

repository.ub.ac.id

Pembuatan dan Karakterisasi PIM(Polymer Inclusion Membrane) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai *Passive Sampler* untuk Deteksi SCN⁻

SKRIPSI

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

Oleh:
Mochammad Sahlul Furqon
155090200111037



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2018

i

repository.ub.ac.id

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI
“Pembuatan dan Karakterisasi PIM(*Polymer Inclusion Membrane*) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai *Passive Sampler* untuk Deteksi SCN”

oleh:
MOCHAMMAD SAHLUL FURQON
155090200111037

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

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Barlah Rumhayati, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197404292000032001

Dr. Ani Mulyasuryani, MS.
NIP. 196306281991032001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197310202002121001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mochammad Sahlul Furqon

NIM : 155090200111037

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

“Pembuatan dan Karakterisasi PIM(*Polymer Inclusion Membrane*) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai *Passive Sampler* untuk Deteksi SCN”

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,... Desember 2018

Yang menyatakan,

(Mochammad Sahlul Furqon)

NIM. 155090200111037

repository.ub.ac.id

Pembuatan dan Karakterisasi PIM(Polymer Inclusion Membrane) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai *Passive Sampler* untuk Deteksi SCN⁻

ABSTRAK

Tiosianat adalah produk samping dari limbah domestik dan tambang emas. Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah dan konsentrasi ekstraktn dalam PIM terhadap kinerja *passive sampler* untuk deteksi ion tiosianat di lingkungan perairan. PIM dibuat dengan mencampurkan PVC sebagai polimer dasar, Aliquat 336-Cl sebagai ekstraktn, dan DOP sebagai pemlastis dalam pelarut THF (tetrahidrofuran). Konsentrasi ekstraktn divariasi 10%,15%, and 20% w/w. *Passive sampler* dibuat dari sebuah botol 5 mL yang diisi dengan larutan NaCl 1 M sebagai *inner solution* dan ditutup dengan PIM. *Passive sampler* kemudian direndam dalam fasa ruah berisi larutan tiosianat 100 mg/L dengan bagian PIM mengarah pada larutan ruah. Fasa ruah diaduk dengan kecepatan bervariasi 600, 800, 1000 rpm selama 180 menit. Setiap 30 menit, *passive sampler* diambil. Konsentrasi ion tiosianat dalam larutan *inner* di *passive sampler* kemudian ditentukan dengan metode spektrofotometri sinar tampak pada 460 nm berdasarkan pembentukan sanya kompleks besi (III) tiosianat. Selanjutnya, laju sampling (R_s) dan and konsentrasi rata-rata per waktu (C_{TWA}) dihitung berdasarkan waktu kinetik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa *passive sampler* menghasilkan R_s dan C_{TWA} optimal dengan kecepatan pengadukan fasa ruah 100 rpm. *Passive sampler* dengan PIM yang mengandung Aliquat 336-Cl 20% w/w mempunyai kinerja yang bagus dengan nilai R_s dan C_{TWA} masing-masing adalah 1×10^{-5} L/menit dan 93,58 mg/L. *Passive sampler* tersebut menunjukkan akurasi yang bagus untuk mendeteksi ion tiosianat sebesar 95,62%.

Kata Kunci: Tiosianat, PIM, *Passive Sampler*, C_{TWA} , dan Laju sampling.

repository.ub.ac.id

Fabrication and Characterization of PIM (Polymer Inclusion Membrane) Aliquat 336-Cl / DOP as Passive Sampler for SCN⁻ Detection

ABSTRACT

Thiocyanate is side product of cyanide from domestic and gold mining wastes. The aims of this research were to determine the effect of stirring speed and extractant concentration of PIM to the performance of passive sampler for thiocyanate detection in water environment. PIM was prepared by mixing PVC as base polymer, Aliquat 336-Cl as extractant, and DOP as plasticizer in THF (tetrahydrofuran) solvent. Extractant concentrations were varied 10%,15%, and 20% w/w. *Passive sampler* was developed from a 5 mL bottle filled by NaCl 1 M as the inner solution and capped by PIM. Passive samplers were then deployed into a bulk solution of thiocyanate solution of 100 mg/L with the PIM was faced down into the bulk solution. The bulk solution was stirred at 600, 800, 1000 rpm for 180 minutes. In every 30 minute, a passive sampler was taken out. The thiocyanate concentration in the inner solution of passive sampler was then determined using visible spectrophotometric method at 460 nm based on the formation of iron (III) thiocyanate complex compound. Furthermore, the sampling rate (Rs) and the time average concentration (C_{TWA}) were calculated based on the kinetic time. Results showed that a passive sampler had a good performance at stirring speed of 800 rpm. Passive sampler with PIM consisted of Aliquat 336-Cl 20% w/w had good performance with Rs and C_{TWA} values were 1×10^{-5} L/minute and 93.58 mg/L, respectively. This passive sampler showed a good accuracy in thiocyanate ion detection by 95.52%.

Kata Kunci: Thiocyanate, PIM, *Passive Sampler*, C_{TWA}, sampling rate.

KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadirat Allah Swt atas limpahan rahmat dan nikmat-Nya penulis bisa menyusun skripsi yang berjudul *Pembuatan dan Karakterisasi PIM(Polymer Inclusion Membrane) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai Passive Sampler untuk Deteksi SCN* . Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu persyaratan dalam memperoleh gelar sarjana sains bidang Kimia.

Penyusunan naskah skripsi ini tidak luput dari dukungan serta bimbingan dari berbagai pihak, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu Barlah Rumhayati, S.Si., M.Si., Ph.D, selaku pembimbing I dan Ibu Dr. Ani Mulyasuryani, MS., sebagai pembimbing II atas dedikasi dan bimbingannya.

2. Ibu Dr. Hermin Sulistiyarti, M.Si., selaku Kalab. Analitik atas fasilitas yang diberikan pada penulis selama melakukan penelitian.

3. Bapak Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.

4. Kedua orang tua penulis, atas segala do'a dan upaya yang ditujukan untuk penulis sehingga memotivasi penulis hingga sejauh ini.

Penulis menyadari bahwa Laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari sempurna, untuk itu saran dan kritik yang bersifat membangun dari pembaca sangat diharapkan demi kesempurnaan penulisan pada masa yang akan datang.

Akhir kata, semoga Laporan Tugas Akhir ini berguna bagi semua pihak yang memanfaatkan.

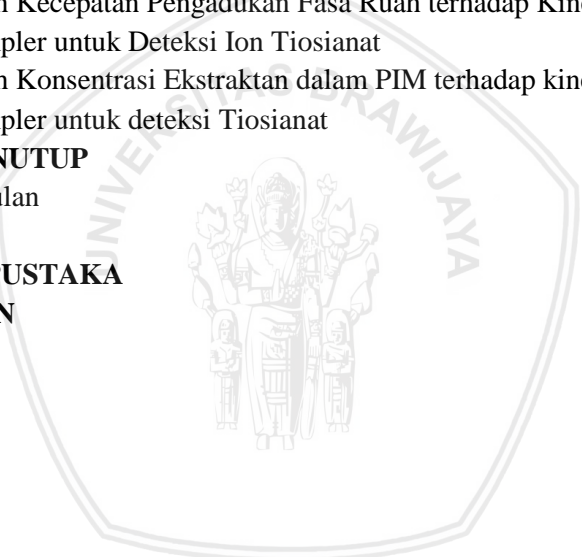
Malang, 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Hal
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
DAFTAR ISTILAH	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Tiosianat(SCN ⁻)	4
2.2 Polymer Inclusion Membrane(PIM)	6
2.3 Passive Sampling	9
2.3.1 Perhitungan Konsentrasi Rata-rata per Waktu(C_{TWA}) <i>Passive Sampling</i>	11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	14
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	14
3.2 Alat dan Bahan	14
3.3 Tahapan Penelitian	14
3.4 Prosedur Penelitian	14
3.4.1 Pembuatan PIM	14
3.4.2 Pembuatan <i>Passive Sampler</i>	15
3.4.3 Deteksi ion Tiosianat dengan menggunakan <i>Passive Sampler</i>	15

3.4.3.1 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Fasa Ruah terhadap Kinerja Passive Sampler dalam Deteksi ion tiosinat	15
3.4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan dalam PIM terhadap Kinerja Passive Sampler untuk Deteksi Tiosianat	16
3.4.4 Analisis Kadar Ion Tiosianat secara Spektrofotometri Sinar Tampak	17
3.4.4.1 Pembuatan Kurva Baku Standar Tiosianat	17
3.4.4.2 Pengukuran Konsentrasi ion Tiosianat pada Fasa Ruah dan <i>Inner Solution</i> dalam <i>Passive Sampler</i>	17
3.4.5 Analisa Data	18
BAB IV HASIL dan PEMBAHASAN	19
4.1 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Fasa Ruah terhadap Kinerja Passive Sampler untuk Deteksi Ion Tiosianat	19
4.2 Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan dalam PIM terhadap kinerja Passive Sampler untuk deteksi Tiosianat	20
BAB V PENUTUP	26
5.1 Kesimpulan	26
5.2 Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN	31



