

**Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja
Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat
Terlapis
Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate***

SKRIPSI

Oleh :

**ILHAM KRISDARMAWAN PUTRA
105090200111006**



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

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda
Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis
*S-Methyl N-(Methylcarbamoxy) Thioacetimide***

SKRIPSI

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

oleh :

ILHAM KRISDARMAWAN PUTRA

105090200111006



JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2014

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja
Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat
Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy)*
*Thioacetimidate***

Oleh :

ILHAM KRISDARMAWAN PUTRA

105090200111006

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

Pembimbing I

Pembimbing II

**Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si
NIP. 19770752003122001**

**Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 196405291988022001**

**Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Edi Priyo Utomo, M.S.
NIP. 195712271986031003**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : **ILHAM KRISDARMAWAN
PUTRA**

NIM : **105090200111006**

Jurusan : **Kimia**

Penulis Skripsi Berjudul :

**Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda
Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis
*S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate***

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya saya sendiri, dan bukan plagiat dari karya orang lain. Karya-karya yang tercantum dalam Daftar Pustaka skripsi ini, semata-mata digunakan sebagai acuan/referensi.
2. Apabila kemudian hari diketahui bahwa isi skripsi saya merupakan hasil plagiat, maka saya bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 7 Agustus 2014

Yang menyatakan,

ILHAM KRISDARMAWAN PUTRA

NIM. 105090200111006

Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

ABSTRAK

Elektroda Selektif Ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai zat pemlatis dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) yang telah dikembangkan. ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang telah dibuat menunjukkan slope Nernstian sebesar 29,26 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier 10^{-5} – 10^{-1} M, dengan limit deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, dan waktu respon 60 detik. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*. Pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja ESI timbal (II) ditentukan dengan pengukuran respon potensial larutan timbal (II) dengan menggunakan buffer asetat pada pH 2 - 8 dan temperatur pada suhu 20 - 50 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* optimum pada pH 7 dan tidak dipengaruhi oleh temperatur 20 - 50 °C.

Kata Kunci: faktor Nernst, pH, temperatur, potensiometri

The Effects of pH and Temperature On Performance Ion Selective Electrode (ISE) Lead (II) Based Coated Wire Type *S-Methyl N-(Methylcarbamoxy) Thioacetimidate*

ABSTRACT

Ion Selective Electrode (ESI) lead (II) based coated wire type *S-methyl N-(methylcarbamoxy) thioacetimidate* as the ionofor, polyvinylchloride (PVC) as the polymer matrix and dioktilftalat (DOP) as plasticizer inside solution Tetrahydrofuran (THF) have been developed. ESI lead (II) coated wire type which have been made show Nernstian slope of 29,26 mV/decade of concentration, linear concentration range of $10^{-5} - 10^{-1}$ M, with a detection limit of 1.185×10^{-5} M or equal to 2,453 ppm of lead, and a response time of 60 seconds. The purpose of this research is to study the effect of pH and temperature on the performance (ESI) lead (II) based coated wire type *S-methyl N-(methylcarbamoxy) thioacetimidate*. Effect of pH and temperature on the performance of ESI lead (II) was determined by measuring the potential response of lead (II) solution using acetate buffer at pH 2-8 and temperature of 20-50 °C. The results showed that the performance of ESI lead (II) based coated wire type *S-methyl N-(methlcarbamoxy) thioacetimidate* optimum at pH 7 and was not influenced by the temperature of 20-50 °C.

Keywords: Nernst factor, pH, temperature, potentiometric

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan kepada Allah SWT, atas segala limpahan karunianya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul “Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*”. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan 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. Ucapan terima kasih saya sampaikan kepada :

1. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing I dan Dr. Hermin Sulistyarti selaku Dosen Pembimbing II, atas segala pengarahan, perhatian, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr.rer.nat Rachmat Triandi Tjahjanto,S.Si.,M.Si selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
3. Dr. Edi Priyo Utomo, M.S., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya serta seluruh Dosen dan Staf Pengajar untuk segala bantuan yang diberikan.
4. Kedua orang tua, nenek, dan saudara-saudara yang selalu mengiringi penulis dengan doa dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
5. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga bermanfaat bagi kita.

Malang,7 Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI | ii |
| LEMBAR PERNYATAAN | iii |
| ABSTRAK | iv |
| ABSTRACT | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | vii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN | xii |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah..... | 3 |
| 1.3 Batasan Masalah..... | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.5 Manfaat Penelitian..... | 4 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Timbal..... | 5 |
| 2.2 Elektroda Selektif Ion (ESI)..... | 6 |
| 2.3 ESI Tipe Kawat Terlapis..... | 7 |
| 2.4 Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis.... | 8 |
| 2.5 Membran ESI..... | 10 |
| 2.6 Mekanisme Reaksi Kesetimbangan Ion Pada Membran..... | 11 |
| 2.7 Komposisi Membran Selektif Ion | |
| 2.7.1 <i>S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy)</i> <i>Thioacetimidate</i> | 12 |
| 2.7.2 Polivinil Klorida (PVC)..... | 13 |
| 2.7.3 Dioktilftalat (DOP)..... | 14 |
| 2.7.4 Tetrahidrofuran (THF)..... | 16 |

| | |
|--------------------------------|----|
| 2.8 Kinerja ESI..... | 16 |
| 2.8.1 Pengaruh pH..... | 16 |
| 2.8.2 Pengaruh Temperatur..... | 17 |

BAB III METODE PENELITIAN

| | |
|--|----|
| 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian..... | 19 |
| 3.2 Alat dan Bahan Penelitian | |
| 3.2.1 Alat Penelitian..... | 19 |
| 3.2.2 Bahan Penelitian..... | 19 |
| 3.3 Tahapan Penelitian..... | 19 |
| 3.4 Metode Kerja | |
| 3.4.1 Preparasi Larutan | |
| 3.4.1.1 Pembuatan Larutan Induk $Pb(NO_3)_2$ 1,5 M..... | 20 |
| 3.4.1.2 Pembuatan Larutan $Pb(NO_3)_2$ dengan variasi konsentrasi $1 \times 10^{-8} - 1 \times 10^{-1}$ M.... | 20 |
| 3.4.1.3 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8..... | 20 |
| 3.4.1.4 Pembuatan Larutan $Pb(NO_3)_2$ 10^{-5} - 10^{-1} Pada pH 2-8..... | 21 |
| 3.4.2 Pengukuran Larutan | |
| 3.4.2.1 Pengukuran Potensial ESI Timbal (II) pada pH 2-8..... | 21 |
| 3.4.1.4 Pengukuran Temperatur..... | 22 |

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

| | |
|---|----|
| 4.1 Pengaruh pH Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis <i>S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy)</i> <i>Thioacetimidate</i> | 23 |
| 4.2 Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis <i>S-Methyl-N (Methylcarbamoxyloxy)</i> <i>Thioacetimidate</i> | 26 |

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

| | |
|---------------------|----|
| 5.1 Kesimpulan..... | 28 |
| 5.2 Saran..... | 28 |

| | |
|-----------------------------|----|
| DAFTAR PUSTAKA | 29 |
|-----------------------------|----|

| | |
|-----------------------|----|
| LAMPIRAN | 35 |
|-----------------------|----|

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 2.1 | ESI tipe kawat terlapis..... | 7 |
| Gambar 2.2 | Skema pengukuran ESI tipe kawat terlapis..... | 8 |
| Gambar 2.3 | Skema pengukuran ESI..... | 9 |
| Gambar 2.4 | Mekanisme pertukaran ion..... | 12 |
| Gambar 2.5 | Struktur senyawa <i>S-methyl-N</i> (<i>methylcarbamoxyloxy</i>) <i>thioacetimidate</i> | 13 |
| Gambar 2.6 | Skema dari ionofor <i>S-methyl-N</i> (<i>methylcarbamoxyloxy</i>) <i>thioacetimidate</i> membentuk senyawa kompleks dengan logam Pb^{2+} | 13 |
| Gambar 2.7 | Struktur polyvinyl chloride..... | 14 |
| Gambar 2.8 | Struktur DOP..... | 15 |
| Gambar 2.9 | Struktur THF..... | 16 |
| Gambar 2.10 | Spesi timbal (II) dalam berbagai spesi..... | 17 |
| Gambar 4.1 | Grafik hubungan pH dengan faktor Nernst..... | 23 |
| Gambar 4.2 | Grafik hubungan temperatur dengan faktor Nernst..... | 26 |

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Volume Penambahan CH_3COONa 0,2 M..... 21

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|------------|--|----|
| Lampiran A | Perhitungan dan pembuatan larutan..... | 35 |
| Lampiran B | Data dan hasil penelitian..... | 40 |

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang sangat beracun, yang masih banyak digunakan dalam aktivitas manusia yaitu pada proses pertambangan, peleburan dan pemurnian logam, hasil limbah industri serta asap kendaraan bermotor [1]. Berdasarkan aktivitas-aktivitas tersebut, polusi timbal menjadi meningkat sehingga menyebabkan kerusakan lingkungan dan paparan yang berlebihan pada manusia akan mengakibatkan gangguan pendengaran, gangguan sistem syaraf, anemia dan kematian [2], sehingga diperlukan pemantauan terhadap kadar timbal untuk mencegah bahaya keracunan dan kerusakan lingkungan.

Metode analisis kuantitatif yang digunakan untuk mendeteksi kadar timbal adalah metode spektrofotometri serapan atom (SSA), spektrofotometri massa plasma induktif [3], spektrofotometri impedansi elektrokimia [4], voltametri [5] dan polarografi [6]. Akan tetapi metode ini hanya bisa dilakukan di laboratorium sehingga tidak cocok untuk analisis timbal di lapang. Metode sederhana yang dapat digunakan untuk analisis timbal di lapang adalah metode ESI tipe kawat terlapis.

ESI merupakan suatu sensor elektrokimia yang peka terhadap aktivitas ion larutan yang diukur dan ditandai dengan perubahan potensial secara reversible [7]. Elektroda selektif ion adalah bagian yang sangat penting dalam sistem sensor elektrokimia terutama dalam analisis secara potensiometri dan voltametri. Hal ini karena dalam ujung sensor mengandung bahan aktif yang mana terjadi peristiwa secara termodinamik maupun kinetik [8]. ESI mempunyai selektifitas dan sensitifitas yang tinggi, mudah dipergunakan, serta dapat dipergunakan untuk senyawa anorganik, asam amino, bahkan molekul organik.

ESI berlapis membran penukar ion tipe kawat terlapis memiliki beberapa karakteristik yaitu faktor Nernst, limit deteksi, waktu respon, usia pemakaian, sensitivitas serta selektivitas yang ditentukan oleh sifat hidrofobisitas membran. Berdasarkan penelitian [9], ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis zeolit yang memiliki karakteristik optimum dengan harga faktor Nernst untuk ion divalen

adalah sebesar 29,47 mV/dekade. Hasil penelitian [10], dengan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis bermembran piropilit menunjukkan ESI mampu mengukur timbal (II) dengan kisaran konsentrasi 10^{-5} – 10^{-1} M pada pH optimum 5. Pada penelitian [11], dengan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis zeolit mampu mengukur timbal (II) dengan kisaran konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH optimum 5 dan temperatur 25°C – 45°C . Untuk dapat diaplikasikan pada pengujian sampel, maka perlu dipelajari tentang pengaruh faktor lingkungan terhadap kinerja ESI timbal (II).

Beberapa faktor lingkungan yang mungkin dapat mempengaruhi kinerja dari ESI timbal (II) antara lain yaitu pH dan temperatur sehingga pada penelitian ini dilakukan optimasi pH dan temperatur terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate*.

Pada saat ini telah dikembangkan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* oleh Noviana (2014). Berdasarkan penelitian tersebut didapatkan komposisi perbandingan % berat optimal membran *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* : DOP : PVC = 0,17 : 0,66 : 0,17 dalam pelarut THF. Pada penelitian ini didapatkan harga slope Nernstian sebesar 29,26 mV/dekade konsentrasi melalui perendaman dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M selama 12 jam. Berdasarkan penelitian Eka (2014) didapatkan karakterisasi ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* dengan rentang konsentrasi 1×10^{-5} - 1×10^{-1} M dan limit deteksi $1,1853 \times 10^{-5}$ M atau 2,453 ppm dengan waktu respon 60 detik.

Pembuatan ESI timbal (II) tipe kawat terlapis ini digunakan bahan aktif *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* atau biasa disebut methomyl. Pemilihan bahan aktif methomyl karena kecenderungan untuk membentuk kelat yang stabil dengan ion logam berat yang ada di alam dan memiliki afinitas yang kecil bila berikatan dengan ion-ion logam alkali [12]. Namun kelemahan dari bahan aktif ini tidak tersedia dalam bentuk murninya, sehingga harus melalui tahapan sintesis untuk mendapatkan bentuk murninya.

Pada penelitian ini dilakukan optimasi pH untuk mengetahui kondisi optimum yang dapat digunakan untuk mendeteksi timbal secara maksimal. Range pH yang digunakan adalah 2-8 dengan

menggunakan penambahan buffer asetat. Hal ini dikarenakan timbal stabil pada kisaran pH 3-7 dan untuk methomyl stabil pada pH netral atau suasana sedikit asam [13].

Perubahan temperatur dapat menyebabkan perubahan pada harga faktor Nernst. Temperatur larutan yang semakin meningkat menyebabkan perubahan harga faktor Nernst akibat berkurangnya migrasi ion-ion pada reaksi antar muka sehingga hantaran listrik yang terjadi tidak maksimal dan dapat juga menyebabkan membran yang digunakan mengalami perubahan komposisi [14]. Pemilihan temperatur pengujian ini didasarkan pada kemampuan membran berbasis methomyl yang digunakan terhadap adanya pengaruh temperatur selama pengukuran menggunakan ESI timbal. Suhu pengujian berkisar antara 20-50 °C.

Dari uraian di atas, maka dalam penelitian ini perlu dipelajari tentang pengaruh pH dan temperatur untuk mengetahui optimasi dari ESI Timbal (II). Sehingga ESI yang dihasilkan memiliki sifat *Nernstian*.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka dapat dirumuskan permasalahan dalam penelitian ini yaitu :

1. Bagaimanakah pengaruh pH larutan analit terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat berlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* ?
2. Bagaimanakah pengaruh temperatur larutan analit terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat berlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* ?

1.3. Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah di atas maka dibuat batasan masalah dalam penelitian ini yaitu :

1. ESI timbal (II) tipe kawat berlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang digunakan telah di karakterisasi sebelumnya.
2. Kisaran pH larutan analit yang digunakan dalam pengukuran adalah 2 – 8 dengan menggunakan bufer asetat.
3. Variasi temperatur larutan analit yang diujikan adalah 20°C - 50°C dengan peningkatan 5°C.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini yaitu :

1. Mempelajari pengaruh pH larutan analit terhadap kinerja ESI timbal (II) berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*.
2. Mempelajari pengaruh temperatur larutan analit terhadap kinerja ESI timbal (II) berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy) thioacetimide*.

1.5. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian yang dilakukan diharapkan dapat diperoleh suatu ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxyloxy)thioacetimide* yang memiliki kinerja yang baik oleh adanya pengaruh pH dan temperatur tertentu.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Timbal

Timbal adalah suatu logam berat yang lunak berwarna kelabu kebiruan dengan titik leleh 327°C dan titik didih 1.620°C . Timbal mempunyai simbol Pb, nomer atom 82 dan massa atom relatif $207,19\text{ g/mol}$. Timbal dapat larut dalam asam nitrit, asam asetat, dan sulfat pekat. Bentuk oksidasi yang paling umum adalah timbal tetra etil (TEL: tetra ethyl lead), timbal tetra metil (TML: tetra methyl lead) dan timbal stearat [15]. Timbal dapat menguap dan bereaksi dengan oksigen dalam bentuk udara membentuk timbal oksida. Timbal memiliki massa jenis yang tinggi yaitu $11,34\text{ gram/cm}^3$. Timbal memiliki kereaktifannya yang rendah dengan harga potensial elektroda dari timbal adalah $0,13\text{V}$ [16].

Timbal merupakan logam yang tahan terhadap korosi atau karat, sehingga digunakan dalam konstruksi pembangunan, solder, industri cat, baterai, sebagai elektroda dalam proses elektrolisis, pelindung dari radiasi, pendingin, pewarna keramik, bahan campuran bensin, dan lain-lain. Di alam, timbal terdapat dalam dua bentuk yaitu gas dan partikel. Timbal yang terbanyak di udara adalah timbal anorganik dan terutama berasal dari pembakaran tetraetil Pb (TEL) dan tetrametil Pb (TML) yang terdapat dalam bahan bakar kendaraan bermotor. Timbal juga terdapat pada gelas, pewarna, keramik, pipa, pelapis kaleng tempat makanan, beberapa obat tradisional dan kosmetik [17].

Timbal dapat masuk ke tubuh manusia melalui absorpsi timbal pada sayuran, asap hasil pembakaran TEL yang diabsorpsi kulit dan dihirup, serta air minum yang terkontaminasi ion timbal. Adanya timbal dalam peredaran darah dan dalam otak mengakibatkan berbagai gangguan fungsi jaringan dan metabolisme. Gangguan mulai dari sintesis hemoglobin darah, gangguan pada ginjal, sistem reproduksi, penyakit akut atau kronik sistem syaraf, serta gangguan fungsi paru-paru. Dengan meningkatnya berbagai kegiatan industri, maka jumlah timbal di perairan semakin meningkat sehingga resiko keracunan terhadap logam berat timbal juga semakin meningkat [18].

2.2. Elektroda Selektif Ion (ESI)

ESI merupakan suatu elektrode membran yang merespon secara sensitif terhadap kehadiran ion lain. Hal ini termasuk mengetahui kadar ion yang spesifik dalam suatu larutan. ESI juga merupakan sensor kimia yang merespon secara selektif ion tertentu yang berada bersama-sama dalam sampel [19].

Metode analisis dengan elektrode selektif ion (ESI) mempunyai banyak kelebihan, antara lain memerlukan jumlah sampel sedikit yang sesuai untuk analisis renik karena dapat menganalisa sampel dengan konsentrasi yang kecil (10^{-6} - 10^{-1}), sensitivitas dan ketepatan pengukuran yang tinggi (< 1 ppb), tidak memerlukan tahapan pemisahan sampel seperti pada spektrofotometri karena ESI hanya merespon aktivitas spesies ion tunggal bukannya pasangan ion [20].

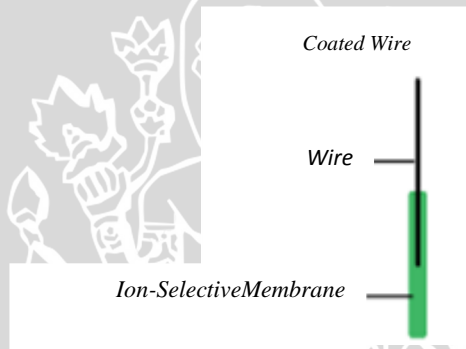
Karakter optimal yang dimiliki oleh ESI untuk suatu pengukuran analisis ditunjukkan oleh beberapa parameter sebagai berikut [20]:

- a. Sensitivitas, 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,
- b. Rentang konsentrasi luas (10^{-6} – 10^{-1} M),
- c. Batas deteksi yang rendah, yakni hingga 10^{-6} M,
- d. Waktu respon cepat, yakni kurang dari 1 menit,
- e. Usia pemakaian yang lama, sekitar 5 bulan,
- f. Menghasilkan hasil pengukuran yang sama dengan pengukuran oleh orang dan di waktu yang berbeda (*reproducible*),
- g. Menunjukkan akurasi dan ketelitian yang tinggi (memberikan kesalahan kurang dari 5%).

Sifat ini pada umumnya ditentukan oleh sifat hidrofobisitas bahan pembentuk membran. Sifat hidrofobisitas ditentukan oleh pemilihan bahan pembentuk membran dan komposisi membran. Komposisi bahan pembentuk membran yang berbeda akan menghasilkan sifat ESI yang berbeda pula sehingga perlu dilakukan pemilihan komposisi bahan pembentuk membran agar didapatkan ESI timbal yang bersifat *Nernstian*. Berdasarkan sifat membrannya, maka ESI dikelompokkan menjadi ESI bermembran kaca, penukar ion cair, padat, gas dan ESI tipe kawat terlapis [20].

2.3. ESI Tipe Kawat Terlapis

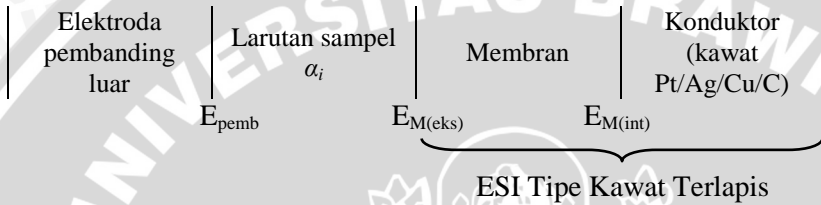
ESI tipe kawat terlapis merupakan sebuah tipe ESI dengan menggabungkan elektroaktif khusus dalam polimer tipis berpendukung lapisan film secara langsung pada konduktor logam. Pada umumnya, konduktor logam yang digunakan dalam ESI tipe kawat terlapis adalah kawat platina, tetapi perak, tembaga dan grafit juga dapat digunakan. ESI tipe kawat terlapis dibuat dengan merendam sebuah kawat logam dalam larutan dari campuran logam. Penggunaan PVC sebagai bahan membran timbal merupakan penyerdehanaan dari konstruksi ESI. ESI tipe kawat terlapis terdiri dari kawat platina yang terlapis oleh sebuah pelapis PVC yang berfungsi sebagai membran [21]. ESI tipe kawat terlapis dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 ESI tipe kawat terlapis

Potensial elektroda dapat ditentukan hanya ketika kontak internal membentuk suatu sistem yang dapat didefinisikan dengan baik secara elektrokimia dan akibat adanya alasan stabilitas. Dalam elektroda tipe kawat terlapis didukung oleh adanya suatu setengah sel oksigen [22]. Kelebihan ESI tipe kawat terlapis adalah karakteristik yang sama dan kadang-kadang lebih baik jika dibandingkan dengan ESI tabung meskipun karakteristiknya sama, berukuran kecil (0,5 mm), hanya membutuhkan 8 sampel yang sedikit, konstruksinya sederhana sehingga mudah dibuat, serta dapat digunakan pada posisi miring dengan usia pemakaian lebih dari 6 bulan [23]. Kekurangan ESI tipe kawat terlapis ini adalah

sistem redoks yang terjadi pada antarmuka konduktor membran belum diketahui, harga potensial elektroda standar E^0 yang tidak stabil namun dapat diatasi dengan pembuatan kurva standar pengukuran, sebagai standar pengukuran secara potensiometri yang diukur selama 7 hari pengamatan [24]. Adapun skema pengukuran ion menggunakan ESI tipe kawat terlapis dilihat pada gambar 2.2 [25].



Gambar 2.2 Skema pengukuran ESI tipe kawat terlapis

2.4. Prinsip Pengukuran ESI Tipe Kawat Terlapis

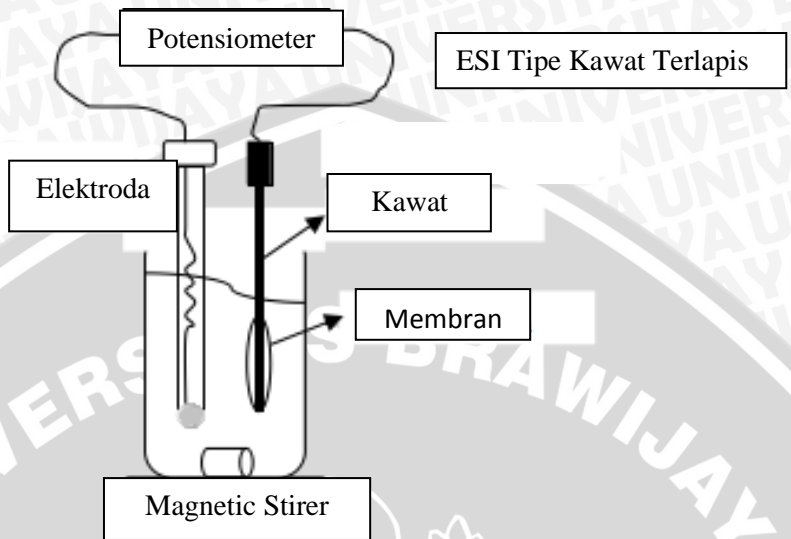
Potensial suatu ESI ditentukan dengan menggunakan elektroda pembanding Ag/AgCl. Potensial yang terukur merupakan beda potensial antara ESI dengan elektroda pembanding Ag/AgCl, sehingga dapat dituliskan sebagai persamaan 4.1 [26].

$$E_{sel} = E_{ESI} - E_{pemb} \quad (4.1)$$

Pada ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis, kawat Pt menggantikan elektroda pembanding dalam, bila potensial Ag/AgCl adalah E_{pemb} yang bernilai negatif, potensial Ag 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 4.2.

$$E_{sel} = E_{M(int)} + E_{M(eks)} - E_{pemb} \quad (4.2)$$

Skema pengukuran suatu larutan dengan menggunakan ESI dapat ditunjukkan pada gambar 2.3 [27].



Gambar 2.3 Skema pengukuran ESI

Pada ESI timbal (II) tipe kawat terlapis, kawat Pt menggantikan elektroda pembanding dalam, bila potensial Ag/AgCl adalah E_{pemb} yang bernilai negatif, potensial Ag 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 4.3.

$$E_{sel} = E_{M(int)} + E_{M(eks)} - E_{pemb} \quad (4.3)$$

Oleh karena $E_{M(int)}$ dan E_{pemb} bernilai tetap maka persamaan 4.3 dapat ditulis menjadi persamaan 4.4 dan 4.5.

$$E_{sel} = E_{M(eks)} \quad (4.4)$$

atau

$$E_{sel} = E^{\circ} - 2,303 \log \alpha_{timbal} \quad (4.5)$$

Dengan E_{sel} adalah beda potensial, E° 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 ($96.485 \text{ }^{\circ}\text{C mol}^{-1}$) dan n merupakan muatan dari ion. Oleh karena ion timbal

merupakan divalen dengan jumlah muatannya adalah 2, maka dapat ditulis menjadi persamaan 4.6.

$$E_{sel} = E^o + 0,0296 \log \alpha_{timbal} \quad (4.6)$$

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 4.7.

$$\alpha_i = \gamma_i C_i \quad (4.7)$$

Dalam larutan encer, aktivitas ion biasanya sebanding dengan konsentrasi ion karena koefisien aktivitas ion dalam larutan sama dengan satu. Sehingga dapat ditulis menjadi persamaan 4.8.

$$E_{sel} = E^o + 0,0296 \log [\text{timbal}] \quad (4.8)$$

2.5. Membran ESI

Membran adalah lapisan tipis dengan struktur planar khusus yang memisahkan dua larutan. Membran yang digunakan dalam konstruksi elektrode harus mempunyai sifat penghantar listrik yang baik, meskipun kecil. Sifat ini dipengaruhi oleh dua faktor yaitu porositas membran dan tinggi rendahnya kerapatan gugus aktif [28]. Pada umumnya hantaran listrik timbul karena adanya migrasi ion-ion. Agar suatu elektrode 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 secara selektif berdasarkan tiga tipe mekanisme ikatan yaitu pertukaran ion, kristalisasi dan kompleksasi [29].

Membran digunakan sebagai sensor pada ESI, maka membran merupakan bagian terpenting dari ESI. Membran merupakan suatu lapisan atau sekat yang berfungsi memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkan oleh membran tersebut. Membran ESI, dilihat dari elektrokimianya dapat dibagi menjadi 3 macam yaitu membran berpori, permselektif dan spesifik ion [30]. Berdasarkan jenis

membran yang digunakan sebagai sensor kimia, dikenal beberapa macam ESI yaitu : elektrode bermembran kaca, padatan dan cairan penukar ion, petunjuk gas dan enzim [31]. ESI bermembran cair memiliki banyak kelemahan dibandingkan ESI yang bermembran padat. Karena responnya dirusak oleh tekanan hidrostatis, pengadukan, terdapatnya bahan aktif permukaan dan memerlukan teknik pembuatan dan penanganan khusus agar dapat digunakan untuk pengukuran [32].

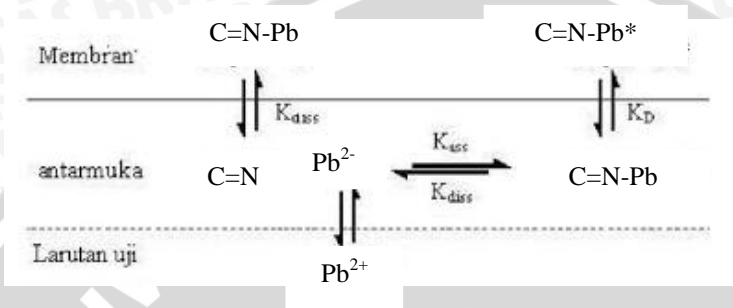
Sifat yang seharusnya dimiliki oleh membran selektif ion agar ESI memiliki selektivitas yang baik terhadap ion yang tersensor adalah [33]:

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 tipe ikatan yaitu pertukaran ion, kompleksasi dan kristalisasi
4. Bersifat lentur (fleksibel) 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 Mekanisme reaksi kesetimbangan ion pada membran

Pada saat kontak dengan larutan analit, pada sisi-sisi luar membran 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 larutan analit bermigrasi menuju permukaan membran. Ion-ion tersebut saling menggantikan posisinya untuk berikatan dengan gugus tetap membran. Reaksi pertukaran ion dengan ion bebas akan berlangsung terus menerus hingga mencapai kesetimbangan elektrokimia [34]. Sisi luar membran ESI mengadakan kontak dengan larutan yang mengandung ion yang di analisis, dan bagian dalamnya kontak dengan larutan yang mempunyai aktifitas ion tetap yang mengadakan

kontak dengan elektroda ion pembanding yang sesuai [35]. Reaksi pertukaran ion pada antarmuka membran larutan analit dinyatakan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Mekanisme Pertukaran Ion

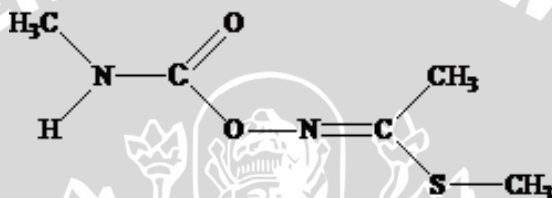
Pada sisi-sisi luar membran yang bersentuhan langsung dengan larutan, bahan aktif membran ((RR'₃N)ₙX) akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas (RR'₃N⁺ dan Xⁿ⁻) pada antarmuka membran larutan. Hal ini menyebabkan permukaan membran bermuatan positif sehingga anion-anion dari ion yang sejenis (Xⁿ⁻) dari larutan bermigrasi menuju permukaan membran. Ion-ion (Xⁿ⁻) tersebut saling menggantikan posisinya untuk berikatan dengan gugus tetap membran (RR'₃N⁺). 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 [34].

2.7.1. Komposisi Membran Selektif Ion

2.7.1.1. *S-Methyl-N(Methylcarbamoyloxy)Thioacetimidate*

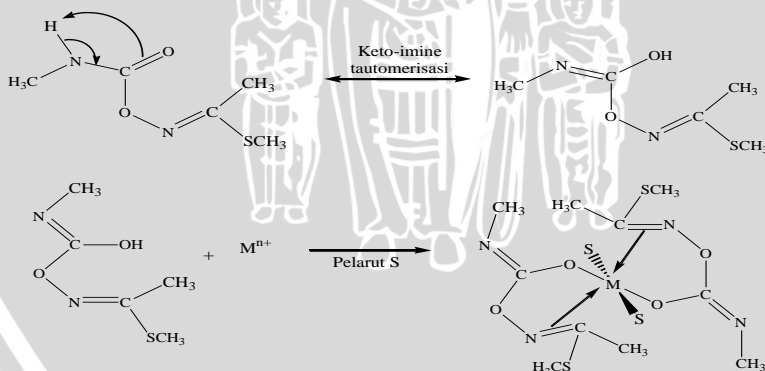
S-methyl-N (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate atau methomyl merupakan campuran dari cis-isomer dan cis-berbasis. Methomyl berbentuk kristal putih. Memiliki titik didih 78-79 °C dan tekanan uap pada suhu 25°C adalah 6.65 mPa9. Pada 25 °C memiliki tingkat kelarutan air 58 g/kg, aseton 730 g/kg, etanol 420 g/kg, metanol 1000 g/kg, aseton 220 g/kg, toluena 30 g/kg. Methomyl mudah terurai dalam alkali menengah atau suhu tinggi atau sinar

matahari. Methomyl adalah ester karbamat. Secara kimiawi serupa dengan karbamat, tetapi lebih reaktif daripada amida. Seperti amida membentuk polimer untuk resin poliuretan. Karbamat tidak kompatibel dengan asam kuat dan basa, dan terutama tidak sesuai dengan agen pereduksi kuat seperti hidrida. Mudah terbakar pada gas hidrogen yang diproduksi oleh kombinasi dari logam aktif atau nitrida dengan karbamat. Asam pengoksidasi kuat, peroksida, dan hidropereoksida tidak sesuai dengan karbamat. Struktur methomyl dapat dilihat gambar 2.5 [36].



Gambar 2.5 Struktur senyawa *S*-methyl-*N* (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate

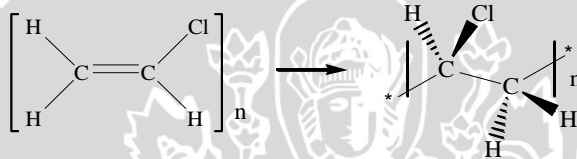
Methomyl dipilih sebagai material elektroaktif dalam pembuatan elektroda membran karena dapat membentuk khelat yang stabil. Mekanisme reaksi pembentukan khelat di jelaskan pada Gambar 2.6 [36].



Gambar 2.6 Skema dari ionofor *S*-methyl-*N* (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate membentuk senyawa kompleks dengan logam Pb^{2+}

2.7.1.2. Polivinil Klorida (PVC)

PVC merupakan bahan penyusun membran yang sering digunakan karena memiliki sifat fisik dan kimia yang baik, diantaranya bersifat kuat, tahan terhadap pelarut, tahan terhadap bahan kimia dan air serta memiliki pori-pori yang berukuran kecil. Polimer ini memiliki parameter kelarutan sebesar $9,45 \text{ (kal/cm}^3)^{1/2}$ ini digunakan sebagai matriks dalam ESI karena sifatnya kaku, tahan terhadap pelarut, dan berpori-pori kecil, mempunyai sifat fisik yang baik, serta mampu bercampur dengan bahan elektroaktif maupun pelarut [35]. Struktur polyvinyl chloride dapat ditunjukkan pada gambar 2.7.



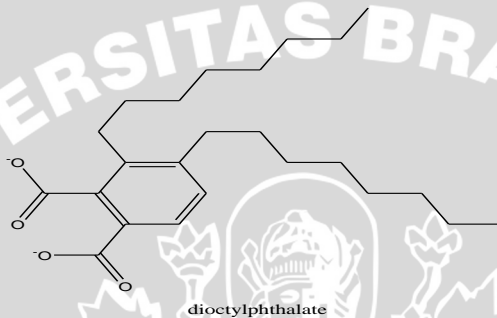
Gambar 2.7 Struktur Polivinyl Chloride

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 *permeable* dan fleksibel [37]. 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. Selain itu, PVC juga memiliki temperatur transisi gelas (T_g) yang cukup tinggi yakni sebesar 81°C sehingga diperlukan penambahan *plasticizer* yang berfungsi untuk menurunkan nilai T_g dari PVC sehingga dapat menghasilkan membran yang lentur [38].

2.7.1.3. Dioktilftalat (DOP)

Pada pembuatan membran, selain ditambahkan bahan penyusun berupa PVC, juga dibutuhkan *plasticizer* 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 [39]. *Plasticizer* yang baik digunakan untuk membran ESI yakni harus dapat mempertahankan selektivitas dari membran serta tidak mudah menguap [40]. Oleh karena itu, dalam pembuatan membran selektif ion digunakan pemlastis berupa DOP. Berikut gambar struktur DOP pada gambar 2.8.



Gambar 2.8 Struktur DOP

DOP merupakan senyawa organik dengan viskositas yang tinggi yaitu sebesar 81,4 cP pada temperatur 20°C, mengandung plastik sekitar 1–40 % dan mempunyai berat molekul sebesar 390,56 gram/mol, serta tidak larut dalam air [41]. *Plasticizer* ini merupakan senyawa hidrokarbon rantai panjang yang bersifat hidrofob sehingga dapat menjadikan membran bersifat hidrofobik. Pada industri plastik, DOP sering ditambahkan pada polimer PVC untuk meningkatkan kelenturan pada polimer. DOP akan mengisi ruang-ruang kosong diantara rantai-rantai polimer. Adanya *plasticizer* diantara rantai rantai polimer ini akan menyebabkan pergerakan rantai-rantai polimer semakin mudah. Akibatnya membran yang dihasilkan menjadi semakin lentur dan fleksibel. Selain itu dengan adanya *plasticizer* memudahkan pergerakan ion-ion yang ada dalam membran sehingga konduktivitas membran meningkat. Dengan demikian akan diperoleh membran yang stabil dalam waktu yang lama [42]. Selain itu, penambahan DOP yang dapat menurunkan nilai Tg dari PVC hingga di bawah suhu kamar dapat menghasilkan

membran yang mampu menghantarkan arus listrik sehingga memungkinkan terjadinya mobilitas ion-ion.

2.7.1.4. Tetrahidrofuran (THF)

PVC harus dilarutkan dalam pelarut yang bersifat basa Lewis seperti THF. THF merupakan senyawa organik heterosiklik dengan rumus kimia $((CH_2)_4O)$. Pelarut ini berupa cairan bening yang memiliki viskositas rendah dan berbau khas seperti dietileter, serta memiliki titik didih sebesar $66^\circ C$. Dengan kepolarannya yang sedang, THF dapat melarutkan berbagai senyawa polar maupun non polar [43]. Gambar 2.9 menunjukkan struktur THF.



Gambar 2.9 Struktur THF

2.8. Kinerja ESI

Kinerja ESI ditentukan oleh besaran-besaran karakteristik yang meliputi: harga faktor Nernst, rentang pengukuran, limit deteksi, waktu respon, selektivitas dan usia pemakaian. Pengukuran besaran ini dilakukan pada setiap elektrode, yang dapat digunakan untuk mengetahui kualitas kinerja ESI [44].

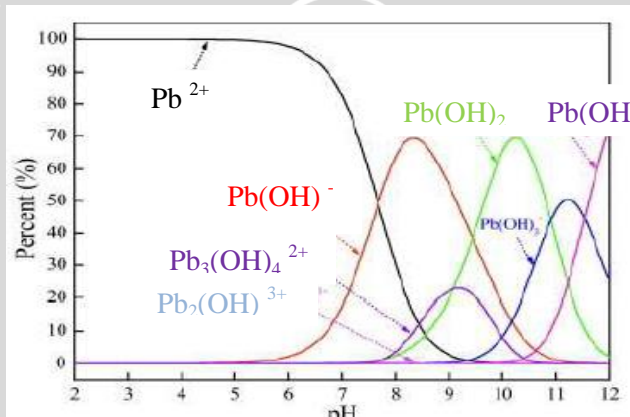
Pengaruh kinerja ESI dapat ditunjukkan oleh harga faktor Nernst yang menyimpang. Hal-hal yang mempengaruhi faktor Nernst adalah larutan perbandingan dalam, sifat hidrofobisitas bahan elektroaktif dalam membran yang menyebabkan bahan elektroaktif terdistribusi dalam membran dan dalam fasa air. Dimana hal ini dapat menyebabkan asosiasi ion dalam fasa air.

2.8.1. Pengaruh pH

Kinerja ESI dipengaruhi oleh pengaruh pH larutan dimana apabila semakin jauh dari harga faktor nernst teoritisnya maka menunjukkan bahwa larutan tidak boleh diukur pada pH tersebut,

oleh karena itu dilakukan pengukuran terhadap seri larutan pH yang bervariasi.

pH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Ini dikarenakan pH optimum pada bahan aktif yaitu methomyl adalah pH netral hingga sedikit asam. Pada pH asam, terjadi perubahan potensial yang disebabkan oleh meningkatnya jumlah ion H^+ dalam larutan. Dengan meningkatnya jumlah ion H^+ dalam larutan, maka jumlah ion H^+ dalam membran juga akan bertambah sehingga terjadi kompetisi antara gugus aktif penukar anion dengan ion H^+ dalam mengikat anion timbal. Pada $pH > 8$, potensial akan menurun (slope negatif) karena gangguan dari ion hidroksida [45]. Berikut gambar spesi timbal (II) dalam berbagai pH



Gambar 2.10 Spesi timbal (II) dalam berbagai pH

Buffer yang digunakan dalam penelitian ini adalah bufer asetat. Dimana buffer asetat ini tidak membentuk endapan dengan timbal (II) [46].

2.8.2. Pengaruh Temperatur

Temperatur dapat dikontrol sebagai variasi, dalam parameter ini temperatur dapat menyebabkan kesalahan dalam pengukuran yang signifikan. Perubahan $10\text{ }^\circ\text{C}$ pada temperatur larutan analit dapat mengubah harga faktor Nernst sebesar

1 mV/dekade. Pengaruh temperatur pada harga faktor Nernst dapat dihitung dari persamaan Nernst [47].

$$\text{Faktor Nernst} = 2,303 \text{ RT/nF}$$

dengan

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

T = temperatur (K)

n = muatan ion

F = tetapan Faraday (96500 F)



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret hingga Juni 2014 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: elektroda selektif ion Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy)thioacetimidate* yang telah dikarakterisasi, elektrode pembanding Ag/AgCl, potensiometer merek Schott Geratte CG 820, pH meter (Merek Hanna), neraca analitik merek Adventure model AR 2130, Rotary Evaporator Vakum, Gas N₂, spektrofotometri serapan atom, sentrifuge, kertas saring whatman no 40, oven, desikator, botol sampel, hot plate pengaduk magnet, pipa kapiler, labu alas bulat, batang magnet (stirer), dan peralatan gelas.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : Methomyl hasil isolasi, Padatan Pb(NO₃)₂ pa (EMerck), HNO₃ 55 % (v/v) p.a (EMerck), polivinilklorida (PVC), dioktilftalat (DOP), pelarut tetrahidrofuran (THF) (E-Merck), natrium asetat (CH₃COONA), asam asetat (CH₃COOH), asam klorida (HCL), natrium hidroksida (NaOH) alkohol 96 % (b/v) teknis (bra stachem), kloroform p.a, aseton p.a, methanol p.a, kawat Pt, kabel NYAF, jek banana , batang plastik polietilen, dan akuades.

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah :

1. Preparasi Larutan.
 - a. Pembuatan Larutan Induk Pb(NO₃)₂ 1,5 M.
 - b. Pembuatan Larutan Pb(NO₃)₂ dengan variasi konsentrasi 1×10^{-5} - 1×10^{-1} M.

2. Pembuatan ESI Pb tipe kawat terlapis.
 - a. Pembuatan badan elektroda.
 - b. Pembuatan membran ESI Pb.
 - c. Pembuatan elektroda selektif ion Pb tipe kawat terlapis.
3. Pengukuran potensial ESI Pb(NO₃)₂ pengaruh pH 2-8.
4. Pengukuran temperatur pada ESI Pb(NO₃)₂.
5. Pengolahan dan analisis data.

3.4. Metode Kerja

3.4.1. Preparasi Larutan

3.4.1.1. Pembuatan Larutan Induk Pb(NO₃)₂ 1,5M

Larutan Induk Pb(NO₃)₂ 2M dibuat dengan cara melarutkan padatan Pb(NO₃)₂ sebanyak 12,42 g. Dilarutkan dalam gelas kimia, kemudian dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 25 ml.

3.4.1.2. Pembuatan Larutan Pb(NO₃)₂ dengan variasi konsentrasi 1x10⁻⁵ - 1x10⁻¹M

Larutan induk dipipet sebanyak 1,7 mL dan dilarutkan hingga 25 mL dengan akuades. Pembuatan untuk Pb(NO₃)₂ 10⁻² dilakukan sama dengan sebelumnya dengan memipet larutan Pb(NO₃)₂ 10⁻¹ M sebanyak 6 mL dan dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas. Perlakuan yang sama dilakukan hingga didapatkan konsentrasi Pb(NO₃)₂ 10⁻⁵ M.

3.4.1.3. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8

Pembuatan buffer asetat pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 dimulai dengan menambahkan CH₃COOH 0,2 M terhadap larutan garam CH₃COONa 0,2 M 50 mL hingga pengukuran pH meter menunjukkan nilai pH 2-8. Volume CH₃COOH 0,2 M yang ditambahkan sesuai dengan perubahan pH yang diinginkan pada pH meter tersebut

Tabel 3.1 Volume Penambahan CH_3COONa 0,2 M

| pH | CH_3COOH 0,2 M (ml) | CH_3COONa 0,2 M (ml) |
|----|-------------------------------------|--------------------------------------|
| 3 | 25 mL | 0,4 mL |
| 4 | 25 mL | 4 mL |
| 5 | 25 mL | 42,5 mL |
| 6 | 3 mL | 50 mL |
| 7 | 0,3 mL | 50 mL |

3.4.1.4. Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH 2-8

Pembuatan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pH 2 yaitu dengan memipet 10 mL larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1 M, diencerkan dengan sedikit akuades ke dalam beker gelas 100 mL dan diukur pH larutan dengan menggunakan pH meter. Kemudian ditetesi dengan buffer asetat pH 2 hingga pH larutan menjadi 2. Larutan tersebut kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Demikian juga untuk pembuatan larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10^{-5} - 10^{-2} M pH 3-8.

3.4.2. Pengukuran Larutan

3.4.2.1. Pengukuran Potensial ESI Timbal (II) pada pH 2-8

Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10^{-5} - 10^{-1} M diambil sebanyak 25 mL, pH 2-8 diukur potensialnya setelah 30 detik. Pengukuran potensial ESI terhadap pengaruh pH dilakukan 3 kali pengulangan. Penyimpangan harga faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap kinerja ESI Timbal (II) tipe kawat berlapis S-methyl-N (methylcarbamoyloxy) thioacetimide.

3.4.2.2. Pengukuran Temperatur

Pengukuran dilakukan terhadap ESI $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M dengan pengaturan variasi suhu 20; 25; 30; 35; 40; 45; 50 °C. Penurunan suhu menggunakan pendinginan larutan pada baskom berisi es batu dan peningkatan suhu menggunakan pemanas listrik dan pengaturan kenaikan suhu menggunakan termostat. Temperatur larutan diamati dengan menggunakan termometer. Dicatat respon potensial yang dihasilkan. Adanya penyimpangan harga faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh temperatur

terhadap kinerja ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



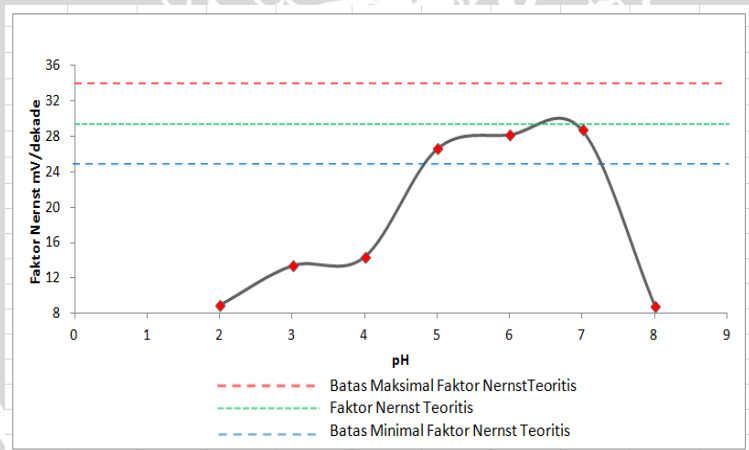
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian sebelumnya telah dibuat elektroda selektif ion (ESI) timbal (II) tipe kawat terlapis dengan bahan aktif methomyl. ESI timbal (II) tersebut mempunyai harga faktor Nernst 29,26 mV/dekade dengan rentang konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M. Hal ini bertujuan agar ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* yang telah dibuat dapat langsung digunakan untuk pengukuran sampel, maka perlu dipelajari pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerjanya.

4.1. Pengaruh pH Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl-N (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

Pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pH terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*, dilakukan pengukuran dengan konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Berikut gambar 4.1 menunjukkan garfik hubungan pH dengan faktor Nernst.



Gambar 4.1 Grafik hubungan pH dengan faktor Nernst

Pada gambar 4.1 menunjukkan bahwa pH yang mendekati faktor Nernst adalah pH 7 yaitu sekitar 28,73 mV/dekade konsentrasi. Pada pH 2, 3, 4 dan 8 memiliki harga faktor Nernst di bawah batas minimal faktor Nernst teoritis yaitu sebesar 8,93 mV/dekade konsentrasi, 13,47 mV/dekade konsentrasi, 14,4 mV/dekade konsentrasi dan 8,87 mV/dekade konsentrasi. Pada pH 5 dan 6 memiliki harga faktor Nernst sebesar 26,6 mV/dekade konsentrasi dan 28,27 mV/dekade konsentrasi

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH berpengaruh terhadap kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoxy) thioacetimidate*. Hal ini diketahui dengan pengukuran larutan timbal nitrat dengan konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 berdasarkan potensial yang terukur yakni dengan diketahui harga faktor Nernst. Kemudian dibuat kurva hubungan antara pH (sumbu x) dengan faktor Nernst. Harga faktor Nernst teoritis untuk ion divalen adalah 29,6 mV/dekade konsentrasi, dengan batas minimal 24,6 mV/dekade konsentrasi dan batas maksimal 34,6 mV/dekade konsentrasi. Bila harga faktor Nernst berada di bawah batas minimal atau di atas harga maksimal maka ESI tidak bersifat *Nernstian*.

Pada pH 2, 3, dan 4 memberikan harga faktor Nernst 8,93 mV/dekade konsentrasi, 13,4 mV/dekade konsentrasi, 14,4 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 2, 3, dan 4 tidak bersifat *Nernstian*, dikarenakan berada di bawah batas minimal faktor Nernst teoritis dan tidak memberikan kondisi optimum. Hal ini dikarenakan banyaknya aktivitas pada ion H^+ dari pada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga potensial yang dihasilkan akan terganggu dengan adanya aktivitas ion H^+ yang semakin banyak dan membuat ion Pb^{2+} tidak dapat berkontak dengan baik pada permukaan membran.

Pada pH 5 memberikan harga faktor Nernst 26,6 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 5 masih bersifat *Nernstian*, dikarenakan masih di atas batas minimal faktor Nernst teoritis, tetapi tidak memberikan kondisi optimum. Hal ini dikarenakan ion H^+ masih cukup banyak untuk berkompetisi dengan ion dari pada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga potensial yang dihasilkan akan

terganggu dengan adanya aktivitas ion H^+ dan membuat ion Pb^{2+} tidak dapat kontak dengan baik pada permukaan membran.

Pada pH 6 memberikan harga faktor Nernst 28,26 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 6 sudah mulai bersifat Nernstian dikarenakan masih di atas batas minimal faktor Nernst teoritis serta mendekati kondisi optimum. Hal ini dikarenakan aktivitas ion H^+ yang bereaksi dengan methomyl hanya sedikit daripada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga pengukuran potensial yang dihasilkan tidak terlalu terganggu dan membuat larutan Pb^{2+} dapat kontak dengan baik pada permukaan membran.

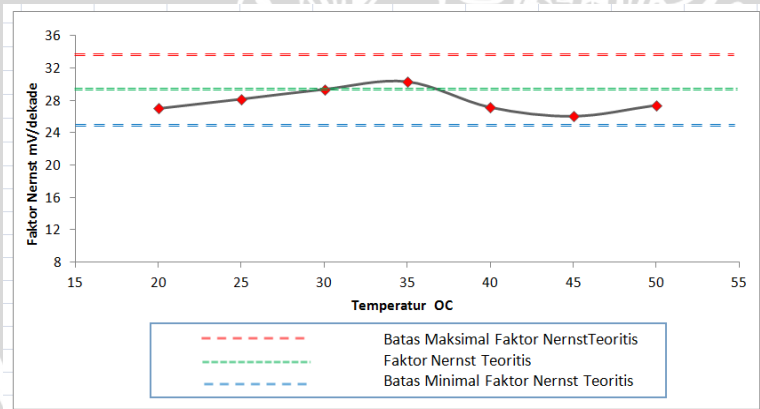
Kondisi optimum ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* dicapai pada pH 7. Karena pada pH 7 ESI Timbal (II) memberikan harga faktor Nernst yang mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 28,73 mV/dekade konsentrasi. Pada bahan aktif yaitu *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* memiliki pH optimum 7. Ini dikarenakan ion H^+ yang berikatan dengan methomyl sedikit sehingga Pb^{2+} akan banyak berikatan dengan methomyl. Maka akan terjadi kesetimbangan reaksi pada pH netral. Dengan demikian akan terjadi kesetimbangan antara timbal (II) dalam membran dan timbal (II) dalam larutan analit sehingga dapat memberikan harga faktor Nernst yang mendekati faktor Nernst teoritis.

Pada pH 8 didapatkan harga faktor Nernst yang menyimpang karena berada di bawah batas minimal faktor Nernst teoritis yaitu sebesar 8,87 mV/dekade konsentrasi. Ini dikarenakan pada pH 8 adalah pH basa yang membentuk endapan $Pb(OH)_2$. Pada pH tersebut banyak ion Pb^{2+} yang membentuk $Pb(OH)_2$ sehingga ion Pb^{2+} dalam larutan berkurang. Maka menyebabkan respon ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* menjadi sangat rendah sehingga pada pH 8 harga faktor Nernst menyimpang jauh dari faktor Nernst teoritis dan tidak bersifat *Nernstian*.

Berdasarkan uraian di atas pada pH 5-7 berada dalam kisaran teoritis meskipun terdapat perubahan pH dan perbedaan potensial namun masih dapat digunakan. pH yang optimum adalah pH 7. pH ini yang akan menjadi pH pengukuran selanjutnya.

4.2 Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methy-N (Methylcarbamoxy) Thioacetimidate*

Pengujian kemampuan ESI Timbal (II) dalam merespon ion timbal (II) dalam larutan analit dilakukan dalam kisaran temperatur 20-50°C dengan variasi selisih pengujian setiap kenaikan 5°C. Pengukuran ini dilakukan karena secara teoritis perubahan temperatur dapat menyebabkan kesalahan pengukuran yang signifikan. Menurut Rundle (2003), perubahan 10°C pada temperatur sampel dapat merubah harga faktor Nernst sebesar 1 mV/Dekade konsentrasi. Meningkatnya temperatur menyebabkan mobilitas ion-ion juga semakin meningkat karena ion-ion dalam larutan akan menyerap energi panas dari kenaikan temperatur dan mengubahnya menjadi energi kinetik atau gerak. Dengan bertambahnya energi kinetik maka reaksi pertukaran ion akan semakin meningkat. Berikut grafik hubungan temperatur dengan faktor Nernst yang disajikan dalam gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik hubungan temperatur dengan Faktor Nernst

Gambar 4.2 menjelaskan pada temperatur 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, dan 50 °C didapat harga faktor Nernst sebesar 26,97 mV/dekade konsentrasi, 28,60 mV/dekade konsentrasi,

29,33 mV/dekade konsentrasi, 30,27 mV/dekade konsentrasi, 27,13 mV/dekade konsentrasi, 26,03 mV/dekade konsentrasi, dan 27,37 mV/dekade konsentrasi.

Berdasarkan data yang diperoleh dari pengukuran potensial dan perhitungan harga bilangan Nernst melalui kurva perbandingan antara temperatur dan potensial terukur diperoleh hasil yaitu pada rentang temperatur yang diujikan ESI Timbal (II) masih memberikan harga faktor Nernst yang diperbolehkan yaitu rentang $29,7 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi. Hal ini dikarenakan umumnya rentang temperatur yang diuji ion Pb^{2+} stabil sehingga terjadi kesetimbangan ion Pb^{2+} yang baik di dalam larutan maupun pada membran. Harga faktor Nernst yang optimum diperoleh pada pengukuran potensial diperoleh pada temperatur $30^{\circ}C$. Hal ini dikarenakan bahwa mobilitas ion-ion dalam larutan uji semakin meningkat sehingga respon potensial yang dihasilkan semakin baik. Kenaikan temperatur di atas $30^{\circ}C$ memberikan perubahan harga potensial yang menyebabkan nilai faktor Nernst yang lebih rendah meskipun masih dalam rentang Faktor Nernst yang diperbolehkan. Hal ini dikarenakan sedikit menurunnya kualitas fleksibilitas membran methomyl oleh adanya perubahan temperatur. Karena fleksibilitas merupakan salah satu karakteristik yang penting bagi suatu membran selama perubahannya dari fasa padat ke cair. Membran methomyl yang digunakan telah ditambah dengan polimer PVC sehingga memiliki ketahanan terhadap pengaruh temperatur. Oleh karena itu, membran yang dihasilkan tetap stabil hingga temperatur $50^{\circ}C$ dengan nilai faktor Nernst masih berada dalam kisaran yang diperbolehkan.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

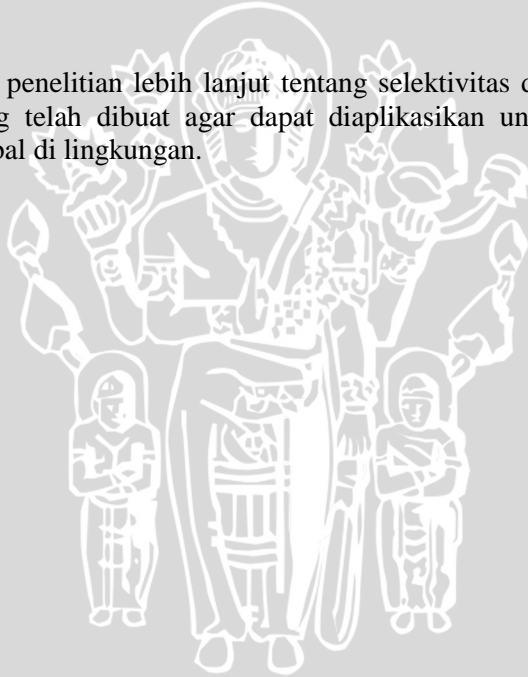
5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimide* memiliki harga Nernstian optimum pada pH 7 dengan harga faktor Nernst sebesar 28,73 mV/Dekade Konsentrasi.
2. Kinerja ESI timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl-N(methylcarbamoyloxy) thioacetimide* stabil terhadap suhu 20 – 50 °C.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang selektivitas dari ESI timbal (II) yang telah dibuat agar dapat diaplikasikan untuk penentuan kadar timbal di lingkungan.



DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fardiaz, S., 1992, **Polusi Air dan Udara**, Penerbit Kanisius, Jakarta
- [2] Fauzi, T. M., 2008, **Pengaruh Pemberian Timbal Asetat dan Vitamin C terhadap Kadar Malondialdehyde dan Kualitas Spermatozoa \ Di Dalam Sekresi Epididimis Mencit Albino (Musmusculus L) Strain Balb/C**, Tesis, Universitas Sumatera Utara, Medan
- [3] 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.
- [4] B.Y. Chang, S.M. Park, 2010, **Electrochemical impedance spectroscopy**, *Annual Review of Analytical Chemistry*, 3, 207-229.
- [5] 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.
- [6] R. Kalvoda, 1987, **Polarographic determination of adsorbable molecules**, *Pure Application Chemistry*, 59, 715-722.
- [7] Bailey, P.L, 1976, **Analysis with Ions-Selective Electrode**, Heyden and Sons, New York
- [8] Suyanta, 2004, **Penentuan Tetapan Selektivitas Elektroda Selektif Ion Sistem Potensiometri Dengan Metode MPM**, Jurusan Pendidikan Kimia, Universitas Negeri Yogyakarta

- [9] 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
- [10] Rosemiyani, I., 2013, **Pengaruh pH dan Ion Asing terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis untuk Menentukan Kandungan Timbal dalam Kosmeik**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang
- [11] Karya, Tias., 2010, **Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Zeolit**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang
- [12] N, Upadhyay and R, Bala, **Metal assisted decomposition of S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy)Thioacetimidate (Communicated)**.
- [13] The Miracles, 1967, **Technical Buletin**, The Miracles, *DuPont Lannate Insecticied*, The Miracles Of Science, American
- [14] Rundle, C.C., 2003, **Glossary of Terms Used in Ion Selective Electrode Measurments (with Mathematical Formulae)**, Nico2000 Ltd., London, UK
- [15] Saryan LA, Zenz C., 1994, **Lead And Its Compounds. In : Occupational Medicine**. Edisi 3. New York. P . 506-539
- [16] Widowati. W., 2008, **Efek Toksik Logam, Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran**, Andi, Yogyakarta.
- [17] Hondeghem L. M., Katzung B. G., 1984, **Antiarrhythmic Agents : The Modulated Receptor Mechanism Of Action Of Sodium And Calcium Channel-Blocking Drugs**, *Annu. Rev. Pharmacol.* 24, 387-423

- [18] Halliwell. B., 1987, **Free radicals and metal ions in health and disease**; *Proc. Nutr. Soc.* **46**, 13-26
- [19] Lynde, S.R., 2007, **Ion Selective Electrodes**, www.cartage.org.lb, diakses 5 Februari 2014
- [20] Evans, A., 1991, **Potentiometric and Ion Selective Electrodes**, John Willey & Sons, New York, 51
- [21] Pranitis, D. M., 1992, **Potentiometric Ion Gas and Bio Selective Membrane Electrodes**, *Crit. Rev. In Anal.*, Pp 163-186
- [22] Baum, G dan Lynn, M., 1972, **Polymer Membrane Electrodes**. *anal. Chim. Acta.* Pp 393 – 403
- [23] Wygladacz, K., 2006, **Solid-State Sensors**, Warsaw University of Technology, Department of Analytical Chemistry, Poland, <http://csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/solid>, diakses tanggal 23 Januari 2014
- [24] Hulanicki, A., and M. Trojanowicz, 1976, **Calcium Selective Urin With PVC Membrans and Solid Internal Contacts**, *Analytica Chimica Acta.*, 87:411-417.
- [25] 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.
- [26] Cuningham. L., and H. Freiser, 1986, **Coated – Wire Ion Selective Electrodes**, *Anal. Chem. Acta.*
- [27] Lynde S.A., 1997, **Environmental sampling and monitoring**, <http://cwr.cee.vt.edu/environmental/teach/smprimer/ise/ise.html>, tanggal akses 13 Maret 2014.

- [28] Brian M., 1997, **Ion selective electrodes: measurement considerations**, <http://elchem.kaist.ac.kr/vt/chemed/echem/ise.html>, tanggal akses 13 Maret 2014.
- [29] Lakshminarayanaiah, 1976, **Membranes Electrodes**, Academic Press, London, pp 62-64, 98-99,160, 223-225, 237
- [30] Skoog, D.A., et al., 2004, **Fundamental of Analytical Chemistry 8th Edition**, Brooks/Cole Thomson Learning, United States of America
- [31] Pranitis, D. M., 1992, **Potentiometric Ion Gas and Bio Selective Membrane Electrodes**, *Crit. Rev. In Anal.*, Pp 163-186
- [32] Fardiyah Q., 2003, **Aplikasi Elektrode Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Terlapis untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas NO**, *Tesis*, Bandung, Program Pascasarjana, Institut Teknologi Bandung.
- [33] Kumar, Vinod, 2011, **Iron (III) Selective Electrode Based On S-Methyl N-(Methylcarbomyloxy) Thioacetimidate As A Sensing Material**, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6 (2011) 650-663
- [34] Bailey, P.L, 1976, **Analysis with Ions-Selective Electrode**, Heyden and Sons, New York
- [35] Yulianingsih., S, 2007, **Pembuatan Elektroda Selektif Ion Sulfida Berbasis Ag/Ag₂S**, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang
- [36] G.K.Vinod, S.Bhavana, U.Niraj, K.Sunita, S.Rakesh, S.P.Lok, 2011, **Iron (III) Selective Electrode Based on S-Methyl N-(Methylcarbamyloxy) Thioacetimidate as a Sensing Material**, Uttarakhand, India, *Journal Electrochemical Sci.*,6:650 – 663.

- [37] Kesting, R.E., 1985, **Synthetic Polymer Membranes, a Structural Perspective**, 2nd Edition, John Wiley and Sons, New York
- [38] 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.
- [39] Brandup, J.,E. H. Immergut dan E. A. Grulke, 1998, **Polymer Handbook 4th Edition**, John Wiley and Sons, New York
- [40] Sax, N. I., dan R.J. Lewis, 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**, Van Nostrand Reinhold, New York
- [41] Hallstar, 2007, **The Function and Selection of Ester Plasticizers**, <http://www.hallstar.com>, diakses tanggal 21 Januari 2014
- [42] Vesely, J., dan S. Karel, 1978, **Analysis with Ion Selective Electrodes**, John Wiley & Sons, New York
- [43] Atikah, 2005, **Fenomena Transport Ion Nitrat pada Elektroda Selektif Nitrat pada Elektroda Selektif Nitrat Tipe Kawat Terlapis Membran dengan Aliquat 336-Nitrat**, ITB, Bandung
- [44] Loudon, G.M., 2002, **Organic Chemistry 4th Edition**, Oxford University Press, New York
- [45] Wroblewski, W., 2005, **Ions Selective**, Chemical Sensors Research Group, Polandia, <http://csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/ise>., diakses 21 Januari 2014
- [46] Huang, X., et. al., 2005, **Preparation and Evaluation of Stable Coating for Capillary Electrophoresis Using Coupled Chitosan as Coated Modifier**, *Talanta*, 69, pp 463-468

[47] Rundle, C.C., 2003, **Glossary of Terms Used in Ion Selective Electrode Measurements (with Mathematical Formulae)**, Nico2000 Ltd., London, UK

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LAMPIRAN

Lampiran A

A.1. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

A.1.1. Perhitungan Faktor Nernst

$$E_{sel} = E^{\circ} - 2,303 \frac{RT}{nF} \log \alpha_{timbal}$$

A.1.2. Pembuatan Induk 1,5 M

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

Cara perhitungan :

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

$$M = 1,5$$

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

$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ditimbang sebanyak 12,42 gram kemudian diencerkan dengan akuades dalam 25 ml air. Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1,5 M diencerkan dengan akuades dan ditanda bataskan dengan labu takar 25 mL volume yang dibutuhkan sebagai berikut :

Cara perhitungan :

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

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

$$1,5 \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-1} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,7 \text{ mL}$$

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

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

$$10^{-1} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-2} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

$$10^{-2} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-3} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

$$10^{-3} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-4} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

$$10^{-4} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-5} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

$$10^{-5} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-6} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

$$10^{-6} \text{ M} \cdot V_1 = 10^{-7} \text{ M} \cdot 25 \text{ mL}$$

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

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

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

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

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

A.1.3. Pembuatan Larutan CH_3COOH 0,2 M

Pembuatan larutan buffer asetat, mula-mula membuat larutan CH_3COOH 0,2 M diambil sebanyak 1,144 mL dan ditandabatkan dengan akuades sebanyak 100 mL, dengan perhitungan sebagai berikut :

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{\%xpx1000}{100xMr} = \frac{100x1,05g/mLx1000}{100x60,05g/mol} = 17,485 \text{ M}$$

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

$$V_1 \cdot 17,485 \text{ M} = 100 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ M}$$

$$V_1 = 1,144 \text{ mL}$$

A.1.4. Pembuatan Larutan CH_3COONa 0,2 M

Pembuatan larutan CH_3COONa 0,2 M dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuadest hingga tanda batas, kemudian dihomogenkan dengan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Mol CH}_3\text{COONa} = M \cdot V$$

$$= 0,2 \text{ mol/L} \cdot 0,1 \text{ L}$$

$$= 0,02 \text{ mol}$$

$$\text{Massa CH}_3\text{COONa} = \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH}$$

$$= 0,02 \text{ mol} \times 82 \text{ g/mol}$$

$$= 1,64 \text{ gram}$$

A.1.5. Reaksi dan Perhitungan Larutan Buffer Asetat



$$K_a = 1,75 \times 10^{-5}$$

- Pembuatan Buffer Asetat pH 3

$$[\text{CH}_3\text{COOH}] = 0,2 \text{ M}$$

$$[\text{CH}_3\text{COONa}] = 0,2 \text{ M}$$

$$\text{Mol CH}_3\text{COOH} = M \times V$$

$$= 0,2 \times 25 \text{ ml}$$

$$= 5 \text{ mol}$$

$$\text{Mol CH}_3\text{COONa} = \text{mol} \times \text{volume}$$

$$= 0,2 \times 0,4 \text{ mL}$$

$$= 0,08 \text{ mol}$$

$$[\text{H}^+] = \frac{\text{molCH}_3\text{COOH}}{\text{molCH}_3\text{COONa}}$$

$$= 1,75 \times 10^{-5} \frac{5 \text{ mol}}{0,8 \text{ mol}}$$

$$= 1,09375 \times 10^{-3}$$

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

$$= 2,96 \sim 3$$

- Pembuatan Buffer Asetat pH 4

$$\text{Mol CH}_3\text{COOH} = M \times V$$

$$= 0,2 \times 25 \text{ ml}$$

$$= 5 \text{ mol}$$

$$\text{Mol CH}_3\text{COONa} = \text{mol} \times \text{volume}$$

$$= 0,2 \times 4 \text{ mL}$$

$$= 0,8 \text{ mol}$$

$$[\text{H}^+] = k_a \frac{\text{molCH}_3\text{COOH}}{\text{molCH}_3\text{COONa}}$$

$$= 1,75 \times 10^{-5} \frac{5 \text{ mol}}{0,8 \text{ mol}}$$

$$= 1,09375 \times 10^{-4}$$

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

$$= 3,96 \sim 4$$

- Pembuatan Buffer Asetat pH 5

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COOH} &= M \times V \\ &= 0,2 \times 25 \text{ ml} \\ &= 5 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COONa} &= \text{mol} \times \text{volume} \\ &= 0,2 \times 42,5 \text{ mL} \\ &= 8,5 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$[\text{H}^+] = k_a \cdot \frac{\text{molCH}_3\text{COOH}}{\text{molCH}_3\text{COONa}}$$

$$= 1,75 \times 10^{-5} \frac{5 \text{ mol}}{8,5 \text{ mol}}$$

$$= 1,029 \times 10^{-5}$$

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

$$= 4,987 \sim 5$$

- Pembuatan Buffer Asetat pH 6

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COOH} &= M \times V \\ &= 0,2 \times 3 \text{ ml} \\ &= 0,6 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COONa} &= \text{mol} \times \text{volume} \\ &= 0,2 \times 50 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$[\text{H}^+] = k_a \cdot \frac{\text{molCH}_3\text{COOH}}{\text{molCH}_3\text{COONa}}$$

$$= 1,75 \times 10^{-5} \frac{0,6 \text{ mol}}{10 \text{ mol}}$$

$$= 1,05 \times 10^{-6}$$

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

$$= 5,978 \sim 6$$

- Pembuatan Buffer Asetat pH 7

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COOH} &= M \times V \\ &= 0,2 \times 0,3 \text{ ml} \\ &= 0,06 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol CH}_3\text{COONa} &= \text{mol} \times \text{volume} \\ &= 0,2 \times 50 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$[\text{H}_+] = k_a \cdot \frac{\text{molCH}_3\text{COOH}}{\text{molCH}_3\text{COONa}}$$

$$= 1,75 \times 10^{-5} \frac{0,06 \text{ mol}}{10 \text{ mol}}$$

$$= 1,05 \times 10^{-7}$$

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = 6,978 \sim 7$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran B

B.1. Data dan Hasil Penelitian

B.1.1. Pengukuran ESI Timbal (II) pada Potensial Rata-Rata dan Penentuan Harga Faktor Nernst pada pH 2-8

Tabel B.1.1.1 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 2

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|-----|-----------|
| | I | II | III | |
| 5 | 202 | 222 | 250 | 224,67 |
| 4 | 208 | 231 | 255 | 231,33 |
| 3 | 218 | 240 | 260 | 239,33 |
| 2 | 224 | 255 | 271 | 250,00 |
| 1 | 230 | 267 | 283 | 260,00 |
| Faktor Nernst | 7,2 | 11,4 | 8,2 | 8,93 |

Tabel B.1.1.2 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 3

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 318 | 271 | 286 | 291,67 |
| 2 | 307 | 256 | 271 | 278,00 |
| 3 | 297 | 242 | 256 | 265,00 |
| 4 | 286 | 229 | 241 | 252,00 |
| 5 | 276 | 207 | 229 | 237,33 |
| Faktor Nernst | 10,5 | 15,5 | 14,4 | 13,47 |

Tabel B.1.1.3 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 4

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|-----|-----------|
| | I | II | II | |
| 1 | 285 | 266 | 297 | 282,67 |
| 2 | 276 | 248 | 286 | 270,00 |
| 3 | 264 | 223 | 277 | 254,67 |
| 4 | 253 | 194 | 268 | 238,33 |
| 5 | 242 | 177 | 260 | 226,33 |
| Faktor Nernst | 10,9 | 23,2 | 9,2 | 14,4 |

Tabel B.1.1.4 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 5

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 258 | 257 | 255 | 256,67 |
| 2 | 229 | 228 | 227 | 228,00 |
| 3 | 195 | 192 | 190 | 192,33 |
| 4 | 173 | 170 | 163 | 168,67 |
| 5 | 153 | 154 | 150 | 152,33 |
| Faktor Nernst | 26,6 | 26,4 | 26,8 | 26,60 |

Tabel B.1.1.5 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 6

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata rata |
|-----------------|--------------------------|------|-----|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 329 | 326 | 325 | 326,67 |
| 2 | 298 | 299 | 300 | 299,00 |
| 3 | 282 | 281 | 280 | 281,00 |
| 4 | 246 | 243 | 242 | 243,67 |
| 5 | 213 | 215 | 214 | 214,00 |
| Faktor Nernst | 29 | 27,8 | 28 | 28,27 |

Tabel B.1.1.6 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 7

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 378 | 374 | 376 | 376,00 |
| 2 | 349 | 345 | 346 | 346,67 |
| 3 | 320 | 315 | 317 | 317,33 |
| 4 | 291 | 289 | 288 | 289,33 |
| 5 | 260 | 261 | 262 | 261,00 |
| Faktor Nernst | 29,4 | 28,2 | 28,6 | 28,73 |

Tabel B.1.1.7 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada pH 8

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 253 | 236 | 298 | 262,33 |
| 2 | 247 | 228 | 286 | 253,67 |
| 3 | 234 | 223 | 276 | 244,33 |
| 4 | 222 | 217 | 266 | 235,00 |
| 5 | 211 | 210 | 261 | 227,33 |
| Faktor Nernst | 10,90 | 6,30 | 9,40 | 8,87 |



B.1.2. Pengukuran ESI Timbal (II) pada Potensial Rata-Rata dan Penentuan Harga Faktor Nernst pada Temperatur 20-50 °C

Tabel B.1.2.1 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 20 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 5 | 275 | 276 | 281 | 387,33 |
| 4 | 301 | 306 | 299 | 351,67 |
| 3 | 331 | 329 | 318 | 326,00 |
| 2 | 350 | 351 | 354 | 351,67 |
| 1 | 385 | 387 | 390 | 387,33 |
| Faktor Nernst | 26,9 | 26,7 | 27,3 | 26,97 |

Tabel B.1.2.2 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 25 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 393 | 392 | 391 | 392,00 |
| 2 | 388 | 389 | 387 | 388,00 |
| 3 | 374 | 375 | 373 | 374,00 |
| 4 | 329 | 328 | 325 | 327,33 |
| 5 | 280 | 279 | 279 | 279,33 |
| Faktor Nernst | 28,5 | 28,7 | 28,6 | 28,60 |

Tabel B.1.2.3 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 30 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | II | |
| 1 | 398 | 399 | 396 | 397,67 |
| 2 | 379 | 378 | 383 | 380,00 |
| 3 | 369 | 373 | 366 | 369,33 |
| 4 | 320 | 319 | 317 | 318,67 |
| 5 | 280 | 282 | 283 | 281,67 |
| Faktor Nernst | 29,5 | 29,3 | 29,2 | 29,33 |

Tabel B.1.2.4 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 35 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 398 | 396 | 395 | 396,33 |
| 2 | 364 | 363 | 361 | 362,67 |
| 3 | 343 | 342 | 346 | 343,67 |
| 4 | 327 | 326 | 325 | 326,00 |
| 5 | 266 | 263 | 261 | 263,33 |
| Faktor Nernst | 30,1 | 30,3 | 30,4 | 30,27 |

Tabel B.1.2.5 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 40 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 389 | 386 | 384 | 386,33 |
| 2 | 372 | 371 | 370 | 371,00 |
| 3 | 346 | 345 | 342 | 344,33 |
| 4 | 324 | 321 | 320 | 321,67 |
| 5 | 278 | 275 | 273 | 275,33 |
| Faktor Nernst | 27 | 27,2 | 27,2 | 27,13 |

Tabel B.1.2.6 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 45 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata rata |
|-----------------|--------------------------|------|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 386 | 385 | 383 | 384,67 |
| 2 | 378 | 377 | 374 | 376,33 |
| 3 | 345 | 345 | 343 | 344,33 |
| 4 | 314 | 313 | 311 | 312,67 |
| 5 | 288 | 286 | 285 | 286,33 |
| Faktor Nernst | 26 | 26,2 | 25,9 | 26,03 |

Tabel B.1.2.7 Penentuan Nilai Faktor Nernst pada Temperatur 50 °C

| Konsentrasi (M) | Potensial Elektroda (mV) | | | Rata-rata |
|-----------------|--------------------------|-----|------|-----------|
| | I | II | III | |
| 1 | 396 | 395 | 397 | 396,00 |
| 2 | 368 | 367 | 369 | 368,00 |
| 3 | 335 | 334 | 337 | 335,33 |
| 4 | 309 | 303 | 305 | 305,67 |
| 5 | 289 | 292 | 290 | 290,33 |
| Faktor Nernst | 27,3 | 27 | 27,8 | 27,37 |

