

**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI)  
Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilrit**

**SKRIPSI**

Oleh:

**MAHANI DANINDA**  
**0910923056-92**



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

**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI)  
Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piroplit**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:  
**MAHANI DANINDA**

**0910923048-92**



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

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI)  
Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piroplit**

Oleh:

**MAHANI DANINDA**  
0910923048-92

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

**Pembimbing I**

**Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si**  
NIP. 19770705 200312 2 001

**Pembimbing II**

**Akhmad Sabarudin, Dr.Sc**  
NIP. 19740418 199702 1 001

Mengetahui,  
**Ketua Jurusan Kimia**  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

**Dr. Edi Priyo Utomo, MS**  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Mahani Daninda  
NIM : 0910923048-92  
Jurusan : Kimia  
Penulisan Skripsi berjudul :

**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI)  
Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

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 skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi 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, Juli 2013

Yang menyatakan,

Mahani Daninda

NIM. 0910923048-92

# Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

## ABSTRAK

Piropilit sebagai material anorganik mempunyai situs aktif yang dapat berfungsi sebagai penukar ion, sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai bahan aktif (ionofor) membran selektif ion. Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) berbasis piropilit sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matrik polimer, karbon aktif dan dioktilftalat (DOP) sebagai zat pemlastis dalam pelarut tetrahidrofur (THF) telah dikembangkan. Variabel penelitian ini meliputi waktu perendaman dan komposisi membran. Karakterisasi dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang diteliti meliputi : Faktor Nernst, batas deteksi, rentang konsentrasi linier, waktu respon, dan usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan waktu perendaman optimum yang diperoleh pada menit ke 50, dengan komposisi membran optimum yaitu piropilit : PVC : karbon aktif : DOP sebesar 49 : 16 : 3 : 32 (% b/b). Karakterisasi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang dihasilkan meliputi : rentang konsentrasi linier timbal (II)  $10^{-5}$  –  $10^{-1}$  M dengan harga Faktor Nernst 29,33 mV/dekade konsentrasi. Batas deteksi yang dihasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit adalah  $8,054 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 1,669 ppm timbal, waktu respon yang dihasilkan 30 detik dan usia pemakaian selama 45 hari.

**Kata kunci:** Piropilit, Elektroda Selektif Ion (ESI) , tipe kawat terlapis, timbal.

## Fabrication and Characterization Coated Wire Lead (II) Ion Selective Electrode (ISE) Based on Pyrophyllite

### ABSTRACT

Pyrophyllite as an inorganic material having an active site that can serve as an ion exchanger, so that potentially to be used as ionophore ion selective membrane. Ion Selective Electrode (ISE) lead (II)-based on pyrophyllite as an ionophore, Polyvinylchloride (PVC) as the matrix polymer, activated carbon and dioktilftalat (DOP) as a plasticizer in tetrahydrofuran solven has been developed. Variables of this research consist of immersion time and composition of the membrane. Basic characterization of Lead (II)-based coated wire type pyrophyllite were examined included: Nernst Factor, limit of detection, linear concentration range, response time, and life time. The results showed that, the optimum immersion time to 50 minutes, with the optimum membrane composition consist of Pyrophyllite : PVC : activated carbon : DOP is 49 : 16 : 3 : 32 (% b/b). Characterization of Lead (II)-based coated wire type pyrophyllite produced include: linear concentration range of lead  $10^{-5}$  -  $10^{-1}$  M at a price of 29.33 mV/ decade of concentration. The resulting detection limit of ESI Lead (II)-based coated wire type pyrophyllite is  $8.054 \times 10^{-6}$  M or equal to 1,669 ppm of lead, the resulting response time of 30 seconds and a life time of 45 days.

**Keywords :** *pyrophyllite, Ion Selective Electrode (ISE), coated wire type, lead*



## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan kepada Allah SWT, karena atas limpahan rahmat dan karunianya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit”** ini sebagai salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam

Ucapan terimakasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya penulis haturkan pada:

1. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si. dan Akhmad Sabarudin, Dr.Sc. sebagai dosen pembimbing I dan II yang telah bersabar meluangkan waktu, tenaga dan pikiran serta memberikan kritik dan masukan dalam penyelesaian tugas akhir ini.
2. Dra. Sri Wardhani, S.Si., M.Si dan sebagai dosen penasehat akademik yang telah memberikan semangat serta saran kepada penulis selama masa studi.
3. Drs. Edi Priyo Utomo, MS selaku Ketua Jurusan Kimia, serta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia untuk semua perhatian yang telah diberikan pada penulis.
4. Bapak, Ibu , selaku orang tua yang selalu memberikan motivasi, mencurahkan doa, perhatian serta kasih sayang kepada penulis dalam setiap langkah perjalanan hidup penulis.
5. Sahabat, serta semua teman-teman angkatan 2009 dan pihak lain yang telah mensupport dalam bentuk apapun hingga penyusunan tugas akhir terselesaikan

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan disana-sini dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak guna memperbaiki dan penyempurnaan tugas akhir ini sehingga bermanfaat bagi pembaca

Malang, Juli 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<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> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Timbal .....	5
2.2 Elektroda Selektif Ion .....	5
2.3 ESI Tipe Kawat Terlapis .....	7
2.4 Membran Selektif Ion .....	8
2.5 Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis .....	8
2.6 Mekanisme Reaksi Kesetimbangan Ion Pada Membran .....	10
2.7 Komposisi Penyusun Membran Selektif ion .....	10
2.7.1 Piropilit .....	11
2.7.2 Polivinilklorida (PVC) .....	14
2.7.3 Dioktilftalat (DOP) .....	14
2.7.4 Karbon Aktif .....	15
2.7.5 Tetrahidrofurant (THF) .....	15
2.8 Karakterisasi ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	15
2.8.1 Faktor Nernst dan Rentang Konsentrasi .....	15



2.8.2 Batas Deteksi .....	16
2.8.3 Waktu Respon .....	16
2.8.4 Usia Pemakaian .....	17
2.9 Hipotesis .....	17

### **BAB III METODE PENELITIAN .....** 19

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	19
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	19
3.2.1 Alat penelitian .....	19
3.2.2 Bahan penelitian.....	19
3.3 Tahapan Penelitian .....	19
3.4 Cara Kerja .....	20
3.4.1 Preparasi Preparasi Larutan .....	20
3.4.1.1 Preparasi Larutan Uji Cl <sup>-</sup> menggunakan AgNO <sub>3</sub> 0,1 M .....	20
3.4.1.2 Preparasi Larutan Induk Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 1,5 M .....	20
3.4.1.3 Preparasi Larutan Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> 1x 10 <sup>-1</sup> , 1x10 <sup>-2</sup> , 1x10 <sup>-3</sup> , 1x10 <sup>-4</sup> , 1x10 <sup>-5</sup> , 1x10 <sup>-6</sup> , 1x10 <sup>-7</sup> , 1x10 <sup>-8</sup> M .....	21
3.4.2 Pembuatan Elektroda Selektif Ion Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	21
3.4.2.1 Preparasi Piropilit .....	21
3.4.2.2 Uji Kandungan Ion Cl <sup>-</sup> .....	22
3.4.2.3 Pembuatan Membran .....	22
3.4.2.4 Pembuatan Badan Elektroda .....	22
3.4.2.5 Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	23
3.4.3 Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	24
3.4.4 Optimasi Waktu Penjenuhan Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	24
3.4.5 Karakterisasi Dasar ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	25

3.4.5.1	Faktor Nernst dan Rentang Konsentrasi .....	25
3.4.5.2	Batas Deteksi .....	25
3.4.5.3	Waktu Respon .....	26
3.4.5.4	Usia Pemakaian .....	26
3.4.6	Analisa Data .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>29</b>
4.1	Pembuatan Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	29
4.1.1	Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	29
4.1.2	Optimasi Waktu Perendaman Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	34
4.2	Karakterisasi ESI Timbal (II) Berbasis Piropilit .....	38
4.2.1	Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi, Batas Deteksi .....	38
4.2.2	Waktu Respon .....	40
4.2.3	Usia Pemakaian .....	42
<b>BAB V PENUTUP .....</b>		<b>45</b>
5.1	Kesimpulan .....	45
5.2	Saran .....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>47</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>		<b>53</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Rangkaian alat pengukuran potensiometri ..... 6
Gambar 2.2	ESI tipe kawat terlapis ..... 7
Gambar 2.3	Skema sel ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis .... 9
Gambar 2.4	Mekanisme pertukaran ion ..... 10
Gambar 2.5	Struktur piropilit..... 11
Gambar 2.6	Penata ulangan atom pada piropilit ..... 12
Gambar 2.7	Kurva penentuan konsentrasi linier dan batas deteksi ..... 16
Gambar 3.1	Konstruksi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ..... 23
Gambar 4.1	Mekanisme pembentukan situs ..... 30
Gambar 4.2	Kurva pengaruh lama perendaman terhadap harga Faktor Nernst ..... 36
Gambar 4.3	Proses pengikatan timbal (II) pada situs aktif dari piropilit ..... 37
Gambar 4.4	Kurva hubungan potensial (mV/dekade) terhadap $a_{\text{timbal}}$ dalam penentuan kisaran konsentrasi linier dan batas deteksi ..... 39
Gambar 4.5	Mekanisme pertukaran membran pada ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ..... 41
Gambar 4.6	hubungan Faktor Nernst terhadap waktu (hari).... 43
Gambar L.C.1	Grafik penentuan waktu respon ..... 77

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Data hasil penelitian komposisi kimia piropilit sumber manjing malang selatan ..... 13
Tabel 3.1	Komposisi bahan penyusun membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit ..... 22
Tabel 4.1	Tabel penentuan komposisi membran optimum ..... 33
Tabel 4.2	Penentuan optimasi waktu perendaman optimum membran ..... 35
Tabel 4.3	Harga potensial ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ..... 38
Tabel 4.4	Penentuan waktu respon ..... 50
Tabel L.C.1	Penentuan komposisi optimum membran ..... 69
Tabel L.C.2	Harga potensial variasi komposisi membran 1 ..... 69
Tabel L.C.3	Harga potensial variasi komposisi membran 2 ..... 70
Tabel L.C.4	Harga potensial variasi komposisi membran 3 ..... 70
Tabel L.C.5	Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ..... 71
Tabel L.C.6	Pengaruh perendaman terhadap harga Faktor Nernst ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ..... 74
Tabel L.C.7	Penentuan waktu respon ..... 76
Tabel L.C.8	Penentuan usia pemakaian ..... 77

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>Lampiran A</b> Diagram Alir Tahap Penelitian .....	53
A.1 Preparasi Larutan .....	54
A.1.1 Preparasi Larutan Induk $Pb(NO_3)_2$ 1,5 M .....	54
A.1.2 Preparasi Larutan Kerja .....	55
A.1.3 Pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit .....	58
A.1.3.1 Preparasi piropilit .....	58
A.1.3.2 Pembuatan Badan Elektroda .....	59
A.1.3.3 Pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit .....	60
A.1.3.4 Optimasi komposisi membran .....	61
A.1.3.5 Optimasi waktu perendaman ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit .....	62
A.1.4 Uji Karakterisasi ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit .....	63
A.1.4.1 Faktor Nernst , Rentang Konsentrasi Linier dan Batas Deteksi .....	63
A.1.4.2 Waktu Respon .....	63
A.1.4.3 Usia Pemakaian .....	64
<b>Lampiran B</b> Perhitungan .....	65
B.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan .....	65
B.1.1 Pembuatan Induk 1,5 M .....	65
B.1.2 Pembuatan Larutan uji $Pb(NO_3)_2$ $10^{-1}$ - $10^{-8}$ M .....	65
B.1.3 Perhitungan Komposisi Membran .....	68
<b>Lampiran C</b> Data Hasil Pengamatan .....	69
C.1 Penentuan komposisi optimum membran ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit bermembran piropilit .....	69

C.2	Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit bermembran piropilit .....	71
C.3	Karakterisasi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit .....	75
<b>Lampiran D</b>	<b>Analisa Data .....</b>	<b>78</b>
D.1	Perhitungan standar deviasi dan % SD .....	78

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Timbal merupakan salah satu unsur kimia dengan lambang “Pb” yang sering disebut “Plumb” [1]. Timbal tergolong dalam logam berat, dimana memiliki densitas mencapai lebih dari  $5 \text{ g/cm}^3$  [2]. Timbal terakumulasi tidak hanya di udara, air, dan tanah bahkan pada produk makanan dan kosmetik ditemukan adanya kandungan timbal. Di air, ambang batas timbal yang diperbolehkan sebesar  $0,01 \text{ mg/L}$  [3], di udara menurut WHO [3] kadar timbal yang masih dalam ambang batas untuk udara ambient sebesar  $< 1 \mu\text{m}$  sedangkan dalam produk makanan dan kosmetik tidak diperbolehkan mengandung timbal.

Meskipun demikian masih banyak ditemukan produk makanan dan kosmetik yang mengandung timbal. Timbal yang terakumulasi dalam tubuh cukup berbahaya. Timbal tidak dapat dicerna dan dihancurkan dalam sistem ekskresi sehingga dapat tertimbun dalam tubuh. Timbal juga dapat menyebabkan gangguan pada susunan syaraf pusat, fungsi ginjal, menghambat pembentukan hemoglobin, dan dapat berpengaruh pada tingkat kecerdasan (IQ) pada anak [6].

Salah satu metode analisis timbal yang sering digunakan adalah metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Seperti yang dilakukan oleh Supriyadi, 2013 [7] dalam penentuan timbal pada sampel kosmetik diperoleh kandungan timbal sebesar  $4,6 \text{ ppm}$ . Metode SSA ini memiliki kelemahan dan kelebihan dimana salah satu kelebihan SSA yaitu dapat menganalisis sampel pada konsentrasi yang rendah. Sedangkan kelemahan pada metode ini terdapat beberapa gangguan, antara lain gangguan fisika, kimia dan ionisasi [8]. Selain itu metode SSA kurang praktis jika digunakan untuk analisa di lapangan. Oleh sebab itu kendala ini dapat diatasi menggunakan metode lain yang lebih sederhana seperti potensiometri. Metode potensiometri yang umum digunakan yaitu menggunakan Elektroda Selektif Ion (ESI). ESI adalah elektroda bermembran yang dapat merespon anion maupun kation secara

selektif. Selain selektifitas yang tinggi, ESI juga mempunyai sensitifitas tinggi, relatif murah, mudah pengoperasiannya, serta dapat dipergunakan untuk senyawa anorganik, asam amino, bahkan molekul organik [9].

Pembuatan ESI Timbal (II) pernah dikembangkan oleh M. Ghaedi et al, 2011 [10] dengan menggunakan material organik sebagai ionofor. Bahan pendukung membran lain yang digunakan yaitu polivinilklorida (PVC), dibutilftalat (DBP). Dari hasil penelitian yang didapat, harga Faktor Nernst yang dihasilkan sebesar 25,79 mV/dekade, rentang konsentrasi  $10^{-6} - 10^{-1}$  M, batas deteksi  $4,0 \times 10^{-7}$  M dengan waktu respon 10 detik. Dari hasil penelitian tersebut dapat diketahui bahwa harga Faktor Nernst masih belum mendekati harga teoritis untuk ion divalen yaitu sebesar 29,58 mv/dekade konsentrasi.

Oleh sebab itu pada penelitian ini dikembangkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis dengan modifikasi bahan aktif (ionofor) membran menggunakan material anorganik agar menghasilkan ESI Timbal (II) yang lebih *Nernstian*. Material anorganik yang digunakan ialah piropilit. Piropilit merupakan jenis material alam yang keberadaannya melimpah sehingga mudah untuk diperoleh. Berdasarkan penelitian Pribadi, 2008 [12] piropilit memiliki kemampuan sebagai bahan penukar kation karena mineral jenis *clays* seperti piropilit memiliki situs aktif pada permukaannya. Situs aktif pada piropilit sangat reaktif terhadap pH rendah [5]. Dari sifat piropilit sebagai penukar kation inilah yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan aktif (ionofor) membran pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis.

Bahan pendukung membran yang digunakan pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini yaitu PVC sebagai matriks polimer, pemlastis dioktilftalat (DOP), karbon aktif dalam pelarut tetrahidrofur (THF). Untuk menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis yang bersifat hidrofobik dan bersifat *Nernstian* maka perlu dilakukan optimasi komposisi bahan penyusun membran [21] dan optimasi waktu perendaman membran.

Pada penelitian ini ditentukan karakterisasi dasar dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang telah dibuat. Karakterisasi dasar yang diteliti meliputi : harga Faktor Nernst,

rentang konsentrasi, batas deteksi, waktu respon, dan usia pemakaian.

### **1.2 Rumusan Masalah**

1. Berapakah komposisi membran optimum sehingga dapat menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang *Nernstian* ?
2. Berapakah waktu perendaman optimum yang diperlukan untuk ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ?
3. Bagaimana karakteristik dasar yang dihasilkan oleh ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit pada komposisi membran optimum ?

### **1.3 Batasan Masalah**

1. Mineral piropilit yang digunakan merupakan mineral alam yang berasal dari Kecamatan Sumber Manjing Kabupaten Malang Jawa Timur.
2. Karakteristik dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis yang diteliti meliputi : Faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon, usia pemakaian

### **1.4 Tujuan Penelitian**

1. Menentukan komposisi membran yang optimum untuk mendapatkan karakter ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang *Nernstian*
2. Memperoleh waktu perendaman optimum yang diperlukan sehingga menghasilkan karakter ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang *Nernstian*
3. Menentukan karakteristik dasar yang dihasilkan dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dengan hasil pengukuran yang *Nernstian*

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dihasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dengan pengukuran yang selektif, spesifik, cepat, sederhana dan *Nernstian*.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Timbal

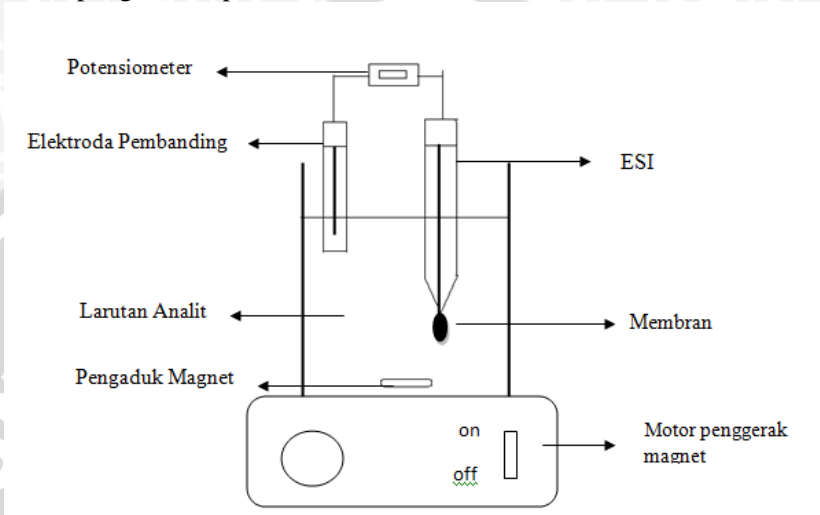
Timbal merupakan salah satu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang “Pb” dengan nomer atom 82 dan berat atom 207,2 [1]. Timbal tergolong dalam material logam berat dimana bisa dikatakan logam berat karena timbal memiliki densitas lebih dari  $5 \text{ gr/cm}^3$  [2] densitas dari timbal sendiri yakni 11,34 oleh sebab itu timbal termasuk dalam golongan logam berat [3]. Konsentrasi timbal di alam secara alami berjumlah sedikit karena timbal cenderung tercampur dalam materi alam lain. Namun seiring perkembangan zaman, timbal dihasilkan bukan hanya dari alam saja melainkan timbal dapat diproduksi dengan berbagai cara ekstraksi sehingga timbal makin dikenal terutama dalam bidang industri. Maraknya penggunaan timbal di era modern ini menimbulkan suatu dampak pencemaran terhadap lingkungan baik di perairan maupun di udara. Efek samping pencemaran timbal ini menimbulkan dampak yang tidak baik terhadap kesehatan, karena dalam tubuh suatu mikroorganisme timbal tidak dapat dihancurkan sehingga timbal tertimbun dalam tubuh dan dapat menyebabkan gangguan pada susunan syaraf pusat, fungsi ginjal, menghambat pembentukan hemoglobin, dan dapat berpengaruh pada tingkat kecerdasan (IQ) pada anak [6].

#### 2.2 Elektroda Selektif Ion

Elektroda selektif ion (ESI) merupakan suatu sensor potensiometri berupa elektroda yang dapat mengukur aktivitas ion tertentu secara selektif. Sebagian besar ESI merupakan alat berbasis membran semipermeabel. Membran yang dilekatkan atau lapisan pada ujung elektroda yang telah dimodifikasi untuk menghasilkan sinyal potensial sebagai akibat dari aktivitas ion analit [14]. Pengukuran ESI didasarkan pada potensial antar muka pada permukaan elektroda yang disebabkan oleh reaksi penukar ion yang selektif [15]. Respon potensial ini diukur dalam keadaan arus sama dengan nol [14]. Potensial akan berubah secara reversibel terhadap



keaktifan ion yang ditentukan [24] berikut merupakan gambar 2.1 rangkaian alat pengukuran potensial sederhana :



**Gambar 2.1** Rangkaian pengukuran potensiometri

Karakterisasi dasar ESI yang baik, dimana dapat menunjukkan selektivitas dan sensitivitas yang baik antara lain : a) hidrofobik, tetapan dielektriknya tinggi, b) dapat menghantarkan arus listrik meskipun kecil  $\approx 10^{-6} \text{ (ohm cm)}^{-1}$  yang ditimbulkan migrasi ion-ion dan dapat dicapai dengan porositas rendah yang memiliki kerapatan muatan yang tinggi, c) bersifat lentur sehingga ion-ion didalamnya memiliki mobilitas tinggi dan dapat bermigrasi, meskipun mobilitas bukan merupakan faktor utama yang menentukan selektifitas ESI, 4) dapat bereaksi sempurna dengan ion analit dan stabil terhadap pH larutan yang mengandung bahan organik dan Oksidator [16]

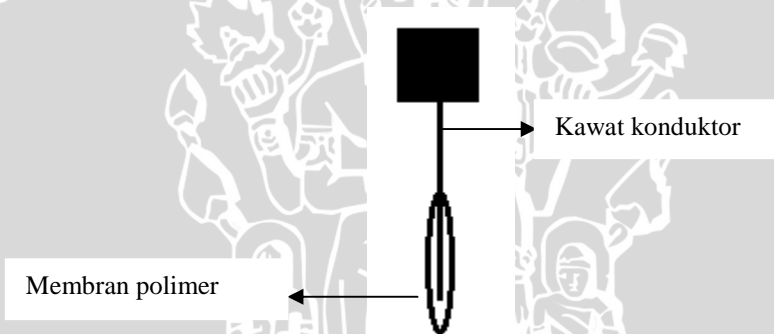
Suatu ESI dikatakan dapat bekerja secara optimal jika ESI tersebut memiliki sifat yang sesuai dengan parameter berikut : a) Sensitif, kesensitivan ESI ditunjukkan dari harga Faktor Nernst yang *Nernstian*, dimana harga Faktor Nernst yang *Nernstian* untuk ion divalen sebesar 29,58 mV/dekade konsentrasi, b) rentang konsentrasi linier luas (1 hingga  $10^{-6} \text{ M}$ ), c) batas deteksi rendah ( $10^{-6} \text{ M}$ ), waktu respon cepat (< 1 menit), e) Usia pemakaian (> 5 bulan), f) pembuatannya dapat diulang dengan baik (*reproducible*), g)



menunjukkan akurasi dan presisi yang tinggi (memberikan kesalahan < 5%) [17]

### 2.3 ESI Tipe Kawat Terlapis

Elektroda tipe kawat terlapis merupakan elektroda selektif ion yang tersusun dari bahan elektroaktif dan merupakan gabungan dari kawat konduktor logam (berupa kawat platina, perak, tembaga dan grafit) yang dilapiskan secara langsung ke dalam membran polimer tipis sebagai pendukung. Konduktor elektronik tersebut sebagai pengganti elektroda pembanding dalam, pada ESI tipe tabung sehingga konstruksi ESI tipe kawat terlapis lebih sederhana dari pada ESI tipe tabung. ESI tipe kawat terlapis dibuat dengan mencelupkan kawat konduktor ke dalam membran cair dengan komposisi tertentu [18]. Adapun konstruksi ESI tipe kawat terlapis secara sederhana dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2 dibawah ini :



**Gambar 2.2** Esi Tipe Kawat Terlapis

Membran yang dilapiskan berperan sangat penting dalam mempertahankan potensial pembanding dalam [19]. ESI tipe kawat terlapis ini pada umumnya memberikan respon potensial yang optimal setelah melalui perendaman dalam larutan ion yang disensornya pada saat pertama kali pengukuran [20].

Adapun beberapa kelebihan dari ESI tipe kawat terlapis ini yakni: memiliki karakteristik sama bahkan lebih baik jika dibandingkan dengan ESI tipe tabung, hanya membutuhkan volume sampel yang sedikit, konstruksinya sederhana sehingga mudah

dibuat, harganya relatif lebih murah, dapat digunakan sekali pakai (*disposable*), serta dapat digunakan dalam posisi miring yang sesuai digunakan untuk pengukuran *in vivo* dengan usia pemakaian lebih dari enam bulan [21]. Sedangkan kelemahan dari ESI tipe kawat terlapis dalam sistem redoks yang terjadi pada antar muka konduktor membran belum diketahui dan harganya tidak menentu. Selama pengukuran potensial menunjukkan harga  $E^\circ$  tidak tetap [22]. Kelemahan lain ESI tipe kawat terlapis ini yakni usia pemakaian terbatas karena adanya daya tahan lapisan membran [19]

## 2.4 Membran Selektif Ion

Membran yang digunakan dalam sel elektrokimia dan berfungsi sebagai sensor ion tertentu disebut membran selektif ion [23]. Membran selektif ion merupakan komponen dasar dari semua metode potensiometri sensor ion. Membran selektif ion lebih peka terhadap ion tertentu dari campuran bermacam-macam ion pada sampel [44]. Membran yang digunakan dalam sel elektrokimia merupakan suatu larutan yang mengandung bahan aktif yang dilarutkan pada pelarut yang sesuai [25].

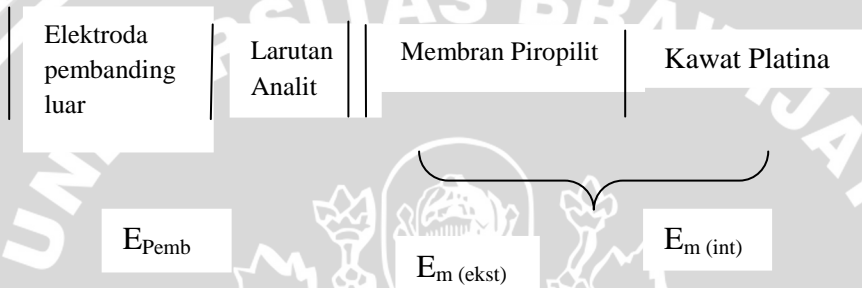
Membran spesifik ion merupakan membran yang memiliki sifat sama dengan membran selektif ion namun yang ditransfer merupakan ion tertentu yang dapat melakukan pertukaran ion secara spesifik [21]. Pada ESI membran bertindak sebagai sensor kimia yang mampu secara terus menerus merekam aktivitas spesies kimia. Perbedaan potensial disekitar membran merupakan beda potensial pada antar muka membran-larutan yang disebabkan adanya potensial difusi disekitar membran akibat dari perbedaan aktivitas ion [44]

## 2.5 Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis

Prinsip pengukuran ESI dengan menggunakan metode potensiometri yakni mengukur potensial dengan menggunakan elektroda indikator dibandingkan dengan elektroda pembanding (elektroda standar). Elektroda indikator dengan pembanding dicelupkan dalam larutan analit sehingga diperoleh harga potensial analit yang terukur. Besarnya harga potensial yang terukur tergantung terhadap aktivitas ion-ion dalam analit, sehingga diperoleh harga yang *Nernstian* dengan menggunakan persamaan

Nernst, aktivitas ion dalam analit dapat langsung tertukar sesuai dengan beda potensial yang terbaca pada alat potensiometer. Elektroda pembanding pada diagram setengah sel dengan potensial elektroda yang diketahui secara akurat,  $E_{\text{pemb}}$  bebas dari konsentrasi analit atau pun ion lain yang terdapat dalam larutan [26].

Adapun skema pengukuran ion menggunakan ESI tipe kawat terlapis yang menggunakan konduktor elektronik Pt dijelaskan dalam gambar 2.3 dibawah ini : [27]



ESI Tipe Kawat Terlapis

**Gambar 2.3** Skema sel ESI tipe kawat terlapis

Pengukuran potensial sel elektrokimia menggunakan elektroda indikator ESI dan Elektroda pembanding Ag/AgCl, maka potensial yang terukur merupakan beda potensial antara ESI dengan elektroda Ag/AgCl, sehingga dapat ditulis sebagai berikut : [28]

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{pemb}} - E_{\text{ESI}} \quad (2.1)$$

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} + 2,303 \frac{RT}{n.F} \log a_{\text{analit}} \quad (2.2)$$

Tanda (+) untuk kation dan (-) untuk anion.  $E_{\text{sel}}$  adalah beda potensial sel,  $E^{\circ}$  adalah potensial elektroda standart, R merupakan konstanta gas ( 8,314 J/ K. mol), T merupakan temperatur dalam K, F merupakan konstanta Farady (96485 C/mol) dan n =2, persamaan Nernst untuk ion divalen dijelaskan dalam persamaan berikut :

$$E = E^{\circ} - 29,6 \log a_{\text{Pb(NO}_3)_2} \quad (2.3)$$

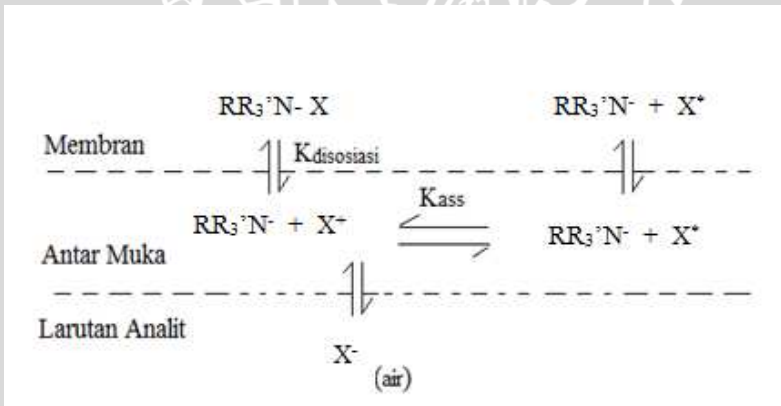
Aktivitas ion dalam larutan adalah nilai yang dapat tertukar oleh ESI, bukan dalam konsentrasi ion. Aktifitas ion ( $a_i$ ) merupakan konsentrasi efektif ion yang ditunjukkan oleh persamaan :

$$a_i = \gamma_i \cdot C_i \quad (2.4)$$

diman  $a_i$  adalah aktivitas suatu ion  $i$  ,  $\gamma_i$  adalah koefisien aktivitas  $C_i$  konsentrasi dari ion  $i$

## 2.6 Mekanisme Reaksi Keseimbangan Ion pada Membran

Pada saat digunakan dalam pengukuran, terjadi suatu interksi antara analit dengan bahan aktif membran yang akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antar muka membran dengan larutan. Jika kation maupun anion yang ada dalam larutan dapat menembus batas antar muka membran dengan larutan yang tidak saling campur maka akan terjadi reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif membran hingga mencapai kesetimbangan elektrokimia [22]. Adapun mekanisme pertukaran ion dapat ditunjukkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Mekanisme pertukaran ion

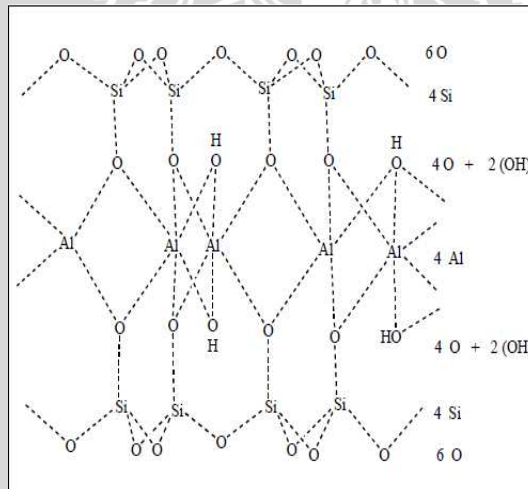
## 2.7 Komposisi Penyusunan Membran Selektif Ion

Pembuatan membran dalam suatu elektroda terdiri dari beberapa campuran bahan dimana bahan tersebut dihomogenkan dengan komposisi yang telah dirancang. Adapun bahan dari

membran ini berisi bahan aktif (ionofor), bahan pendukung dan bahan pelarut polimer. Pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit digunakan bahan aktif (ionofor) berupa material alam piropilit yang telah dipreparasi sebelumnya, bahan pendukung yang terdiri atas PVC sebagai matrik polimer dan DOP sebagai pemlastis, Karbon aktif sebagai bahan pendukung dan THF sebagai pelarut polimer.

### 2.7.1 Piropilit( $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ )

Merupakan jenis material alam yang masih tergolong dalam kelas silikat. Memiliki subkelas yakni *phyllosilikat*, dan tergolong sebagai jenis *clays*. Memiliki titik leleh dengan suhu antara  $1315^\circ\text{C}$  sampai  $2093^\circ\text{C}$ . Pada strukturnya piropilit memiliki dua lapisan  $\text{SiO}_4$  tetrahedral yang terdapat pada bagian atas dan bagian bawah sedangkan pada bagian tengah terdapat satu lapisan oktahedral dari alumina yang pada ujung-ujungnya dikelilingi oleh dua gugus OH [29].

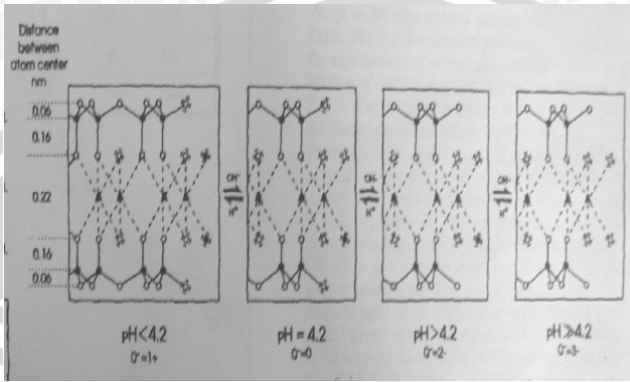


**Gambar 2.5** Struktur Piropilit [30]

Adanya gugus OH- ini yang terikat langsung pada situs Al(III) dan Si(IV) merupakan gugus yang reaktif terhadap perubahan



pH. Pada pH rendah OH<sup>-</sup> akan berubah menjadi situs asam Lewis sedangkan pada pH tinggi akan menjadi situs basa Lewis [31]



**Gambar 2.6** Penataulangan atom pada piropilit [30]

Ditinjau dari Dari kedua ikatan tetrahedral dan oktahedral ini menurut [29] ikatan yang terbentuk merupakan ikatan elektrostatis yang lemah dan gaya *Van Der Waals*. Oleh sebab itu ruang-ruang antar lapisan tetrahedral dan oktahedral memungkinkan dapat terisinya oleh ion-ion seperti  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^{2+}$ ,  $\text{K}^{+}$  dan Hematit. Sehingga dapat terjadi proses pertukaran ion [32].

Keberadaan piropilit di alam sangat berguna, terutama dalam bidang industri. Dalam bidang industri piropilit banyak digunakan sebagai adsorben, katalis, bahan pembuatan keramik, gelas, dan lain sebagainya. Disamping itu dengan pemanasan pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  piropilit hanya kehilangan komponen airnya tanpa mengalami perubahan kisi-kisinya sehingga piropilit berpotensi sebagai produk refraktori [33]. Di Indonesia sendiri banyak ditemukan material piropilit di beberapa daerah yang mana piropilit ini mulai diteliti dan dikembangkan sebagai material alam yang dapat difungsikan baik sebagai adsorben, bahan baku keramik dan lain sebagainya.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan [30] untuk komposisi mineral alam pada piropilit Sumber Manjing Malang Selatan didapatkan data pada Tabel 2.1



Tabel 2.1 Data hasil penelitian komposisi kimia piropilit Sumber Manjing Malang Selatan

No	Komponen	Kadar % (b/b)
1.	SiO <sub>2</sub>	84,3 ± 0,15
2.	AlO <sub>3</sub>	1,80 ± 0,00
3.	MgO	1,26 ± 0,06
4.	CaO	0,68 ± 0,11
5.	K <sub>2</sub> O	0,25 ± 0,02
6.	Na <sub>2</sub> O	0,64 ± 0,07
7.	Na <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,56 ± 0,38
	TOTAL	90,51 %

Dari data diatas selain Si, Al dan O ternyata masih ditemukan beberapa pengotor-pengotor lain yang terkandung dalam mineral alam piropilit ini. Sifat dari piropilit itu sendiri merupakan padatan kristalin dengan kandungan kuarsa sebesar 25,5 %. Ketika dilakukan pengujian menggunakan spektrofotometri serapan atom dihasilkan serapan karakteristik pada bilangan gelombang 950-1250 cm<sup>-1</sup> untuk vibrasi ulur dari OSi-O dan Al-OAl, bilangan gelombang 400-450 cm<sup>-1</sup> untuk vibrasi tekuk dari OSi-O dan Al-O-Al, bilangan gelombang 3478 cm<sup>-1</sup> untuk gugus hidroksil dari air dan pada bilangan gelombang 3674,7 cm<sup>-1</sup> merupakan spektra spesifik untuk gugus OH. Mineral piropilit Sumber Manjing Malang Selatan memiliki luas permukaan spesifik sebesar 6,362 m<sup>2</sup>/g, volume pori-pori dan luas permukaan spesifiknya sebesar 24,116 Å. Hal ini menunjukkan bahwa mineral piropilit termasuk dalam kelompok mineral mesopori.

Mineral alam, khususnya piropilit pada umumnya dapat digunakan sebagai adsorben dan memiliki kemampuan sebagai penukar ion, namun pada secara alami adsorpsi dan pertukaran ion sangat minim sekali. Oleh sebab itu adanya perlakuan khusus pada mineral alam ini akan membantu memaksimalkan proses adsorpsi dan pertukaran ion. Aktivasi merupakan perlakuan awal yang dapat dilakukan untuk memaksimalkan kerja dari mineral tersebut. Aktivasi dapat dilakukan dengan dua cara yakni aktivasi secara kimia dan aktivasi secara fisika. Aktivasi secara kimia biasanya dapat dilakukan dengan asam ataupun basa, pada umumnya asam yang

sering digunakan untuk aktivasi yakni HCl (asam klorida). Hal ini bertujuan untuk mengaktifkan situs-situs aktif pada gugus O (atom O) menjadi gugus  $\text{HO}^+$  yang terikat langsung pada kedua sisi  $\text{Si}^{4+}$  (tetrahedral) pada piropilit sehingga memungkinkan terjadinya proses pertukaran ion (kation) dengan ion  $\text{H}^+$ , selain itu aktivasi dengan asam dapat menghilangkan pengotor yang ada pada pori-pori piropilit [3]. Untuk aktivasi secara fisika dapat dilakukan dengan menggunakan proses kalsinasi yakni proses pemanasan pada suatu padatan dimana pemanasan dilakukan dibawah titik leburnya [35]. Tujuan dari kalsinasi ini untuk menguapkan air yang tertangkap dalam pori-pori piropilit dan dapat menghilangkan kation yang tidak diperlukan sehingga pori-pori dan luas permukaannya semakin melebar [5]

### **2.7.2 Polivinilklorida (PVC)**

Merupakan salah satu bahan pendukung membran yang memiliki sifat kaku, kuat, berpori kecil, mempunyai sifat fisik yang baik, dan inert (tahan terhadap bahan kimia dan air) serta dapat larut dalam pelarut [35] daya adsorb terhadap air sangat rendah, kurang dari 0,1% [36]. PVC memiliki  $T_g$  (temperatur transisi gelas) relatif tinggi yakni sebesar  $80^\circ\text{C}$  oleh sebab itu perlu ditambahkan plastisiser agar menghasilkan membran yang fleksibel [37]. Agar didapatkan membran yang memiliki kelenturan yang baik maka komposisi PVC yang digunakan tidak boleh lebih dari pemlastisnya [34].

### **2.7.3 Dioktilftalat (DOP)**

Merupakan material organik yang biasa digunakan sebagai pemlastis, dengan viskositas yang tinggi (81,4 cP pada temperatur  $20^\circ\text{C}$ ). Titik didih  $384^\circ\text{C}$ . Mempunyai berat molekul besar (390,56 g/mol). Mengandung plastik sebesar 1-40% dan tidak larut dalam air [35]. Penambahan DOP pada campuran membran akan mengurangi gesekan antar molekul dan memudahkan gerakan molekul satu dengan yang lain dengan cara menyisipkan dirinya diantara cincin cincin pelimer sehingga dapat menurunkan  $T_g$ . Oleh sebab itu kemampuan dari DOP ini membuat membran memiliki struktur lentur dan meningkatkan fleksibilitasnya [38]

## 2.7.4 Karbon Aktif

Merupakan salah satu bahan pendukung yang ditambahkan kedalam membran karena sifatnya yang inert sehingga tidak mudah teroksidasi maupun tereduksi [39]. Karbon aktif memiliki ketahanan yang cukup tinggi terhadap lingkungannya yang korosif serta memiliki kestabilan terhadap perlakuan tegangan luar [40]. Selain itu penggunaan karbon aktif ini bertujuan karena struktur grafit yang dimiliki, dimana dalam struktur ini atom-atom karbon akan membentuk orbital hibridisasi  $Sp^2$  yang menghubungkan satu atom dengan atom karbon yang lain, sehingga dapat menghantarkan arus listrik akibat adanya pergerakan elektron [41]

## 2.7.5 Tetrahidrofuran(THF)

Merupakan pelarut yang digunakan Dalam campuran membran. Memiliki rumus kimia  $C_4H_8$ ). THF ini bersifat sebagai donor elektron (basa lewis) dengan konstanta dielektrik sebesar 7,6. Viskositas yang dimiliki rendah (0,48 cP pada temperature  $25^\circ C$ ) . Titik didih dari THF sebesar  $660^\circ C$ , dengan Massa atom relatif (Mr) sebesar 72,12g/mol, densitas  $2,5 \text{ g/cm}^3$ , larut dalam air dan memiliki aroma seperti eter [42]. Parameter kelarutannya sebesar  $9,10(\text{cal/cm}^3)$  [43]

## 2.8 Karakterisasi ESI

Untuk karakterisasi dasar ESI dapat ditunjukkan pada beberapa parameter yakni : Faktor Nernst, Rentang konsentrasi, Batas Deteksi, Waktu respon, Usia pemakaian. Adapun beberapa parameter diatas dapat menunjukkan kualitas dari ESI serta layak tidaknya ESI tersebut digunakan sebagai sensor.

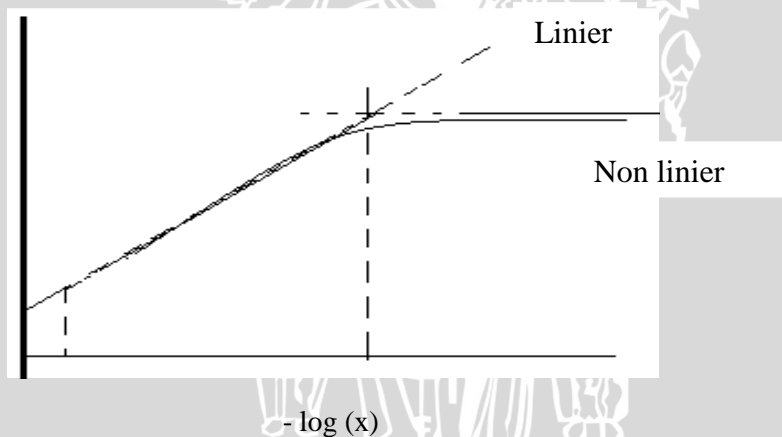
### 2.8.1 Faktor Nernst dan Kisaran Konsentrasi

Nilai sensitivitas dari ESI dapat ditentukan berdasarkan harga Faktor Nernst yang didapat. ESI dapat dikatakan sensitif jika harga Faktor Nernst yang dihasilkan pada pengukuran potensialnya mendekati harga Faktor Nernst teoritis [22]. Faktor Nernst dapat ditentukan melalui garis linier dari kurva hubungan antara potensial (E) terhadap  $-\log a(x)$  (x merupakan analit) yang ditunjukkan

dengan besarnya kemiringan (*slope*) dari kurva tersebut. Adapun bilangan Faktor Nernst teoritis untuk ion monovalen yakni 59,16 mV/dekade(dalam 298°K) [46], sedangkan untuk ion divalen sebesar 29,58 mV/dekade. Harga Faktor Nernst yang diperbolehkan untuk ion divalen sebesar (25-30) mV/dekade konsentrasi [44]. Harga Faktor Nernst untuk ESI dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya yakni larutan pembanding dalam, sifat hidrofobis bahan aktif dalam membran yang menyebabkan bahan aktif terdistribusi dalam membran (fasa non polar) dan air (fasa polar) [21].

### 2.8.2 Batas Deteksi

Batas deteksi menunjukkan batas konsentrasi terendah suatu analit yang dapat direspon oleh elektroda, yang mana ditunjukkan oleh perpotongan garis lurus dengan garis lengkung yang diekstrapolarisasikan pada sumbu x pada kurva hubungan antara E (mV)terhadap  $-\log(x)$ . Kurva penentuan konsentrasi pengukuran dan batas deteksi ditunjukkan pada Gambar 2.7



**Gambar 2.7** Kurva penentuan konsentrasi dan batas deteksi

### 2.8.3 Waktu Respon

Waktu respon adalah waktu yang diperlukan suatu ESI untuk merespon suatu analit dengan memberikan nilai potensial yang konstan. Semakin cepat ESI tersebut memberikan respon potensial

yang konstan maka semakin baik pula kinerja ESI tersebut. Waktu respon dipengaruhi oleh konsentrasi larutan analit dan pengadukan yang berfungsi untuk mempercepat proses kesetimbangan [45]

#### **2.8.4Usia Pemakaian**

Usia pemakaian merupakan selang waktu yang dibutuhkan elektroda dimana waktu tersebut menunjukkan masih layak atau tidaknya ESI digunakan untuk mengukur. Kelayakan atau tidaknya ESI tersebut dapat diketahui dengan harga Faktor Nernst yang didapat pada pengukuran potensial analit dalam jangka waktu tertentu. Jika harga Faktor Nernst yang didapat mendekati nilai teoritis berarti ESI tersebut masih dapat digunakan, namun jika Faktor Nernst yang didapat menyimpang jauh menjauhi nilai teoritis maka ESI tersebut tidak selektif lagi dan tidak dapat digunakan kembali. Hilangnya komponen membran plastisizer, ionofor, yang terpartisi kedalam larutan sampel karena kurang hidrofobik memperpendek usia pemakaian ESI [22].

#### **2.9 Hipotesis**

Komposisi membran yang optimum akan menghasilkan elektroda yang *Nernstian*. Sedangkan Piropilit dapat digunakan sebagai ionofor elektroda selektif ion



UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya Malang serta dilaksanakan pada bulan Maret hingga Mei 2013

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : neraca analitik merk adventurer model AR 2130, Potensiometer Schott Gerate model CG 820, elektroda pembanding Ag/AgCl Hanna HI5313 , oven memmert U30 , botol sampel, sendok takar, pengaduk magnet, gelas kimia, erlenmeyer, botol semprot, statif, kertas Whatman No 40 , pipet ukur, pipet volume, bola hisap, cawan petri, kertas pH

##### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : piropilit dari daerah Sumber Manjing kabupaten Malang, kawat platina (panjangnya 5 cm, dengan diameter 0,5 mm), kabel NYAF, polimer polivinilklorida (PVC)(sigma), pemlastis dioktilftalat (DOP) (sigma), padatan  $\text{AgNO}_3$  p.a(E.merck), tetrahidrofuran (THF) (E.merck), kabel koaksial RG-58, plastik polietilen (PE),  $\text{HNO}_3$  65% p.a(E.merck), alkohol 96% teknis (brastachem), HCl p.a,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  p.a (E.Merck), larutan KCl 1 M, dan akuades.

#### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan kerja pada saat penelitian yakni sebagai berikut :

1. Preparasi Larutan
  - a. Pembuatan Larutan induk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M
  - b. Preparasi Larutan Kerja  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M

2. Pembuatan Elektroda Selektif Ion Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit
  - a. Preparasi Piropilit
  - b. Uji Kandungan Ion Cl-
  - c. Pembuatan Membran
  - d. Pembuatan Badan Elektroda
  - e. Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit
3. Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran
4. Optimasi Waktu Perendaman Membran ESI dengan Timbal
5. Karakterisasi Dasar ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit
  - a. Menentukan Faktor Nernst dan Rentang Konsentrasi Pengukuran
  - b. Batas Deteksi
  - c. Waktu Respon
  - d. Usia Pemakaian

### **3.4 Cara Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi Larutan**

##### **3.4.1.1 Preparasi Larutan Uji Cl<sup>-</sup> menggunakan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M**

Padatan AgNO<sub>3</sub> ditimbang sebanyak 0,425 gram kemudian dilarutkan dengan menambahkan akuades secukupnya. Larutan AgNO<sub>3</sub> dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml. Akuades Ditambah ke dalam labu hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

##### **3.4.1.2 Preparasi Larutan Induk Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 1,5 M**

Larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dibuat pada konsentrasi 1,5 M dengan dilarutkannya 12,42 gram serbuk Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ke dalam akuades. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Akuades ditambahkan hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

### **3.4.1.3 Preparasi Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-1}$ , $1 \times 10^{-2}$ , $1 \times 10^{-3}$ , $1 \times 10^{-4}$ , $1 \times 10^{-5}$ , $1 \times 10^{-6}$ , $1 \times 10^{-7}$ , $1 \times 10^{-8}$ M**

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  untuk konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$  dapat dibuat dengan cara larutan induk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M dipipet secara kuantitatif sebanyak 6,7 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Akuades ditambahkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Untuk membuat larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-2}$  dapat dilakukan dengan cara  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$  dipipet secara kuantitatif sebanyak 10 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml. Akuades ditambahkan hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen. Pembuatan larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  konsentrasi  $1 \times 10^{-3}$  dibuat dengan memipet 10 ml larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  konsentrasi  $1 \times 10^{-2}$  sebanyak 10 ml dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml. Akuades ditambahkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Untuk konsentrasi  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M cara pembuatan larutannya sama dengan langkah sebelumnya.

### **3.4.2 Pembuatan Elektroda Selektif Ion Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

#### **3.4.2.1 Preparasi Piropilit**

Batuan piropilit dihaluskan menggunakan mortar hingga halus kemudian diayak menggunakan ayakan 80 mesh. Piropilit yang lolos dari ayakan kemudian diayak kembali dengan ayakan 100 mesh. Piropilit yang tertahan pada ayakan itulah yang nantinya akan dilakukan preparasi berikutnya. Setelah didapat ukuran mesh sesuai yang diinginkan piropilit dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu  $105^\circ\text{C}$ . Piropilit yang telah kering diambil sebanyak 10 gram kemudian ditambahkan HCl 2 N sebanyak 100 ml dan diaduk hingga homogen menggunakan pengaduk elektrik. Hasil perendaman disaring dan residu dicuci dengan akuades hingga filtrat bebas ion  $\text{Cl}^-$  dan pH nya menjadi netral kemudian dipanaskan dalam tanur dengan temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

### 3.4.2.2 Uji Kandungan Ion Cl<sup>-</sup>

Filtrat diambil sebanyak 2 ml kemudian diletakkan ke dalam tabung reaksi. Setelah itu filtrat ditetesi dengan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M beberapa tetes. Apabila tidak terbentuk endapan putih maka filtrat bebas dari ion Cl<sup>-</sup>

### 3.4.2.3 Pembuatan Membran

Pembuatan membran dilakukan dengan mencampurkan bahan membran yang terdiri dari piropilit yang telah dipreparasi sebelumnya, karbon aktif, PVC, DOP dalam pelarut THF. Adapun perbandingan bahan membran piropilit : karbon aktif : PVC : DOP dapat dilihat pada Tabel 3.1 :

**Tabel 3.1 Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI**

Komposisi Membran	Komposisi Bahan			
	Piropilit (% b/b)	Karbon Aktif (% b/b)	PVC (% b/b)	DOP (% b/b)
1	49	3	16	32
2	32	3	16	49
3	16	3	16	65

Perbandingan di atas dibuat dengan total campuran membran sebesar 1 g, sedangkan perbandingan campuran membran dengan pelarut THF adalah 1:1,5 (% b/v). Campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnet selama 2-3 jam sampai diperoleh campuran yang benar-benar homogen dan bebas gelembung udara.

### 3.4.2.4 Pembuatan Badan Elektroda

Badan elektroda dibuat dari kawat platina (Pt) dengan panjang 5 cm dengan diameter 0,5 mm, Pada kedua ujungnya dibiarkan terbuka sedangkan pada ujung lainnya ditutup dengan plastic polietilen (PE) yang bersifat inert. Ujung sebelah atas kawat disambungkan dengan kabel NYAF dan sebagai penghubung ESI ke alat potensiometer adalah *jek banana*. Pada ujung bawah (bagian

kawat) dibersihkan dengan  $\text{HNO}_3$  1:1 selama 5 menit. Selanjutnya kawat dibilas dengan alkohol 96% dan dikeringkan.

### 3.4.2.5 Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

Pembuatan elektroda selektif ion yang dibuat dalam penelitian ini merupakan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis dengan bahan aktif piropilit, adapun gambar konstruksi dari ESI dapat dilihat pada Gambar 3.1:



**G-ambar 3.1:** Konstruksi ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

Keterangan gambar 4.1

1. Kawat Pt bermembran
2. Badan elektroda
3. *Jekbanana*
4. Kabel *NYAF*
5. Plug banana termodifikasi
6. Tutup elektrida

Campuran membran yang telah dibuat dengan komposisi tabel 3.1 dilapiskan pada kawat Pt dengan cara mencelupkan kawat Pt ke dalam campuran membram beberapa saat hingga campuran benar-benar menempel dengan ketebalan kira-kira 0,3-0,5 mm. Selanjutnya membran dikeringkan di udara terbuka selama 30 menit



dan kemudian dilanjutkan dengan pemanasan dalam oven pada temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  selama 12 jam. Kawat Pt yang telah dilapisi membran tersebut didinginkan beberapa saat dan direndam dalam larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M selama 50 menit dan dikeringkan pada temperatur ruang. Konstruksi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dapat dilihat dalam gambar 3.1. Selanjutnya dilakukan karakteristik ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit berdasarkan parameter-parameter yang telah ditentukan.

### **3.4.3 Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

Optimasi komposisi bahan penyusun membran ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dapat dilakukan dengan cara membuat ESI Timbal (II) dengan komposisi membran seperti dalam Tabel 3.1 kemudian ESI Timbal (II) yang telah dibuat digunakan untuk mengukur potensial larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M. Pengukuran dilakukan tiga kali set pengulangan. Nilai potensial yang terukur kemudian ditentukan harga Faktor Nernstnya. Untuk harga Faktor Nernst masing-masing ESI Timbal (II) dengan komposisi yang berbeda dapat digunakan untuk menentukan komposisi bahan penyusun membran yang optimum. Komposisi membran yang menghasilkan Faktor Nernst mendekati teoritis maka komposisi tersebut dapat dikatakan sebagai komposisi membran yang optimum.

### **3.4.4 Optimasi Waktu Perendaman Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

Optimasi waktu perendaman ESI Timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dilakukan dengan cara membuat ESI Timbal (II) dengan komposisi membran yang optimum. Kemudian ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis yang telah dibuat direndam kedalam larutan induk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M dengan variasi waktu perendaman 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 menit. Lalu dilakukan pengukuran potensial pada larutan kerja  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M pengukuran dilakukan tiga kali set pengulangan. Dari harga potensial yang diperoleh selanjutnya ditentukan harga Faktor Nernstnya. Harga

Faktor Nernst dari tiap waktu perendaman yang mendekati teoritis menunjukkan waktu perendaman optimum membran ESI Timbal (II).

### **3.4.5 Karakterisasi Dasar ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

#### **3.4.5.1 Faktor Nernst dan Kisaran Konsentrasi**

Harga Faktor Nernst dari suatu ESI merupakan harga yang sangat penting untuk ditentukan karena faktor ini menentukan suatu ESI mengikuti persamaan Faktor Nernst atau tidak. Untuk menentukan harga Faktor Nernst dapat dilakukan dengan mengukur potensial yang dihasilkan oleh ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit pada variasi konsentrasi larutan kerja  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M yang diperoleh dari pengenceran larutan baku induk dengan tiga kali set pengulangan. Pada pengukuran potensial larutan analit digunakan pula elektroda pembanding Ag/AgCl. Pembacaan potensial dilakukan saat alat menunjukkan potensial yang konstan. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara E (mV) terhadap  $-\log a_{\text{Timbal}}$ . Kurva yang diperoleh merupakan garis lurus pada kisaran konsentrasi tertentu dengan kemiringan sebesar  $-2,303 \text{ RT/nF}$  merupakan Faktor Nernst. Kisaran konsentrasi linier atau daerah trayek pengukuran ditunjukkan oleh garis lurus pada kurva hubungan E (mV) terhadap  $-\log a_{\text{Timbal}}$ .

#### **3.4.5.2 Batas Deteksi**

Batas deteksi dari ESI didapatkan dari perpotongan garis singgung pada fungsi garis lurus dengan garis melengkung dari kurva hubungan antara E (mV) terhadap  $-\log a_{\text{timbal}}$ . Selanjutnya perpotongan kedua garis singgung tersebut ditarik kebawah hingga diperoleh garis yang tegak lurus terhadap sumbu x, dari garis tersebut dapat diketahui konsentrasi batas deteksi dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit.

### 3.4.5.3 Waktu Respon

Pada penentuan waktu respon ini dilakukan untuk mengetahui waktu yang diperlukan oleh ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit untuk mengukur aktivitas atau konsentrasi analit sehingga diperoleh harga potensial yang konstan. Penentuan waktu respon dilakukan dengan mengukur potensial dari  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M dimana tiap konsentrasi potensialnya diukur pada selang waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180 detik. Kemudian dibuat kurva hubungan antara waktu (sumbu X) dan potensial (sumbu Y), waktu respon ditunjukkan oleh harga yang diperoleh pertama kali konstan. Semakin cepat waktu yang diperlukan untuk merespon analit maka kualitas ESI Timbal (II) yang dihasilkan semakin baik.

### 3.4.5.4 Usia Pemakaian

Penentuan usia pemakaian digunakan untuk mengetahui jangka waktu penggunaan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit masih dapat dipergunakan secara selektif untuk mendeteksi ion timbal. Dimana ditunjukkan dengan seberapa jauh harga Faktor Nernstnya terhadap waktu tertentu masih berada pada kisaran harga Faktor Nernst yang diperbolehkan untuk ion timbal (25-30 mV/dekade konsentrasi) dan tidak menyimpang dari harga Faktor Nernst teoritis 29,58 mV/dekade konsentrasi. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran potensial dengan sederetan variasi konsentrasi larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M. pada hasil pengukuran yang didapat makin jauh penyimpangan dari harga Faktor Nernst teoritis maka elektroda tersebut sudah tidak dapat digunakan lagi.

### 3.4.6 Analisa Data

Ketelitian (presisi) merupakan kesesuaian antara data hasil pengulangan dari suatu jumlah yang diukur. Data tentang rata-rata nilai potensial dan harga Faktor Nernst yang diperoleh dapat dianalisis dengan metode deskriptif yakni dengan perhitungan rata-rata dan simpangan baku. Adapun persamaannya adalah sebagai berikut

$$\bar{x} = \frac{\sum_i^i = 0 X_i}{n}$$

Keterangan :

$\bar{x}$  = rata-rata potensial

$\sum$  = jumlah sampel

i = pengulangan ke- i

$x_i$  = nilai potensial ke-i

n = jumlah pengulangan

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

$$\% SD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan :

SD = standart deviasi

$X_i$  = harga Faktor Nernst ke-i

$\bar{X}$  = rata-rata harga Faktor Nernst

n = jumlah pengulangan

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## BAB IV

### Hasil dan Pembahasan

#### **4.1 Pembuatan Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

##### **4.1.1 Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

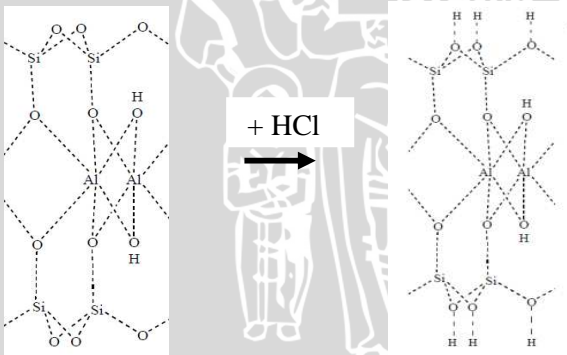
Bahan penyusun membran sangatlah mempengaruhi kualitas dari elektroda selektif ion. Oleh sebab itu perlu dilakukan inovasi pada komposisi membran dari elektroda selektif ion agar menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis yang akurasi dan presisi serta hidrofobik. Pada penelitian ini bahan penyusun membran yang digunakan yaitu piropilit sebagai bahan aktif (ionofor), polivinilklorida (PVC), pemlastis berupa dioktilftalat (DOP), karbon aktif dan pelarut tetrahidrofuran (THF). Pemilihan piropilit sebagai bahan aktif dari membran ini didasarkan karena piropilit dapat digunakan sebagai adsorben serta memiliki kualitas tukar kation yang baik setelah dikondisikan terlebih dahulu. Pengkondisian ini dilakukan dengan aktivasi terhadap piropilit. Proses aktivasi ini penting karena piropilit memiliki muatan netral [50]. Oleh sebab itu perlu dilakukan modifikasi situs aktif agar dapat digunakan sebagai penukar kation dan dapat menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang memiliki sensitivitas tinggi. Pembentukan situs aktif ini dapat dilakukan dengan aktivasi penambahan asam serta pemanasan pada suhu tinggi.

Langkah awal yang dilakukan adalah menumbuk piropilit hingga halus kemudian dilakukan pengayakan pada 80 mesh. Hasil ayakan dari 80 mesh diayak kembali dengan ayakan 100 mesh. Setelah itu piropilit direndam dengan larutan HCl 2 M. Hasil rendaman dicuci dengan akuades hingga bebas ion Cl<sup>-</sup>. Kemudian padatan piropilit dikeringkan dalam oven selama 15 menit kemudian piropilit dikalsinasi (aktivasi fisika) dengan suhu 500°C selama 3 jam. Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu padatan pada temperatur di bawah titik lelehnya sehingga terjadi perubahan keadaan akibat adanya dekomposisi termal [35]. Kalsinasi ini dapat

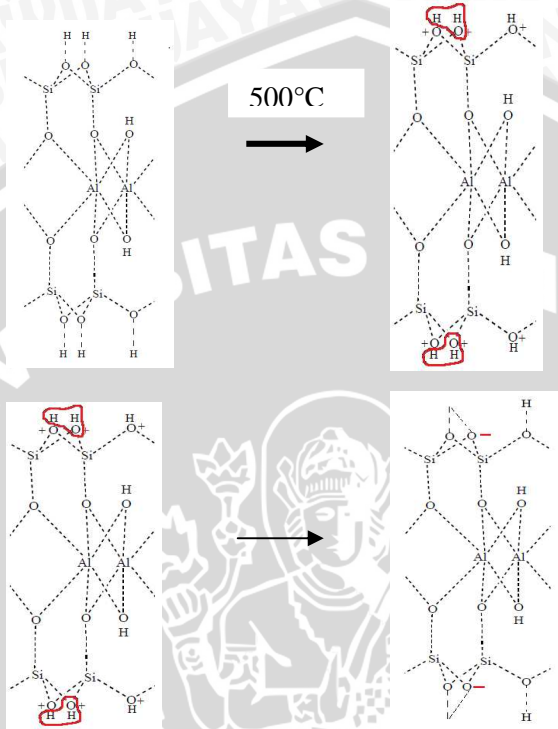
menghilangkan senyawa-senyawa pengotor (seperti  $K_2O$ ) yang terdapat pada mineral piropilit. Selain itu peristiwa lepasnya kristal air yang masih terperangkap dalam pori-pori piropilit dapat terjadi pada suhu di atas  $450^\circ\text{C}$ , atau terjadinya peristiwa dehidroksilasi (lepasnya molekul air kristal) [5]. Peristiwa hilangnya Kristal air yang terperangkap dari pori-pori piropilit dapat memperluas rongga dalam unit sel piropilit jadi proses pertukaran ion lebih mudah terjadi, sehingga proses ini sangat baik untuk meningkatkan nilai kapasitas tukar kation [11] dengan kata lain semakin banyak kation-kation yang akan mengalami *exchange* setelah melewati beberapa proses aktivasi ini.

Proses pembentukan situs aktif pada piropilit terjadi ketika aktivasi asam HCl 2 M yang ditambahkan ke dalam piropilit akan mendistribusikan ion  $H^+$  nya. Dimana ion  $H^+$  tersebut akan berikatan dengan situs aktif yang ada pada piropilit membentuk situs asam lewis. Menurut Keren et al [31] situs aktif yang ada pada piropilit yakni pada atom "O" yang terikat langsung pada atom  $-Si-$  tetrahedral baik bagian atas maupun bagian bawah. Adapun mekanisme pembentukan situs ini dapat dilihat pada **Gambar 4.1**:

### 1. Penambahan Asam (HCl 2 M)



## 2. Proses Kalsinasi



**Gambar 4.1** : Mekanisme Pembentukan Situs Pada Piropilit

Dari mekanisme reaksi di atas dapat dilihat bahwa aktivasi dengan asam akan mengaktifkan sisi-sisi aktif pada piropilit. Dimana seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa sisi aktif piropilit terletak pada atom -O- yang terikat pada kedua sisi tetrahedral baik yang atas maupun bawah. Pada penambahan asam ini terjadi pembentukan asam lewis dimana atom -O- yang berada pada ujung-ujungnya membentuk ion  $\text{-HO}^+$ . Pada penelitian ini situs yang dibutuhkan pada membran yakni bersitus negatif agar kation timbal (II) dapat terikat dalam membran oleh sebab itu membran ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini harus memiliki muatan negatif. Oleh sebab itu setelah aktivasi dengan asam dilakukan pemanasan dengan suhu tinggi dengan maksud

melepaskan kristal air yang berada pada kisi piropilit serta membentuk situs piropilit menjadi situs negatif.

Bahan pendukung membran yang digunakan dalam penelitian ini yakni PVC, karbon aktif, DOP. PVC merupakan matriks polimer pendukung pada membran, penggunaan PVC ini tujuannya ialah agar membran lebih kuat karena sifat dari PVC itu sendiri kuat, kaku, dan inert memberikan konstruksi membran yang tidak mudah rusak. Menurut Chee [3] PVC tahan terhadap lemak, minyak dan uap air. Kemampuan PVC dalam menyerap air sangatlah kecil sekitar  $> 0,1\%$ , sehingga kecil kemungkinan terjadinya swelling. PVC memiliki temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) yang tinggi sehingga diperlukan penambahan pemlastis untuk menurunkan  $T_g$ . Penambahan PVC ini juga dapat memberikan sifat hidrofob pada membran. Penambahan DOP pada membran berfungsi sebagai pemlastis yang memberikan efek lentur pada membran. DOP dapat juga menurunkan  $T_g$  pada PVC dimana nantinya DOP ini akan menyisip diantara cincin-cincin polimer dan membentuk volume bebas polimer sehingga dapat meningkatkan fleksibilitas dari membran. Dengan adanya pemlastis ini maka membran akan menjadi lebih lentur dan meningkatkan konduktivitas dari membran akibat berkurangnya gesekan antar molekul sehingga pergerakan kation-kation timbal (II) yang ada pada membran lebih mudah.

Bahan pendukung lain pada membran ini yaitu karbon aktif dimana peran dari karbon aktif itu sendiri untuk meningkatkan konduktivitas. Karbon aktif ini memiliki alotrop grafit yang bersifat sebagai konduktor. Karena struktur karbon aktif yang membentuk orbital hibridisasi  $Sp^2$  yang menghubungkan atom yang satu dengan yang lain maka secara tidak langsung karbon aktif ini mengisi pori-pori dari piropilit, setelah diaktivasi kristal pori dari piropilit ini akan terbuka namun kerapatan muatan porinya kecil sehingga dimungkinkan daya hantarnya pun kecil. Oleh sebab itu penambahan karbon aktif pada membran sangatlah penting untuk meningkatkan konduktivitas dari membran. Dari ketiga bahan pendukung membran tersebut dilarutkan ke dalam Tetrahidrofur (THF) dimana THF ini dapat melarutkan polimer. Menurut Brandrup [43] polimer akan larut dalam pelarut jika memiliki selisih nilai parameter kelarutan antar polimer dengan pelarutnya yakni sebesar  $>1$  ( $\text{cal}/\text{cm}^3$ ).



Pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini semua komposisi membran dibuat dengan perbandingan komposisi membran : pelarut sebesar 1:1,5 (b/v). Komposisi membran yang digunakan ini akan menentukan kinerja optimum dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit. Selektivitas dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dipengaruhi oleh banyak faktor salah satunya yakni komposisi penyusun membran, kehomogenitasan membran, hidrofobisitas dan lain sebagainya. Homogenitas dan hidrofobisitas ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit sangat berperan dalam menentukan selektivitas dan sensitivitas dari membran yang dapat ditunjukkan melalui harga Faktor Nernst dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang diperoleh. Pada penelitian ini untuk menentukan komposisi optimum membran dilakukan beberapa variasi komposisi seperti yang ada pada tabel 3.1. Setelah dibuat ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dengan komposisi pada tabel 3.1 didapatkan hasil penelitian seperti sebagai berikut :

**Tabel 4.1** : Penentuan Komposisi Membran Optimum

Komposisi Membran	Komposisi Membran				Faktor Nernst	Batas Deteksi (M)
	Piropilit (% b/b)	Karbon Aktif (%b/b)	PVC (%b/b)	DOP (%b/b)		
1	49	3	16	32	29.33	$8.054 \times 10^{-6}$
2	32	3	16	49	26.77	$2.163 \times 10^{-4}$
3	16	3	16	65	24.37	$2.153 \times 10^{-4}$

Hasil dari penelitian ini untuk optimasi komposisi membran dapat dilihat pada tabel 4.1, dari hasil yang diperoleh komposisi nomer 1 merupakan komposisi yang memiliki Faktor Nernst mendekati nilai teoritisnya. Nilai Faktor Nernst teoritis untuk ion divalen sebesar 29,58 mV/dekade sedangkan hasil penelitian ini pada komposisi membran pertama Faktor Nernst yang dihasilkan sebesar 29,39 mV/ dekade dengan batas detaksi sebesar  $8,054 \times 10^{-6}$  atau setara dengan 1,669 ppm timbal. Seperti yang tertera dalam tabel 4.1 untuk harga Faktor Nernst pada komposisi kedua dan ketiga



memiliki harga yang masih jauh dari nilai teoritis (29,58 mV/dekade). Hal ini dapat terjadi karena pada komposisi kedua dan ketiga untuk bahan aktif (ionofor) piropilitnya memiliki komposisi yang lebih sedikit dari komposisi membran yang pertama. Pada komposisi membran ke dua dan ke tiga DOP yang digunakan pada membran jumlahnya lebih banyak dibandingkan jumlah bahan aktifnya (piropilit), sehingga konstruksi membran lebih lentur dan ionofornya lebih banyak terdistribusi ke fasa air.

Pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis ini bahan aktif (ionofor) berperan penting pada sensitivitas ESI karena semakin banyak bahan aktif (ionofor) pada ESI Timbal (II) maka situs aktif yang mengikat ion timbal(II) semakin banyak sehingga ketika dilakukan pengukuran dengan larutan analit menghasilkan Faktor Nernst yang mendekati nilai teoritisnya. Selain itu perbandingan untuk pemlastis (DOP) dan bahan pendukung polimer (PVC) yang baik yakni 1:2 (b/b) dimana PVC tidak boleh lebih banyak dari pada DOP. Hal ini dikarenakan pada DOP dapat menurunkan tegangan relatif dari PVC (2,60 N/mm) karena DOP akan mengisi ruang kosong antar cincin-cincin polimer dan memutus interaksi antar rantai PVC sehingga membran bisa menjadi lentur. Penggunaan pemlastis DOP yang terlalu banyak akan memberikan konstruksi membran yang terlalu encer atau terlalu lentur Oleh sebab perbandingan PVC dengan DOP harus sesuai. Sehingga ketika dilakukan pengukuran, ion timbal (II) akan berdisosiasi secara *fleksible* dan terjadi kesetimbangan yang kemudian menghasilkan respon potensial yang cepat. Pada penelitian ini komposisi optimum membran pertama merupakan komposisi yang optimum, dari komposisi tersebut dapat digunakan untuk melakukan parameter selanjutnya

#### **4.1.2 Optimasi Waktu Perendaman Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**

Waktu perendaman merupakan salah satu faktor yang berpengaruh terhadap kualitas ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit, yang dapat ditunjukkan dari nilai Faktor Nernst yang dihasilkan. Untuk menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang selektif terhadap kation timbal (II)

maka diperlukan optimasi perendaman. Optimasi perendaman membran ini dapat dilakukan dengan cara merendam ESI Timbal (II) tipe kawat terlpis yang telah dilapisi membran kedalam larutan  $Pb(NO_3)_2$  jenuh dengan variasi waktu perendaman selama 10-80 menit. Kemudian ESI Timbal (II) tipe kawat terlapisi berbasis piropilit yang telah direndam dilakukan pengukuran pada variasi konsentrasi larutan kerja  $Pb(NO_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M dengan pH 5.

Perendaman ESI Timbal (II) tipe kawat terlapisi berbasis piropilit ini dilakukan dalam larutan induk  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi yang paling jenuh. Hal ini dilakukan untuk mengkontakkan kation timbal (II) dengan bahan aktif (ionofor) yang ada pada membran secara maksimal, sehingga dapat digunakan untuk mengukur kation timbal (II) dalam sampel. Setelah itu ESI Timbal (II) tipe kawat terlapisi berbasis piropilit digunakan untuk mengukur potensial listrik dari beberapa variasi konsentrasi larutan kerja dan dicatat Faktor Nernst yang diperoleh. Dari hasil pengukuran diperoleh data sebagai berikut tabel 4.2 :

**Tabel 4.2** : Penentuan optimasi Waktu Perendaman membran

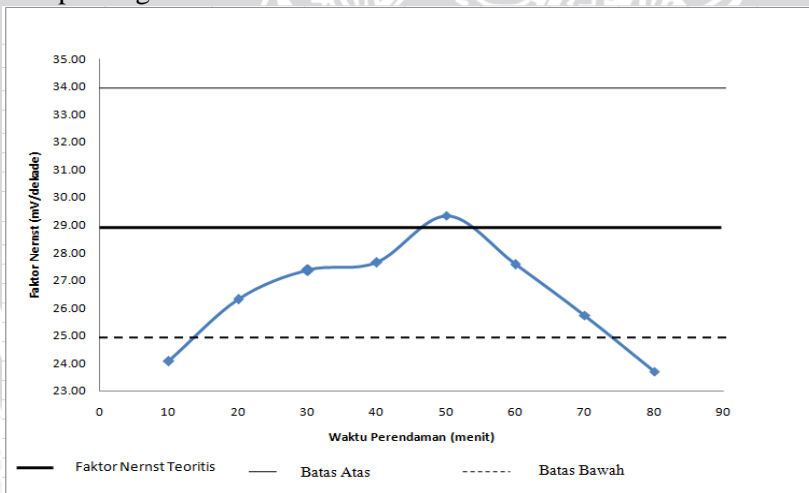
Waktu Perendaman (menit)	Faktor Nernst (mV)/dekade	Harga R	Kemiripan data %
10	24.06	0.996	81.339
20	26.30	0.999	88.911
30	27.37	0.994	92.517
40	27.63	0.998	93.408
50*	29.33	0.999	99.155
60	27.57	0.990	93.194
70	25.73	0.996	86.984
80	23.70	0.985	80.122

(\*) waktu perendaman optimum

**Catatan** : Kemiripan data merupakan selisih Faktor Nernst yang didapat dengan harga Faktor Nernst teoritis dalam %

Dari data yang diperoleh diatas didapatkan harga Faktor Nernst yang bermacam-macam. Harga Faktor Nernst yang mendekati

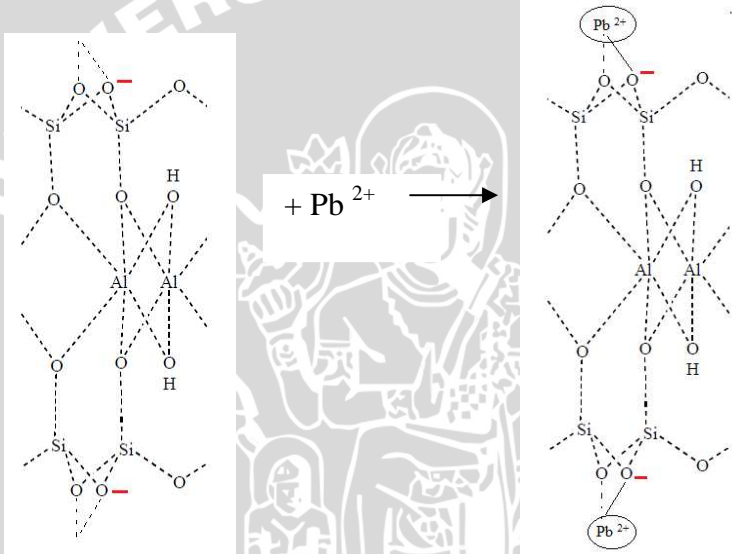
nilai Faktor Nernst teoritis(29,58 mV/dekade) itu menunjukkan waktu perendaman optimum pada ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini. Pada tabel 4.2 dapat terlihat bahwa pada rentang menit ke 30 hingga menit ke 50 memiliki nilai Faktor Nernst yang mendekati nilai Faktor Nernst teoritis dan untuk menit ke 70 hingga menit ke 80 hasil yang ditunjukkan memasuki batas bawah nilai Faktor Nernst yang diperbolehkan. Pada menit pertama (menit ke 10) Faktor Nernst yang ditunjukkan sebesar 24,06 mV/dekade. Harga Faktor Nernst yang dihasilkan masih jauh dari harga Faktor Nernst teoritis (29,58 mV/dekade) hal ini dimungkinkan kation timbal (II) yang berada pada permukaan membran terlalu sedikit jadi belum dapat mensensor timbal (II) secara maksimal. Hal ini dapat diartikan proses disosiasi kation timbal (II) belum mencapai kesetimbangan dengan kata lain proses disosiasi ion dalam membran belum cukup terpenuhi sehingga interaksi antara piropilit dengan kation timbal (II) belum terjadi secara maksimal dan membran belum jenuh. Sehingga yang terjadi Faktor Nernst yang didapat juga belum memenuhi harga teoritisnya (29,58 mV/dekade). Berikut merupakan gambar 4.2



**Gambar 4.2:** Kurva Pengaruh lama perendaman terhadap harga Faktor Nernst

Dari gambar 4.2 di atas dapat kita lihat bahwa pada menit ke 50 harga Faktor Nernst yang ditunjukkan sebesar 29,33 mV/dekade. Hal ini dapat terjadi karena distribusi kation timbal (II) pada permukaan bahan aktif telah mencapai kesetimbangan, sehingga disosiasi yang terjadi ini akan menimbulkan interaksi elektrostatik pada pertukaran kation menjadi spesifik dan menghasilkan respon potensial yang bersifat *Nernstian*.

Adapun mekanisme reaksi yang terjadi antara membran dengan larutan  $Pb(NO_3)_2$  jenuh dalam mengkontakkan timbal (II) pada membran dapat dilihat pada gambar 4.3 :



**Gambar 4.3:** Proses Pengikatan Timbal(II) pada Situs Aktif dari Piroplit

Pada proses optimasi waktu perendaman membran pada menit ke 60-80 Faktor Nernst yang dihasilkan pada saat pengukuran itu sudah mulai mengalami penurunan seperti yang ditunjukkan dalam tabel 4.2 Turunnya harga Faktor Nernst ini diakibatkan karena membran terlalu lama kontak dengan larutan  $Pb(NO_3)_2$  sehingga makin banyak pula air yang terdistribusi kedalam pori-pori membran. Adanya air dalam pori-pori membran ini mempersulit terjadinya pertukaran kation timbal (II) karena air mengisi pori sehingga kation timbal (II) tidak dapat masuk kedalam pori-pori piropilit.

## 4.2 Karakterisasi Dasar ESI Timbal (II) Berbasis Piropilit

Karakterisasi dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini dilakukan untuk mengetahui kualitas sensor dari elektroda yang telah dibuat. Beberapa hal yang dilakukan untuk karakterisasi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini yaitu menentukan Faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan lama waktu usia pakai.

### 4.2.1 Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi, Batas Deteksi

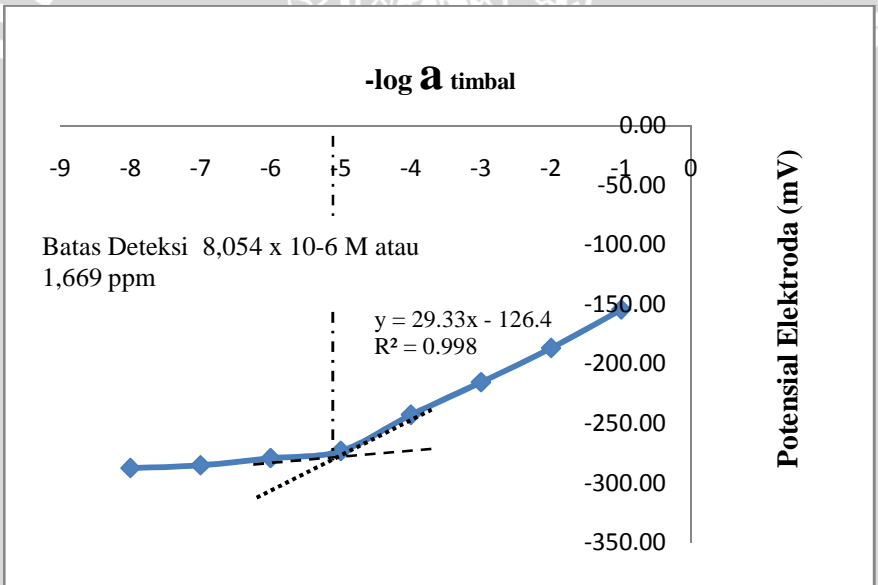
Harga Faktor Nernst merupakan hal pokok yang harus diketahui dalam ESI. Adapun hasil pengukuran Faktor Nernst untuk ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ditunjukkan pada tabel 4.3 berikut :

**Tabel 4.3 :** Harga potensial ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit

Log a Timbal	E (mV) ESI Timbal (II)			Rerata
	1	2	3	
-8	-274	-327	-261	-287.33
-7	-271	-325	-259	-285.00
-6	-267	-318	-252	-279.00
-5	-264	-313	-242	-273.00
-4	-236	-280	-212	-242.67
-3	-205	-256	-185	-215.33
-2	-179	-226	-155	-186.67
-1	-146	-194	-123	-154.33
Faktor <i>Nernst</i> (mV/dekade)	29.3	29.2	29.5	29.33
R <sup>2</sup>	0.998	0.997	0.999	0.998
Rentang Konsentrasi	$10^{-5} - 10^{-1}$ M			
Batas Deteksi	$8.054 \times 10^{-6}$ M atau 1.669 ppm			
Simpangan Baku	0,153			
% Simpangan Baku	0.52%			



Faktor Nernst ini dapat menentukan kualitas dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit itu sendiri, dimana jika harga Faktor Nernst suatu ESI mendekati nilai teoritis maka ESI tersebut dapat dikatakan baik. Harga Faktor Nernst teoritis untuk ion divalen yakni sebesar 29,58 mV/dekade. Nilai Faktor Nernst diperoleh dari slope pada grafik hasil pengukuran menunjukkan hubungan antara  $-\log a_{\text{Timbal}}$  terhadap harga potensial elektroda yang terukur. Dari tabel 4.3 tersebut didapatkan harga Faktor Nernst sebesar 29,33 mV/dekade. Rentang konsentrasi linier yang dihasilkan oleh ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini memiliki rentang konsentrasi yang cukup lebar yakni  $10^{-5} - 10^{-1}$  M. Berikut merupakan gambar kurva 4.4 yang menunjukkan hubungan potensial yang terukur dengan aktivitas ion dalam menentukan karakterisasi dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit :



**Gambar 4.4 :** Kurva hubungan potensial (mV/dekade) terhadap  $a_{\text{Timbal}}$  dalam penentuan kisaran konsentrasi dan batas deteksi

Hasil yang didapat dari penelitian ini menghasilkan Faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis (29,58 mV/dekade) dan rentang konsentrasi yang cukup lebar. Jika ditinjau dari harga Faktor Nernst

dan rentang konsentrasi liniernya ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini memiliki kualitas yang baik. Selain itu dapat pula ditinjau dari nilai regresi dari kurva dimana regresi yang didapat yakni 0,998. Nilai regresi yang didapat menunjukkan tingkat kesalahan yang minim, semakin mendekati 1 nilai regrasinya, maka tingkat kesalahan pada data semakin kecil. Artinya korelasi antar data yang satu dengan yang lain itu memiliki tingkat kesalahan yang minimal.

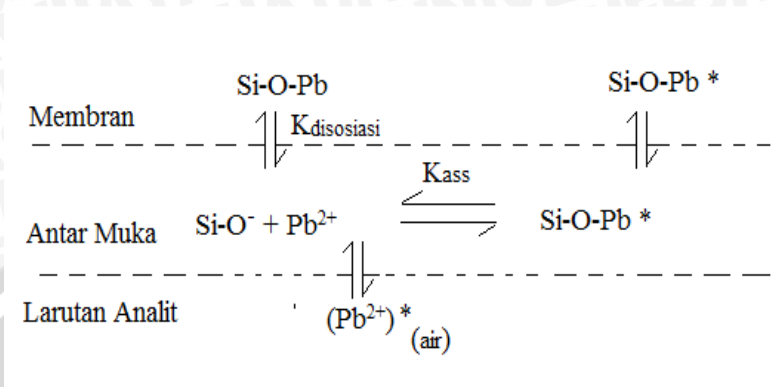
Batas deteksi dapat diperoleh dari perpotongan garis lurus yang linier mengikuti persamaan Faktor Nernst pada rentang konsentrasi pengukuran ( $y = 29,33x - 126,4$ ) dengan garis lengkung non linier kurva diluar rentang konsentrasi persamaan yang tidak mengikuti persamaan Faktor Nernst ( $y = 4,166x - 254,6$ ). Titik potong kedua sumbu tersebut diekstrapolasikan ke sumbu x sehingga diperoleh batas deteksi sebesar  $8,054 \times 10^{-6} \text{ M}$  atau 1,669 ppm, hal ini membuktikan bahwa ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis ini dapat mendeteksi kation timbal (II) pada konsentrasi yang cukup rendah.

Salah satu syarat ESI yang baik yakni ESI yang memiliki sifat *reproducible*. Reprodusibilitas merupakan keseksamaan metode yang dikerjakan pada suatu kondisi yang berbeda. Reprodusibilitas ini dapat di uji dengan menentukan harga % simpangan baku. Jika % simpangan baku memiliki nilai kurang dari 5% maka ESI tersebut dapat dikatakan reproduksibel. Ditinjau dari hasil penelitian ini didapatkan nilai % simpangan baku sebesar 0,522 % jadi ESI Timbal (II) berbasis piropilit dapat dikatakan bersifat *reproducible*.

#### 4.2.2 Waktu Respon

Waktu respon adalah waktu yang diperlukan suatu ESI untuk merespon suatu analit dengan memberikan nilai potensial yang konstan. Pada saat pertukaran kation timbal (II) dari larutan analit dengan kation timbal (II) pada antar muka membran mencapai keseimbangan kimia maka disitulah respon potensial yang dihasilkan akan konstan atau stabil.

Adapun mekanisme reaksi kesetimbangan yang terjadi antara membran dengan larutan analit dapat dilihat pada gambar 4.5 :



**Gambar 4.5** : Mekanisme pertukaran membran pada ESI

Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit

**Catatan** : (\*) kesetimbangan pertukaran kation timbal (II) dalam larutan dengan kation bebas pada sisi aktif membran

Dari mekanisme di atas, tukar kation timbal (II) pada antar muka membran dipengaruhi oleh proses disosiasi. Pada proses pertukaran ini memerlukan waktu tertentu untuk mencapai kesetimbangan. Keadaan setimbang terjadi ketika laju timbal (II) yang berdisosiasi sama dengan laju timbal (II) yang berasosiasi. Disosiasi dan asosiasi ini hanya terjadi pada antar muka membran. Berikut merupakan tabel 4.4 menunjukkan waktu respon yang dihasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit.

**Tabel 4.4** :Penentuan waktu respon

-	Log a <sub>Timbal</sub>	Waktu Respon (detik)
	5	60
	4	30
	3	30
	2	20
	1	10

Penentuan waktu respon ini dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara waktu pengukuran dengan potensial yang terukur. Rentang konsentrasi yang digunakan yakni rentang konsentrasi pada kondisi *Nernstian* yakni  $10^{-5}$  -  $10^{-1}$  M. Berdasarkan tabel 4.3 diperoleh harga konstan pada detik ke 30. Dari data tersebut

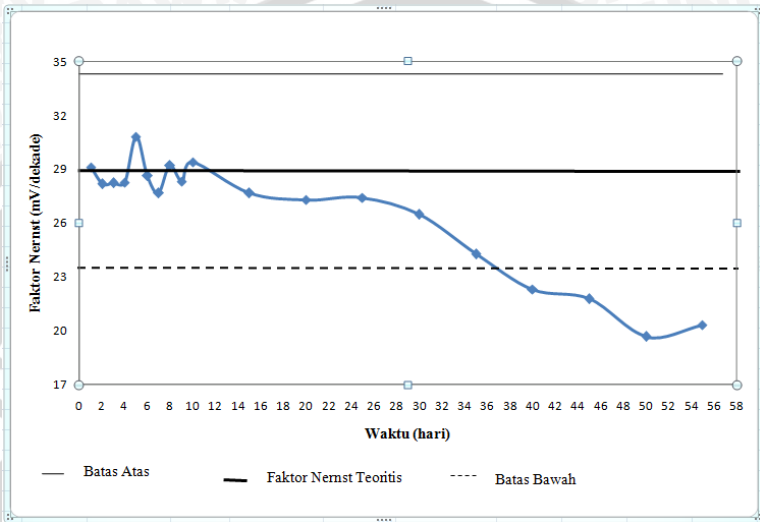
menunjukkan bahwa ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang dibuat ini memiliki karakter optimal dalam pengukuran dimana waktu untuk mendeteksi kation timbal dalam larutan analit menghasilkan respon yang kurang dari 1 menit.

Menurut Bailey [22] mobilitas dari ion itu sangat mempengaruhi waktu respon. Hal ini dikarenakan semakin cepat pergerakan dari ion pada antar muka membran maka akan memberikan waktu respon yang makin cepat. Dari data yang didapat pada tabel 4.3 menunjukkan makin pekat konsentrasi larutan maka waktu responnya makin cepat begitu juga sebaliknya makin encer konsentrasi larutan maka waktu responnya makin lama. Hal ini dapat terjadi karena semakin banyak kation timbal (II) dalam larutan analit maka mobilisasi ion yang terjadi itu semakin sering. Sehingga kation timbal (II) akan semakin sering mobile dari antar muka membran ke larutan analit akibat terlalu pekatnya larutan, jadi proses kesetimbangan tidak maksimal namun sudah dapat menghasilkan potensial. Hal ini berbanding terbalik dengan konsentrasi larutan yang encer. Mobilisasi ion yang terjadi pada larutan encer akan jarang terjadi karena jumlah kation timbal (II) yang mengalami mobile tidak terlalu banyak sehingga kompetisi kation timbal (II) untuk masuk pada situs aktif membran tidak sering terjadi sehingga dengan sedikitnya kandungan timbal (II) dalam analit ini menyebabkan kesetimbangan dan menghasilkan potensial yang konstan.

#### **4.2.3 Usia Pakai**

Usia pakai merupakan parameter yang perlu diuji pada ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini. Usia pakai akan menunjukkan berapa lama ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit tersebut dapat digunakan untuk mengukur kation timbal (II) yang ada pada larutan analit. Penentuan usia pakai dilakukan dengan cara mengukur potensial larutan  $Pb(NO_3)_2$  pada konsentrasi liniernya. Untuk mengetahui usia pemakaian dari ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dibuatlah kurva hubungan antara harga Faktor Nernst (dari potensial yang terukur) terhadap waktu (hari). Hal ini dilakukan untuk menentukan

kereproduksibilitasan dari ESI Timbal (II) berbasis piropilit ini. Hasil dari penentuan usia pakai ini dapat dilihat pada gambar 4.6 berikut :



**Gambar 4.6** : Kurva hubungan Faktor Nernst terhadap waktu (hari)  
**Catatan** : Batas atas dan batas bawah adalah batas Faktor Nernst yang masih diperbolehkan

Dari data yang diperoleh pada gambar 4.7 menunjukkan harga Faktor Nernst yang dihasilkan pada hari pertama hingga hari ke 10 menunjukkan harga yang masih *Nernstian* pada hari ke 15 mengalami penurunan yakni harga Faktor Nernstnya 27.67 mV/decade. Namun harga Faktor Nernst ini masih dalam harga yang wajar dan masih mendekati nilai teoritis (29.58) dan regresi yang dihasilkan masih dalam batas wajar dan masih mendekati 1 yakni sebesar 0,998. Pada hari ke 20 hingga ke 30 juga masih menunjukkan Faktor Nernst yang masih dalam batas wajar. Ketika pengukuran pada hari ke 35 hingga hari ke 45 Faktor Nernst yang dihasilkan sudah menurun dan melewati ambang batas kisaran nilai Faktor Nernst yang diperbolehkan namun masih dapat diterima karena harga  $R^2$  yang dihasilkan masih mendekati 1 belum terlalu jauh. Namun untuk hari ke 50-55 Faktor Nernst yang dihasilkan sudah jauh dari nilai ambang batas bawah yang diperbolehkan sehingga ESI Timbal



(II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit sudah tidak dapat digunakan lagi setelah hari ke 45. Hal ini dapat terjadi dimungkinkan karena keadaan membran sudah terlalu lama kontak dengan air yang ada pada larutan sehingga kisi dari piropilit dalam membran tertutup dengan air. Oleh sebab itu timbal yang ada dalam larutan tidak dapat berdifusi dengan timbal yang ada pada membran sehingga Faktor Nernst yang didapat semakin menjauhi nilai teoritis.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil sebagai berikut :

1. Komposisi membran yang optimum terdapat pada komposisi pertama, dengan perbandingan Piropilit : PVC : Karbon aktif : DOP yaitu 49 % : 16% : 3% : 32% (% b/b) dalam pelarut THF dengan pebandingan membran : pelarut 1: 1,5 (%b/v)
2. Waktu perendaman optimum didapatkan selama 50 menit.
3. Adapun karakterisasi dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang didapat yaitu : Faktor Nernst sebesar 29, 33 mV/ dekade konsentrasi. Rentang konsentrasi  $10^{-5} - 10^{-1}$  M atau setara dengan 1,669 ppm timbal. Waktu respon 30 detik dan lama usia pemakaian 45 hari.

#### 5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh pH dan ion asing terhadap kinerja ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang telah dibuat agar dapat diaplikasikan lebih lanjut untuk penentuan timbal (II) pada sampel lingkungan.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR PUSTAKA

- [1]Wood, O.W. , m.s.c. m.e.d, LL.B,F.R.I.C , 1967. **Inorganic Chemistry An Intermediate Text Third Edition**. Butter Worth & co Publisher limited. London
- [2]Sudarmaji, J. Mukono, dan Corie I.P, 2006. **Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan**. <http://journal.unair.ac.id/filerPDF/KESLING-2-2-03.pdf>. Diakses pada tanggal 7 Februari 2013
- [3]WHO Region Publication European Series, 1999.**Baku Mutu Kualitas Udara Ambien PP no 41 Tahun 1999**, Serpong
- [4]Setiawan B.,2010.**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Timbal(II) Tipe Kawat Terlapis Membran Berbahan Aktif Zeolit Berpendukung Polimer**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang [5] Doftner. K., 1991, **Ion Exchanger**, Walter de Gruyter & Co., Berlin
- [6]Heldhi Broto, Aprilia R, Nur Haeni, Hartono, Nur wahyu, 2006.**Survei Timbal Pada Rambut dan Dampaknya Terhadap Kesehatan PKL dan Warga Malioboro Kota Yogyakarta**, btkljogja. Yogyakarta
- [7]Supriyadi , 2013. **Analisis Logam Kadmium, Timbal, dan Kromium Pada lipstick Secara Spektrofotometri Serapan Atom**. Fakultas Farmasi, Universitas Setia Budi. Solo
- [8]Septiyani Aris, S. Husna, S. Zakiah, S. Norhasanah, T. Agustina, W. I. Trimurni, W. Jennah, Y. Susanti, 2013. **Spektrofotometri Serapan Atom. Makalah SSA. Politeknik Kesehatan**, Banjarmasin
- [9]Covington, A.K, 2006. **Introduction Basic Electrode Type Classification, And Selectivity Consideration, And Selectivity Electrode Methodology**. Volume 1, CRC Press, Boca Raton

- [10]Angraini.E., 2007.**Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion-  $PbCl_4^{2-}$  Tipe Kawat Terlapis untuk Mendeteksi Pb dalam Air Limbah.***Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [11] Elisabeth M.D.N, 2008. **Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi Terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Oleh Ion  $Ca^{2+}$  .***Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya. Malang
- [12]Pribadi. A., 2008.**Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi Terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan Menggunakan Ion  $Mg^{2+}$ .***Skripsi* . Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [13]Nantanit Wanichacheva, 2006. **Design and Synthesis of Ionophores and Fluoroionophores for the Detection of Lithium and Ammoniums ions.**
- [14]Wang,J, 1994. **Analytical Electrochemistry.**VCH Publishers.Inc. New York
- [15] Stetter, J.R., W.R. Penrose, dan S. Yao, 2003. **Sensor Chemical Sensor. Electro Chemical Sensor**, And ECS, Journal of The Electrochemical Society, 150 (2) : S11-S16
- [16] Ningsih, R.D, 2011. **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Sulfat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Zeolit.** *Skripsi*, FMIP, Universitas Brawijaya, Malang.
- [17] Pranitis, D.M,1992. **Potensiometric Ion Gas dan Bio Selective Membran Electrodes**, Crit, Rev. In Anal
- [18] Wygladacz, K. 2006.**Solid-State Sensors**, Warsaw University of Technology, Depertement of analytical Chemistry, Poland.



- [19] Patnai, P. 2004, **Dean's Analytical Chemistry Handbook Second Edition**, McGraw-Hill Companies Inc, New York 41 : 799
- [20] Cuningham, L dan H. Freiser, 1986. **Coated- Wire Ion Selective Electrode**, Anal.Chim. Acta 180 : 271-279
- [21] Atikah, 1994. **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Terlapis**. Tesis Pasca Sarjana, ITB. Bandung
- [22] Bailey, P.L.1976. **Analysis With Ion Selective Electrode**, Heyden and Son Ltd, Britain.
- [23] Mulder. M., 1996. **Basic Principles Of Membrane Technology**. Klnwer Academic publisher. Dorecht
- [24] Harris, D.C, 1995. **Quantitative Chemical Analysis, 4<sup>th</sup> Edition**. H.Freeman and Company. New York
- [25] Vesely. J.W. Dalibor dan S. Karel., 1978. **Analysis With Ion Selective Electrodes**. Ellis Harwood Limited Publishers. Pp 18-20, 22, 44, 90-96
- [26] Skoog, D.A, 2004. **Fundamental of Analytical Chemistry 8<sup>th</sup> edition, Book Cole Thomson Learning**, United States of America
- [27] Atikah. Hermin S dan Chasan B, 2007. **Pembuatan Sensor Mikroelektroda Ion Sulfida Berbasis Ag/Ag<sub>2</sub>S untuk Penentuan Ion Sulfida dalam Air Limbah**. *Jurusan Kimia*, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya. Malang
- [28] Khopkar S.M, 2008. **Konsep Dasar Kimia Analitik**. UI-Press. Jakarta
- [29] Powell, D., 1998. **Pyrophyllite**,  
<http://www.mii.org/minerals/phototalc.html>, diakses tanggal 1 Maret 2013.

- [30]Angraini. R., 2008.**Pengaruh Penambahan Piropilit Terhadap Kuat Tekanan Beton**, Jurusan Teknik Sipil, Volume 2, No.3 – 2008, ISSN 1978-5658 FT, Universitas Brawijaya, Malang
- [31] Keren, R. and Spaks, D.L., 1995.**The Role of Edge Surfaces in Flocculation of 2:1 Clay Minerals**, Soil. Science Soc. Am.J., 59 : 430-435
- [32]Dofner, K. dan Hartono, A., 1995. **IPTEK Penukar Ion**, Andi Off Set, Jakarta
- [33]Bearat, H., Mc. Kelvy, M.J., Chyzmeshya, A.V.G., Sharma, R. and Carpenter. R.W., 2002.**Magnesium Hydroxide Dehydroxylation Carbonation Reaction Process ; Implication for Carbon Dioxide Mineral sequestration**. Journal of The American Ceramic Society, 85, 742-748
- [34]Faridbood, G. Ganjali, M.R. Dinarvand, and P. Narouzi, 2008. **Development in Polymer Based Potentiometric Membrane Sensor for Ion Over The Past Decade**, Sensor 8 : 2331-2412.
- [35]Sax, N.I. and R.J. Lewis., 1987. **Hawley's Condensed Chemical Dictionary. 11<sup>th</sup> Edition**. New York : VanNorstrand Reinhold.
- [36]Patrick, S.G., 2005.**Practical Guide To Polyvinil Chloride**, Rapra Technology Limited Shawbury, United Kingdom.
- [37]Thomas, J.D.R, 1985. **Solvent Polymetric Membran Ion Selective Electrode**, Anal.Chim.Acta.
- [38]Sophia H, 2006.**Pengaruh Konsentrasi Dioktilftalat Terhadap Kinerja Membran Polisulfon untuk proses ultrafiltrasi**.*Tesis Pasca Sarjana*, ITB, Bandung.
- [39]Sevilla III F., alfonso, R.L., Andres. R.T., 1993.**Journal of Chemical Education**.70, 582-584

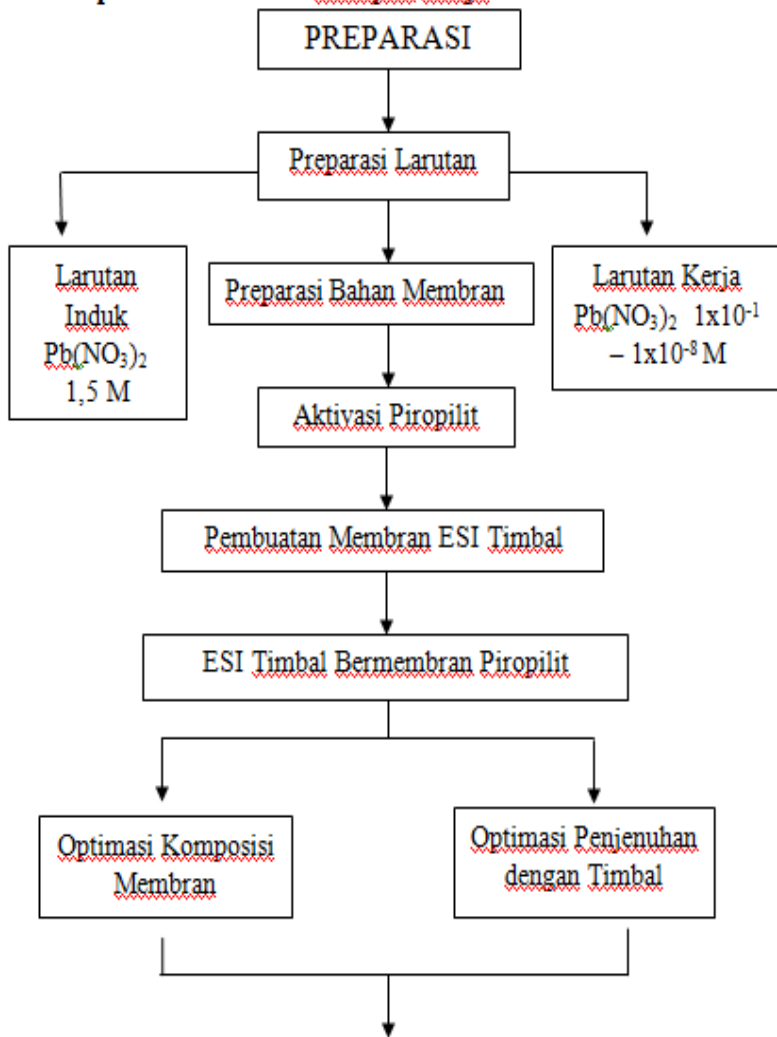
- [40]Priyotomo. G., 2007.**Perubahan Struktur Mineral Berbasis Karbon Terhadap Sifat Konduktivitas**, Pusat Penelitian Metarulgi-LIPI, Kawasan PUSPITEK, Cisauk Tangerang
- [41]Wilkinson. C., 1976.**Kimia Anorganik Dasar**. UI-Press, Jakarta
- [42]BASF Corporation, 1998.**Tetrahydrofuran (THF) Storage and Handling**. [http://basf.us/diols/pdfs/thf\\_brochure.pdf](http://basf.us/diols/pdfs/thf_brochure.pdf), diakses tanggal 19 Februari 2013
- [43]Brandrup. J., E.H. Immergut dan E.A. Grulke., 1998.**Polymer Handbook, 4<sup>th</sup> Edition**. John Willey and Son, New York
- [44]Wroblewski. W., 2005.**Ion Selective Electrode**.<http://www.csrg.edu.pl.html>, diakses pada tanggal 1 maret 2013
- [45]Ningsih. N., 2008.**Pembuatan dan Pencirian Elektroda Selektif Ion Barium Tipe Kawat Terlapis Menggunakan Barium Rose Bengal**.<http://www.ipb.ac.id/jspui/bitstream/Ningsih/abstract.pdf>, diakses tanggal 28 Februari 2013
- [46]Wang.J., 2006.**Electrochemical Sensor for Environmental Monitoring: A Review of Recent Technology**, Department of Chemistry and Biochemistry, New Mexico State University, New Mexico

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

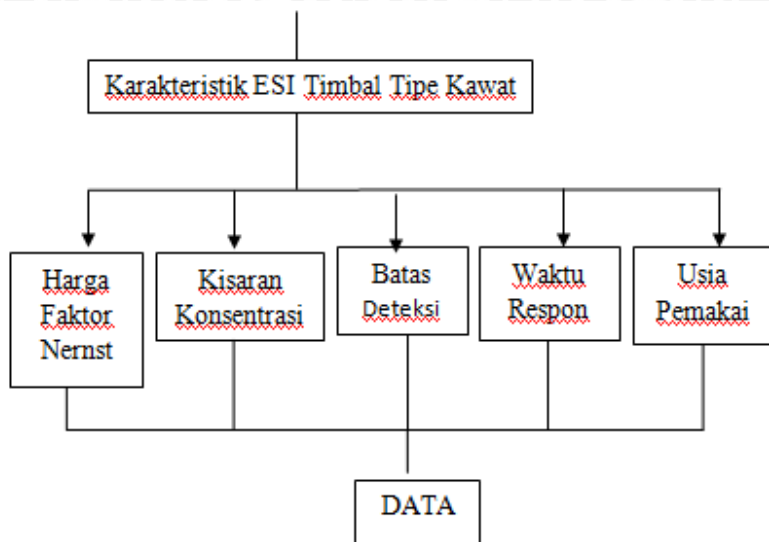


## Lampiran A

## Tahapan Kerja







#### L.A.1 Preparasi Larutan

##### L.A.1.1 Preparasi Larutan Induk $Pb(NO_3)_2$ 1,5 M

Padatan  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M

- Ditimbang sebanyak 12,42 gram
- Dilarutkan dengan sedikit akuades
- Dimasukkan kedalam labu takar 25 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M

### L.A.1.2 Preparasi Larutan Kerja

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M

- Dipipet sebanyak 6,667 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$  M

#### L.A.1.2.1 Pembuatan larutan kerja $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-2}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-2}$  M

#### L.A.1.2.3 Pembuatan Larutan Kerja $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-3}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-2}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-3}$  M

#### L.A.1.2.4 Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-4}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-3}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-4}$  M

#### L.A.1.2.5 Pembuatan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-5}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-4}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-5}$  M

#### L.A.1.2.6 Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-6}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-5}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml

- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-6}$  M

#### L.A.1.2.7 Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-7}$ M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-6}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-7}$  M

#### L.A.1.2.8 Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-8}$ M

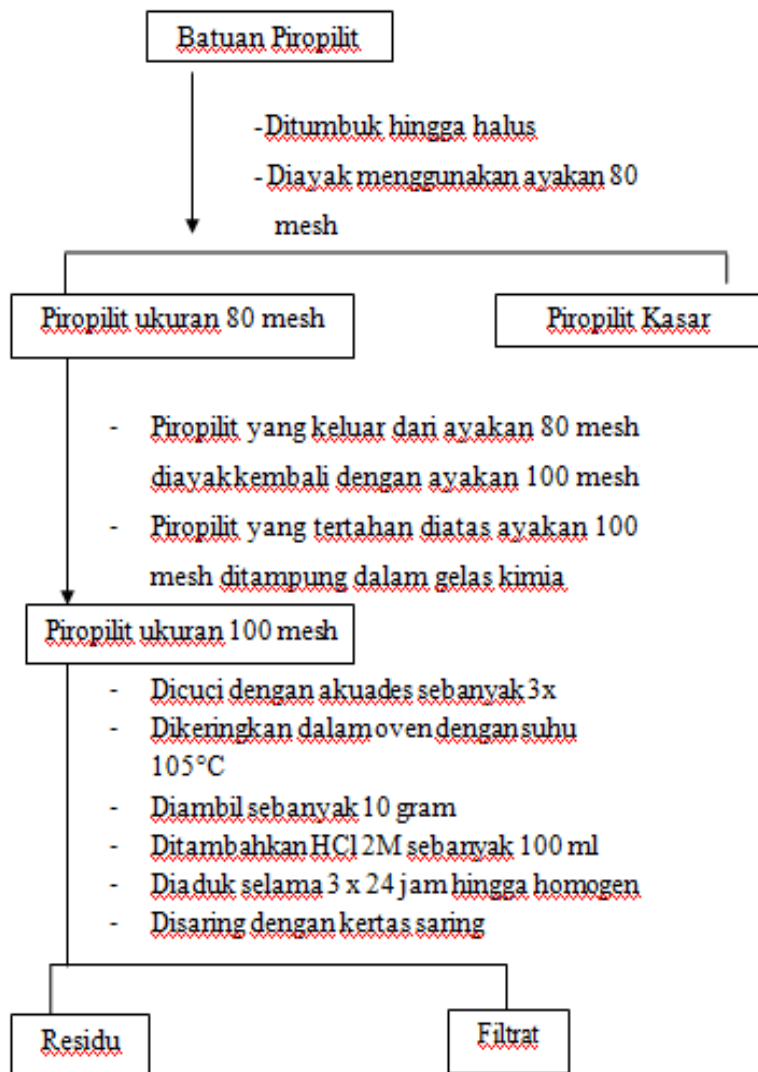
Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-7}$  M

- Dipipet sebanyak 10 ml
- Diletakkan dalam labu takar 100 ml
- Ditambahkan akuades hingga tanda batas
- Dikocok hingga homogen

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-8}$  M

### L.A.1.3 Pembuatan ESI-Timbal (II)

#### L.A.1.3.1 Preparasi piropilit





Residu

- Dicuci dengan akuades hingga bebas  $Cl^-$  dan pH netral
- dikeringkan dalam oven dengan suhu  $105^{\circ}C$

Piropilit Teraktivasi

#### L.A.1.3.2 Pembuatan Badan Elektroda

Kawat Pt

- Panjang  $\pm 5$  cm dengan diameter  $0,5$  mm
- $1,5$  cm ujung bagian atas dibiarkan terbuka sedangkan ujung atas yang bagian lain ditutup dengan plastik polietilen

Ujung Atas

- Kabel NYAF disambung ke alat pH meter

Hasil

Ujung Bawah

- Dicuci dengan  $HNO_3$  (asam nitrat) 1:1
- Dibilas dengan alkohol 96%
- Dikeringkan

Badan Elektroda

### L.A.1.3.3 Pembuatan ESI Timbal Tipe Kawat Terlapis

#### Piopilit Teraktivasi

- Ditimbang komposisi bahan sesuai pada Tabel 3.1
- Ditimbang PVC dengan komposisi sesuai dengan Tabel 3.1
- Ditimbang Karbon aktif dengan komposisi sesuai dengan Tabel 3.1
- Ditimbang DOP dengan komposisi sesuai dengan Tabel 3.1

Campuran piopilit+PVC+Karbon aktif+DOP dalam berat membran 1 gram

- Ditambahkan pelarut THF dengan Perbandingan 1:2 (b/v)
- Dia duk dengan penga duk magnet selama 2-3 jam hingga seluruh komposisi membran tercampur dengan sempurna

Campuran membran

- Dilapiskan pada kawat Pt hingga ketebalan 0,3-0,5 mm

Pt bermembran

Pt bermembran

- dikeringkan diudara terbuka selama 30 menit
- Dipanaskan dalam oven pada temperatur 50°C selama 12 jam

ESI Timbal

#### L.A.1.3.4 Optimasi komposisi membran

Komposisi 1

Komposisi 2

Komposisi 3

ESI Timbal

- Direndam dalam larutan  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M dengan selama 50 menit
- Digunakan untuk mengukur potensial elektroda  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-8}$  M
- Dibuat grafik hubungan antara E(mV) terhadap  $-\log a_{Timbal}$

DATA

Komposisi Membran	Komposisi Bahan			
	Piropilit (%)	Karbon Aktif	PVC	DOP
1	49	3	16	32
2	32	3	16	49
3	16	3	16	65

#### L.A.1.3.5 Optimasi waktu perendaman ESI timbal

ESI Timbal pada komposisi optimum

- Direndam dalam larutan  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M dengan waktu perendaman 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 menit
- Digunakan untuk mengukur potensial elektroda  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-8}$  M
- Dibuat grafik hubungan antara  $E(mV)$  terhadap  $-\log a_{Timbal}$  dan ditentukan harga faktor Nernst nya

DATA

#### L.A.1.4 Uji Karakterisasi ESI Timbal

##### L.A.1.4.1 Faktor Nernst, Kisaran Konsentrasi Linear dan Batas Deteksi

$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-8}$  M

- diukur harga potensialnya dengan potensiometer
- dibuat gra fik hubungan antara E(mV) terha dap log  $a_{\text{Timbal}}$
- ditentukan harga faktor Nernst, Kisaran Konsentraasi dan batas deteksi

DATA

##### L.A.1.4.2 Waktu respon

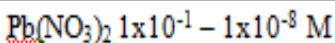
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $1 \times 10^{-1}$  –  $1 \times 10^{-8}$  M

- Diukur harga potensialnya dengan selang waktu 10 detik mulai 0 hingga 3 menit
- Dibuat gra fik hubungan antara E(mV) terha dap waktu (detik)

Harga potensial tetap



#### L.A.1.4.3 Usia Pemakaian



- Dilakukan pengukuran pada selang waktu tertentu (hari) dan dibuat grafik hubungan antara  $E(\text{mV})$  terhadap  $\log a_{\text{Timbal}}$  dan ditentukan faktor Nemstnya
- Dibuat grafik hubungan antara harga faktor Nemst terhadap waktu (hari)

DATA



## Lampiran B Perhitungan

### L.B.1.Perhitungan dan Pembuatan Larutan

#### L.B.1.1.Pembuatan Induk 1,5 M

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5M sebanyak 25mL dibuat dari padatan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan perhitungan massa yang dibutuhkan sebagai berikut:

#### Cara perhitungan :

$$\text{Mr } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 = 331,2 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{\text{massa}/\text{Mr}}{\text{volume}}$$
$$1,5 = \frac{\text{massa}/331,2}{0,025 \text{ L}}$$

$$\text{massa} = 12,42 \text{ gram}$$

$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ditimbang sebanyak 12,42 gram kemudian diencerkan dengan aquadest dalam 25 ml air.

#### L.B.1.2.Pembuatan Larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $10^{-1}$ - $10^{-8}$ M

Larutan induk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1,5 M diencerkan dengan aquadest dan ditanda bataskan dengan labu takar 25mL volume yang dibutuhkan sebagai berikut :

#### Cara Hitung

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-1}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$1,5M \cdot V_1 = 10^{-1}M \cdot 100\text{mL}$$

$$V_1 = 6,667\text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-2}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-1} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-2} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-3}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-2} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-3} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-4}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-3} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-4} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-5}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-4} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-5} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-6}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-5} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-6} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-7}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-6} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-7} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$

Pembuatan 100mL larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   $10^{-8}$  M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10^{-7} \text{M} \cdot V_1 = 10^{-8} \text{M} \cdot 100 \text{mL}$$

$$V_1 = 10 \text{mL}$$



### L.B.1.3 Perhitungan Komposisi Membran

Pembuatan membran memiliki perbandingan membran:THF yaitu 1:1,5 (%b/v) , komposisi dalam membran 1,2 dan 3 adalah 1 gram. Dengan perhitungan sebagai berikut :

Membran	Komposisi Bahan			
	Piropilit	PVC	Karbon Aktif	DOP
A	49%	16%	3%	32%
B	32%	16%	3%	49%
C	16%	16%	3%	65%

Perhitungan komposisi piropilit

$$\frac{49}{100} \times 1 = 0,49 \text{ gram}$$

$$\frac{32}{100} \times 1 = 0,32 \text{ gram}$$

$$\frac{16}{100} \times 1 = 0,16 \text{ gram}$$

Perhitungan komposisi DOP

$$\frac{32}{100} \times 1 = 0,32 \text{ gram}$$

$$\frac{49}{100} \times 1 = 0,49 \text{ gram}$$

$$\frac{65}{100} \times 1 = 0,65 \text{ gram}$$



## Lampiran C

## Data Hasil pengamatan

### L.C.1 Penentuan komposisi optimum membran ESI Timbal(II)

#### bermembran piropilit

**Tabel L.C.1** Penentuan komposisi optimum membran

Komposisi Membran	Komposisi Membran				Faktor Nernst	Batas Deteksi (M)
	Piropilit (% b/b)	Karbon Aktif (%b/b)	PVC (%b/b)	DOP (%b/b)		
1	49	3	16	32	29.33	$8.054 \times 10^{-6}$
2	32	3	16	49	26.77	$2.163 \times 10^{-4}$
3	16	3	16	65	24.37	$2.153 \times 10^{-4}$

**Tabel L.C.2 :** Harga potensial variasi komposisi membran 1(3 kali perulangan)

Log a Timbal	E (mV) ESI Timbal (II)			Rerata
	1	2	3	
-8	-274	-327	-261	-287.33
-7	-271	-325	-259	-285.00
-6	-267	-318	-252	-279.00
-5	-264	-313	-242	-273.00
-4	-236	-280	-212	-242.67
-3	-205	-256	-185	-215.33
-2	-179	-226	-155	-186.67
-1	-146	-194	-123	-154.33
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.3	29.2	29.5	29.33
R <sup>2</sup>	0.997	0.997	0.99	0.995
Rentang Konsentrasi	10 <sup>-5</sup> – 10 <sup>-1</sup> M			
Batas Deteksi	8.054 x10 <sup>-6</sup> M atau 1.669 ppm			
Simpangan Baku	0,153			
% Simpangan Baku	0.52%			

**Tabel L.C.3** Harga potensial variasi membran 2 (3 kali perulangan)

a Timbal	- Log a timbang	E (mV) ESI Timbal (II)			Rerata
		1	2	3	
$10^{-5}$	5	-285	-312	-327	-308
$10^{-4}$	4	-256	-284	-299	-279.67
$10^{-3}$	3	-231	-259	-273	-254.33
$10^{-2}$	2	-204	-231	-247	-227.33
$10^{-1}$	1	-176	-204	-221	-200.33
Faktor <i>Nernst</i> (mV/dekade)		27	26.9	26.4	26.77
$R^2$		0.999	0.997	0.999	0.998
Rentang Konsentrasi		$10^{-5} - 10^{-1}$ M			
Slop Rata-rata		26.77			
Batas Deteksi		$2.153 \times 10^{-4}$			
Simpangan Baku		0.321			
% Simpangan Baku		1.200 %			

**Tabel L.C.4** Harga potensial variasi membran 3 (3 kali perulangan)

a Timbal	- Log a timbang	E (mV) ESI Timbal (II)			Rerata
		1	2	3	
$10^{-5}$	5	-317	-297	-228	-280.67
$10^{-4}$	4	-288	-267	-205	-253.33
$10^{-3}$	3	-263	-244	-181	-229.33
$10^{-2}$	2	-239	-222	-158	-206.33
$10^{-1}$	1	-216	-199	-134	-182.33
Faktor <i>Nernst</i> (mV/dekade)		25.5	24.1	23.5	24.37
$R^2$		0.998	0.996	0.999	0.998
Rentang Konsentrasi		$10^{-5} - 10^{-1}$ M			
Slop Rata-rata		24.37			
Batas Deteksi		$2,154 \times 10^{-4}$			
Simpangan Baku		1.026			
% Simpangan Baku		4.211%			

**L.C.2 Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI Timbal (II) bermembran piropilit**

**Tabel L.C.5** Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI timbal (II) berbasis piropilit

(- Log a Timbal)	E (mV) ESI Timbal (II)							
	10 menit			Rerata	20 menit			Rerata
	1	2	3		1	2	3	
8	-355	-333	-349	-345.67	-374	-368	-348	-363.33
7	-337	-305	-329	-323.67	-321	-339	-319	-326.33
6	-300	-282	-277	-286.33	-296	-313	-299	-302.67
5	-278	-258	-250	-262	-271	-283	-270	-274.67
4	-265	-235	-231	-243.67	-246	-256	-245	-249
3	-238	-211	-202	-217.00	-220	-227	-219	-222.00
2	-222	-188	-171	-193.67	-194	-201	-193	-196.00
1	-199	-168	-133	-166.67	-168	-174	-167	-169.67
Faktor Nerns (mv)/dekade	20.1	22.7	29.4	24.07	25.8	27.3	25.8	26.30
R	0.990	0.999	0.986	0.992	0.999	0.999	0.999	0.999

Log a Timbal	E (mV) ESI Timbal (II)							
	30 menit			Rerata	40 menit			Rerata
	1	2	3		1	2	3	
8	-345	-357	-354	-352	-357	-349	-359	-355.00
7	-317	-302	-345	-321.33	-331	-313	-328	-324.00
6	-290	-277	-302	-289.67	-301	-280	-299	-293.33
5	-263	-264	-277	-268.00	-271	-262	-273	-268.67
4	-238	-240	-250	-242.67	-246	-234	-238	-239.33
3	-212	-211	-218	-213.67	-219	-208	-210	-212.33
2	-185	-183	-191	-186.33	-191	-178	-184	-184.33
1	-160	-145	-173	-159.33	-163	-154	-157	-158.00
Faktor Nerns (mv)/ dekade	25.9	29.5	26.7	27.37	27.1	27.2	28.6	27.63
R	0.999	0.993	0.991	0.994	0.999	0.999	0.996	0.998

(- Log a Timbal)	E (mV) ESI Timbal (II)							
	50 menit			Rerata	60 menit			Rerata
	1	2	3		1	2	3	
8	-274	-327	-261	-287.33	-370	-322	-385	-359
7	-271	-325	-259	-285.00	-363	-294	-352	-336.33
6	-267	-318	-252	-279.00	-333	-250	-322	-301.67
5	-264	-313	-242	-273.00	-310	-235	-303	-282.67
4	-236	-280	-212	-242.67	-289	-206	-266	-253.67
3	-205	-256	-185	-215.33	-267	-175	-239	-227.00
2	-179	-226	-155	-186.67	-243	-151	-212	-202.00
1	-146	-194	-123	-154.33	-200	-125	-183	-169.33
Faktor Nerns (mv)/ dekade	29.3	29.2	29.5	29.33	26.6	27.5	28.6	27.57
R	0.997	0.997	0.990	0.995	0.974	0.997	0.998	0.990



(- Log a Timbal)	E (mV) ESI Timbal (II)							
	70 menit			Rerata	80 menit			Rerata
	1	2	3		1	2	3	
8	-352	-364	-327	-347.67	-310	-361	-328	-333
7	-333	-342	-313	-329.33	-295	-352	-299	-315.33
6	-289	-327	-293	-303.00	-277	-333	-283	-297.67
5	-273	-296	-262	-277.00	-246	-315	-241	-267.33
4	-246	-274	-233	-251	-215	-286	-202	-234.33
3	-226	-255	-206	-229.00	-190	-265	-182	-212.33
2	-188	-228	-181	-199.00	-173	-237	-166	-192
1	-163	-210	-150	-174.33	-148	-208	-140	-165.33
Faktor Nerns (mv)/dekade	27.8	21.8	27.6	25.73	23.8	23.5	23.8	23.70
R	0.992	0.996	0.999	0.996	0.99	0.99	0.974	0.985

**Tabel L.C.6** Pengaruh perendaman terhadap harga faktor *Nernst* ESI Timbal (II)

Waktu Perendaman (menit)	Faktor <i>Nernst</i> (mV)/dekade	Harga R	Faktor <i>Nernst</i> Teoritis (mV)/dekade	Kemiripan data %
10	24.06	0.996	29.58	81.339
20	26.30	0.999	29.58	88.911
30	27.37	0.994	29.58	92.517
40	27.63	0.998	29.58	93.408
50*	29.33	0.999	29.58	99.155
60	27.57	0.990	29.58	93.194
70	25.73	0.996	29.58	86.984
80	23.70	0.985	29.58	80.122

### L.C.3 Karakterisasi ESI Timbal (II) berbasis piropilit

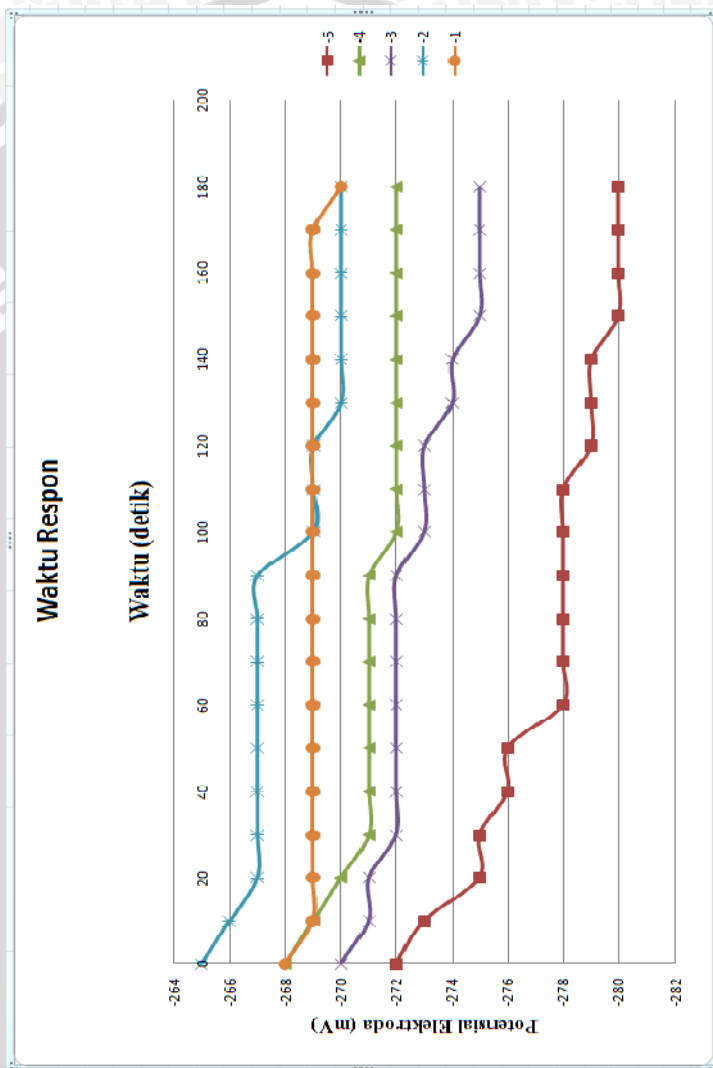
Log a Timbal	E (mV) ESI Timbal (II)			Rerata
	1	2	3	
-8	-274	-327	-261	-287.33
-7	-271	-325	-259	-285.00
-6	-267	-318	-252	-279.00
-5	-264	-313	-242	-273.00
-4	-236	-280	-212	-242.67
-3	-205	-256	-185	-215.33
-2	-179	-226	-155	-186.67
-1	-146	-194	-123	-154.33
Faktor <i>Nernst</i> (mV/dekade)	29.3	29.2	29.5	29.33
R <sup>2</sup>	0.997	0.997	0.99	0.995
Rentang Konsentrasi	10 <sup>-5</sup> – 10 <sup>-1</sup> M			
Batas Deteksi	8.054 x10 <sup>-6</sup> M atau 1.669 ppm			
Simpangan Baku	0,153			
% Simpangan Baku	0.52%			

### L.C.3.1 Penentuan Waktu Respon

Tabel L.C.7 Penentuan waktu respon

E (mV) ESI Timbal (II) Pada Waktu (s)	- log a <sub>Timbal</sub>				
	5	4	3	2	1
0	268	270	270	265	268
10	269	270	271	266	269
20	270	270	271	267	269
30	270	271	272	267	269
40	271	271	272	267	269
50	273	271	272	267	269
60	278	271	272	267	269
70	278	271	272	267	269
80	278	271	272	267	269
90	278	271	272	267	269
100	278	272	273	269	269
110	278	272	273	269	269
120	279	272	273	269	269
130	279	272	274	270	269
140	279	272	274	270	269
150	280	272	275	270	269
160	280	272	275	270	269
170	280	272	275	270	269
180	280	272	275	270	270

Gambar L.C.1 Grafik penentuan waktu respon



### L.C.3.2 Penentuan Usia Pemakaian

Tabel L.C.8 Penentuan Usia pemakaian

Waktu (hari)	Faktor Nernst percobaan	R	Faktor Nernst Teoritis (mV)/dekade	Selisih Faktor Nernstteoritis dan Percobaan
1	29.13	0.997	29.58	0.45
2	28.17	0.999	29.58	1.41
3	28.23	0.999	29.58	1.35
4	28.27	0.992	29.58	1.31
5	30.83	0.997	29.58	-1.25
6	28.63	0.998	29.58	0.95
7	27.67	0.998	29.58	1.91
8	29.2	0.998	29.58	0.38
9	28.33	0.999	29.58	1.25
10	29.4	0.999	29.58	0.18
15	27.67	0.998	29.58	1.91
20	27.3	0.997	29.58	2.28
25	27.43	0.999	29.58	2.15
30	26.47	0.996	29.58	3.11
35	24.27	0.997	29.58	5.31
40	22.3	0.996	29.58	7.28
45	21.77	0.996	29.58	7.81
50	19.67	0.991	29.58	9.91
52	20.33	0.997	29.58	9.25



## Lampiran D

### ANALISIS DATA

#### L.D.1 Perhitungan Standar Deviasi (SD) dan % SD

##### L.D.1.1 Variasi komposisi membran 1

$$\begin{aligned}SD &= \sqrt{\frac{\sum(xi-x)^2}{n-1}} \\&= \sqrt{\frac{(29,3-29,33)^2 + (29,2-29,33)^2 + (29,5-29,33)^2}{3-1}} \\&= \frac{\sqrt{0,0467}}{2} \\&= 0,153 \\% SD &= \frac{0,153}{FN \text{ rata-rata}} \times 100 \% \\&= \frac{0,153}{29,33} \times 100 \% \\&= 0,522 \%\end{aligned}$$

##### L.D.1.2 Variasi komposisi 2

$$\begin{aligned}SD &= \sqrt{\frac{\sum(xi-x)^2}{n-1}} \\&= \sqrt{\frac{(27-26,77)^2 + (26,9-26,77)^2 + (26,4-26,77)^2}{3-1}} \\&= \frac{\sqrt{0,2067}}{2}\end{aligned}$$

$$= 0,321$$

$$\% \text{ SD} = \frac{0,321}{FN \text{ rata-rata}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,321}{26,77} \times 100\%$$

$$= 1,199\%$$

### L.D.1.3 Variasi komposisi 3

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

$$= \sqrt{\frac{(25,5-24,36)^2 + (24,1-24,36)^2 + (23,5-24,36)^2}{3-1}}$$

$$= \frac{\sqrt{2,1068}}{2}$$

$$= 1,026$$

$$\% \text{ SD} = \frac{0,153}{FN \text{ rata-rata}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,153}{24,36} \times 100\%$$

$$= 4,212\%$$