DAFTAR GAMBAR

	Hal.
Gambar 2. 1 Struktur Molekul Dioctyl Phtalate(DOP)	7
Gambar 2. 2 <i>Passive Sampling</i> dengan PIM	10
Gambar 2. 3 Profil difusi passive sampling	11
Gambar 3. 1 Rancangan passive sampler	15
Gambar 3. 2 Pemodelan Passive Sampling	16
Gambar 4. 1 Pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah waktu kinetik deteksi ion tiosianat menggunakan passive sampler dengan PIM Aliquat 336-Cl (20% w/w).	19
Gambar 4. 2 Konsentrasi tiosianat dalam inner solution passive sampler dengan PIM pada berbagai komposisi Aliquat 336-Cl.	21
Gambar 4. 3 Pengaruh konsentrasi ekstraktn dalam PIM passive sampler terhadap laju sampling pengukuran ion tiosianat 100 mg/L dengan kecepatan pengadukan fasa ruah 800 rpm.	23
Gambar 4. 4 Pengaruh konsentrasi ekstraktn terhadap C_{TWA} dalam deteksi ion tiosianat menggunakan passive sampler	24

DAFTAR TABEL

	Hal.
Tabel 2. 1 Ekstraktan PIM	8
Tabel 4. 1 Pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah terhadap deteksi ion tiosianat	20
Tabel 4. 2 Perhitungan akurasi C_{TWA} dan standar deviasi	24



DAFTAR LAMPIRAN

	Hal
Lampiran A Diagram Alir Penelitian	30
Lampiran B Perhitungan dan Pembuatan Larutan	31
B.1 Larutan Tiosianat	31
B.1.1 Larutan Stok Tiosianat 100 mg/L	31
B.1.2 Larutan Tiosianat Berbagai Konsentrasi	31
B.2 Larutan NaCl 1 M	32
B.3 Pembuatan Larutan FeCl ₃	32
B.4 Pembuatan PIM sebagai Passive Sampler	32
Lampiran C. Data Hasil Penelitian	35
C.1 Kurva Baku Ion Tiosianat	35
C.2. Data Hasil Transport Ion Tiosianat	36
C.3 Penentuan Laju sampling(Rs)	42
Lampiran D. Perhitungan Data	47
D.1 Perhitungan Konsentrasi Rata-rata per Waktu	47
D.2 Perhitungan % Kesalahan	51

DAFTAR ISTILAH

Aliquat 336-Cl	: Ekstraktan komersil yang digunakan dalam PIM, juga disebut dalam penamaan kimia sebagai TOMAC(Tri oktil metil Amonium klorida)
C_{TWA}	: Konsentrasi rata-rata per waktu
DOP	: Singkatan dari senyawa DiOktil Ftalat
PVC	: Polivinil Klorida
R_s	: Laju sampling
V_{Eq}	: Volume Ekuivalen
Waktu kinetik(t)	: Waktu yang dicapai pada fasa kinetik



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tiosianat adalah senyawa ion hasil detoksifikasi sianida, merupakan salah satu zat goitrogenik. Tiosianat dapat mengganggu fungsi tiroid dengan menghambat pengambilan iodium dan mengganggu aktivitas enzim thyroid peroxidase (TPO)[1]. Tiosianat dapat terakumulasi dalam lingkungan perairan berasal dari limbah rumah tangga dan limbah industri logam[2]. Untuk monitoring tingkat polusi di perairan diperlukan pemantauan yang *real time*.

Umumnya pemantauan polutan di perairan dilakukan dengan metode grab sampling, sementara konsentrasi polutan di lingkungan perairan berfluktuasi setiap waktunya. Selain itu keadaan sampel pada saat diambil juga dapat berubah karena terjadi reaksi internal sampel atau pengaruh matriks lain seperti suhu, sehingga keadaan sampel awal dan keadaan sampel saat tahap analisis dapat berbeda. Metode *grab sampling* berpeluang untuk mendeteksi konsentrasi polutan dengan jangka waktu tertentu dengan cara meningkatkan frekuensi pengambilan sampel. Namun cara ini kurang efisien karena lebih banyak menguras biaya, waktu dan tenaga[3].

Passive sampling merupakan teknik sampling yang bisa digunakan sebagai pemantau kadar polutan dalam jangka waktu tertentu. Metode ini menggunakan membran sebagai perangkat sampling yang berfungsi untuk mendifusikan suatu polutan dalam sistem. Kemudian polutan tersebut tertampung dalam larutan internal (fase penerima) dalam sampler selama periode sampling. Dengan demikian, *passive sampling* dapat digunakan sebagai metode untuk mendeteksi konsentrasi rata-rata polutan per waktu dari suatu polutan di lingkungan tertentu. *Passive sampler* tidak hanya lebih efisien dalam mendeteksi peristiwa polusi, tetapi juga menyederhanakan proses analitik secara keseluruhan dengan menggabungkan sampling, pemisahan polutan, akumulasi dan pengawetan dalam satu

langkah[4]. *Passive sampling* memiliki dua fungsi pemantauan polutan, yaitu sebagai fungsi kinetik dan fungsi ekuilibrium. Keadaan fungsi kinetik berlaku apabila perubahan konsentrasi polutan dalam passive sampler linier terhadap perubahan waktu. Konsentrasi rata-rata per waktu polutan dapat ditentukan saat berlakunya keadaan kinetik. Keadaan kinetik dipengaruhi oleh konsentrasi polutan dalam sistem(C_f), laju sampling(R_s) dan lama waktu sampling(t). Nilai laju sampling(R_s) diperoleh dari slope kurva linier volume ekuivalen terhadap waktu sampling[5].

Salah satu komponen penyusun *passive sampler* yaitu adanya membran yang berfungsi untuk pemisahan analit. *Polymer Inclusion Membrane*(PIM) merupakan salah satu jenis membran yang dapat dimanfaatkan sebagai filter dalam perangkat *passive sampler*. PIM telah digunakan dalam *passive sampler* untuk deteksi amonia[3] dan logam Zn(II)[4]. Penggunaan PIM juga berhasil dilakukan untuk pemisahan tiosianat pada air bekas tambang [6]. PIM merupakan perkembangan teknologi pemisahan menggunakan membran yang dapat memisahkan suatu komponen kimia spesifik dengan cara ekstraksi dan ekstraksi balik sekaligus menggunakan pelarut yang sedikit. Karakteristik PIM menentukan laju sampling dalam deteksi menggunakan *passive sampler* sementara karakter PIM dipengaruhi salah satunya oleh konsentrasi ekstraktn.

Berdasarkan uraian-uraian diatas, penelitian ini akan mempelajari pembuatan dan karakterisasi kinerja *passive sampler* untuk deteksi ion tiosianat dalam lingkungan perairan menggunakan filter dari PIM(*Polymer Inclusion Membrane*) yang mengandung ekstraktn Aliquat 336-Cl dan pemlastis DOP. Dengan menentukan waktu kinetik, kinerja *passive sampler* yang ditentukan adalah laju sampling (R_s) dan konsentrasi rata-rata per waktu (C_{TWA}).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kinerja passive sampler dalam deteksi ion tiosianat?

2. Bagaimana pengaruh konsentrasi ekstrak dalam PIM terhadap kinerja passive sampler dalam deteksi ion tiosianat?

1.3 Batasan Masalah

1. Lingkungan perairan yang digunakan adalah larutan tiosianat 100 mg/L.
2. Larutan penerima dalam passive sampler (inner solution) adalah NaCl 1 M sebanyak 5 mL.
3. Kinerja passive sampler yang ditentukan adalah waktu kinetic, R_s , C_{TWA} , dan akurasi pengukuran.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah terhadap kinerja passive sampler untuk deteksi ion tiosianat
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi ekstrak dalam PIM terhadap kinerja passive sampler untuk deteksi ion tiosianat.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu dapat mengetahui kinerja PIM yang digunakan sebagai *passive sampler* dalam pengukuran konsentrasi ion tiosianat secara *real time*.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tiosianat(SCN⁻)

Tiosianat adalah senyawa ion yang cukup beracun dan stabil secara kimiawi mengandung unsur karbon, nitrogen dan belerang yang terbentuk dari reaksi sulfida atau tiosulfat dengan sianida[8]. Tiosianat bersifat goitrogenik yaitu zat yang dapat menghambat pengambilan iodium pada tiroid dan mengganggu aktivitas enzim tiroid peroksidase(TPO)[1].

Tiosianat digunakan untuk memproduksi tiourea (sumber bahan mentah), serat akrilik (medium dispersi untuk kopolimer), dan cat penghambat korosi. Tiosianat digunakan dalam pewarna kain rctakan, fotografi, sebagai bahan herbisida, dan sebagai indikator dalam studi distribusi deposit minyak dan struktur stratigrafi. Ion tiosianat umumnya ditemukan di industri air limbah. Ion tiosianat dalam air permukaan dapat berasal dari air limbah pabrik pengolahan mineral, dan pekerjaan metalurgi, tiosianat dapat terbentuk selama proses pembuatan pupuk[9]. Dalam lingkungan akuatik, tiosianat dapat diproduksi oleh bakteri melalui biotransformasi melibatkan enzim rhodanese yang mengubah sianida menjadi tiosianat[10].

Beberapa dampak buruk yang bisa ditimbulkan akibat tiosianat yaitu dapat menurunkan kinerja TSH(*thyroid stimulating hormone*) yang merupakan stimulus kelenjar tiroid untuk memproduksi hormon tiroksin(T4), triiodotironin(T3), dan kalsitonin, hormon-hormon tersebut berperan dalam proses metabolisme dalam tubuh. Kekurangan hormon tiroid dapat menaikkan tekanan darah, mengganggu perkembangan janin pada ibu hamil, gangguan memori, serta menyebabkan mudah lelah[11].

Sebuah penelitian telah dilakukan untuk mengurangi kadar tiosianat dalam air limbah dengan cara mendegradasinya menggunakan proses denitrisasi menggunakan bakteri autotrof *Thiobacillus sp.*, dalam prosesnya, tiosianat dikonversi menjadi ion sulfat, nitrit, dan karbon dioksida. Ion nitrit akan dikonversi lagi

menjadi unsurnya yaitu nitrogen bebas[2]. Proses ini menimbulkan masalah lain, pengubahan tiosianat menjadi ion sulfat, ion nitrat, dan pembuangan karbon dioksida di atmosfer menimbulkan masalah lingkungan baru. Pemisahan ion tiosianat juga telah dilakukan menggunakan PIM pada limbah tambang emas, dengan komposisi membran 70 wt% PVC, 20 wt% Aliquat 336 dan 10 wt% 1-tetradecanol serta menggunakan fase penerima larutan NaNO_3 [6], penelitian tersebut menunjukkan bahwa terdapat ion pengganggu Cl^- yang bersaing dengan SCN^- (yang sama-sama merupakan ion monovalen) menggantikan ion nitrat, sehingga menurunkan laju pemisahan SCN^- .

Metode yang paling umum digunakan untuk analisis tiosianat adalah metode spektrofotometri, yang melibatkan reaksi tiosianat dengan besi(III)[12] untuk menghasilkan senyawa kompleks berwarna dengan daya serap maksimum pada panjang gelombang 460 nm[13]. Reaksi yang terjadi pada analisis kadar tiosianat menggunakan besi(III) yaitu sebagai berikut:



atau secara lengkap dapat ditulis:



Hasil reaksi tersebut menghasilkan warna merah yang berasal dari senyawa kompleks $[\text{FeSCN}]^{2+}$ [9].

Penentuan kadar suatu senyawa secara spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada hukum Lambert-Beer yang dirumuskan[14]:

$$A = \epsilon b C \quad (2.3)$$

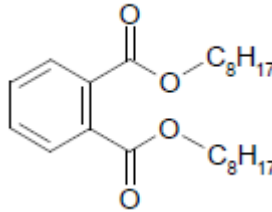
A merupakan absorbansi sampel yang terukur, ϵ = ekstinsi (absorptivitas) molar (mol/L.cm), b = lebar sel yang dilalui sinar (cm), C = konsentrasi (mol./L).

2.2 Polymer Inclusion Membrane(PIM)

PIM adalah sejenis membran cair[15] yang terdiri dari ekstrak dan polimer dasar. Polimer dasar adalah kerangka membran yang memberikan kekuatan mekanis misalnya Polivinil klorida (PVC) atau selulosa triasetat (CTA), yang dipilih sesuai ekstrak yang digunakan dan aplikasi spesifik[16]. Polivinil Klorida atau dikenal sebagai PVC merupakan polimer termoplastik yang memiliki sifat-sifat khusus, antara lain lebih mudah larut pada pelarut yang sesuai, pada suhu tinggi akan lunak, tetapi akan mengeras kembali jika didinginkan dan struktur molekulnya linier atau bercabang tanpa ikatan silang antar rantai. Komponen tambahan PIM yaitu pemlastis[17].

Pemlastis adalah senyawa organik yang menggabungkan alkil hidrofobik dengan satu atau beberapa spesi yang bersifat polar. Pemlastis ditambahkan untuk membentuk struktur membran yang kuat dan fleksibel[18]. Pemlastisan erat kaitannya dengan kemampuan PIM untuk mengurangi gaya tarik antarmolekul antar rantai polimer. Adanya pemlastis ini juga dapat mempengaruhi mobilitas komponen membran, tingkat interaksi antara komponen yang berbeda dari membran dan karakteristik media polimer[19]. Konsentrasi pemlastis yang rendah dapat menyebabkan membran yang lebih kaku dan rapuh, sehingga tidak disarankan. Beberapa pemlastis yang umum dipakai sebagai pemlastis PIM diantaranya[20] 2-Nitrofenil oktil eter (2-NPOE), Dioktil ftalat(DOP), Polioksietilen n-alkil eter (POEs), Tris(2-etilheksil) fosfat(T2EHP). DOP adalah yang pemlastis yang umum digunakan. Pada dasarnya DOP adalah diester asam ftalat yang memiliki rantai 2-etilheksanol bercabang. DOP adalah cairan kental yang tidak berwarna, dapat larut dalam minyak, tetapi tidak dalam air. DOP memiliki aplikasi umum sebagai pemlastis, seperti bahan baku

dalam operasi medis, pemlastis pada polimer PVA untuk manufaktur karet, pelapis kayu, dan kadang-kadang digunakan sebagai agen waxing. Struktur DOP dapat ditunjukkan pada gambar 2.1 berikut:



Gambar 2.1 Struktur Molekul Dioctyl Phthalate(DOP)

Ekstraktan bertanggung jawab untuk mengikat spesies yang diinginkan melalui pembentukan senyawa kompleks atau pembentukan pasangan ion, ekstraktan umumnya merupakan senyawa berbasis amina seperti garam amonium kuartener dan amina tersier[7]. Beberapa ekstraktan memiliki sifat plastis, namun pemlastis tambahan atau pengubah dapat dimasukkan dalam komposisi membran untuk meningkatkan fleksibilitas PIM atau untuk membuat spesies yang diekstraksi lebih mudah larut dalam fase cair membran[21]. Aliquat 336 adalah reagen pelarut ekstraksi komersial yang terdiri dari campuran amonium klorida kuartener dan telah banyak digunakan sebagai *carrier* dalam PIM, karena Aliquat 336 juga memiliki sifat plastis maka sering digunakan dalam kombinasi dengan polimer dasar tanpa memerlukan pemlastis lain[7]. Selain Aliquat 336, juga terdapat ekstraktan lain yang ditunjukkan pada tabel 2.1 berikut [20]:

Tabel 2 1 Ekstraktan PIM

Jenis ekstraktan	Contoh	Komponen target
------------------	--------	-----------------

Amina kuartener	Aliquat 336 (TOMAC)	As(V), Au(III), Cd(III), sakarida, asam amino
Amina tersier	TOA, tri alkil amina	Cr(VI), Zn(II), Cd(II), Pb(II)
Alkil Asam Fosfat	D2EHPA, D2EHDTPA	Ag(I), Hg(I), Ni(II), Fe(III)
B-diketon	Benzoilaseton, Benzoiltrifluoroaseton	Sc(III), Y(III), La(III), Tb(III), Er(III), Lu(III)
Crown Eter, Calix Arena	DC18C16	Na ⁺ , K ⁺ , Ca ⁺ Sr(II), Ba(II), Co(II), Cu(III)
Asam Fosfat dan Ester	TBP, DBBP	U(VI), As(V)

PIM umumnya dibuat dengan melarutkan semua membran komponen dalam volume kecil pelarut yang mudah menguap, seperti tetrahidrofuran. PIM tidak hanya serbaguna secara fisik, tetapi juga secara kimiawi, seperti komposisi membran dapat disesuaikan untuk menjadi selektif terhadap analit tertentu dengan memilih ekstraktan, pemlastis / pengubah dan polimer yang tepat[21].

Mekanisme pemisahan menggunakan PIM dilakukan dengan prinsip ekstraksi. Ekstraksi dan ekstraksi balik dapat dilakukan secara bersamaan di setiap sisi PIM. PIM mengandung ekstraktan yang dienkapsulasi dalam struktur polimernya yang bertanggung jawab untuk mengikat analit target pada larutan umpan, selanjutnya membran akan mengangkutnya dengan proses difusi. Analit selanjutnya diekstraksi kembali ke dalam larutan penerima, meninggalkan ekstraktan bebas untuk mengangkut spesies analit lain [21]. Proses ekstraksi dan ekstraksi balik pemisahan tiosianat dengan Aliquat 336-Cl terjadi melalui reaksi berikut:



fm merupakan fasa membran, fu adalah fasa umpan, dan fp adalah fasa penerima

2.3 Passive Sampling

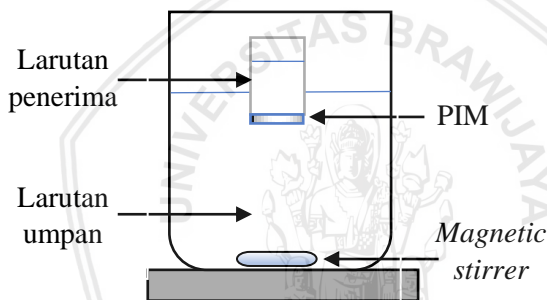
Passive sampling adalah pendekatan pengambilan sampel yang memungkinkan penentuan konsentrasi polutan rata-rata terhadap jangka waktu sampling (misalnya beberapa jam, atau bahkan hingga beberapa minggu). *Passive sampling* dapat digunakan untuk menilai kualitas berbagai kompartemen lingkungan termasuk udara, air, dan tanah[22]. Dalam lingkungan akuatik, *passive sampling* telah digunakan untuk menentukan konsentrasi, fluks, dan labilitas logam, spesies anionik, berbagai macam senyawa organik (termasuk obat-obatan dan pengganggu endokrin), serta senyawa organologam[23].

Proses pengambilan sampel oleh *passive sampling* digunakan suatu perangkat yang disebut *passive sampler*. Istilah *passive sampler* mencakup beberapa subkelompok yang berbeda. *Passive sampler* diklasifikasikan menurut media sampling (gas atau akuatik), fungsi keadaan (ekuilibrium atau kinetik) dan kelas target analit.

Passive sampler dapat bekerja di dua kondisi utama, baik pada fungsi keadaan kinetik atau fungsi keadaan sampling ekuilibrium. Dalam fungsi keadaan kinetik, sampler tidak dalam kesetimbangan, konsentrasi dalam sampler dikendalikan oleh kinetika (umumnya berdasarkan difusi). Mode pengambilan sampel ini bersifat umum untuk sebagian besar sampler yang digunakan. Sampler kinetik yang dikontakkan dalam sistem selama rentang waktu yang singkat akan menunjukkan konsentrasi serapan yang linier terhadap waktu. Sampler dalam fungsi keadaan ekuilibrium, tingkat serapan tinggi dengan waktu kontak fasa umpan begitu lama sehingga kesetimbangan dapat tercapai[24]. Perangkat pengambilan

passive sampling kinetik dirancang untuk terus mengumpulkan analit dengan mempertahankan gradien konsentrasi dan fluks massa analit selama paparan[23].

Passive sampler terdiri dari filter semi-permeabel, yang memisahkan fase ruah (lingkungan akuatik eksternal), dengan *inner solution* (fase analit dikumpulkan)[25]. Filter dapat dipilih sesuai untuk spesies yang diambil sampelnya, jenis penyaring yang dipilih dapat menentukan seberapa cepat satu atau beberapa spesies dikumpulkan pada fase penerima[21]. *Passive sampler* komersil yang sering digunakan dalam monitoring polutan seperti Chemcatcher[®], DGT, dan POCIS[26], sedangkan *passive sampler* dengan PIM dapat ditunjukkan melalui gambar 2.2 berikut:



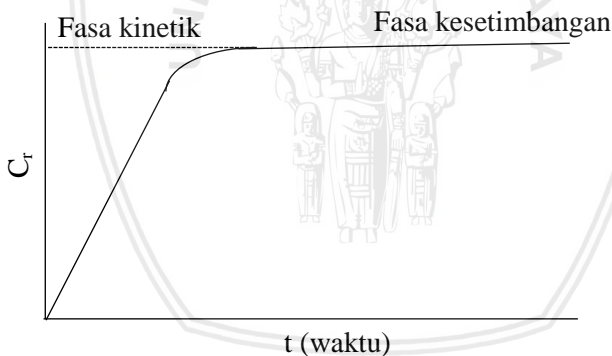
Gambar 2. 2 *Passive Sampling* dengan PIM

Beberapa keuntungan yang diperoleh dari metode *passive sampling* yaitu metode ini dapat mencakup pengambilan sampel, pengumpulan sampel serta pengawetan dalam satu langkah sehingga efektif dan murah. Metode ini memungkinkan pemantauan langsung terhadap keadaan dan konsentrasi polutan di lingkungan sehingga memudahkan penentuan rata-rata konsentrasi berat per waktu dan dapat mengevaluasi efek yang ditimbulkan polutan terhadap lingkungan dan kesehatan manusia. *Passive sampling* memiliki beberapa kerugian, salah satunya adalah tingkat pengambilan sampel

yang relatif rendah, membutuhkan waktu sampling yang lama. Dalam penilaian keseluruhan dampak polutan terhadap lingkungan, konsentrasi rata-rata per waktu lebih berguna daripada konsentrasi jangka pendek, karena mencerminkan keadaan jangka panjang dari senyawa-senyawa polutan[22].

2.3.1 Perhitungan Konsentrasi Rata-rata per Waktu (C_{TWA}) *Passive Sampling*

Profil difusi analit dalam *passive sampler* dapat dibagi menjadi tiga bagian. Pertama penyerapan analit menunjukkan garis linier, pada keadaan ini laju difusi dari fase penerima ke air dapat diabaikan. Kedua, serapan linier berlanjut hingga sekitar setengah jenuh dari fase penerima diperoleh dan kemudian menjadi lengkung. Ketiga, ketika waktu kontak analit meningkat, jumlah difusi menurun dan mendekati partisi ekuilibrium, yaitu tingkat difusi analit dari fase umpan dan fase penerima akan sama[27].



Gambar 2. 3 Profil difusi *passive sampling*

Akumulasi senyawa target dalam *passive sampler* adalah selisih antara konsentrasi fasa penerima dan fasa umpan, dirumuskan sebagai berikut[28]:

$$\frac{dC_f}{dt} = k_1 C_r - k_2 C_f \quad (2.3.1)$$

C_r (mg/L) adalah konsentrasi analit yang terdapat dalam fasa *inner solution passive sampler*. C_f (mg/L) adalah konsentrasi analit dalam fase ruah. k_1 dan k_2 adalah konstanta laju adsorpsi dan konstanta laju difusi balik(waktu⁻¹). Selama periode sampling, dua fungsi keadaan akumulasi utama, baik kinetik atau ekuilibrium dapat dibedakan.

Perubahan konsentrasi keadaan kinetik mengikuti hukum laju pertama dan dirumuskan sebagai berikut[29]:

$$C_r(t) = C_f \frac{k_1}{k_2} (1 - e^{-k_2 t}) \quad (2.3.2)$$

Hukum laju ini berlaku jika konsentrasi fasa umpan dan penerima belum mencapai kesetimbangan.

Secara teoritis, *passive sampler* ini bekerja dalam fungsi keadaan kinetik dan memiliki kapasitas tinggi untuk mengumpulkan komponen target pada fase penerima, sehingga analit dapat berdifusi secara terus menerus selama periode sampling. Ketika komponen target melewati membran dan terakumulasi dalam fase *inner solution* pada tahap awal pengambilan, proses difusi balik dapat diabaikan(k_2 dapat diabaikan), dan laju transfer massa ke fase *inner solution* diasumsikan sebanding secara linear dengan waktu, sehingga persamaan (2.3.2) dapat diwakili sebagai berikut[30]:

$$C_r(t) = C_f k_1 t \quad (2.3.3)$$

Kemudian persamaan (2.3.3) C_r diubah menjadi massa analit sehingga disusun menjadi berikut:

$$m_r = C_f V_r k_1 t \quad (2.3.4)$$

repository.ub.ac.id

m_r adalah massa analit dalam *inner solution* (mg), V_r (L) adalah volume *inner solution*, t (menit) adalah waktu sampling. Penyusunan kembali persamaan (2.3.4) menjadi persamaan (2.3.5) digunakan untuk menentukan R_s (L/menit) yang merupakan laju sampling.

$$V_r k_1 = R_s \quad (2.3.5)$$

Sementara:

$$\frac{m_r}{C_f} = V_{Eq} \quad (2.3.6)$$

sehingga pers. 2.3.4 dan 2.3.5 menjadi:

$$V_{Eq} = R_s t \quad (2.3.7)$$

Dari grafik korelasi V_{Eq} terhadap t diperoleh nilai R_s yang merupakan laju sampling.

Selanjutnya, konsentrasi rata-rata analit per waktu (C_{TWA} , mg/L) yang terukur oleh passive sampler dihitung dengan persamaan (2.3.7) [24]:

$$C_{TWA} = \frac{C_r \times V_r}{R_s t} \quad (2.3.8)$$

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan UPT Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang pada bulan September hingga bulan November 2018.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu Instrumen Spektrofotometer UV-Vis *single beam*, akuarium 2 L, labu ukur 1000;100;10 mL, gelas pengaduk, botol sampler 5 mL, bola hisap, pipet mikro, pipet tetes, *magnetic stirrer*. Bahan yang digunakan, PVC, Aliquat 336-Cl, DOP, THF, Akuades, NaCl, FeCl₃, KSCN.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan
2. Pembuatan larutan
 - a. Preparasi larutan NaCl 0,1 M
 - b. Preparasi larutan induk tiosianat 100 mg/L
3. Pembuatan Membran
4. Pembuatan passive sampler
5. Pengujian *Passive Sampler*
6. Analisis kadar tiosianat secara Spektrofotometri visible
 - a. Pembuatan kurva baku standar tiosianat 20, 40, 60, 80, 100 mg/L
 - b. Pengukuran kadar tiosianat *passive sampling*
7. Perhitungan dan Interpretasi Data

3.4 Prosedur Penelitian

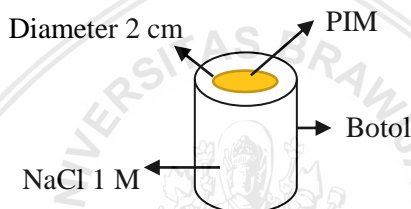
3.4.1 Pembuatan PIM

Membran PIM dibuat dengan mencampurkan polimer dasar PVC sebanyak 70% w/w, Aliquat 336-Cl sebanyak 20% w/w,

dan peplatis DOP 10% w/w dengan berat total membran 300 mg kedalam pelarut THF 10 mL. Kemudian diaduk selama 2 jam. Campuran dipindahkan ke dalam cawan dengan diameter 5 cm kemudian ditutup dengan kain kasa dan penutup cawan selama 24 jam untuk menguapkan pelarut THF, sehingga dihasilkan membran yang tipis, transparan, fleksibel dan permukaannya tidak berminyak.

3.4.2 Pembuatan *Passive Sampler*

PIM yang telah dibuat pada 3.4.1 selanjutnya ditempatkan pada permukaan atas botol sampel yang berisi larutan NaCl 1 M, kemudian ditutup dengan tutup yang telah dilubangi, seperti yang diilustrasikan pada gambar 3. 1 berikut:



Gambar 3. 1 Rancangan *passive sampler*

3.4.3 Deteksi ion Tiosianat dengan menggunakan *Passive Sampler*

3.4.3.1 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Fasa Ruah terhadap Kinerja *Passive Sampler* dalam Deteksi ion Tiosianat

Kurang lebih enam buah *passive sampler* yang dibuat dengan prosedur 3.4.2 dengan masing-masing *inner solution* NaCl 1 M sebanyak 10 mL direndam kedalam fasa ruah yang mengandung larutan tiosianat 100 mg/L, dengan cara menempatkan permukaan membran mengenai larutan, Prosedur deteksi yang digunakan adalah secara *dip-in* dimana fasa ion target yang diamati tidak mengalir. seperti pada gambar 3.2 berikut:



Gambar 3. 2 Pemodelan *Passive Sampling*

Fasa ruah diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 180 menit dengan kecepatan 600 rpm. Setiap 30 menit, sebuah *passive sampler* diambil. Selanjutnya, konsentrasi ion tiosianat dalam fasa ruah dan dalam *passive sampler* diukur dengan metode spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 460 nm sesuai prosedur 3.4.4, Kemudian dibuat grafik hubungan Konsentrasi tiosianat dalam fasa *inner solution* (C_T) terhadap waktu sampling untuk menentukan waktu kinetik (daerah kinetik). Selanjutnya dibuat grafik hubungan Volume ekuivalen (V_{Eq}) terhadap waktu untuk menentukan laju sampling (R_s) berdasarkan *slope* nya. Konsentrasi rata-rata per waktu (C_{TWA}) selanjutnya dihitung dengan menggunakan Persamaan (2.3.7). Kecepatan pengadukan fasa ruah di variasi pada 800 dan 1000 rpm. Percobaan ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Kecepatan pengadukan fasa ruah yang menghasilkan R_s dan C_{TWA} optimal digunakan untuk percobaan tahap berikutnya.

3.4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan dalam PIM terhadap Kinerja *Passive Sampler* untuk Deteksi Tiosianat

PIM dibuat sesuai dengan 3.4.1 dengan mengubah komposisi Aliquat 336-Cl sebagai ekstraktan yang digunakan yaitu

10%,15%, dan 20% w/w. Selanjutnya tiap komposisi dibuat passive samplernya seperti pada 3.4.2 sebanyak enam *passive sampler* setiap komposisinya. Selanjutnya *passive sampler* direndam kedalam fasa ruah yang mengandung larutan tiosianat 100 mg/L, dengan cara menempatkan permukaan membran mengenai larutan seperti gambar 3.2. Fasa ruah diaduk dengan kecepatan optimum dari percobaan 3.4.3.1 selama 180 menit. Setiap 30 menit, sebuah passive sampler diambil. Selanjutnya, konsentrasi ion tiosianat dalam fasa ruah dan dalam *passive sampler* diukur dengan metode spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 460 nm sesuai prosedur 3.4.4. Pada tahapan ini selain menentukan Rs dan CTWA juga menentukan akurasi. Perhitungan akurasi diukur melalui persamaan berikut:

$$\% \text{akurasi} = 100 - \% \text{error} \quad (3.1)$$

$$\% \text{kesalahan} = \frac{\text{Cawal-Cr}}{\text{Cawal}} \times 100\% \quad (3.2)$$

3.4.4 Analisis Kadar Ion Tiosianat secara Spektrofotometri Sinar Tampak

3.4.4.1 Pembuatan Kurva Baku Standar Tiosianat

Larutan tiosianat stok 100 mg/L dalam NaCl 1 M diencerkan menjadi 20, 40, 60, 80 mg/L masing-masing sebanyak 10 mL. Kemudian tiap konsentrasi ditambahkan besi(III) klorida 1 M, sebanyak 0.5 mL, didiamkan selam 5 menit untuk pembentukan kompleks, selanjutnya diukur absorbansi masing-masing larutan dengan spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 460 nm. Hasil pengukuran selanjutnya dibuat kurva standar dengan absorbansi sebagai sumbu Y dan konsentrasi sebagai sumbu X.

3.4.4.2 Pengukuran Konsentrasi ion Tiosianat pada Fasa Ruah dan Inner Solution dalam Passive Sampler

Fase ruah dan *inner solution* dicuplik 1 mL setiap 30 dan diencerkan menjadi 10 mL. Selanjutnya ditambahkan besi(III) klorida 1 M sebanyak 0,5 mL dan didiamkan 5 menit. Absorbansi

larutan selanjutnya diukur dengan spektrofotometer sinar tampak panjang gelombang 460 nm. Konsentrasi ion tiosianat kemudian dihitung dari persamaan garis yang didapatkan dari kurva baku standar tiosianat.

3.4.5 Analisa Data

Data yang akan dianalisis yaitu C_r (Konsentrasi tiosianat dalam inner solution) dan C_u (Konsentrasi tiosianat dalam fasa ruah) berdasarkan persamaan kurva baku tiosianat:

$$Y = aX \quad (3.3)$$

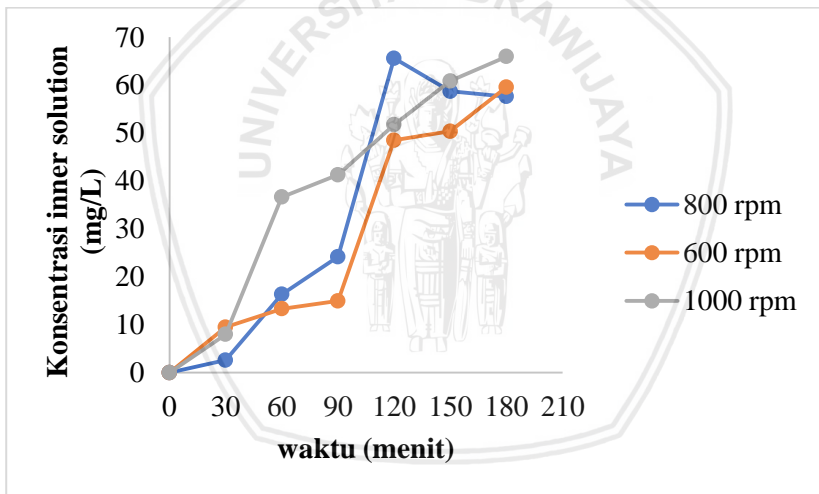
Y adalah absorbansi, a merupakan *slope*, X adalah konsentrasi. Laju sampling (R_s) ditentukan persamaan kurva Volume ekuivalen (V_{Eq}) terhadap waktu (2.3.7). C_{TWA} dihitung melalui persamaan (2.3.8), %akurasi dihitung berdasarkan persamaan (3.1) dan (3.2).



BAB IV HASIL dan PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Fasa Ruah terhadap Kinerja Passive Sampler untuk Deteksi Ion Tiosianat

Kecepatan pengadukan fase ruah dilakukan dengan variasi 600, 800, 1000 rpm menggunakan PIM yang tersusun oleh 20%(w/w) Aliquat 336-Cl, 70%(w/w) PVC dan 10%(w/w) DOP, dan digunakan *passive sampler* dengan 10 mL larutan *inner solution*. Kecepatan pengadukan mempengaruhi laju difusi analit dari fasa ruah menuju fasa *inner solution* dan mempengaruhi waktu kinetik dalam deteksi ion tiosianat. Seperti yang tampak pada Gambar 4.1, waktu kinetik lebih cepat dengan naiknya kecepatan pengadukan fasa ruah.



Gambar 4.1 Pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah waktu kinetik deteksi ion tiosianat menggunakan *passive sampler* dengan PIM Aliquat 336-Cl (20% w/w).

Berdasarkan Gambar 4.1 diketahui pada kecepatan 600, 800, dan 1000 rpm diperoleh waktu kinetik masing-masing secara berurutan

adalah 180, 120, dan 180 menit (Tabel 4.1). pada kecepatan pengadukan 800 rpm diperoleh laju sampling (R_s) yang lebih besar dan waktu kinetik yang lebih cepat dibandingkan dengan 600 rpm dan 1000 rpm. Pada kecepatan 1000 rpm tidak dicapai titik kesetimbangan (waktu kinetik). Hal ini dimungkinkan karena terjadinya kebocoran pada membran PIM akibat terlalu besar turbulensi pengadukan dengan kecepatan tinggi.

Berdasarkan waktu kinetik yang diperoleh selanjutnya ditentukan nilai R_s , C_{TWA} , dan akurasi deteksi ion tiosianat dengan hasil seperti tampak pada Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Pengaruh kecepatan pengadukan fasa ruah terhadap deteksi ion tiosianat

Kecepatan pengadukan fasa ruah (rpm)	R_s (L/menit)	C_{TWA} (mg/L)	Akurasi pengukuran (%)
600	5×10^{-7}	66,20	67,04
800	7×10^{-7}	77,90	78,89

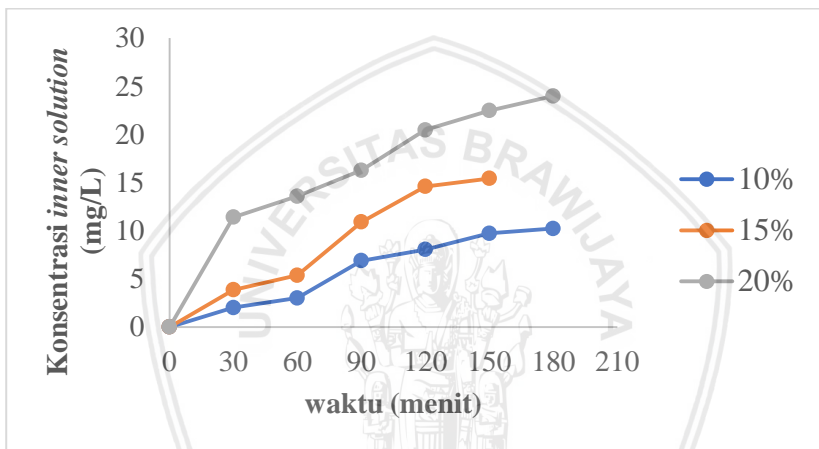
Tabel 4.1 menunjukkan bahwa apabila kecepatan pengadukan ditingkatkan maka akan semakin besar nilai R_s , C_{TWA} dan %akurasi yang diperoleh. Hal ini karena turbulensi putaran dalam fasa ruah membantu memberikan gaya dorong terhadap ion tiosianat untuk berdifusi melewati fasa membran yang selanjutnya ion tiosianat berdifusi menuju fasa *inner solution*.

4.2 Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan dalam PIM terhadap kinerja Passive Sampler untuk deteksi Tiosianat

Ekstaktan Aliquat 336-Cl dalam PIM berfungsi sebagai fasilitator transpor ion tiosianat melalui pertukaran ion. Konsentrasi ekstraktan dalam PIM mempengaruhi karakter PIM yaitu semakin besar kadar ekstraktan(% w/w) yang digunakan maka didapatkan

membran yang semakin elastis, sehingga menentukan kinerja *passive sampler* untuk deteksi ion tiosianat.

Pada tahapan ini, fasa ruah ion tiosianat diaduk dengan kecepatan 800 rpm selama 180 menit. Komposisi ekstraktn Aliquat 336-Cl divariasikan yaitu 10%, 15% dan 20% (w/w) dan digunakan *passive sampler* dengan *inner solution* sebanyak 5 mL. Efek dari konsentrasi ekstraktn dalam PIM sebagai *passive sampler* terhadap waktu kinetik deteksi ion tiosianat ditunjukkan pada gambar 4.2 berikut:

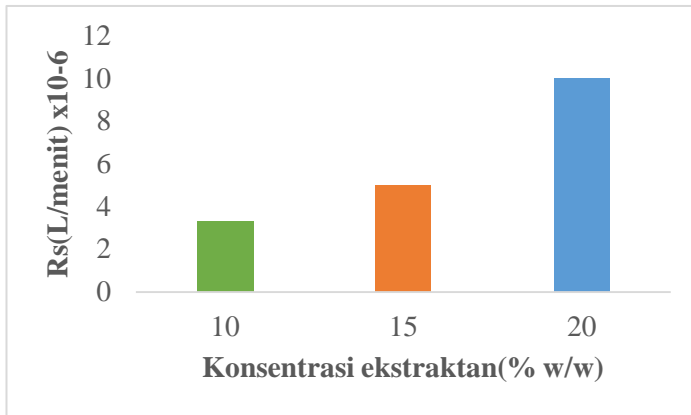


Gambar 4. 2 Konsentrasi tiosianat dalam *inner solution passive sampler* dengan PIM pada berbagai komposisi Aliquat 336-Cl.

Konsentrasi tiosianat dalam larutan penerima (C_t) setelah waktu kontak 180 menit meningkat sebanding dengan meningkatnya konsentrasi Aliquat 336-Cl dalam membran. Waktu kinetik yang dicapai, pada 10% Aliquat 336-Cl waktu kinetik yang dicapai yaitu pada $t=150$ menit, pada 15% Aliquat 336-Cl dicapai pada $t=120$ menit dan pada 20% Aliquat 336-Cl dicapai pada $t=150$ menit. Peningkatan konsentrasi ekstraktn yang digunakan dapat memengaruhi elastisitas membran yang berkaitan dengan difusi analit, jika konsentrasi ekstraktn tinggi maka elastisitas PIM yang

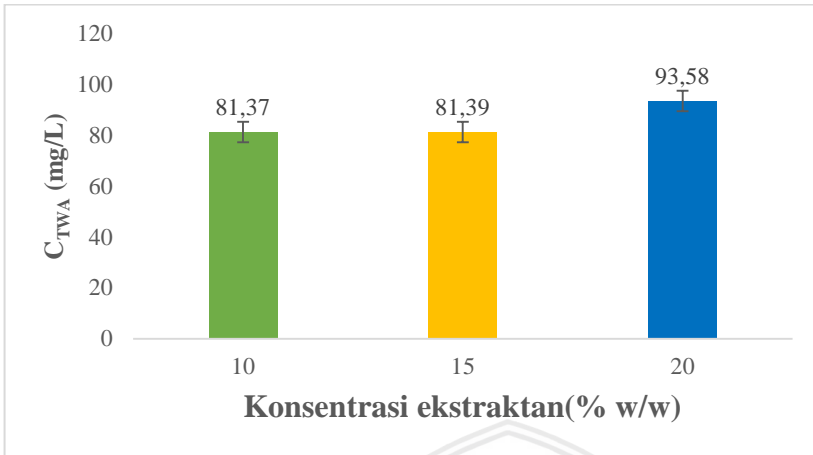
diperoleh juga tinggi. Kekakuan membran dapat menjadi hambatan pembentukan pasangan ion antara kation gugus amonium pada Aliquat 336-Cl dengan anion ion tiosianat dalam fase ruah. Sebaliknya kelenturan membran memberikan peluang ekstraktan semakin besar dalam transpor senyawa target. Menurut Ahrens, ekstraktan berperan penting dalam transpor analit, semakin besar konsentrasi ekstraktan yang digunakan maka semakin besar konsentrasi analit yang diperoleh dalam larutan penerima tetapi stabilitas membran menjadi semakin rendah[5].

Selain mengetahui waktu kinetik, untuk mengetahui konsentrasi ekstraktan terbaik digunakan juga parameter laju sampling(R_s) sebagai variabel penentuan konsentrasi rata-rata per waktu. Berdasarkan gambar 4.3 ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ekstraktan yang digunakan maka semakin besar nilai R_s nya, peningkatan nilai R_s ini terjadi karena semakin meningkatnya volume ekuivalen(V_{Eq}) yang tertampung dalam *inner solution* selama periode sampling. Dengan demikian PIM yang tersusun dengan 20% Aliquat 336-Cl akan lebih cepat dalam memberikan informasi mengenai kadar tiosianat dalam C_{TWA} . Hal ini menunjukkan juga jika tingginya kadar ekstraktan yang digunakan akan memengaruhi jumlah tiosianat yang ditranspor. Kemudian masing-masing nilai laju sampling(R_s) diukur konsentrasi rata-rata per waktu yang dihasilkan.



Gambar 4. 3 Pengaruh konsentrasi ekstrakstan dalam PIM passive sampler terhadap laju sampling pengukuran ion tiosianat 100 mg/L

Hasil perhitungan C_{TWA} untuk masing-masing komposisi ditunjukkan pada gambar 4.4 dan tabel 4.2, C_{TWA} untuk komposisi 10% Aliquat 336-Cl sebesar 81,37 mg/L dengan standar deviasi $\pm 13,96$, untuk komposisi 15 % Aliquat 336-Cl diperoleh C_{TWA} sebesar 81,39 mg/L dengan standar deviasi $\pm 7,09$, dan untuk komposisi 20% Aliquat 336-Cl diperoleh C_{TWA} sebesar 93,58 mg/L dengan standar deviasi $\pm 17,48$. Pengaruh konsentrasi ekstrakstan dalam membran menunjukkan bahwa dengan menggunakan Aliquat 336-Cl 20% (w/w) dalam PIM maka *passive sampler* yang dibuat dapat digunakan untuk mendeteksi ion tiosianat dengan akurasi sebesar 95,62% (kesalahan 4,38%).



Gambar 4. 4 Pengaruh konsentrasi ekstrakstan terhadap C_{TWA} dalam deteksi ion tiosianat menggunakan passive sampler

Tabel 4. 2 Perhitungan akurasi C_{TWA} dan standar deviasi

Ekstratan(% w/w)	Akurasi Pengukuran(%)	Standar Deviasi
10	79,90	±13,96
15	80,76	±7,09
20	95,62	±17,48

Perbedaan volume *inner solution* yang digunakan dapat memengaruhi kinerja *passive sampler*. Akurasi pengukuran diperoleh sebesar 78,89% pada tahap untuk mempelajari pengaruh kecepatan fasa ruah yang mana digunakan ekstrakstan membran sebanyak 20%(w/w) Aliquat 336-Cl dan volume *inner solution* yang digunakan sebesar 10 mL. Kemudian pada tahap mempelajari pengaruh jumlah komposisi ekstrakstan yang digunakan, dengan komposisi yang sama tetapi digunakan volume sebanyak 5 mL diperoleh akurasi pengukuran sebesar 95,62%, Hal ini menunjukkan jika volume *inner solution* yang digunakan lebih sedikit maka akan meningkatkan akurasi pengukuran C_{TWA}. Volume dalam *inner solution* berkaitan dengan massa analit yang terkandung didalamnya.

Sesuai persamaan (2.3.6) massa akan sebanding dengan jumlah volume *inner solution*. Kemudahan C_{TWA} berbanding terbalik terhadap laju sampling(R_s), dalam hal ini ditemukan bahwa R_s nilainya menurun jika volume inner solution ditingkatkan.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian Pembuatan dan Karakterisasi PIM(Polymer Inclusion Membrane) Aliquat 336-Cl/DOP sebagai *Passive Sampler* untuk Deteksi SCN disimpulkan:

1. Kecepatan pengadukan fasa ruah mempengaruhi kinerja *passive sampler* dalam deteksi ion tiosianat dengan metode *dip in*. Semakin cepat pengadukan fasa ruah maka akan diperoleh waktu kinetik(t) dan laju sampling(Rs) yang lebih cepat serta C_{TWA} yang memiliki akurasi pengukuran yang besar. Kecepatan pengadukan yang baik adalah 800 rpm dengan kinerja *passive sampler* adalah Rs 7×10^{-7} L/menit, C_{TWA} 77,90 mg/L dan akurasi 79,89%
2. Konsentrasi ekstraktn dalam PIM suatu *passive sampler* mempengaruhi kinerja *passive sampler* untuk deteksi ion tiosianat, Jika konsentrasi ekstraktn yang digunakan semakin besar maka akan diperoleh Rs yang lebih besar dan C_{TWA} dengan %akurasi pengukuran yang lebih baik. *Passive sampler* dengan PIM yang tersusun dari 20% w/w Aliquat 336-Cl dengan memiliki kinerja Rs 1×10^{-5} L/menit, C_{TWA} 93,58 mg/L dan akurasi sebesar 95,62%.

5.2 Saran

Perlu dipelajari dan dilakukan pengujian pengaruh konsentrasi dan volume *inner solution* yang digunakan untuk meningkatkan akurasi pengukuran C_{TWA} .

DAFTAR PUSTAKA

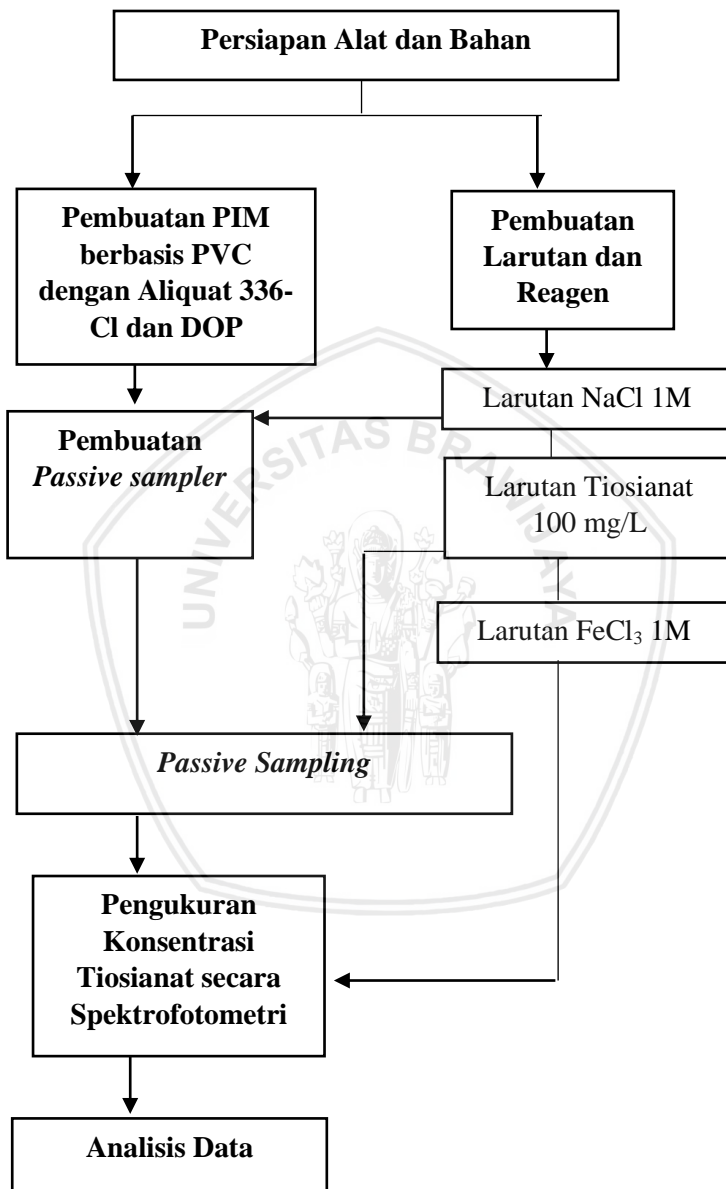
- [1] R. D. Semba dan M. W. Bloem, Ed., 2008, **Nutrition and Health in Developing Countries**, 2nd ed. Totowa, NJ: Humana Press.
- [2] J. Pan *dkk.*, 2018, **Simultaneous Removal of Thiocyanate and Nitrogen from Wastewater by Autotrophic Denitritation Process**, *Bioresour. Technol.*, vol. 267, hlm. 30–37.
- [3] M. I. G. S. Almeida, A. M. L. Silva, R. A. Coleman, V. J. Pettigrove, R. W. Cattrall, dan S. D. Kolev, 2016, **Development of A Passive Sampler Based on A Polymer Inclusion Membrane for Total Ammonia Monitoring in Freshwaters**, *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 408, no. 12, hlm. 3213–3222.
- [4] M. I. G. S. Almeida, C. Chan, V. J. Pettigrove, R. W. Cattrall, dan S. D. Kolev, 2014, **Development Of A Passive Sampler For Zinc(II) In Urban Pond Waters Using A Polymer Inclusion Membrane**, *Environ. Pollut.*, vol. 193, hlm. 233–239.
- [5] L. Ahrens, A. Daneshvar, A. E. Lau, dan J. Kreuger, 2016, **Characterization and Application of Passive Samplers for Monitoring of Pesticides in Water**, *J. Vis. Exp.*, no. 114.
- [6] Y. Cho, R. W. Cattrall, dan S. D. Kolev, **A Novel Polymer Inclusion Membrane Based Method For Continuous Clean-Up Of Thiocyanate From Gold Mine Tailings Water**, *J. Hazard. Mater.*, vol. 341, hlm. 297–303, Jan 2018.
- [7] M. I. G. S. Almeida, R. W. Cattrall, dan S. D. Kolev, 2012, **Recent Trends in Extraction And Transport of Metal Ions Using Polymer Inclusion Membranes (PIMs)**, *J. Membr. Sci.*, vol. 415–416, hlm. 9–23.
- [8] S. L. Budaev, A. A. Batoeva, dan B. A. Tsybikova, 2015, **Degradation of Thiocyanate in Aqueous Solution by**

- Persulfate Activated Ferric Ion**, *Miner. Eng.*, vol. 81, hlm. 88–95.
- [9] E. M. Basova, V. M. Ivanov, dan O. K. Apendeeva, 2014, **Spectrophotometric Determination of Thiocyanate Ions in Stratal Waters**, *Mosc. Univ. Chem. Bull.*, vol. 69, no. 1, hlm. 12–19, Jan.
- [10] E. R. Okonji, O. O. Komolafe, S. B. Fagbohunka, dan O. A. Adeoye, 2015, **Rhodanese is a Possible Enzyme Marker for Cyanide Environmental Stress on Aquatic Life**, *Afr. J. Biotechnol.*, vol. 14, no. 29, hlm. 2270–2272, Jul.
- [11] CASRN team, 2006, **Provisional Peer Reviewed Toxicity Values for Thiocyanates (Multiple CASRNs)**, hlm. 32.
- [12] G. Xiellon, 2009, **A Spectrophotometric Study**, *Ind. Eng. Chem.*, vol. 13, no. 8, hlm. 4.
- [13] S. A. Indriana, A. Sabarudin, dan H. Sulistyarti, 2016, **Pengembangan Metode Penentuan Tiosianat Berdasarkan Pembentukan Hidrindantin Menggunakan Sequential Injection Analysis-Gas Diffusion (SIA-GD)**, *ALCHEMY*, vol. 5, no. 2, hlm. 38, Nov.
- [14] T. Suhartati, 2007, **Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik**, hlm. 106.
- [15] J. A. López-López, C. Mendiguchía, J. J. Pinto, dan C. Moreno, 2010, **Liquid Membranes for Quantification and Speciation of Trace Metals in Natural Waters**, *TrAC Trends Anal. Chem.*, vol. 29, no. 7, hlm. 645–653.
- [16] N. Pereira, A. S. John, R. W. Cattrall, J. M. Perera, dan S. D. Kolev, 2009, **Influence of the Composition of Polymer Inclusion Membranes on their Homogeneity and Flexibility**, *Desalination*, vol. 236, no. 1, hlm. 327–333.
- [17] Z. Djamila, A. Omar, A. Mourad, dan K. Hac, 2011, **Polymer Inclusion Membrane: Effect of The Chemical Nature of**

- the Polymer and Plasticizer on the Metallic Ions Transference**, hlm. 9.
- [18]Y. Yildiz dan A. Manzak, 2014, **Preparation and Application of Polymer Inclusion Membranes (PIMs) Including Alamine 336 for The Extraction of Metals from an Aqueous Solution**, *Mater. Tehnol.*, hlm. 6.
- [19]O. Kebiche-Senhadji, S. Tingry, P. Seta, dan M. Benamor, 2010, **Selective Extraction of Cr(VI) Over Metallic Species by Polymer Inclusion Membrane (PIM) Using Anion (Aliquat 336) as Carrier**, *Desalination*, vol. 258, no. 1–3, hlm. 59–65, Agu.
- [20]L. Nghiem, 2012, **Extraction and transport of metal ions and small organic compounds using polymer inclusion membranes (PIMs)**, *Journal Chemistry*, hlm. 101.
- [21]M. I. G. S. Almeida, R. W. Catrall, dan S. D. Kolev, 2017, **Polymer Inclusion Membranes (PIMs) in Chemical Analysis - A review**, *Anal. Chim. Acta*, vol. 987, hlm. 1–14, Sep.
- [22]J. Namieśnik, B. Zabiegała, A. Kot-Wasik, M. Partyka, dan A. Wasik, 2005, **Passive Sampling and or Extraction Techniques in Environmental Analysis: A Review**, *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 381, hlm. 279–301.
- [23]J. Knutsson, 2014 **Passive sampling for monitoring of inorganic pollutants in water**, UTK hlm. 78.
- [24]M. Larsen, 2009, **Evaluation of Passive Samplers for The Monitoring of Contaminants in Sediment and Water: Monitoring of POPs and PCBs in International Monitoring Programmes**. Copenhagen: Nordic Council of Ministers.
- [25]D. O. Murillo-Martínez, D. E. León-Perez, G. J. Correa-Restrepo, J. Londoño-Londoño, dan C. Jiménez-Cartagena, 2018, **Passive Sampling to Monitor Hazardous Compounds in Water: A Tool for the Risk Assessment of**

- Consuming Aquatic Food**, dalam **Food Control and Biosecurity**, A. M. Holban dan A. M. Grumezescu, Ed. Academic Press, hlm. 373–406.
- [26]X. Gong, K. Li, C. Wu, L. Wang, dan H. Sun, 2018, **Passive Sampling for Monitoring Polar Organic Pollutants in Water by Three Typical Samplers**, *Trends Environ. Anal. Chem.*, vol. 17, hlm. 23–33, Jan.
- [27]L. Ahrens, A. Daneshvar, A. E. Lau, dan J. Kreuger, 2015, **“Characterization of Five Passive Sampling Devices for Monitoring of Pesticides in Water**, *J. Chromatogr. A*, vol. 1405, hlm. 1–11, Jul.
- [28]D. W. Hawker, 2010, **Modeling the Response of Passive Samplers to Varying Ambient Fluid Concentrations of Organic Contaminants**, *Environ. Toxicol. Chem.*, vol. 29, no. 3, hlm. 591–596, Mar.
- [29]L. Shen, 2010, **A Novel Passive Sampler for Monitoring Nanosilver in Aquatic Matrices**,” hlm. 146.
- [30]B. