

**Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe
Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy)*
*Thioacetimidate***

SKRIPSI

Oleh :

**SILZHA EKA PRASETYA IRAWAN
105090204111002**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

**Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe
Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy)*
*Thioacetimidate***

SKRIPSI

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

Oleh :

**SILZHA EKA PRASETYA IRAWAN
105090204111002**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate*

Oleh :
SILZHA EKA PRASETYA IRAWAN
105090204111002

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

Menyetujui,
Dosen Pembimbing I

Menyetujui,
Dosen Pembimbing II

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

Dr. Atikah, Apt., M.Si
NIP. 19570208 198601 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS
NIP. 19571227 198603 1 003

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Silzha Eka Prasetya Irawan

NIM : 105090204111002

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxy) Thioacetimidate*

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi 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 dikemudian 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, Agustus 2014

Yang menyatakan,

Silzha Eka Prasetya Irawan

NIM. 105090204111002

Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*. ESI timbal (II) yang telah dibuat merupakan tipe kawat terlapis yang menggunakan kawat platina (Pt) sebagai konduktor elektronik. Membran yang terlapis pada kawat mempunyai komposisi *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dengan perbandingan 17 : 17 : 66 (% b/b) yang dilarutkan dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan perbandingan 1 : 1,5 (b/v). Karakterisasi dasar ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang dipelajari meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang telah dibuat cukup *Nernstian* dengan harga faktor Nernst 29,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier $10^{-1} - 10^{-5}$ M, batas deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, waktu respon 60 detik dan usia pemakaian selama 73 hari.

Kata kunci : *Faktor Nernst, rentang konsentrasi, limit deteksi, waktu respon, usia pemakaian*

Characterization of Coated Wire Lead (II) Ion Selective Electrode (ISE) Based on *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

ABSTRACT

Characterization of coated wire lead (II) ion selective electrode (ISE) based on *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* have been investigated. ESI lead (II) which have been made is the type of coated wire that uses a platinum wire (Pt) as an electronic conductor. Membrane coated on the wire has a composition *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* as the active ingredient, polyvinylchloride (PVC) as the polymer matrix and dioktilfталat (DOP) as a plasticizer with a ratio 17 : 17: 66 (% w/w) which dissolved in the tetrahydrofuran (THF) with a ratio of 1: 1.5 (w/v). Basic characterization of ISE lead (II) coated wire were studied include the Nernst factor, linier concentration range, detection limit, respon time and life time. The results showed that coated wire lead (II) ion selective electrode (ISE) based on *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* showed Nernstian were character with Nernst factor of 29.2 mV/decade concentration, linear concentration range of $10^{-1} - 10^{-5}$ M, the detection limit of 1.185×10^{-5} M (2.453 ppm lead), response time of 60 seconds and life time for 73 days.

Keywords : *Nernst faktor, concentration range, detection limit, response time, life time*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas segala limpahan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul “Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxy) Thioacetimidate*”. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung selama pelaksanaan penelitian ini, yaitu kepada:

1. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan Dr. Atikah, Apt., M.Si selaku Dosen Pembimbing II atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dosen Penguji Seminar Proposal dan Seminar Kemajuan yaitu Dr. Hermin Sulistyarti serta Dosen Penguji Tugas Akhir atas segala telaah dan saran kepada penulis.
3. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya serta seluruh Dosen dan Karyawan Jurusan Kimia atas segala fasilitas dan bantuan yang diberikan kepada penulis.
4. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini.
5. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas segala doa dan dukungannya.

Penulis mengharapkan masukan, kritik dan saran yang membangun. Penulis juga berharap skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah wawasan bagi pembacanya.

Malang, Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
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
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Timbal	5
2.2 Elektroda Selektif Ion	5
2.3 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis	6
2.4 Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis	8
2.5 Membran Elektroda Selektif Ion	10
2.6 Komponen Penyusun Membran Selektif Ion	11
2.6.1 Bahan aktif membran <i>S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate</i>	11
2.6.2 Bahan pendukung membran polivinilklorida (PVC)	12
2.6.3 Pemlastis dioktilftalat (DOP)	13
2.6.4 Pelarut tetrahidrofuran (THF)	13
2.7 Karakterisasi Dasar Elektroda Selektif Ion	14
2.7.1 Faktor Nernst	14
2.7.2 Rentang konsentrasi linier	14
2.7.3 Batas deteksi	14
2.7.4 Waktu respon	15
2.7.5 Usia pemakaian	15

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	16
3.2.1 Alat penelitian	16
3.2.2 Bahan penelitian	16
3.3 Tahapan Penelitian	16
3.4 Prosedur Kerja	17
3.4.1 Preparasi larutan	17
3.4.2 Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-</i> <i>(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate</i>	17
3.4.3 Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-</i> <i>(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate</i>	18

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis <i>S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy)</i> <i>Thioacetimidate</i>	20
4.2 Karakterisasi ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis <i>S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy)</i> <i>Thioacetimidate</i>	21
4.2.1 Faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi	21
4.2.2 Waktu respon	23
4.2.3 Usia pemakaian	25

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	27
5.2 Saran	27

DAFTAR PUSTAKA	28
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	34
-----------------------	-----------

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Konstruksi ESI tipe kawat terlapis 7
Gambar 2.2	Skema pengukuran ESI tipe kawat terlapis 7
Gambar 2.3	Rangkaian pengukuran ESI 8
Gambar 2.4	Reaksi kesetimbangan kompleks pada antarmuka membran 10
Gambar 2.5	Rumus struktur <i>methomyl</i> 11
Gambar 2.6	Mekanisme tautomerisasi 12
Gambar 2.7	Rumus struktur polivinilklorida (PVC) 12
Gambar 2.8	Rumus struktur dioktilftalat (DOP) 13
Gambar 2.9	Rumus struktur tetrahidrofuran (THF) 14
Gambar 2.10	Kurva penentuan batas deteksi 15
Gambar 3.1	Konstruksi badan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate</i> 18
Gambar 4.1	Konstruksi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate</i> 20
Gambar 4.2	Kurva hubungan antara potensial (mV) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 21
Gambar 4.3	Kurva hubungan antara potensial (mV) terhadap waktu (detik) 23
Gambar 4.4	Kurva hubungan antara harga faktor Nernst terhadap waktu (hari) 25
Gambar C.1	Kurva penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi 41
Gambar C.2	Kurva penentuan waktu respon 43
Gambar C.3	Kurva penentuan usia pemakaian 43

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi	22
Tabel 4.2 Waktu respon ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimide</i>	24
Tabel C.1 Penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi	41
Tabel C.2 Penentuan waktu respon	42
Tabel C.3 Penentuan usia pemakaian	44



DAFTAR LAMPIRAN

		Halaman
Lampiran	A Metode Penelitian	34
Lampiran	A.1 Tahapan penelitian	34
Lampiran	A.2 Preparasi larutan	34
Lampiran	A.3 Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-</i> <i>(methylcarbamoyloxy) thioacetimide</i>	35
Lampiran	A.4 Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis <i>S-methyl N-</i> <i>(methylcarbamoyloxy) thioacetimide</i>	36
Lampiran	B Perhitungan dan Pembuatan Larutan	38
Lampiran	B.1 Pembuatan 25 mL larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M	38
Lampiran	B.2 Pembuatan larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-8}$ M	38
Lampiran	C Data Hasil Pengamatan	41
Lampiran	C.1 Faktor Nernst, rentang konsentrasi dan batas deteksi	41
Lampiran	C.2 Waktu respon	42
Lampiran	C.3 Usia pemakaian	43

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Timbal dengan lambang Pb atau sering disebut *Plumbum* banyak digunakan sebagai ion logam berat dalam pigmen cat, solder, baterai, pipa air, perisai radiasi, amunisi dan campuran bensin aditif. Namun, timbal merupakan salah satu polutan lingkungan beracun yang dapat terakumulasi dalam tanaman atau hewan dan menimbulkan resiko berat bagi kesehatan manusia [1,2]. Keracunan timbal dapat menyebabkan kerusakan pada otak, tulang, ginjal, hati, sistem saraf pusat, sistem kardiovaskuler, sistem kekebalan tubuh atau bahkan kematian. Sementara, keracunan timbal ringan menyebabkan kelahiran prematur, anemia dan sakit kepala. Selain itu, timbal dalam tubuh dapat terikat dalam gugus -SH dalam molekul protein yang dapat menyebabkan penghambatan pada aktivitas kerja sistem enzim [3-5].

Metode penentuan timbal secara kuantitatif dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom [6], spektrofotometri massa plasma induktif [7-9], spektrofotometri impedansi elektrokimia [10,11], voltametri [12-14] dan polarografi [15,16]. Namun, metode-metode tersebut umumnya relatif mahal, preparasi yang cukup rumit dan tidak dapat digunakan untuk analisa secara langsung di lapangan. Untuk mengatasi hal ini, dapat digunakan metode potensiometri berupa elektroda selektif ion (ESI) yang umum digunakan karena kesederhanaannya, sensitivitas dan selektivitas yang tinggi [17-19].

ESI merupakan suatu sensor elektrokimia yang secara selektif mampu mengukur aktivitas spesies ion tertentu. Metode ESI merupakan pengembangan dari metode potensiometri dan penerapannya juga telah banyak dilakukan. ESI dapat digunakan untuk analisa secara langsung dan cepat dari berbagai kation, anion beberapa gas dan polyion [19]. Metode ESI memiliki kelebihan yaitu mempunyai selektivitas dan sensitivitas yang tinggi sehingga pada umumnya tidak memerlukan proses pemisahan terlebih dahulu. Selain itu, ESI dalam pelaksanaan analisisnya cepat, mudah dan peralatan yang cukup sederhana sehingga cocok untuk analisis di lapangan.

ESI timbal (II) tipe kawat terlapis telah dikembangkan oleh Mahani [20] menggunakan piropilit sebagai bahan aktif membran dengan bahan pendukung polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer, karbon aktif dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dalam pelarut tetrahidrofuran (THF). Dari hasil *penelitian* tersebut, menunjukkan karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit memiliki harga faktor Nernst 29,33 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi $10^{-5} - 10^{-1}$ M, batas deteksi sebesar $8,054 \times 10^{-6}$ M atau setara dengan 1,669 ppm timbal, waktu respon yang dihasilkan 30 detik dan usia pemakaian selama 45 hari.

Selain ESI timbal (II) tipe kawat terlapis bermembran piropilit, sebelumnya juga telah dikembangkan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis bermembran zeolit [21] dan bermembran kitosan [22]. Dari penelitian tersebut, ESI timbal (II) bermembran zeolit menunjukkan harga faktor Nernst $29,06 \pm 0,33$ mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M, batas deteksi $3,96 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 10,692 ppm, waktu respon 30 detik dan usia pemakain sampai 65 hari. Sedangkan ESI timbal (II) bermembran kitosan menunjukkan harga faktor Nernst 29,1 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M, batas deteksi $1,9952 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 4,13 ppm, waktu respon 30 detik dan usia pemakaian sampai 70 hari.

Penelitian yang dilakukan oleh Gupta [23], menggunakan bahan aktif *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* pada penentuan Fe (III) menunjukkan harga faktor Nernst 21,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi $9,1 \times 10^{-6} - 1 \times 10^{-1}$ M, waktu respon 20 detik dan usia pemakaian selama 2 bulan. Mengacu dari penelitian tersebut yang memiliki nilai rentang konsentrasi yang lebih luas dan waktu respon lebih cepat serta usia pemakaian yang lebih lama, maka dalam penelitian ini digunakan *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif membran.

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan ESI timbal (II) dengan *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif dalam membran elektroda yang dapat digunakan untuk menganalisis adanya kandungan timbal. ESI tersebut mempunyai bahan pendukung membran meliputi polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dalam pelarut tetrahidrofuran (THF). Namun, ESI timbal

(II) ini belum bisa digunakan karena belum diketahui kinerjanya. Maka dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) yang meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

Bagaimanakah karakteristik dasar yang dihasilkan oleh ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini, yaitu:

1. Komponen penyusun membran yang digunakan adalah bahan aktif membran *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*, polimer PVC dan pemlastis DOP dengan perbandingan 17 : 17 : 66 (%^b/_b) dalam pelarut THF 1 : 1,5 (^b/_v).
2. Konsentrasi larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan dalam pengukuran adalah 1×10^{-8} , 1×10^{-7} , 1×10^{-6} , 1×10^{-5} , 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} dan 1×10^{-1} M.
3. Karakteristik dasar ESI timbal (II) tipe kawat terlapis meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan dan mempelajari karakteristik dasar ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang meliputi harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dihasilkannya ESI timbal (II) tipe kawat terlapis dengan bahan aktif membran *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang telah dikarakterisasi sehingga dapat digunakan sebagai metode penentuan kandungan timbal.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Timbal

Timbal merupakan logam berat dengan nomer atom 82 dalam tabel periodik memiliki berat atom 207,19 g/mol, titik leleh 327,5 °C dan titik didih 1515 °C pada tekanan atmosfer, bentuknya lunak dan berwarna abu-abu keperak-perakan. Timbal dengan lambang Pb atau sering disebut *Plumbum* memiliki bilangan oksidasi +2 dan +4. Timbal termasuk ke dalam unsur logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia [24].

Logam berat timbal merupakan unsur terbanyak di bumi dengan kelimpahan sebesar 52,3% dengan isotop 204, 206, 207 dan 208 [25]. Istilah logam berat digunakan pada timbal karena memiliki kerapatan yang tinggi yaitu 11,34 g/cm³, jauh lebih tinggi daripada kerapatan tertinggi bagi logam transisi pertama yaitu 8,92 g/cm³ untuk tembaga. Meskipun timbal bersifat lunak, timbal sangat rapuh dan mengkerut pada pendinginan, sulit larut dalam air dingin, air panas dan air asam. Timbal dapat larut dalam asam nitrit, asam asetat, dan asam sulfat pekat. Bentuk oksidasi dari timbal yang umum adalah timbal (II).

Timbal terlihat berkilau ketika baru dipotong, tetapi segera pudar ketika terjadi kontak dengan udara terbuka. Hal ini dikarenakan terjadi pembentukan lapisan timbal-oksida yang melapisi secara kuat sehingga mencegah terjadinya reaksi lanjut. Harga potensial elektroda timbal adalah -0,125 V. Kereaktifannya yang rendah dapat dikaitkan dengan *overvoltage* yang tinggi terhadap hidrogen. Jadi, timbal tidak dapat larut dalam asam sulfat encer dan asam klorida pekat [26].

2.2 Elektroda Selektif Ion

Elektroda selektif ion (ESI) adalah suatu sel setengah elektrokimia yang sensitif terhadap aktivitas ion larutan yang diukur dan ditandai dengan perubahan potensial secara reversibel [27]. ESI merupakan alat ukur yang cukup ideal karena kemampuannya untuk menentukan aktivitas dari ion tertentu dalam suatu larutan secara selektif, yang menggunakan membran selektif ion sebagai elemen

pengenal dengan melibatkan proses pertukaran ion dengan sisi aktif pada permukaan membran [28].

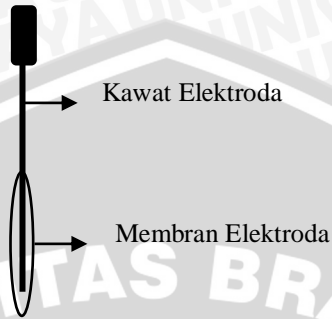
ESI terdiri dari membran sebagai komponen penting yang memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkan [29]. Berdasarkan membran yang digunakan sebagai sensor elektrokimia, ESI dapat dibagi menjadi elektroda gelas, elektroda bermembran cair, elektroda bermembran padat, elektroda gas dan elektroda enzim [29]. Adapun membran yang digunakan dalam sel elektrokimia dan berfungsi sebagai sensor ion tertentu disebut membran selektif ion [30].

ESI yang memiliki karakteristik optimal untuk suatu pengukuran analisis ditunjukkan oleh beberapa parameter antara lain [31]:

1. Sensitif, yang ditunjukkan oleh sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst yang sesuai teoritis yaitu sebesar 59,2 mV/dekade konsentrasi untuk ion monovalen dan 29,6 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen.
2. Memiliki rentang konsentrasi linier luas (10^{-1} hingga 10^{-6} M).
3. Limit deteksi rendah yaitu 10^{-6} M.
4. Waktu respon cepat yaitu kurang dari 1 menit.
5. Usia pemakaian lama yaitu sekitar 5 bulan.
6. Pembuatannya dapat diulang dengan baik dan mudah.
7. Dapat menunjukkan akurasi dan ketelitian tinggi (memberikan kesalahan $< 5\%$).

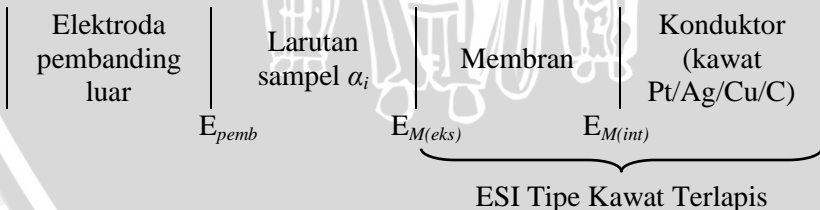
2.3 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis

ESI tipe kawat terlapis merupakan sebuah tipe ESI dengan bahan elektroaktif yang digabungkan dalam membran polimer tipis berpendukung secara langsung pada konduktor logam. ESI tipe kawat terlapis merupakan penyederhanaan dari konstruksi ESI tipe tabung. ESI tipe kawat terlapis mengganti sistem elektroda pembanding dalam pada ESI tipe tabung dengan menggunakan konduktor elektronik berupa konduktor logam yang pada umumnya berupa kawat platina, perak, tembaga, dan grafit. Gambar 2.1 merupakan konstruksi ESI tipe kawat terlapis [32].



Gambar 2.1 Konstruksi ESI tipe kawat terlapis

Kelebihan ESI tipe kawat terlapis antara lain memiliki harga yang relatif lebih murah, dapat digunakan sekali pakai (*disposable*), hanya membutuhkan volume sampel sedikit karena berukuran kecil (\varnothing 1-2 mm), memiliki konstruksi yang sederhana sehingga mudah dibuat, dapat digunakan dalam posisi miring yang sesuai digunakan untuk pengukuran *in vivo* dengan usia pemakaian lebih dari 6 bulan, dan kadang-kadang lebih baik jika dibandingkan dengan ESI tipe tabung meskipun karakteristiknya sama. Sedangkan kelemahan ESI tipe kawat terlapis antara lain selama pengukuran potensiometri menunjukkan harga potensial elektroda standar (E°) tidak tetap, dalam pembuatan membran ESI ada beberapa pelarut organik yang dapat melarutkan sebagian air sehingga dapat menimbulkan potensial asimetris (*drift potential*), sistem redoks yang terjadi pada antarmuka konduktor membran belum diketahui dan harganya tidak menentu [33]. Adapun skema pengukuran ion menggunakan ESI tipe kawat terlapis dapat dilihat pada Gambar 2.2 [34].



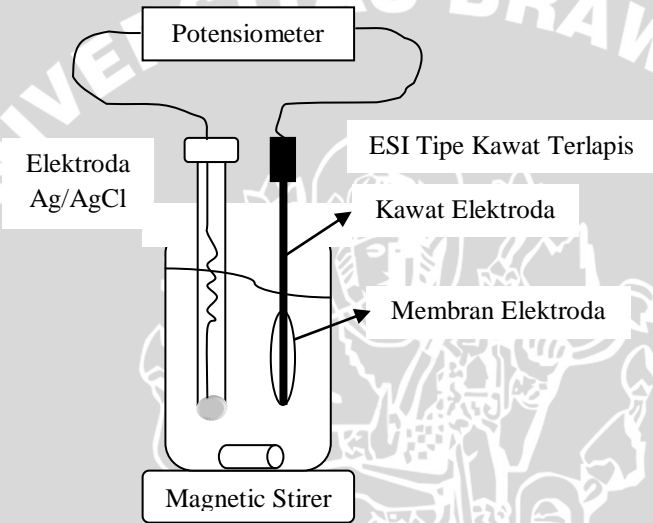
Gambar 2.2 Skema pengukuran ESI tipe kawat terlapis

2.4 Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis

Potensial suatu ESI ditentukan dengan menggunakan elektroda pembanding Ag/AgCl. Potensial yang terukur merupakan beda potensial antara ESI dengan elektroda pembanding Ag/AgCl, sehingga dapat dituliskan sebagai persamaan 2.1 [35]:

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

Skema pengukuran suatu larutan dengan menggunakan ESI dapat ditunjukkan pada Gambar 2.3 [36].



Gambar 2.3 Rangkaian pengukuran ESI

Pada ESI timbal (II) tipe kawat terlapis, kawat Pt menggantikan elektroda pembanding dalam pada ESI tipe tabung, bila potensial Ag/AgCl adalah E_{pemb} yang bernilai negatif, potensial Pt dengan permukaan dalam membran adalah $E_{M(int)}$ dan potensial permukaan membran dengan larutan cuplikan adalah $E_{M(eks)}$, maka persamaan Nernst dapat dituliskan sebagai persamaan 2.2.

$$E_{sel} = E_{M(int)} + E_{M(eks)} - E_{pemb} \quad (2.2)$$

Oleh karena $E_{M(int)}$ dan E_{pemb} bernilai tetap maka persamaan 2.2 dapat ditulis menjadi persamaan 2.3 dan 2.4.

$$E_{sel} = E_{M(eks)} \quad (2.3)$$

atau

$$E_{sel} = E^o + 2,303 \frac{RT}{nF} \log \alpha_{analit} \quad (2.4)$$

Dengan E_{sel} adalah beda potensial, E^o adalah potensial elektroda standar, R adalah konstanta gas ($8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$), T adalah temperatur dalam K, F adalah konstanta Faraday ($96.485 \text{ C mol}^{-1}$) dan n merupakan muatan dari ion. Oleh karena ion timbal merupakan divalen dengan jumlah muatannya adalah 2, maka dapat ditulis menjadi persamaan 2.5.

$$E_{sel} = E^o + 0,0296 \log \alpha_{analit} \quad (2.5)$$

Pada ESI yang diukur adalah aktivitas ion bukan konsentrasi ion dalam larutan. Aktivitas ion merupakan konsentrasi efektif ion. Aktivitas ion (α_i) dipengaruhi oleh koefisien aktivitas ion (γ_i) dalam larutan. Maka dapat ditulis persamaan 2.6.

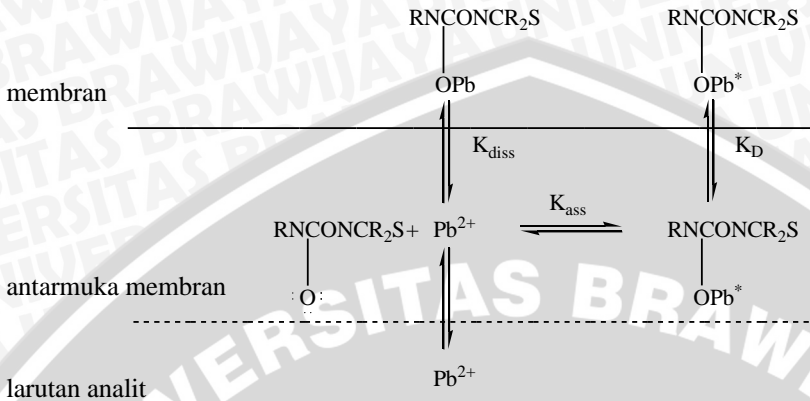
$$\alpha_i = \gamma_i C_i \quad (2.6)$$

Dalam larutan encer, aktivitas ion biasanya sebanding dengan konsentrasi ion karena koefisien aktivitas ion dalam larutan sama dengan satu. Sehingga dapat ditulis menjadi persamaan 2.7.

$$E_{sel} = E^o + 0,0296 \log [\text{analit}] \quad (2.7)$$

Saat digunakan dalam pengukuran, sisi luar dari membran ESI mengadakan kontak dengan larutan yang mengandung ion yang dianalisis dan bagian dalamnya kontak dengan larutan yang mempunyai aktifitas ion tetap yang mengadakan kontak dengan elektroda pembanding yang sesuai. Pada sisi-sisi luar membran yang bersentuhan langsung dengan larutan, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran larutan. Hal ini menyebabkan permukaan membran bermuatan positif sehingga anion-anion dari ion yang sejenis dari larutan bermigrasi menuju permukaan membran. Ion-ion tersebut saling menggantikan posisinya untuk berikatan dengan gugus tetap membran. Reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif membran ini akan berlangsung terus menerus hingga mencapai kesetimbangan elektrokimia. Kesetimbangan ini akan menghasilkan beda potensial pada antarmuka membran-larutan [27].

Reaksi pada antarmuka membran-larutan analit dapat dinyatakan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi kesetimbangan kompleks pada antarmuka membran

2.5 Membran Elektroda Selektif Ion

Membran adalah lapisan tipis dengan struktur planar khusus yang memisahkan dua larutan. Membran yang digunakan dalam konstruksi elektroda harus mempunyai sifat penghantar listrik yang baik. Sifat ini dipengaruhi oleh dua faktor yaitu porositas membran dan tinggi rendahnya kerapatan gugus aktif [29]. Pada umumnya hantaran listrik timbul karena adanya migrasi ion-ion. Agar suatu elektroda memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi terhadap kation dan anion maka membran selektif ion harus mempunyai kelarutan dalam larutan analit yang umumnya air adalah nol. Membran juga harus dapat bereaksi dengan ion-ion analit selektif berdasarkan tiga tipe mekanisme ikatan, yaitu pertukaran ion, kristalisasi dan kompleksasi [37].

Membran merupakan bagian terpenting dari ESI yang berfungsi memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkan. Membran ini merupakan media *transport* ion tertentu sehingga dapat ditukar secara spesifik [29]. Berdasarkan dari elektrokimianya, membran ESI dapat dibagi menjadi 3 macam, yaitu membran berpori, permselektif dan spesifik ion [29]. Berdasarkan jenis membran yang digunakan sebagai sensor kimia, dikenal beberapa macam ESI yaitu elektroda bermembran kaca, padatan dan cairan penukar ion, petunjuk gas dan enzim [31].

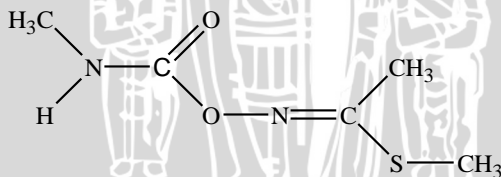
Sifat yang harus dimiliki oleh membran selektif ion agar ESI memiliki selektivitas yang baik terhadap ion yang tersensor antara lain sebagai berikut:

1. Bersifat hidrofobik dan mempunyai tetapan dielektrik yang tinggi.
2. Dapat menghantarkan listrik meskipun kecil yang ditimbulkan oleh migrasi ion-ion dan dapat dicapai dengan porositas rendah dan kerapatan muatan tinggi.
3. Dapat bereaksi dengan ion analit secara selektif melalui tiga tipe ikatan yaitu pertukaran ion, kristalisasi dan kompleksasi.
4. Bersifat lentur sehingga ion-ion didalamnya memiliki mobilitas tinggi dan dapat bermigrasi meskipun mobilitas bukan merupakan faktor utama dalam penentuan selektivitas ESI.
5. Stabil terhadap pH, larutan yang mengandung bahan organik dan oksidator.

2.6 Komponen Penyusun Membran Selektif Ion

2.6.1 Bahan aktif membran *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

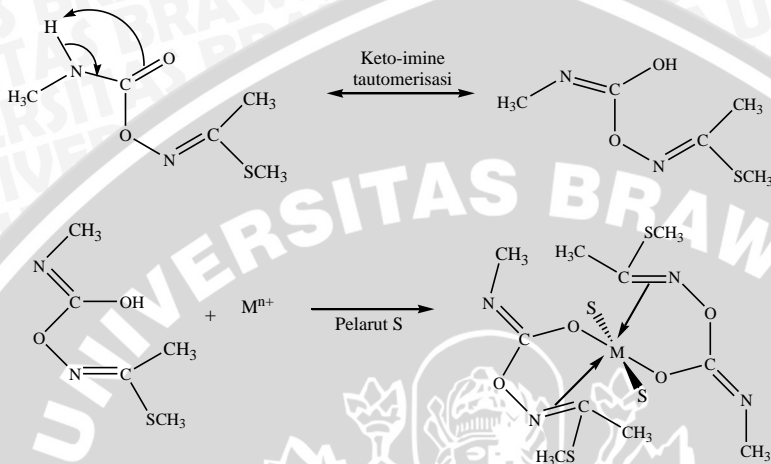
S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate atau sering disebut *methomyl* memiliki rumus molekul $C_5H_{10}N_2O_2S$ dengan berat molekul 162,2 g/mol, titik didih 78-79 °C. *Methomyl* murni berbentuk kristal berwarna putih dengan bau sedikit mirip belerang [38].



Gambar 2.5 Rumus struktur *methomyl*

Methomyl dipilih sebagai bahan aktif membran dalam pembuatan ESI tipe kawat berlapis karena dapat membentuk ikatan khelat stabil dengan ion logam. Khelat terbentuk karena kecenderungan senyawa untuk mengalami *tautomerisasi keto-imine*. Hidroksil oksigen terbentuk karena tautomerisasi dan karbon imin

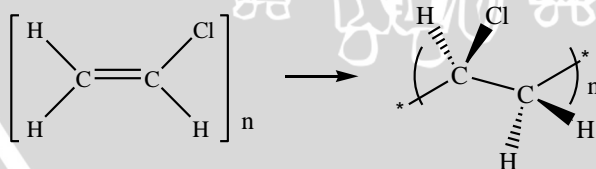
dalam *methomyl* dapat membentuk cincin enam khelat stabil, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6 [23].



Gambar 2.6 Mekanisme tautomerisasi

2.6.2 Bahan pendukung membran polivinilklorida (PVC)

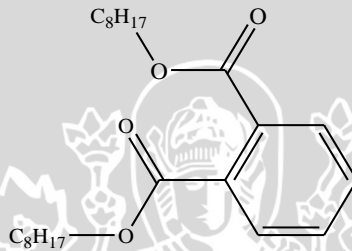
Bahan pendukung membran yang sering digunakan adalah polivinilklorida (PVC) karena bersifat kaku, kuat, tahan terhadap pelarut, stabil pada kondisi asam atau basa dan memiliki pori-pori yang berukuran kecil. PVC mempunyai temperatur transisi gelas (T_g) yang tinggi yaitu $80\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga diperlukan penambahan pemlastis yang berfungsi untuk menurunkan T_g dan menghasilkan membran yang lentur [39]. PVC berfungsi sebagai matriks polimer homogen yang akan membentuk sebuah fasa membran yang tidak larut di dalam air. Polimer ini memiliki derajat kristalinitas yang diperlukan oleh membran agar bersifat permeabel dan fleksibel [40].



Gambar 2.7 Rumus struktur polivinilklorida (PVC)

2.6.3 Pemlastis dioktilftalat (DOP)

Pada pembuatan membran selain ditambahkan bahan pendukung berupa PVC, juga dibutuhkan pemlastis berupa pelarut organik dengan titik didih tinggi yang ditambahkan pada polimer untuk meningkatkan fleksibilitas dari polimer tersebut sehingga membran menjadi tidak kaku atau lebih elastis. Pemlastis yang baik digunakan untuk membran ESI yakni harus dapat mempertahankan selektivitas dari membran serta tidak mudah menguap [41]. Oleh karena itu, dalam pembuatan membran selektif ion digunakan pemlastis berupa dioktilftalat (DOP).



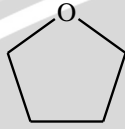
Gambar 2.8 Rumus struktur dioktilftalat (DOP)

DOP memiliki rumus molekul $C_{4}H_9(C_2H_5)C_2H_3-CO_2-C_6H_4-CO_2-C_2H_3(C_2H_5)C_4H_9$ dengan rumus strukturnya seperti pada Gambar 2.8. DOP merupakan diester aromatik berbentuk cairan berwarna jernih dengan rantai 2-etilheksanol, memiliki berat molekul 390,56 g/mol dan tidak larut dalam air [39]. Pemlastis ini merupakan senyawa hidrokarbon rantai panjang yang bersifat hidrofob sehingga dapat menjadikan membran bersifat hidrofobik. Dengan demikian akan diperoleh membran yang stabil dalam waktu yang lama [29]. Selain itu, penambahan DOP yang dapat menurunkan nilai Tg dari PVC hingga di bawah suhu kamar sehingga dapat menghasilkan membran yang mampu menghantarkan arus listrik dan memungkinkan terjadinya mobilitas ion-ion.

2.6.4 Pelarut tetrahidrofuran (THF)

Tetrahidrofuran (THF) merupakan senyawa organik heterosiklik dengan rumus molekul $(CH_2)_4O$. Pelarut THF berupa cairan bening yang memiliki viskositas rendah dan berbau khas seperti dietileter, serta memiliki titik didih sebesar 66 °C. Dengan

kepolarannya yang sedang, THF dapat melarutkan berbagai senyawa polar maupun non polar [42].



Gambar 2.9 Rumus struktur tetrahidrofuran (THF)

2.7 Karakterisasi Dasar Elektroda Selektif Ion

2.7.1 Faktor Nernst

Kepekaan pengukuran elektroda terhadap suatu ion tertentu dapat dilihat dari harga faktor Nernst. Harga faktor Nernst ditentukan dengan cara membuat kurva hubungan potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log$ aktivitas ion, dimana aktivitas ion sebanding dengan konsentrasi larutan. Harga faktor Nernst ditunjukkan oleh besarnya kemiringan garis dari kurva tersebut. Harga faktor Nernst teoritis adalah $2,303 RT/nF$. Jika nilai $R = 8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$, $F = 96.485 \text{ C mol}^{-1}$ pada temperatur 298 K maka harga faktor Nernst adalah 59,2 mV/dekade konsentrasi untuk monovalen dan 29,6 mV/dekade konsentrasi untuk divalen. Harga faktor Nernst elektroda yang semakin mendekati harga faktor Nernst teoritis maka kepekaan elektroda akan semakin tinggi [31].

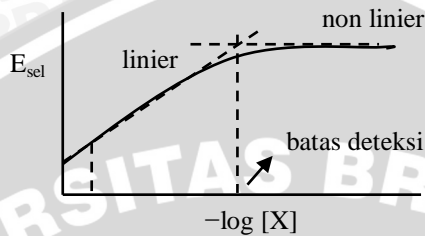
2.7.2 Rentang konsentrasi linier

Rentang konsentrasi linier merupakan rentang konsentrasi dimana kurva hubungan potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log$ konsentrasi masih memberikan garis linier sehingga masih memenuhi persamaan Nernst [31]. Suatu elektroda yang baik diharapkan memiliki rentang konsentrasi yang luas [43].

2.7.3 Batas deteksi

Batas deteksi menunjukkan batas konsentrasi terendah yang dapat direspon oleh elektroda. Batas deteksi ditentukan dengan kurva hubungan potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log$ konsentrasi pada daerah linier (memenuhi persamaan Nernst) dan non linier (diluar persamaan Nernst). Titik potong antara kedua daerah tersebut

merupakan batas deteksi elektroda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10 [44].



Gambar 2.10 Kurva penentuan batas deteksi

2.7.4 Waktu respon

Waktu respon elektroda merupakan waktu yang diperlukan elektroda merespon suatu ion, mulai dari awal dicelupkan dalam larutan hingga diperoleh potensial sel yang konstan. Semakin cepat suatu elektroda memberikan potensial sel yang konstan, semakin baik elektroda tersebut [44].

2.7.5 Usia pemakaian

Usia pemakaian adalah berapa lama ESI masih mempunyai karakteristik yang hampir sama dengan saat ESI tersebut dinyatakan *Nernstian*. Usia pemakaian ditentukan dengan mengukur harga faktor Nernst setiap selang waktu tertentu (hari/minggu), jika harga faktor Nernst menyimpang jauh dari harga karakteristik ESI maka ESI tidak layak digunakan untuk pengukuran. Usia pemakaian ESI sangat tergantung pada sifat mekanik membran, dimana sifat mekanik ini dipengaruhi oleh kelenturan membran, daya tahan membran terhadap senyawa organik, zat oksidator dan pH larutan yang diukur [45].

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya pada bulan Februari hingga Juli 2014.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain potensiometer (pH meter) Schott Gerate model CG820, elektroda pembanding Ag/AgCl, neraca analitik merek Adventurer model AR2130, oven Memmert U30, pengaduk magnet, *motor rotary* serta peralatan gelas dan plastik yang lazim digunakan di laboratorium kimia.

3.2.2 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* hasil isolasi dari insektisida DuPont Lannate[®] 40 SP, dioktilftalat (DOP) (Sigma), polivinilklorida (PVC) (Sigma), tetrahidrofuran (THF), batang plastik polietilen, kawat Pt (panjang 5 cm dan diameter 0,5 mm), kabel NYAF, jek banana, padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan prinsip potensiometri dengan cara mengukur potensial larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan menggunakan elektroda pembanding Ag/AgCl. Adapun tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pembuatan larutan
 - a. Pembuatan larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M
 - b. Pembuatan larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-8}$ M
2. Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*
 - a. Pembuatan badan elektroda
 - b. Pembuatan membran ESI timbal (II)

- c. Pelapisan membran pada badan elektroda
3. Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*
 - a. Faktor Nernst dan rentang konsentrasi linier
 - b. Batas deteksi
 - c. Waktu respon
 - d. Usia pemakaian

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi larutan

3.4.1.1 Pembuatan larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M dibuat dari padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (BM = 331,2 g/mol) sebanyak 12,420 gram yang dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 25 mL.

3.4.1.2 Pembuatan larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} – 1×10^{-8} M

Larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} M dibuat dari padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebanyak 0,828 gram yang dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 25 mL. Untuk konsentrasi larutan yang lebih rendah digunakan cara pengenceran bertingkat.

3.4.2 Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

3.4.2.1 Pembuatan badan elektroda

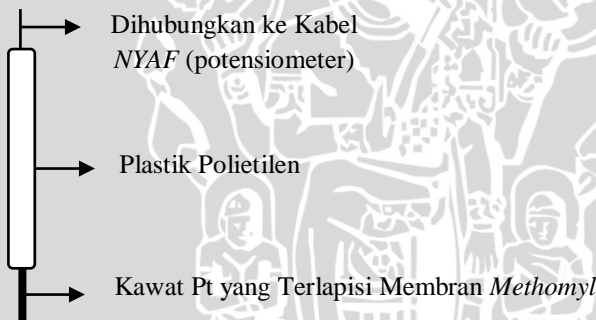
Badan elektroda dibuat dari kawat platina (Pt) dengan panjang 5 cm dan diameter 0,5 mm. Pada salah satu ujungnya sepanjang 1,5 cm dibiarkan terbuka dan ujung lainnya ditutup dengan plastik polietilen. Ujung sebelah atas kawat disambung dengan kabel NYAF dan jek banana sebagai penghubung ESI ke potensiometer (pH meter), sedangkan ujung bawahnya dibersihkan dengan merendamnya dalam HNO_3 pekat selama satu menit. Selanjutnya dibilas dengan akuades dan dikeringkan dengan etanol 96 %.

3.4.2.2 Pembuatan membran ESI timbal (II) tipe kawat terlapis

Membran ESI timbal (II) dibuat dengan mencampurkan *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*, polivinilklorida (PVC) dan dioktilftalat (DOP) dengan perbandingan 1 : 1,5 (%), dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam sampai diperoleh larutan homogen dan bebas gelembung udara.

3.4.2.3 Pelapisan membran pada badan elektroda

Campuran membran yang telah dibuat dilapiskan pada ujung kawat Pt (platina) yang sebelumnya telah dicuci dengan cara mencelupkan dalam larutan membran hingga kawat tertutupi oleh membran. Membran dikeringkan dalam udara terbuka selama 30 menit dan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 12 jam dan didinginkan. Sebelum digunakan ESI dipraktekan dalam larutan $Pb(NO_3)_2$ 1,5 M selama 12 jam. Potensial larutan ditentukan dengan menggunakan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembandingan.



Gambar 3.1 Konstruksi badan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

3.4.3 Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

3.4.3.1 Faktor Nernst dan rentang konsentrasi linier

Penentuan harga faktor Nernst dilakukan dengan cara mengukur potensial yang dihasilkan oleh ESI timbal (II) pada variasi konsentrasi larutan uji $Pb(NO_3)_2$ 1×10^{-8} , 1×10^{-7} , 1×10^{-6} , 1×10^{-5} , 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} dan 1×10^{-1} M. Dalam pengukuran potensial

larutan analit digunakan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Pembacaan potensial dilakukan saat alat menunjukkan potensial yang konstan. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$. Kurva yang diperoleh merupakan garis lurus pada kisaran konsentrasi tertentu dengan kemiringan sebesar $-2,303 \text{ RT/nF}$ yang merupakan harga faktor Nernst. Rentang konsentrasi linier ditunjukkan oleh garis lurus pada kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$.

3.4.3.2 Batas deteksi

Batas deteksi dari ESI timbal (II) diperoleh dari perpotongan garis singgung pada fungsi garis lurus dengan garis melengkung dari kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$. Selanjutnya perpotongan kedua garis singgung tersebut ditarik ke bawah hingga diperoleh garis yang tegak terhadap sumbu x. Dari garis tersebut dapat diketahui konsentrasi batas deteksi dari ESI timbal (II).

3.4.3.3 Waktu respon

Waktu respon dari ESI timbal (II) dilakukan dengan cara mengukur potensial yang dihasilkan oleh ESI timbal (II) pada variasi konsentrasi larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-8} , 1×10^{-7} , 1×10^{-6} , 1×10^{-5} , 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} dan 1×10^{-1} M dengan setiap konsentrasi diukur potensialnya pada selang waktu 10 detik selama tiga menit hingga menunjukkan harga potensial yang konstan.

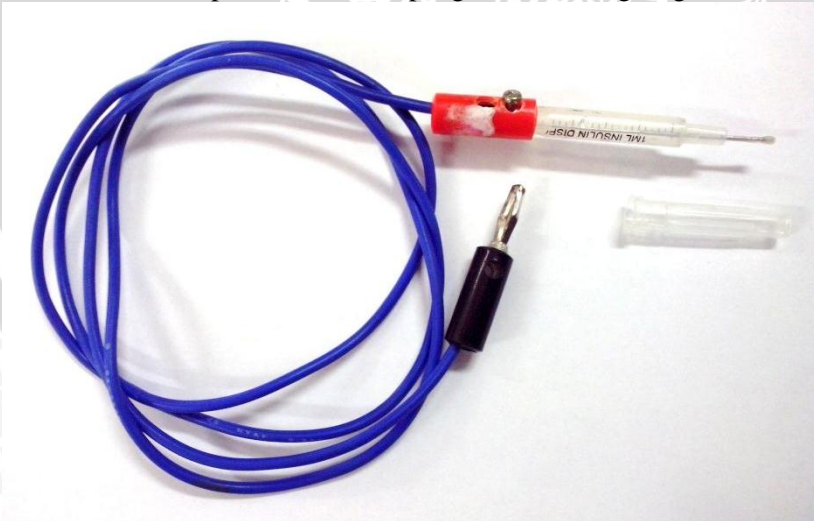
3.4.3.4 Usia pemakaian

Penentuan usia pemakaian dari ESI timbal (II) dilakukan dengan cara mengukur potensial yang dihasilkan oleh ESI timbal (II) pada variasi konsentrasi larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-8} , 1×10^{-7} , 1×10^{-6} , 1×10^{-5} , 1×10^{-4} , 1×10^{-3} , 1×10^{-2} dan 1×10^{-1} M pada selang waktu tertentu (hari/minggu) setiap hari untuk 10 hari pertama dan setiap 3 hari untuk hari-hari selanjutnya. Semakin jauh penyimpangan dari harga faktor Nernst teoritis yaitu 29,6 mV/dekade konsentrasi, maka elektroda tersebut sudah tidak dapat digunakan lagi.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate*

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan ESI timbal (II) dengan *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif membran elektroda. Komposisi membran terdiri dari *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dengan perbandingan 17 : 17 : 66 (% b/v). Ketiga komponen dilarutkan dengan pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan perbandingan 1 : 1,5 (b/v) kemudian diaduk selama tiga jam agar terbentuk suatu membran cair yang akan dilapiskan pada kawat platina (Pt). Kawat tersebut kemudian dirangkai seperti pada Gambar 4.1 kemudian dihubungkan dengan potensiometer sebagai elektroda kerja yang secara selektif mendeteksi adanya ion timbal. ESI timbal (II) tipe kawat terlapis ini memiliki konstruksi yang sederhana sehingga sesuai untuk analisis di laboratorium maupun analisis di lapangan secara langsung.

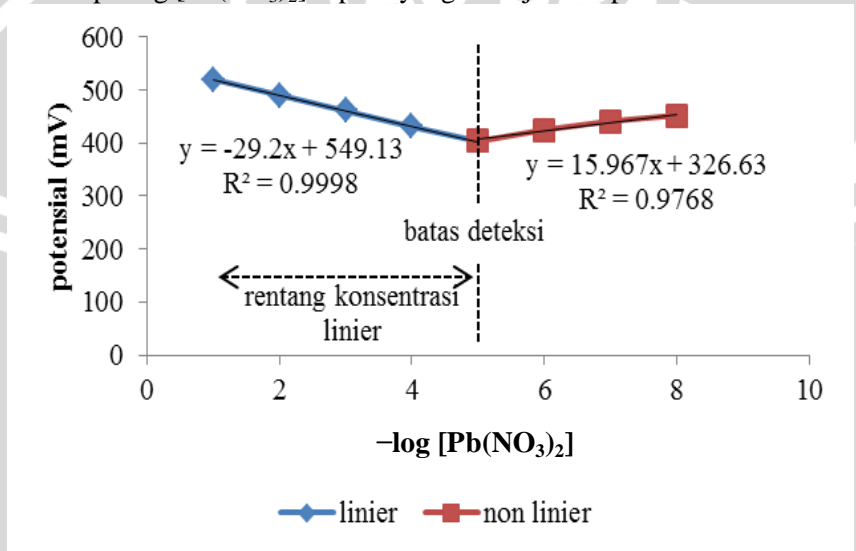


Gambar 4.1 Konstruksi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate*

4.2 Karakterisasi ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

4.2.1 Faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi

Kepekaan dari suatu elektroda terhadap ion timbal dapat dilihat dari harga faktor Nernst. Dimana harga faktor Nernst dapat diperoleh dengan membuat kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [Pb(NO_3)_2]$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva hubungan antara potensial (mV) terhadap $-\log [Pb(NO_3)_2]$

Suatu ESI dikatakan baik jika harga faktor Nernst yang diperoleh mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 29,6 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen, memiliki batas deteksi yang rendah dan memiliki rentang konsentrasi linier yang lebar. Harga potensial ESI timbal (II) tipe kawat berlapis untuk penentuan harga faktor Nernst disajikan dalam Tabel 4.1 yang kemudian diplotkan dalam kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [Pb(NO_3)_2]$ sehingga didapatkan Gambar 4.2.

Tabel 4.1 Penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi

[Pb(NO ₃) ₂]	p[Pb(NO ₃) ₂]	Potensial (mV)			
		1	2	3	rata-rata
10 ⁻⁸ M	8	448	453	454	451,67
10 ⁻⁷ M	7	436	442	445	441
10 ⁻⁶ M	6	423	425	428	425,33
10 ⁻⁵ M	5	399	405	407	403,67
10 ⁻⁴ M	4	426	432	436	431,33
10 ⁻³ M	3	459	463	464	462
10 ⁻² M	2	487	491	494	490,67
10 ⁻¹ M	1	515	521	524	520
Faktor Nernst		29,3	29,1	29,2	29,2
R ²		0,9991	0,9996	0,9998	0,9995
Rentang konsentrasi linier		10 ⁻¹ – 10 ⁻⁵ M			
Faktor Nernst rata-rata		29,2 mV/dekade konsentrasi			
Batas deteksi		1,185x10 ⁻⁵ M (2,453 ppm)			

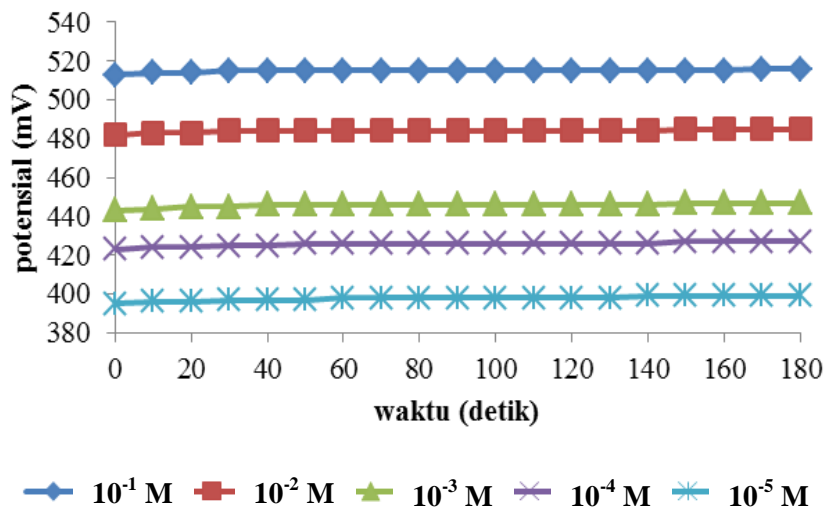
Berdasarkan data dalam Tabel 4.1 dan Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa harga faktor Nernst yang dihasilkan telah mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 29,2 mV/dekade konsentrasi dengan nilai regresi (R²) yang mendekati 1 yaitu 0,9995. Dimana rentang konsentrasi linier yang diperoleh yaitu 10⁻¹ – 10⁻⁵ M. Batas deteksi ESI timbal (II) yang telah dibuat adalah sebesar 1,185x10⁻⁵ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal. Batas deteksi ini diperoleh dari perpotongan garis antara garis linier dan non linier dari kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap -log [Pb(NO₃)₂]. Sehingga ESI timbal (II) ini dapat digunakan untuk mengukur ambang batas timbal sebesar 2,453 ppm. Cara menentukan batas deteksi dan rentang konsentrasi linier ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Berdasarkan data tersebut, ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang telah dikarakterisasi memiliki sensitivitas cukup tinggi yang ditunjukkan oleh sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst yang mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 29,2 mV/dekade konsentrasi. Hal ini menunjukkan bahwa membran ESI timbal (II) telah membentuk fasa homogen, bersifat hidrofob, memiliki tetapan dielektrik yang tinggi dan bersifat fleksibel sehingga proses

pertukaran ion pada daerah antar muka membran akan semakin mudah dan cepat. Hal inilah yang menyebabkan potensial dapat terukur dengan baik dan menghasilkan membran ESI yang bersifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst sebesar 29,2 mV/dekade konsentrasi.

4.2.2 Waktu respon

Waktu respon elektroda merupakan waktu yang diperlukan elektroda untuk merespon suatu ion, mulai awal dicelupkan dalam larutan hingga diperoleh potensial sel tetap. Semakin cepat suatu elektroda memberikan respon potensial tetap, semakin baik elektroda tersebut [44]. Penentuan waktu respon dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara waktu pengukuran terhadap potensial sel (E_{sel}) yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan dirangkum dalam Tabel 4.2. Data selengkapnya ditunjukkan pada Tabel C.2.



Gambar 4.3 Kurva hubungan antara potensial (mV) terhadap waktu (detik)

Tabel 4.2 Waktu respon ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimide*

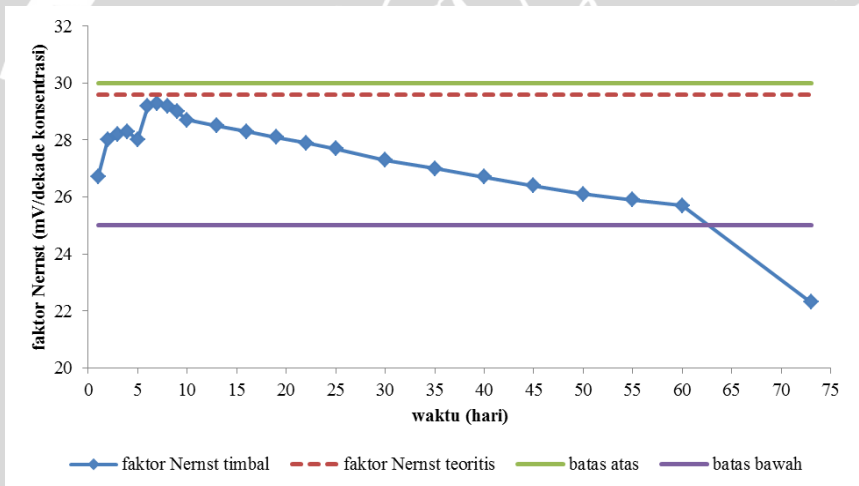
[Pb(NO ₃) ₂]	p[Pb(NO ₃) ₂]	Waktu respon (detik)
10 ⁻⁵ M	5	60*
10 ⁻⁴ M	4	50
10 ⁻³ M	3	40
10 ⁻² M	2	30
10 ⁻¹ M	1	30

Berdasarkan Gambar 4.3 dan Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa waktu respon dari ESI timbal (II) pada konsentrasi 10⁻⁵ M adalah sebesar 60 detik yang merupakan waktu respon dari konsentrasi linier terendah. Pada pengukuran larutan analit konsentrasi 10⁻⁴ M waktu respon ESI timbal (II) adalah sebesar 50 detik. Pada pengukuran larutan analit konsentrasi 10⁻³ M waktu respon ESI timbal (II) adalah sebesar 40 detik. Sedangkan waktu respon pada pengukuran larutan analit konsentrasi 10⁻² dan 10⁻¹ M adalah sebesar 30 detik. Hal ini menunjukkan bahwa ESI timbal (II) yang telah dibuat memiliki waktu respon 60 detik. Pemilihan waktu respon ini diambil saat potensial yang muncul memiliki potensial tetap dan memiliki keberulangan kemunculan potensial. Selain itu potensial yang dihasilkan setelah waktu tersebut tidak terjadi perubahan harga potensial yang berarti.

Berdasarkan data tersebut dapat diketahui bahwa waktu respon sangat dipengaruhi oleh konsentrasi larutan yang diukur yaitu semakin tinggi konsentrasi larutan maka semakin cepat waktu responnya. Hal ini terjadi karena saat dilakukan pengukuran akan terjadi proses pertukaran ion timbal dalam larutan analit ke lapisan antar muka membran dan begitu juga sebaliknya. Proses tersebut akan berlangsung secara terus-menerus hingga tercapai kesetimbangan. Kesetimbangan inilah yang menyebabkan munculnya beda potensial antar muka atau potensial membran dan saat telah terjadi proses kesetimbangan ini, maka potensial yang terukur akan menjadi tetap. Waktu respon berhubungan dengan kinetika reaksi pertukaran ion. Konsentrasi berbanding lurus dengan kecepatan reaksi. Jadi, semakin besar konsentrasi dari suatu larutan analit, maka semakin cepat reaksi kesetimbangan pertukaran ion timbal pada daerah antar muka membran analit yang terbentuk.

4.2.3 Usia pemakaian

Usia pemakaian digunakan untuk mengetahui berapa lama ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* masih dapat digunakan untuk mengukur konsentrasi timbal. Usia pemakaian ESI timbal (II) yang telah dibuat ditentukan dengan mengukur harga faktor Nernst setiap selang waktu tertentu (hari) yaitu setiap hari untuk 10 hari pertama, setelah itu setiap 3 hari hingga hari ke 25 dan setiap 5 hari untuk hari berikutnya dan dilakukan selama 73 hari. Jika harga faktor Nernst menyimpang jauh dari harga karakteristik ESI maka ESI timbal (II) yang telah dibuat tersebut tidak layak untuk digunakan dalam pengukuran. Berikut adalah hasil pengukuran harga faktor Nernst dari ESI timbal (II) selama 73 hari yang disajikan dalam Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Kurva hubungan antara harga faktor Nernst terhadap waktu (hari)

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa ESI timbal (II) yang telah dibuat masih tidak menyimpang terlalu jauh dari harga faktor Nernst teoritis (29,6 mV/dekade konsentrasi) dan masih berada dalam harga faktor Nernst yang diperbolehkan (25-30 mV/dekade konsentrasi) hingga pengukuran pada hari ke 60. Stabilitas ESI yang dihasilkan dipengaruhi oleh sifat membran yang digunakan. Pada pembuatan ESI timbal (II), penambahan DOP

sebagai sebagai pemlastis dapat menurunkan temperatur transisi gelas (T_g) dari PVC sebagai matriks polimer, sehingga membran menjadi lentur dan kelarutan bahan aktif dalam air semakin dapat ditahan sehingga semakin kecil kemungkinan keluarnya bahan aktif dari membran. Hal ini menyebabkan membran dapat digunakan dalam waktu yang lama. Pada pengukuran hari ke 73, sensitivitas ESI timbal (II) mengalami penurunan yang ditunjukkan dari harga faktor Nernst yang diperoleh (22,3 mV/dekade konsentrasi, $R^2 = 0,9591$) telah menyimpang dari rentang harga faktor Nernst yang diperbolehkan. Namun ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* masih dapat digunakan karena harga R^2 masih mendekati 1 yang menunjukkan bahwa korelasi data satu dengan yang lain tidak ditemukan penyimpangan. Penurunan sensitivitas ESI timbal (II) terjadi karena homogenitas membran menurun akibat kurang hidrofobisitas salah satu komponen penyusun membran yang menyebabkan menurunkan sensitivitas dari ESI. Selain itu, setelah ESI terlalu lama kontak dengan air, memungkinkan air terjebak di dalam membran. Hal ini menyebabkan membran semakin jenuh dan jumlah air dalam membran melebihi kebutuhan membran untuk proses disosiasi yang mengakibatkan membran mengalami *swelling* sehingga proses disosiasi pada daerah antar muka membran semakin lemah karena terhalang oleh adanya air. Hal ini menyebabkan homogenitas membran dan sensitivitas ESI akan menurun.

BAB V PENUTUP

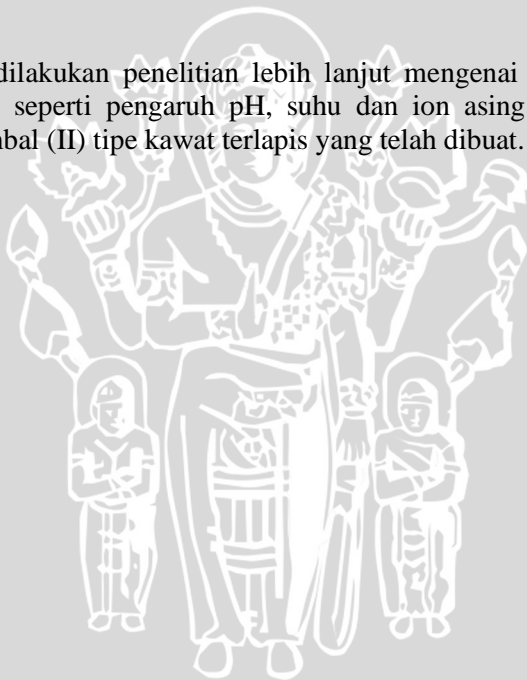
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

Elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* memiliki karakteristik dengan harga faktor Nernst 29,2 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier $10^{-1} - 10^{-5}$ M, batas deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, waktu respon 60 detik dan usia pemakaian selama 73 hari.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh parameter lain seperti pengaruh pH, suhu dan ion asing terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang telah dibuat.



DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Liew, R.A. Goyer, M.P. Waalkes, 2008, **Toxic Effect of Metals**, C.D. Klaassen, *Casarett and Doull's Toxicology: The Basic Science of Poisons*, The Mc Graw-Hill Companies Inc, New York.
- [2] Y.W. Fen, W.M. Mat Yunus, Z.A. Talib, 2013, **Analysis of Pb(II) Ion Sensing by Crosslinked Chitosan Thin Film Using Surface Plasmon Resonance Spectroscopy**, *Optik – International Journal for Light and Electron Optics*, 124, 126-133.
- [3] R.A. Goyer, 1990, **Lead Toxicity: From Overt to Subclinical to Subtle Health Effects**, *Environmental Health Perspectives*, 86, 177-181.
- [4] H.C. Gonick, J.R. Behari, 2002, **Is Lead Exposure the Principal Cause of Essential Hypertension?**, *Medical Hypotheses*, 59(3), 239-246.
- [5] R.R. Dietert, J.E. Lee, I. Hussain, M. Piepenbrink, 2004, **Developmental Immunotoxicology of Lead**, *Toxicology and Applied Pharmacology*, 198, 86-94.
- [6] D.I. Bannon, J.J. Chisolm, 2001, **Anodic Stripping Voltammetry Compared with Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry for Blood Lead Analysis**, *Clinical Chemistry*, 47, 1703-1704.
- [7] K.H. Lee, M. Oshima, S. Motomizu, 2002, **Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometric Determination of Heavy Metals in Sea-water Samples After Pre-treatment with a Chelating Resin Disk by On-line Flow Injection Method**, *Analyst*, 127, 769-774.

- [8] K. Kobayashi, Y. Katsuya, R. Abdulah, H. Koyama, 2007, **Rapid and Direct Determination of Selenium, Copper, and Zinc in Blood Plasma by Flow Injection-inductively Couples Plasma-mass Spectrometry**, *Biological Trace Element Research*, 115, 87-93.
- [9] S. Manea, R. Luca, M. Prodana, 2008, **Application of Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometry to Investigate the Presence of Trace Metals in Human Tooth**, *European Cells and Materials*, 16, 10.
- [10] B.Y. Chang, S.M. Park, 2010, **Electrochemical Impedance Spectroscopy**, *Annual Review of Analytical Chemistry*, 3, 207-229.
- [11] M.J. Ju, K. Hayashi, K. Toko, D.H. Yang, S.W. Lee, T. Kunitake, 2005, **A New Electrochemical Sensor for Heavy-metal Ions by The Surface-polarization Controlling Method**, *Solid State Sensors Actuators and Microsystems*, 2, 1876-1879.
- [12] G. Liu, Y. Lin, Y. Tu, Z. Ren, 2005, **Ultrasensitive Voltammetric Detection of Trace Heavy Metal Ions Using Carbon Nanotube Nanoelectrode Array**, *Analyst*, 130, 1098-1101.
- [13] A. Zeng, E. Liu, S.N. Tan, S.Zhang, J. Gao, 2002, **Stripping Voltammetric Analysis of Heavy Metals at Nitrogen Doped Diamond-like Carbon Film Electrodes**, *Electroanalysis*, 14, 1294-1298.
- [14] V. Tvarozek, V. Rehacek, K. Shtereva, I. Novotny, V. Breternitz, C. Knedlik, L. Spiess, 2004, **Thin Film Voltammetric Microsensor for Heavy Metal Analysis**, *Microelectronics*, 1, 189-191.

- [15] R. Kalvoda, 1987, **Polarographic Determination of Adsorbable Molecules**, *Pure Application Chemistry*, 59, 715-722.
- [16] S. Koçak, Ö. Tokuşoğlu, Ş. Aycan, 2005, **Some Heavy and Trace Essential Detection in Canned Vegetable Foodstuffs by Differential Pulse Polarography (DPP)**, *Electronic Journal of Environmental Agriculture and Food Chemistry*, 4, 871-878.
- [17] E. Bakker, D. Diamond, A. Lewenstam, E. Pretsch, 1998, **Ion Sensors: Current Limits and New Trends**, *Analytica Chimica Acta*, 393, 11-18.
- [18] P. Bühlmann, E. Pretsch, E. Bakker, 1998, **Carrier-based Ion-selective Electrodes and Bulk Optodes II: Ionophores for Potentiometric and Optical Sensors**, *Chemical Reviews*, 98, 1593-1687.
- [19] R.D. Johnson, L.G. Bachas, 2003, **Ionophore-based Ion-selective Potentiometric and Optical Sensors**, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 376, 328-341.
- [20] Mahani D., 2013, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [21] Bagus S., 2010, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Membran Berbahan Aktif Zeolit Berpendukung Polymer**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [22] Wiwin R.K., 2011, **Pembuatan dan Karakterisasi Pb²⁺ Tipe Kawat Terlapis Bermembran Kitosan**, *Tesis Pasca Sarjana*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

- [23] V.K. Gupta, B. Sethi, N. Upadhyay, S. Kumar, R. Singh, 2011, **Iron (III) Selective Electrode Based on S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate as a Sensing Material**, *International Journal of Electrochemical Science*, 6, 650-663.
- [24] Palar H., 1994, **Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat**, Rineka Cipta, Jakarta.
- [25] H. Béarat, M.J. McKelvy, A.V.G. Chizmeshya, R. Sharma, R.W. Carpenter, 2002, **Magnesium Hydroxide Dehydroxylation Carbonation Reaction Processes: Implications for Carbon Dioxide Mineral Sequestration**, *Journal of The American Ceramic Society*, 85, 742-748.
- [26] Widowati W., 2008, **Efek Toksik Logam, Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran**, Andi, Yogyakarta.
- [27] Bailey P.L., 1976, **Analysis with Ion-selective Electrodes**, Heyden and Sons, New York.
- [28] Williard H.H., Linne L.M., Frank A.S., John A.D., 1988, **Instrumental Methods of Analysis**, 7th Edition, Wadsworth Publishing Company, California.
- [29] Laksminarayanaiah N., 1976, **Membrane Electroda**, Academic Press, London.
- [30] Mulder M., 1996, **Basic Principles of Membrane Technology**, Kluwer Academic Publisher, Dordrecht.
- [31] D.M. Pranita, M. Telting-diaz, M.E. Meyerhoff, R.R. Schroeder, 1992, **Potentiometric Ion Gas and Bio Selective Membrane Electrodes**, *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 23, 163-186.

- [32] Wygladacs K., 2005, **Solid-states Sensors**, *Warsaw University of Technology, Departemen of Analytical Chemistry, Poland*, <http://csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/solid>, tanggal akses 13 Maret 2014.
- [33] Atikah, 2005, **Fenomena Transport Ion Nitrat pada Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis Membran Polivinilklorida dengan Aliquat 336-nitrat**, *Disertasi Doktor 2005*, PhD Theses from JBPTITBPP/2007-03-08 15:09:31.
- [34] IUPAC, 1997, **General Term Relevant to Ion-selective Electrode**, *IUPAC Compendium of Chemical Technology*, <http://www.iupac.org/Cha08sec321.pdf>, tanggal akses 13 Maret 2014.
- [35] Lynde S.A., 1997, **Environmental Sampling and Monitoring**, <http://cwr.cee.vt.edu/environmental/teach/smprimer/ise/ise.html>, tanggal akses 13 Maret 2014.
- [36] Brian M., 1997, **Ion Selective Electrodes: Measurement Considerations**, <http://elchem.kaist.ac.kr/vt/chemed/echem/ise.html>, tanggal akses 13 Maret 2014.
- [37] Skoog D.A., et al. 1983, **Ion Exchange Membranes**, *Ellis Horwood Limited Publishers*, 361.
- [38] A.R. Van Scoy, M. Yue, X. Deng, R.S. Tjerrdema, 2013, **Environmental Fate and Toxicology of Methomyl**, *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*, 222, 93-109.
- [39] Sax N.I., Lewis R.J., 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Van Nostrand Reinhold, New York.

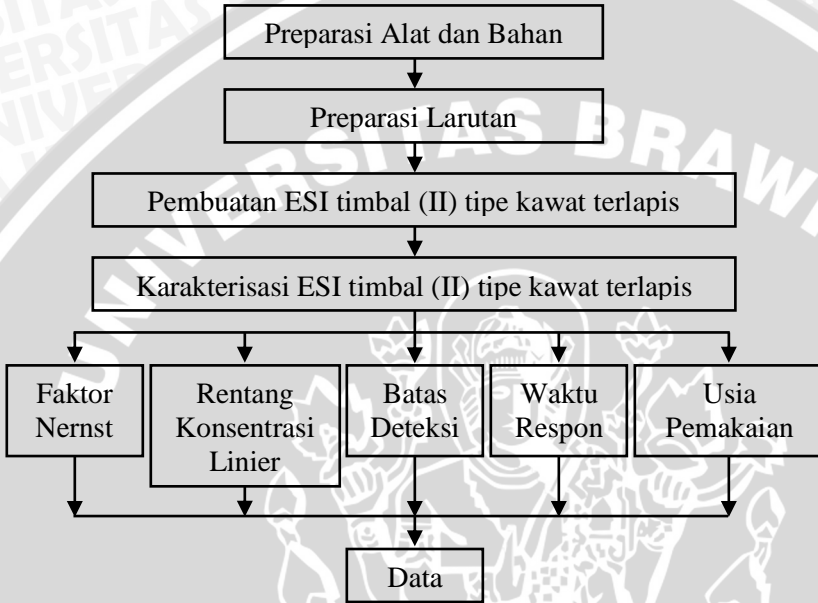
- [40] Kesting R.E., 1985, **Synthetic Polymer Membranes, a Structural Electrodes**, 2nd Edition, John Willey and Sons, New York.
- [41] Vesely J., S. Karel, 1978, **Analysis With Ion Selective Electrodes**, John Willey and Sons, New York.
- [42] Loudon G.M., 2002, **Organic Chemistry**, 4th Edition, Oxford University Press, New York.
- [43] Wang J., 1994, **Analytical Electrochemistry**, VCH Publishers Inc, New York.
- [44] Evans, 1991, **Potentiometry and Ion Selective Electrodes**, John Willey and Sons, New York.
- [45] Atikah, 1994, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Nitrat Tipe Kawat Terlapis**, *Tesis Pasca Sarjana*, ITB, Bandung.



LAMPIRAN

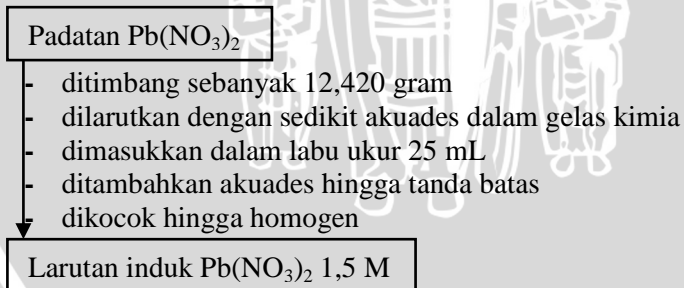
Lampiran A Metode Penelitian

A.1 Tahapan penelitian



A.2 Preparasi larutan

A.2.1 Pembuatan larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M



A.2.2 Pembuatan larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} – 1×10^{-8} M

Padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

- ditimbang sebanyak 0,828 gram
- dilarutkan dengan sedikit akuades dalam gelas kimia
- dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

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

- dipipet 2,5 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

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

A.3 Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*

A.3.1 Pembuatan badan elektroda

Kawat Pt

- dicuci dengan HNO_3 pekat, akuades dan etanol 96 %
- ujung bawah dibiarkan terbuka, bagian ujung lainnya ditutup dengan plastik polietilen kemudian disambung dengan kabel NYAF dan jek banana yang dapat terhubung dengan potensiometer

Badan elektroda

A.3.2 Pembuatan membran ESI timbal (II)

Methomyl, PVC dan DOP 17 : 17 : 66 (% b/b)

- dilarutkan dalam pelarut THF dengan perbandingan 1 : 1,5 (b/v)
- diaduk selama 3 jam

Larutan membran

A.3.3 Pelapisan membran pada badan elektroda

Larutan membran

- dilapiskan pada kawat Pt
- dikeringkan di udara terbuka selama 30 menit
- dipanaskan dalam oven pada suhu 50 °C selama 12 jam
- didinginkan

ESI timbal (II) tipe kawat terlapis

A.4 Karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxy) thioacetimidate*

A.4.1 Faktor Nernst, rentang konsentrasi dan batas deteksi

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

- diukur harga potensial dengan ESI timbal (II) yang telah dibuat
- dibuat kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) terhadap $-\log [\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$
- dihitung harga faktor Nernst
- ditentukan rentang konsentrasi linier
- ditentukan batas deteksi

Data

A.4.2 Waktu respon

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

- diukur dengan selang waktu 10 detik selama tiga menit

Data

A.4.3 Usia pemakaian

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

dilakukan pengukuran potensial pada selang waktu tertentu (hari/minggu) setiap hari untuk 10 hari pertama dan setiap 3 hari untuk hari-hari selanjutnya

Data

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran B Perhitungan dan Pembuatan Larutan

B.1 Pembuatan 25 mL larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M

- mol $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ = $M \times V$
= $1,5 \text{ mol/L} \times 0,025 \text{ L}$
= $0,0375 \text{ mol}$
- massa $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ = mol \times Mr $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
= $0,0375 \text{ mol} \times 331,2 \text{ g/mol}$
= $12,420 \text{ g}$

Padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang diperlukan sebesar 12,420 gram. Sehingga 12,420 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dilarutkan dalam 25 mL akuades maka diperoleh larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M.

B.2 Pembuatan larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} – 1×10^{-8} M

B.2.1 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} M

- mol $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ = $M \times V$
= $0,1 \text{ mol/L} \times 0,025 \text{ L}$
= $0,0025 \text{ mol}$
- massa $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ = mol \times Mr $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
= $0,0025 \text{ mol} \times 331,2 \text{ g/mol}$
= $0,828 \text{ g}$

Padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang diperlukan sebesar 0,828 gram. Sehingga 0,828 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dilarutkan dalam 25 mL akuades maka diperoleh larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} M.

B.2.2 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-2} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-1} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-2} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-1} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.3 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-3} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-2} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-3} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-2} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.4 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-4} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-3} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-4} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-3} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.5 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-5} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-4} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-5} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-4} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.6 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-6} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-5} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-6} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-5} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.7 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-7} M

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-6} \text{ M} &= 25 \text{ mL} \times 10^{-7} \text{ M} \\V_1 &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-6} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.2.8 Pembuatan 25 mL larutan uji $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-8} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-7} \text{ M} = 25 \text{ mL} \times 10^{-8} \text{ M}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Dipipet 2,5 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-7} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

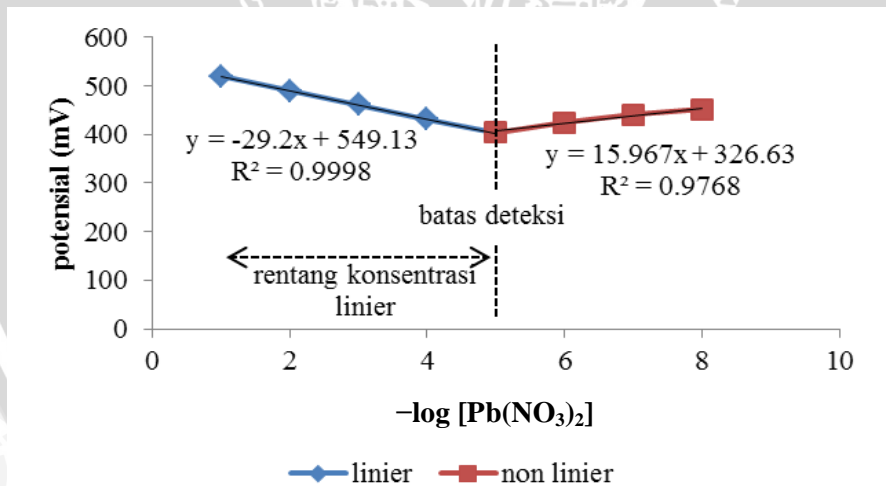


Lampiran C Data Hasil Pengamatan

C.1 Faktor Nernst, rentang konsentrasi dan batas deteksi

Tabel C.1 Penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi

[Pb(NO ₃) ₂]	p[Pb(NO ₃) ₂]	Potensial (mV)			
		1	2	3	rata-rata
10 ⁻⁸ M	8	448	453	454	451,67
10 ⁻⁷ M	7	436	442	445	441
10 ⁻⁶ M	6	423	425	428	425,33
10 ⁻⁵ M	5	399	405	407	403,67
10 ⁻⁴ M	4	426	432	436	431,33
10 ⁻³ M	3	459	463	464	462
10 ⁻² M	2	487	491	494	490,67
10 ⁻¹ M	1	515	521	524	520
Faktor Nernst		29,3	29,1	29,2	29,2
R ²		0,9991	0,9996	0,9998	0,9995
Rentang konsentrasi linier		10 ⁻¹ – 10 ⁻⁵ M			
Faktor Nernst rata-rata		29,2 mV/dekade konsentrasi			
Batas deteksi		1,185x10 ⁻⁵ M (2,453 ppm)			

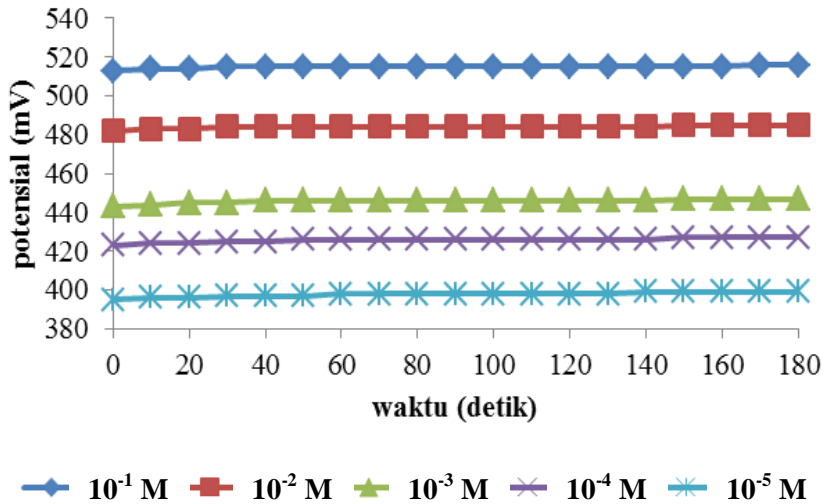


Gambar C.1 Kurva penentuan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier dan batas deteksi

C.2 Waktu respon

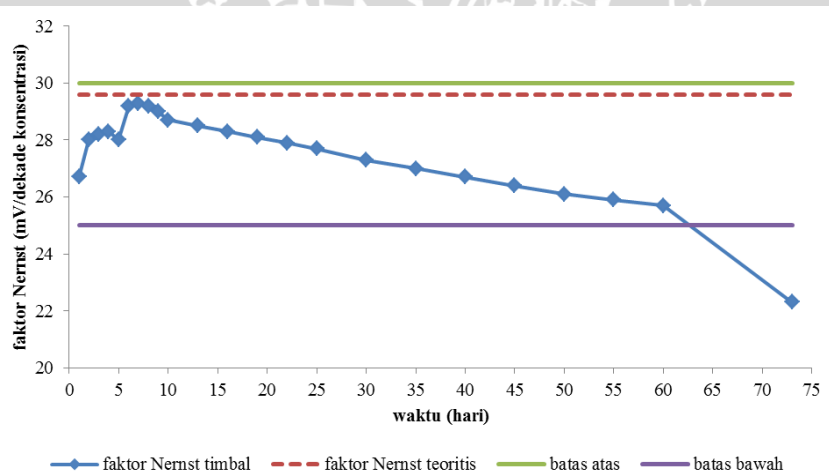
Tabel C.2 Penentuan waktu respon

Waktu (s)	Potensial (mV)				
	10^{-1} M	10^{-2} M	10^{-3} M	10^{-4} M	10^{-5} M
0	513	482	443	423	395
10	514	483	444	424	396
20	514	483	445	424	396
30	515	484	445	425	397
40	515	484	446	425	397
50	515	484	446	426	397
60	515	484	446	426	398
70	515	484	446	426	398
80	515	484	446	426	398
90	515	484	446	426	398
100	515	484	446	426	398
110	515	484	446	426	398
120	515	484	446	426	398
130	515	484	446	426	398
140	515	484	446	426	399
150	515	485	447	427	399
160	515	485	447	427	399
170	516	485	447	427	399
180	516	485	447	427	399



Gambar C.2 Kurva penentuan waktu respon

C.3 Usia pemakaian



Gambar C.3 Kurva penentuan usia pemakaian

Tabel C.3 Penentuan usia pemakaian

Waktu (hari)	Harga faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	Regresi
1	26,7	0,9530
2	28,0	0,9866
3	28,2	0,9836
4	28,3	0,9998
5	28,0	0,9958
6	29,2	0,9991
7	29,3	0,9998
8	29,2	0,9987
9	29,0	0,9994
10	28,7	0,9993
13	28,5	0,9926
16	28,3	0,9960
19	28,1	0,9986
22	27,9	0,9988
25	27,7	0,9958
30	27,3	0,9956
35	27,0	0,9903
40	26,7	0,9968
45	26,4	0,9884
50	26,1	0,9871
55	25,9	0,9973
60	25,7	0,9961
73	22,3	0,9591