $H^+$  dalam jumlah yang cukup besar sangat mengganggu kinerja dari ESI Cd(II) berbasis D2EHPA. Hal ini terlihat dari nilai faktor Nernst yang diperoleh yaitu 23,27 mV/dekade konsentrasi, berada jauh di bawah nilai faktor Nernst teoritis. Keberadaan ion  $H^+$  menyebabkan mekanisme pertukaran ion antara  $Cd^{2+}$  yang terikat di dalam membran dan  $Cd^{2+}$  dalam larutan menjadi berkurang. Menurut grafik distribusi Cd pada gambar 2.5, pada pH 3 jumlah spesi  $Cd^{2+}$  dalam larutan sangat besar yaitu hampir mencapai 100%. Namun berdasarkan nilai pKa dari D2EHPA yaitu  $2,75 \approx 3$  dapat dijelaskan bahwa pada  $pH = pKa$ , sebagian D2EHPA berada dalam bentuk molekul terprotonasi dimana ion  $H^+$  yang terikat pada gugus fosfat dari D2EHPA akan sebanding dengan jumlah D2EHPA dalam bentuk anionnya sehingga kemampuan bahan aktif untuk mengikat ion lain seperti  $Cd^{2+}$  menjadi kurang optimal. Dengan demikian, jumlah  $Cd^{2+}$  yang berada di dalam

membran akan semakin berkurang sehingga respon membran terhadap Cd(II) semakin menurun dan tidak bersifat *Nernstian*.

Pada pH 4 dihasilkan nilai faktor Nernst sebesar 29,43 mV/dekade konsentrasi. Faktor Nernst yang diperoleh pada pH tersebut sangat mendekati nilai faktor Nernst teoritis dan menunjukkan bahwa pengukuran ESI Cd(II) berbasis D2EHPA bersifat optimum pada pH 4. Namun, nilai  $R^2$  yang diperoleh yaitu 0,984, tidak menunjukkan linieritas yang cukup baik. Hal ini dapat dimungkinkan karena pH 4 tersebut masih sedikit mendekati nilai pKa dari D2EHPA sehingga di dalam membran masih terikat sedikit  $H^+$ . Akibatnya, proses pertukaran ion antara  $Cd^{2+}$  pada antarmuka membran-larutan untuk mencapai kesetimbangan tidak dapat berlangsung secara teratur dan mengakibatkan potensial yang terukur kurang linier. Oleh karena itu, pengukuran menggunakan ESI Cd(II) berbasis D2EHPA pada pH 4 belum dikatakan optimum, namun masih dapat dilakukan karena faktor Nernst yang dihasilkan sangat mendekati teoritis.

Pada pH 5, pengukuran menggunakan ESI Cd(II) berbasis D2EHPA menghasilkan faktor Nernst yang juga sangat mendekati faktor Nernst teoritis, yaitu 27,20 mV/dekade konsentrasi. Hal ini dapat dijelaskan bahwa pada pH 5, konsentrasi  $H^+$  sedikit jauh berada di bawah nilai kesetimbangan asam ( $K_a$ ) dari D2EHPA sehingga menyebabkan gugus fosfat berada dalam bentuk anionnya atau terdeprotonasi. Gugus fosfat dari molekul D2EHPA memiliki dua atom oksigen yang bertindak sebagai basa Lewis dan dapat mendonorkan pasangan elektronnya untuk berikatan dengan ion  $Cd^{2+}$  melalui ikatan kovalen koordinasi. Saat berikatan secara koordinasi dengan ion  $Cd^{2+}$ , D2EHPA akan membentuk molekul dimer yaitu  $H_2R_2$  yang terdiri dari dua molekul D2EHPA. Dimer ini terdiri atas empat atom oksigen yang akan mendonorkan pasangan elektron bebas dengan bertindak sebagai ligan pengkhelat saat berikatan dengan ion  $Cd^{2+}$  sehingga terbentuk kompleks  $CdR_22HR$  dengan melepaskan dua ion hidrogen sebagaimana ditunjukkan pada gambar 4.2 [19, 38].



**Gambar 4.2** Kompleks dimer D2EHPA –  $\text{Cd}^{2+}$

Pembentukan kompleks ini memungkinkan banyaknya  $\text{Cd}^{2+}$  yang terikat dalam membran. sehingga aktivitas ion  $\text{Cd}^{2+}$  pada antarmuka larutan-membran semakin besar dan respon potensial yang dihasilkan bersifat *Nernstian*. Jika ditinjau secara statistika, linieritas ( $R^2$ ) yang diperoleh untuk respon potensial pada pH 5 sangat baik yaitu 0,999 dengan nilai faktor Nernst yang juga mendekati teoritis. Dengan demikian, pengukuran menggunakan ESI Cd(II) berbasis D2EHPA bersifat optimum pada pH ini.

Sementara itu pada pH 6, respon potensial ESI Cd(II) yang dihasilkan masih tergolong *Nernstian* dengan faktor Nernst sebesar 25,47 mV/dekade konsentrasi. Hal ini dapat ditinjau dari grafik keberadaan spesi  $\text{Cd}^{2+}$  pada gambar 2.5 yang menunjukkan bahwa saat pH 6, jumlah ion  $\text{Cd}^{2+}$  dalam larutan masih cukup banyak yaitu  $\pm 75\%$  dan sisanya adalah kompleks basa dari  $\text{Cd}(\text{OH})^+$ . Meskipun pada pH 6 molekul D2EHPA sebagian besar berada dalam bentuk terdeprotonasi, adanya penurunan spesi  $\text{Cd}^{2+}$  seiring terjadinya peningkatan pH ini mengakibatkan faktor Nernst yang diperoleh sedikit lebih rendah dari faktor Nernst teoritis. Namun, pengukuran menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA pada pH 6 ini masih dapat dikatakan baik karena respon potensial masih bersifat *Nernstian*.

Pengukuran  $\text{Cd}^{2+}$  menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA pada pH 7 menghasilkan nilai faktor Nernst yang berada jauh di bawah batas minimal faktor Nernst teoritis, yaitu 21,10 mV/dekade konsentrasi. Pada pH 7, D2EHPA berada dalam bentuk molekul terdeprotonasi sempurna sehingga pertukaran ion  $\text{Cd}^{2+}$  dapat berjalan dengan baik tanpa adanya

gangguan dari ion  $H^+$ , namun pada pH ini jumlah ion  $OH^-$  juga semakin meningkat. Berdasarkan data kelimpahan spesi Cd dari gambar 2.5 pada pH 7, jumlah ion  $Cd^{2+}$  menurun jauh hingga  $\pm 30\%$  dan adanya ion  $OH^-$  menyebabkan terjadinya pembentukan spesi basa  $CdOH^+$  serta endapan dari  $Cd(OH)_2$  dengan jumlah berturut – turut sekitar 40% dan 30%. Menurut Harvey (2000), nilai tetapan hasil kali kelarutan ( $K_{sp}$ ) untuk  $Cd(OH)_2$  adalah  $4,5 \times 10^{-15}$  dengan persamaan reaksi seperti pada persamaan 4.1 berikut [15]:



Melalui persamaan reaksi di atas, maka nilai  $K_{sp}$  untuk  $Cd(OH)_2$  dituliskan pada persamaan 4.2 [15]:

$$K_{sp} \text{ Cd(OH)}_2 = s \times (2s)^2 = 4s^3 = 4,5 \times 10^{-15} \quad (4.2)$$

dimana  $s$  merupakan kelarutan  $Cd(OH)_2$  (mol/L). Jika ditinjau dari nilai  $K_{sp}$  tersebut, maka endapan  $Cd(OH)_2$  akan mulai terbentuk pada konsentrasi larutan uji  $CdCl_2$   $1 \times 10^{-1}$  M dimana larutan tepat jenuh. Namun demikian, pembentukan kompleks basa dari  $Cd(OH)^+$  yang cukup besar pada pH 7 ini menyebabkan jumlah ion  $Cd^{2+}$  dalam larutan berkurang sehingga respon ESI yang dihasilkan tidak bersifat *Nernstian*. Oleh karena itu, analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA tidak dapat dilakukan pada pH netral.

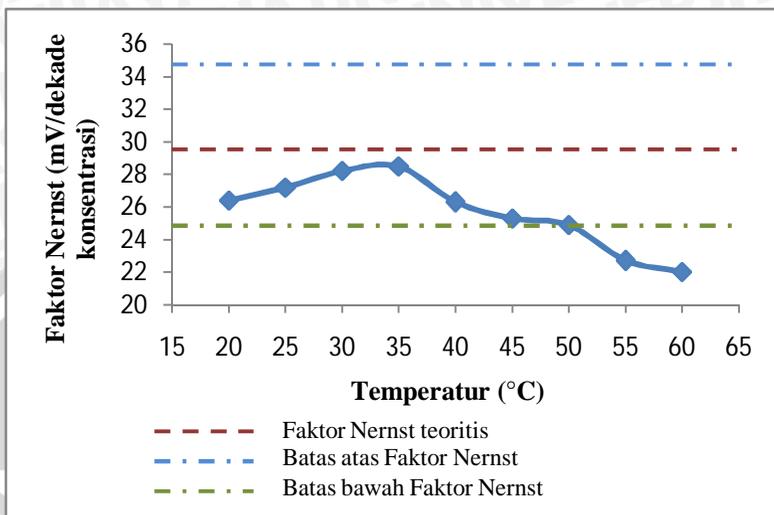
Pada penelitian ini, pengukuran potensial menggunakan ESI Cd(II) untuk pH < 3 dan pH > 7 tidak dilakukan. Hal ini dikarenakan harga pH < 3 berada di bawah nilai tetapan keasaman ( $pK_a$ ) dari bahan aktif D2EHPA. Berdasarkan persamaan 2.11 dapat dijelaskan bahwa pada pH <  $pK_a$ , suatu asam lemah sebagian besar akan berada dalam bentuk spesi asamnya. Konsentrasi  $H^+$  yang cukup tinggi menyebabkan molekul D2EHPA mengalami protonasi dimana ion  $Cd^{2+}$  yang mulanya terikat pada gugus fosfat menjadi terdisosiasi dan digantikan oleh ion hidrogen. Dengan demikian, reaksi pertukaran ion  $Cd^{2+}$  pada antarmuka larutan – membran menjadi terganggu sehingga menyebabkan penurunan aktivitas dari ion kadmium dan respon potensial yang dihasilkan tidak bersifat *Nernstian*. Selanjutnya pada pH basa, pengukuran menggunakan ESI Cd(II) tipe

kawat terlapis berbasis D2EHPA tidak dapat dilakukan karena adanya gangguan ion hidroksida yang menyebabkan pembentukan senyawa basa dari kadmium. Merujuk pada gambar 2.5, dijelaskan bahwa pada pH 8 - 10 sebagian besar spesi kadmium berada dalam bentuk endapan putih  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  dengan sebagian kecil kompleks basa  $\text{Cd}(\text{OH})^+$  dan  $\text{Cd}(\text{OH})_3^-$  [34]. Selain itu berdasarkan  $K_{sp}$   $\text{Cd}(\text{OH})_2$  yaitu  $4,5 \times 10^{-15}$  [15], dapat dihitung bahwa pada pH 8, nilai hasil kali konsentrasi ion – ion  $\text{Cd}^{2+}$  dan  $\text{OH}^-$  (Q) lebih besar daripada harga  $K_{sp}$   $\text{Cd}(\text{OH})_2$  sehingga dengan demikian larutan uji  $\text{CdCl}_2$  menjadi lewat jenuh dan mengendap. Terbentuknya endapan  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  ini mengakibatkan konsentrasi ion  $\text{Cd}^{2+}$  dalam larutan berkurang sehingga analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA akan terganggu.

Berdasarkan uraian di atas, dapat disimpulkan bahwa analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA hanya dapat dilakukan pada rentang pH 4 hingga 6.

#### **4.2 Pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA**

Temperatur merupakan salah satu variabel yang perlu dikontrol saat melakukan analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA karena dapat mempengaruhi kinerja dari ESI tersebut dengan memberikan kesalahan yang cukup signifikan pada pengukuran. Secara teoritis, peningkatan temperatur sebesar  $10^\circ\text{C}$  dapat mengubah harga faktor Nernst sebesar 1 mV/dekade [8]. Penentuan kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA oleh adanya pengaruh temperatur pada penelitian ini dilakukan dengan membandingkan nilai faktor Nernst yang diperoleh dari tiap pengukuran potensial larutan uji  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M pada variasi temperatur di atas dan di bawah temperatur ruang, yaitu  $20^\circ\text{C}$ ,  $25^\circ\text{C}$ ,  $30^\circ\text{C}$ ,  $35^\circ\text{C}$ ,  $40^\circ\text{C}$ ,  $45^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$ ,  $55^\circ\text{C}$  dan  $60^\circ\text{C}$ . Hubungan antara faktor Nernst dan temperatur saat analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA ditunjukkan oleh grafik pada Gambar 4.3 berikut:



**Gambar 4.3** Pengaruh temperatur terhadap nilai faktor Nernst pada ESI Cd(II) berbasis D2EHPA

Berdasarkan data pada Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa pada temperatur 20°C, 25°C, 30°C dan 35°C diperoleh nilai faktor Nernst berturut – turut sebesar 26,40; 27,20; 28,23; dan 28,50 mV/dekade konsentrasi. Nilai faktor Nernst dari pengukuran ESI pada rentang temperatur tersebut masih mendekati nilai faktor Nernst teoritis yaitu  $29,6 \pm 5$  mV/dekade konsentrasi. Selain itu, melalui grafik pada gambar 4.2 tersebut untuk temperatur 20 - 35°C terlihat bahwa semakin tinggi temperatur, nilai faktor Nernst yang dihasilkan juga semakin meningkat. Hal ini disebabkan kenaikan temperatur dapat meningkatkan energi kinetik dari ion – ion  $Cd^{2+}$  sehingga ion – ion tersebut dapat bergerak lebih cepat dan laju reaksi pertukaran ion untuk mencapai kesetimbangan pada antarmuka membran-larutan menjadi semakin meningkat. Sementara itu, pada temperatur 40°C, 45°C, dan 50°C faktor Nernst yang dihasilkan mulai menurun, yaitu berturut – turut 26,37 mV/dekade konsentrasi; 25,23 mV/dekade konsentrasi dan 24,97 mV/dekade konsentrasi. Namun, faktor Nernst yang dihasilkan pada ketiga temperatur tersebut masih termasuk dalam rentang faktor Nernst teoritis. Selanjutnya hasil pengukuran potensial menggunakan ESI Cd(II) pada temperatur 55°C dan 60°C tidak menunjukkan respon potensial yang bersifat *Nernstian*. Tetapi

berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kumar dkk (2011), D2EHPA memiliki titik didih atau dapat mengalami dekomposisi pada temperatur sebesar 625,15 K (352,15°C) [21]. Hal ini dapat dimungkinkan karena ketidakstabilan kompleks khelat yang terbentuk antara dimer D2EHPA dengan  $Cd^{2+}$  yang terdapat dalam membran sehingga sebagian  $Cd^{2+}$  lepas dan tidak dapat terikat kembali atau ditukarkan pada membran. Sebagaimana yang telah dijelaskan, kenaikan temperatur dapat meningkatkan energi kinetik sehingga mobilitas ion – ion  $Cd^{2+}$  menjadi lebih cepat dan reaksi pertukaran ion juga berlangsung dengan baik. Namun menurut Voorde (2008), temperatur yang semakin meningkat juga dapat mengurangi ketahanan mekanik membran dan menyebabkan usia pakai suatu membran menjadi berkurang [38]. Temperatur tinggi dapat menyebabkan fleksibilitas dari suatu bahan polimer seperti PVC berkurang sehingga membran polimer menjadi bersifat lebih hidrofobik. Jika fleksibilitas membran berkurang, maka dapat terjadi kemungkinan bahan aktif membran D2EHPA terdistribusi ke dalam fasa air dan mengakibatkan kapasitas tukar ion pada membran menurun. Dengan demikian, analisis menggunakan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA dapat dilakukan pada rentang temperatur 20°C hingga 50°C.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA dapat digunakan pada rentang pH 4 – 6 dengan harga faktor Nernst yang dihasilkan yaitu berturut – turut 29,43; 27,20 dan 25,47 mV/dekade konsentrasi.
2. Kinerja ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA sangat dipengaruhi oleh temperatur dan dapat digunakan pada rentang temperatur 20°C - 50°C.

#### **5.2 Saran**

Pada penelitian selanjutnya, perlu dibuat ESI Cd(II) tipe kawat terlapis dengan bahan aktif organik atau anorganik lainnya sehingga dihasilkan membran yang cukup tahan terhadap perubahan pH maupun temperatur.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Borsari, M., 1994, **Encyclopedia of Inorganic Chemistry**, First Edition, Wiley, New York
- [2] Low, K.S., dan C.K. Lee, 1991, **Cadmium Uptake by the Moss *Calymperes delessertii* Besch**, *Bioresource Technology*, 38, pp 1-6
- [3] Lutanie, E., 2010, **Cadmium Exposure and Testing**, *ALS Environmental*, <http://www.caslab.com/News/cadmium-testing.html>, tanggal akses: 28 Januari 2013
- [4] Bratovic, A., A. Odobasic, dan S. Catic, 2009, **the Advantages of the Use of Ion Selective Potentiometry in Relation to UV/Vis Spectroscopy**, *Agriculturae Conspectus Scientificus*, 3, 74, pp 139-142
- [5] Shamsipur, M., dan M.H. Mashhadizadeh, 2001, **Cadmium Ion Selective Electrode Based on Tetrathia-12-crown-4**, *Talanta*, 53, pp 1065-1071, El Sevier
- [6] Panggabean, A.S., 2001, **Pembuatan dan Karakterisasi Membran Elektroda Selektif Ion Cd<sup>2+</sup> - Kitosan sebagai Sensor Kimia**, *Tesis*, Program Pasca Sarjana, Universitas Sumatera Utara, Medan
- [7] Ulewicz, M., dan W. Walkowiak, 2005, **Selective Removal of Transition Metal Ions in Transport Through Polymer Inclusion Membranes with Organophosphorus Acid**, 3-4, 31, pp 73-81, Environment Protection Engineering, Poland

- [8] Rundle, C.C., 2003, **Glossary of Terms Used in Ion Selective Electrode Measurements (with Mathematical Formulae)**, Nico2000 Ltd., London
- [9] World Health Organization, 2011, **Cadmium in Drinking Water**, *WHO Guidelines for Drinking Water Quality*, WHO Press, Geneva
- [10] Greenwood, N.N., dan A. Earnshaw, 1997, **Chemistry of The Elements**, Second Edition, Butterworth – Heinemann: Reed Educational and Professional Publishing Ltd., Oxford
- [11] Rumahlatu, D., 2012, **Biomonitoring Sebagai Alat Asesmen Kualitas Perairan Akibat Logam Berat Kadmium Pada Invertebrata Perairan**, *Scainstis*, 1, 1, ISSN 2089-0699, pp 10-34, Universitas Pattimura, Ambon
- [12] Monk, P.M.S., 2001, **Fundamentals of Electroanalytical Chemistry**, John Wiley & Sons Ltd., England
- [13] Rouessac, F., dan A. Rouessac, 2007, **Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques**, Second Edition, John Wiley & Sons Ltd., England
- [14] Arnold, M.A., dan M.E. Meyerhoff, 1984, **Ion-Selective Electrodes**, *Analytical Chemistry*, 5, 56, 20R-48R, American Chemical Society, USA
- [15] Harvey, D., 2000, **Modern Analytical Chemistry**, the McGraw Hill Companies Ltd., USA

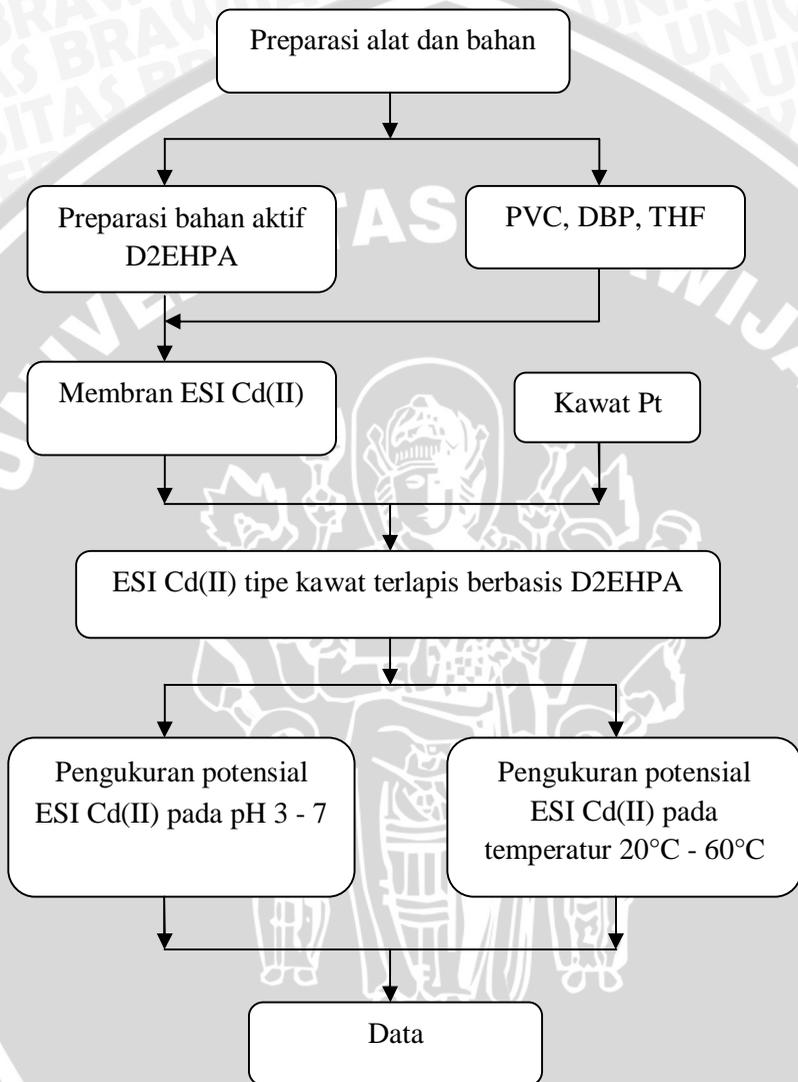
- [16] Laksminarayanaiah, N., 1976, **Membranes Electrodes**, Academic Press, London, pp 62-64, 98-99, 160, 223-225, 237
- [17] Wang, J., 2006, **Analytical Electrochemistry**, Third Edition, John Wiley & Sons Inc., New Jersey
- [18] Skoog, D.A., F.J. Holler, dan S.R. Crouch, 2007, **Principle of Instrumental Analysis**, Sixth Edition, Thomson Brooks/Cole, Canada
- [19] Purwani, M.V., Suyanti, dan A.W. Muhadi, 2008, **Ekstraksi Konsentrat Neodimium Memakai Asam Di-2-Etil Heksil Fosfat**, *Seminar Nasional IV*, SDM Teknologi Nuklir, ISSN 1978-0176, Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir BATAN
- [20] Alberts, E., 2011, **Stripping Rare Earth Elements and Iron from D2EHPA during Zinc Solvent Extraction**, *Thesis*, Faculty of Engineering, Stellenbosch University
- [21] Kumar, S., dkk., 2011, **PVT Properties of Di-(2-Ethyl Hexyl) Phosphoric Acid**, *Journal of Radioanalytical Nuclear Chemistry*, 289, pp 883-884, Springer, Hungary
- [22] Lewis, R.J., 2007, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Fifteenth Edition, John Wiley & Sons Inc., New York
- [23] Summers, J.W., 1996, **Encyclopedia of Chemical Technology: Vinyl Polymers (PVC)**, Fourth Edition, the Geon Company, Ohio

- [24] Sax, N. I., dan R. J. Lewis, 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Van Nostrand Reinhold, New York
- [25] POLYNT, 2011, **Plasticizers**, POLYNT S.p.A., Italy
- [26] Patko, T.A.D., 2009, **Understanding Ion Selective Sensors**, Advanced Sensor Technologies Inc., California
- [27] DES, 2007, **Tetrahydrofuran: Health Information Summary**, New Hampshire Department of Environmental Services, New Hampshire
- [28] BASF, 1997, **Tetrahydrofuran**, Chemical Division of BASF Corporation, New Jersey
- [29] Madjid, A.D.R., 2011, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Dikromat Tipe Kawat Terlapis Berbasis Aliquat 336**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [30] Kohlmann, F.J., 2003, **What is pH and How is It Measured: A Technical Handbook for Industry**, GLI International, Hach Company
- [31] Evan, A., 1991, **Potentiometry and Ion Selective Electrodes**, John Wiley & Sons, London
- [32] Asrafi, F., A. Feyzbakhsh, dan N.E. Heravi, 2009, **Solvent Extraction of Cadmium (II) From Sulfate Medium by Bis(2-Ethylhexyl) Phosphoric Acid in Toluene**, *International Journal of ChemTech Research*, 3, 1, pp 420-425

- [33] Zulkarnain, D., 2011, **Pengaruh pH, Temperatur dan Ion Asing Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Tetraborat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Kitosan**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [34] Lai, C.H., C.Y. Chen, B.L. Wei, dan S.H. Yeh, 2002, **Cadmium Adsorption on Goethite-Coated Sand in the Presence of Humic Acid**, *Water Research*, 20, 36, pp 493-4950, El Sevier, Taiwan
- [35] Ansuini F.J., dan J.R. Dimond, 1994, **Factors Affecting the Accuracy of Reference Electrodes**, *Material Performance*, 11, 33, pp 14-17, NACE International, Houston
- [36] Putra, D.A., 2013, **Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Bermembran D2EHPA**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- [37] Kusrini, E., 2013, **Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Kadmium Tipe Kawat Terlapis Bermembran D2EHPA**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- [38] van de Voorde, I., 2008, **Studies of the Complexation Behaviour of Transition Metals Applicable in Membrane Technologies**, *Thesis*, Faculty of Sciences, Ghent University, Belgium

## LAMPIRAN A

### L.A Diagram Alir Penelitian



## **LAMPIRAN B**

### **L.B Preparasi Larutan**

#### **L.B.1 Larutan $\text{CH}_3\text{COOH}$ 0,2 M**

$\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial diambil sebanyak 1,143 mL menggunakan pipet ukur dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas, lalu ditutup dan dikocok hingga larutan homogen.

#### **L.B.2 Larutan $\text{CH}_3\text{COONa}$ 0,2 M**

Padatan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  ditimbang sebanyak 1,64 g menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 mL lalu ditambahkan sedikit akuades dan diaduk hingga padatan larut sempurna. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga mencapai tanda batas, kemudian ditutup dan dikocok hingga homogen.

#### **L.B.3 Larutan bufer asetat pH 3 – 7**

Larutan bufer asetat pH 3 dibuat dengan mencampurkan 0,4 mL larutan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  0,2 M ke dalam 25 mL larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  0,2 M dalam gelas kimia. Kemudian campuran diaduk dan dikondisikan pada pH 3 menggunakan pH meter. Setelah itu campuran dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, lalu dikocok hingga homogen. Untuk pembuatan larutan bufer asetat pH 4 – 7 dilakukan sesuai dengan prosedur di atas, namun dengan penambahan volume  $\text{CH}_3\text{COONa}$  dan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  yang berbeda.

#### **L.B.4 Larutan $\text{CdCl}_2$ 0,2 M**

Padatan  $\text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  mula – mula ditimbang sebanyak 4,026 g menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 mL lalu ditambahkan akuades secukupnya dan diaduk hingga padatan larut. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas, lalu ditutup dan dikocok hingga homogen.

### **L.B.5 Larutan $\text{CdCl}_2$ $1 \times 10^{-1}$ M – $1 \times 10^{-5}$ M pH 3 – 7**

Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M pH 3 – 7 dibuat dengan memipet larutan  $\text{CdCl}_2$  0,2 M sebanyak 12,5 mL ke dalam gelas kimia 25 mL kemudian ditambahkan dengan sedikit larutan bufer asetat pH 3 – 7 dan dikondisikan pada pH yang diinginkan menggunakan pH meter. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M pH 3 – 7 dibuat dengan memipet sebanyak 2,5 mL larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M pH 3 – 7 ke dalam gelas kimia 25 mL dan dikondisikan pada pH yang diinginkan dengan penambahan bufer asetat pH 3 – 7 lalu diukur dengan pH meter. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Untuk pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-3}$  M –  $1 \times 10^{-5}$  M pH 3 – 7 dibuat dengan prosedur pengenceran bertingkat yang sama dengan pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M.



## LAMPIRAN C

### L.C Perhitungan Preparasi Larutan

#### L.C.1 Perhitungan Pembuatan Larutan CH<sub>3</sub>COOH 0,2 M

$$\begin{aligned}[\text{CH}_3\text{COOH}] &= \frac{\% \times \rho \times 1000}{BM} \\ &= \frac{100\% \times 1,05 \text{ kg/L} \times 1000}{60,05 \text{ g/mol}} \\ &= 17,485 \text{ M} \\ M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 17,485 \text{ M} \times V_1 &= 0,2 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 1,143 \text{ mL}\end{aligned}$$

#### L.C.2 Perhitungan Pembuatan Larutan CH<sub>3</sub>COONa 0,2 M

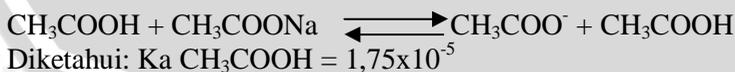
$$\begin{aligned}\text{mol CH}_3\text{COONa} &= M \text{ CH}_3\text{COONa} \times V \text{ larutan} \\ &= 0,2 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,02 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa CH}_3\text{COONa} &= \text{mol CH}_3\text{COONa} \times M_r \text{ CH}_3\text{COONa} \\ &= 0,02 \text{ mol} \times 82 \text{ g/mol} \\ &= 1,64 \text{ g}\end{aligned}$$

#### L.C.3 Perhitungan Pembuatan Larutan Bufet Asetat pH 3 – 7

Tabel L.C.1 Pembuatan bufer asetat pH 3 – 7

pH	V CH <sub>3</sub> COOH 0,2 M (mL)	V CH <sub>3</sub> COONa 0,2 M (mL)
3	25	0,4
4	25	4
5	14,85	35,5
6	3	50
7	0,3	50



### L.C.3.1 Larutan bufer asetat pH 3

$$[H^+] = K_a \cdot \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COO}^-}$$

$$[H^+] = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \frac{5 \text{ mmol}}{0,08 \text{ mmol}}$$

$$[H^+] = 1,09375 \times 10^{-3}$$

$$[\text{pH}] = -\log[H^+]$$

$$[\text{pH}] = -\log 1,09375 \times 10^{-3}$$

$$[\text{pH}] = 2,96 \approx 3$$

$$\begin{aligned} V \text{ CH}_3\text{COOH} &= \text{mol CH}_3\text{COOH} : M \text{ CH}_3\text{COOH} \\ &= 5 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 25 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V \text{ CH}_3\text{COONa} &= \text{mol CH}_3\text{COONa} : M \text{ CH}_3\text{COONa} \\ &= 0,08 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 0,4 \text{ mL} \end{aligned}$$

### L.C.3.2 Larutan bufer asetat pH 4

$$[H^+] = K_a \cdot \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COO}^-}$$

$$[H^+] = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \frac{5 \text{ mmol}}{0,8 \text{ mmol}}$$

$$[H^+] = 1,09375 \times 10^{-4}$$

$$[\text{pH}] = -\log[H^+]$$

$$[\text{pH}] = -\log 1,09375 \times 10^{-4}$$

$$[\text{pH}] = 3,96 \approx 4$$

$$\begin{aligned} V \text{ CH}_3\text{COOH} &= \text{mol CH}_3\text{COOH} : M \text{ CH}_3\text{COOH} \\ &= 5 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \end{aligned}$$

$$= 25 \text{ mL}$$

$$V \text{ CH}_3\text{COONa} = \text{mol CH}_3\text{COONa} : M \text{ CH}_3\text{COONa}$$

$$= 0,8 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL}$$

$$= 4 \text{ mL}$$

### L.C.3.3 Larutan bufer asetat pH 5

$$[\text{H}^+] = K_a \cdot \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COO}^-}$$

$$[\text{H}^+] = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \frac{2,97 \text{ mmol}}{7,1 \text{ mmol}}$$

$$[\text{H}^+] = 7,32042 \times 10^{-6}$$

$$[\text{pH}] = -\log[\text{H}^+]$$

$$[\text{pH}] = -\log 7,32042 \times 10^{-6}$$

$$[\text{pH}] = 5,13 \approx 5$$

$$V \text{ CH}_3\text{COOH} = \text{mol CH}_3\text{COOH} : M \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$= 2,97 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL}$$

$$= 14,85 \text{ mL}$$

$$V \text{ CH}_3\text{COONa} = \text{mol CH}_3\text{COONa} : M \text{ CH}_3\text{COONa}$$

$$= 7,1 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL}$$

$$= 35,5 \text{ mL}$$

### L.C.3.4 Larutan bufer asetat pH 6

$$[\text{H}^+] = K_a \cdot \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COO}^-}$$

$$[\text{H}^+] = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \frac{0,6 \text{ mmol}}{10 \text{ mmol}}$$

$$[\text{H}^+] = 1,05 \times 10^{-6}$$

$$[\text{pH}] = -\log[\text{H}^+]$$

$$[\text{pH}] = -\log 1,05 \times 10^{-6}$$

$$[\text{pH}] = 5,978 \approx 6$$

$$\begin{aligned} V \text{CH}_3\text{COOH} &= \text{mol CH}_3\text{COOH} : M \text{CH}_3\text{COOH} \\ &= 0,6 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 3 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V \text{CH}_3\text{COONa} &= \text{mol CH}_3\text{COONa} : M \text{CH}_3\text{COONa} \\ &= 10 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 50 \text{ mL} \end{aligned}$$

#### L.C.3.5 Larutan bufer asetat pH 7

$$[\text{H}^+] = K_a \cdot \frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COO}^-}$$

$$[\text{H}^+] = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \frac{0,06 \text{ mmol}}{10 \text{ mmol}}$$

$$[\text{H}^+] = 1,05 \times 10^{-7}$$

$$[\text{pH}] = -\log[\text{H}^+]$$

$$[\text{pH}] = -\log 1,05 \times 10^{-7}$$

$$[\text{pH}] = 6,9 \approx 7$$

$$\begin{aligned} V \text{CH}_3\text{COOH} &= \text{mol CH}_3\text{COOH} : M \text{CH}_3\text{COOH} \\ &= 0,06 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 0,3 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V \text{CH}_3\text{COONa} &= \text{mol CH}_3\text{COONa} : M \text{CH}_3\text{COONa} \\ &= 10 \text{ mmol} : 0,2 \text{ mmol/mL} \\ &= 50 \text{ mL} \end{aligned}$$

#### L.C.4 Perhitungan Pembuatan Larutan CdCl<sub>2</sub> 0,2 M

$$\begin{aligned} \text{mol CdCl}_2 &= M \text{CdCl}_2 \times V \text{larutan} \\ &= 0,2 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,02 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa CdCl}_2 &= \text{mol CdCl}_2 \times M_r \text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \\ &= 0,02 \text{ mol} \times 201,31 \text{ g/mol} \\ &= 4,026 \text{ g} \end{aligned}$$

**L.C.5 Perhitungan Pembuatan Larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M –  $1 \times 10^{-5}$  M**

**L.C.5.1 Pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M dari larutan  $\text{CdCl}_2$  0,2 M**

$$\begin{aligned}\text{Volume CdCl}_2 \text{ 0,2 M} &= (V_2 \cdot M_2) : M_1 \\ &= (0,1 \text{ M} \times 25 \text{ mL}) : 0,2 \text{ M} \\ &= 12,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

**L.C.5.2 Pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M dari larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-1}$  M**

$$\begin{aligned}\text{Volume CdCl}_2 \text{ } 1 \times 10^{-1} \text{ M} &= (V_2 \times M_2) : M_1 \\ &= (0,01 \text{ M} \times 25 \text{ mL}) : 0,1 \text{ M} \\ &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

**L.C.5.3 Pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-3}$  M dari larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-2}$  M**

$$\begin{aligned}\text{Volume CdCl}_2 \text{ } 1 \times 10^{-1} \text{ M} &= (V_2 \cdot M_2) : M_1 \\ &= (0,001 \text{ M} \times 25 \text{ mL}) : 0,01 \text{ M} \\ &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

**L.C.5.4 Pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-4}$  M dari larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-3}$  M**

$$\begin{aligned}\text{Volume CdCl}_2 \text{ } 1 \times 10^{-3} \text{ M} &= (V_2 \cdot M_2) : M_1 \\ &= (0,0001 \text{ M} \times 25 \text{ mL}) : 0,001 \text{ M} \\ &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

**L.C.5.5 Pembuatan larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-5}$  M dari larutan  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-4}$  M**

$$\begin{aligned}\text{Volume CdCl}_2 \text{ } 1 \times 10^{-4} \text{ M} &= (V_2 \cdot M_2) : M_1 \\ &= (0,00001 \text{ M} \times 25 \text{ mL}) : 0,0001 \text{ M} \\ &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

## LAMPIRAN D

### L.D Data Hasil Penelitian

#### L.D.1 Pengukuran nilai potensial rata – rata dan penentuan nilai faktor Nernst pada pH 3 – 7

**Tabel L.D.1.1 Penentuan faktor Nernst pH 3**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	134	139	140	137,67
1x10 <sup>-4</sup>	166	167	168	167
1x10 <sup>-3</sup>	191	192	199	194
1x10 <sup>-2</sup>	210	211	224	215
1x10 <sup>-1</sup>	229	230	231	230
Faktor Nernst	23,40	22,60	23,80	23,27
R <sup>2</sup>	0,985	0,987	0,964	0,984

**Tabel L.D.1.2 Penentuan faktor Nernst pH 4**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	159	161	177	165,67
1x10 <sup>-4</sup>	189	192	191	190,67
1x10 <sup>-3</sup>	212	220	210	214
1x10 <sup>-2</sup>	236	245	252	244,33
1x10 <sup>-1</sup>	284	278	296	286
Faktor Nernst	29,70	28,70	29,90	29,43
R <sup>2</sup>	0,978	0,998	0,945	0,984

**Tabel L.D.1.3 Penentuan faktor Nernst pH 5**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	152	129	140	140,33
1x10 <sup>-4</sup>	174	161	164	166,33
1x10 <sup>-3</sup>	204	182	193	193
1x10 <sup>-2</sup>	232	211	220	221
1x10 <sup>-1</sup>	260	239	248	249
Faktor Nernst	27,40	27,00	27,20	27,20
R <sup>2</sup>	0,997	0,997	0,999	0,999

**Tabel L.D.1.4 Penentuan faktor Nernst pH 6**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	159	154	161	158
1x10 <sup>-4</sup>	185	179	187	183,67
1x10 <sup>-3</sup>	213	201	214	209,33
1x10 <sup>-2</sup>	235	228	238	233,67
1x10 <sup>-1</sup>	260	256	265	260,33
Faktor Nernst	25,20	25,30	25,90	25,47
R <sup>2</sup>	0,998	0,998	0,999	0,999

**Tabel L.D.1.5 Penentuan faktor Nernst pH 7**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	174	186	184	181,33
1x10 <sup>-4</sup>	204	209	212	208,33
1x10 <sup>-3</sup>	223	228	232	227,67
1x10 <sup>-2</sup>	242	248	250	246,67
1x10 <sup>-1</sup>	263	269	271	267,67
Faktor Nernst	21,60	20,50	21,20	21,10
R <sup>2</sup>	0,991	0,999	0,993	0,995

**Tabel L.D.1.6 Pengaruh pH terhadap faktor Nernst**

pH	Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)
3	23,27
4	29,43
5	27,20
6	25,47
7	21,10

**L.D.2 Pengukuran nilai potensial rata – rata dan penentuan nilai faktor Nernst pada temperatur 20°C - 60°C****Tabel L.D.2.1 Penentuan faktor Nernst pada 20°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	183	181	177	180,33
1x10 <sup>-4</sup>	213	208	204	208,33
1x10 <sup>-3</sup>	242	235	230	235,67
1x10 <sup>-2</sup>	267	260	258	261,67
1x10 <sup>-1</sup>	289	286	282	285,67
Faktor Nernst	26,60	26,20	26,40	26,40
R <sup>2</sup>	0,995	0,999	0,999	0,999

**Tabel L.D.2.2 Penentuan faktor Nernst pada 25°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	152	129	140	140,33
1x10 <sup>-4</sup>	174	161	164	166,33
1x10 <sup>-3</sup>	204	182	193	193
1x10 <sup>-2</sup>	232	211	220	221
1x10 <sup>-1</sup>	260	239	248	249
Faktor Nernst	27,40	27,00	27,20	27,20
R <sup>2</sup>	0,997	0,997	0,999	0,999

**Tabel L.D.2.3 Penentuan faktor Nernst pada 30°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	156	157	106	139,67
1x10 <sup>-4</sup>	182	183	137	167,33
1x10 <sup>-3</sup>	211	210	163	194,67
1x10 <sup>-2</sup>	240	239	192	223,67
1x10 <sup>-1</sup>	269	268	221	252,67
Faktor Nernst	28,40	27,80	28,50	28,23
R <sup>2</sup>	0,999	0,999	0,999	0,999

**Tabel L.D.2.4 Penentuan faktor Nernst pada 35°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	117	126	133	125,33
1x10 <sup>-4</sup>	145	152	163	153,33
1x10 <sup>-3</sup>	172	182	190	181,33
1x10 <sup>-2</sup>	202	210	219	210,33
1x10 <sup>-1</sup>	230	238	250	239,33
Faktor Nernst	28,30	28,20	29,00	28,50
R <sup>2</sup>	0,999	0,999	0,999	0,999

**Tabel L.D.2.5 Penentuan faktor Nernst pada 40°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	134	126	127	129
1x10 <sup>-4</sup>	160	156	152	156
1x10 <sup>-3</sup>	186	182	184	184
1x10 <sup>-2</sup>	216	212	213	213,67
1x10 <sup>-1</sup>	237	231	228	232
Faktor Nernst	26,20	26,60	26,30	26,37
R <sup>2</sup>	0,997	0,995	0,988	0,994

**Tabel L.D.2.6 Penentuan faktor Nernst pada 45°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	125	128	123	125,33
1x10 <sup>-4</sup>	155	158	149	154
1x10 <sup>-3</sup>	188	192	184	188
1x10 <sup>-2</sup>	204	206	199	203
1x10 <sup>-1</sup>	226	231	224	227
Faktor Nernst	25,10	25,40	25,20	25,23
R <sup>2</sup>	0,983	0,982	0,986	0,984

**Tabel L.D.2.7 Penentuan faktor Nernst pada 50°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	123	128	132	127,67
1x10 <sup>-4</sup>	141	145	156	147,33
1x10 <sup>-3</sup>	162	166	177	168,33
1x10 <sup>-2</sup>	196	198	201	198,33
1x10 <sup>-1</sup>	220	228	233	227
Faktor Nernst	24,90	25,30	24,70	24,97
R <sup>2</sup>	0,993	0,983	0,993	0,990

**Tabel L.D.2.8 Penentuan faktor Nernst pada 55°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	128	130	131	129,67
1x10 <sup>-4</sup>	146	147	152	148,33
1x10 <sup>-3</sup>	169	172	174	171,67
1x10 <sup>-2</sup>	190	191	198	193
1x10 <sup>-1</sup>	218	221	223	220,67
Faktor Nernst	22,40	22,60	23,00	22,67
R <sup>2</sup>	0,994	0,991	0,998	0,995

**Tabel L.D.2.9 Penentuan faktor Nernst pada 60°C**

[CdCl <sub>2</sub> ] M	Pengulangan ke- (mV)			Potensial rata – rata (mV)
	1	2	3	
1x10 <sup>-5</sup>	125	127	133	128,33
1x10 <sup>-4</sup>	140	141	154	145
1x10 <sup>-3</sup>	161	163	169	164,33
1x10 <sup>-2</sup>	187	188	198	191
1x10 <sup>-1</sup>	212	214	220	215,33
Faktor Nernst	22,10	22,10	21,80	22,00
R <sup>2</sup>	0,989	0,988	0,991	0,991

**Tabel L.D.2.10 Pengaruh temperatur terhadap faktor Nernst**

Temperatur (°C)	Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)
20	26,40
25	27,20
30	28,23
35	28,50
40	26,37
45	25,23
50	24,97
55	22,67
60	22,00

## LAMPIRAN E

### L.E Data Hasil Uji Statistika

#### L.E.1 Pengaruh variasi pH terhadap harga faktor Nernst Tabel L.E.1.1 Hubungan antara variasi pH dengan faktor Nernst

pH	Faktor Nernst			Jumlah	Rataan
	1	2	3		
3	23,40	22,60	23,80	69,80	23,27
4	29,70	28,70	29,90	88,30	29,43
5	27,40	27,00	27,20	81,60	27,20
6	25,20	25,30	25,90	76,40	25,47
7	21,60	20,50	21,20	63,30	21,10
Total				379,40	

Untuk mengetahui apakah adanya variasi pH berpengaruh pada terhadap faktor Nernst, maka dilakukan analisis data menggunakan uji F dengan langkah sebagai berikut:

#### 1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$FK = \frac{\left( \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{p \times n}$$

$$FK = \frac{(379,4)^2}{3 \times 5}$$

$$FK = 9596,29$$

#### 2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

##### a. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned} JKT &= \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK \\ &= \text{Total (Harga Faktor Nernst)}^2 - FK \\ &= 9726,34 - 9596,29 \\ &= 130,05 \end{aligned}$$

##### b. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left( \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{29171,34}{3} - 9596,29 \\
 &= 9723,78 - 9596,29 \\
 &= 127,49
 \end{aligned}$$

c. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan (JKG)

$$\begin{aligned}
 \text{JKG} &= \text{JKT} - \text{JKP} \\
 &= 130,05 - 127,49 \\
 &= 2,56
 \end{aligned}$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT) setiap sumber keragaman

a. Kuadrat Tengah Perlakuan (KTP)

$$\text{KTP} = \frac{\text{JKP}}{\text{dB Perlakuan}} = \frac{127,49}{4} = 31,9$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan (KTG)

$$\text{KTG} = \frac{\text{JKG}}{\text{dB galat pada percobaan}} = \frac{2,56}{10} = 0,256$$

4. Menghitung Nilai F

$$\begin{aligned}
 \text{Fhitung} &= \frac{\text{KTP}}{\text{KTG}} \\
 &= \frac{31,9}{0,256} \\
 &= 124,60
 \end{aligned}$$

$$\text{F}_{\text{tabel}} 5\% = 3,48$$

**Tabel L.E.1.2 Analisis sidik ragam satu arah faktor Nernst terhadap pengaruh pH**

SK	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	127,49	31,9	124,60	3,48
Galat	10	2,56	0,256		
Total	14	130,05			

Karena  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_1$  diterima yaitu adanya variasi pH saat pengukuran dengan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA berpengaruh terhadap harga faktor Nernst yang diperoleh. Oleh karena itu perlu dilakukan uji BNT dengan  $\alpha = 5\%$ .

5. Menghitung Nilai BNT 5%

$$BNT (5\%) = F_{tabel} (\alpha/2 ; dB_{galat}) \times \sqrt{2 \times \frac{KTG}{n}}$$

$$BNT (5\%) = F_{tabel} (0,025 ; 10) \times \sqrt{2 \times \frac{0,256}{3}}$$

$$BNT (5\%) = 2,23 \times 0,413$$

$$BNT (5\%) = 0,92$$

## L.E.2 Pengaruh variasi temperatur terhadap faktor Nernst

Tabel L.E.2.1 Hubungan antara variasi temperatur dengan faktor Nernst

T(K)	Faktor Nernst			Jumlah	Rataan
	1	2	3		
20	26,60	26,20	26,40	79,20	26,40
25	27,40	27,00	27,20	81,60	27,20
30	28,40	27,80	28,50	84,70	28,23
35	28,30	28,20	29,00	85,50	28,50
40	26,20	26,60	26,30	79,10	26,37
45	25,10	25,40	25,20	75,70	25,23
50	24,90	25,30	24,70	74,90	24,97
55	22,4	22,6	23,00	68,00	22,67
60	22,10	22,10	21,80	66,00	22,00
Total				694,7	

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$FK = \frac{\left( \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{p \times n}$$

$$FK = \frac{(694,7)^2}{3 \times 9}$$

$$FK = 17874,37$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

- d. Jumlah Kuadrat Total (JKT)

$$\begin{aligned} JKT &= \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK \\ &= \text{Total (Harga Faktor Nernst)}^2 - FK \\ &= 17999,01 - 17874,37 \\ &= 124,64 \end{aligned}$$

- e. Jumlah Kuadrat Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left( \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{53992,85}{3} - 17874,37 \\
 &= 17997,62 - 17874,37 \\
 &= 123,25
 \end{aligned}$$

f. Jumlah Kuadrat Galat Percobaan (JKG)

$$\begin{aligned}
 JKG &= JKT - JKP \\
 &= 124,64 - 123,25 \\
 &= 1,39
 \end{aligned}$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT) setiap sumber keragaman

c. Kuadrat Tengah Perlakuan (KTP)

$$KTP = \frac{JKP}{dB\ Perlakuan} = \frac{123,25}{8} = 15,4$$

d. Kuadrat Tengah Galat Percobaan (KTG)

$$KTG = \frac{JKG}{dB\ galat\ pada\ percobaan} = \frac{1,39}{18} = 0,077$$

4. Menghitung Nilai F

$$\begin{aligned}
 F_{hitung} &= \frac{KTP}{KTG} \\
 &= \frac{15,4}{0,077} \\
 &= 200
 \end{aligned}$$

$$F_{tabel\ 5\%} = 2,51$$

**Tabel L.E.2.2 Analisis sidik ragam satu arah faktor Nernst terhadap pengaruh temperatur**

SK	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	8	123,25	15,4	200	2,51
Galat	18	1,39	0,077		
Total	26	124,64			

Karena  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_1$  diterima yaitu adanya temperatur saat pengukuran dengan ESI Cd(II) tipe kawat terlapis berbasis D2EHPA berpengaruh terhadap harga faktor Nernst yang diperoleh. Oleh karena itu perlu dilakukan uji BNT dengan  $\alpha = 5\%$ .

5. Menghitung Nilai BNT 5%

$$BNT (5\%) = F_{tabel} (\alpha/2 ; dB_{galat}) \times \sqrt{2 \times \frac{KTG}{n}}$$

$$BNT (5\%) = F_{tabel} (0.025 ; 18) \times \sqrt{2 \times \frac{0.077}{3}}$$

$$BNT (5\%) = 2,101 \times 0.227$$

$$BNT (5\%) = 0.48$$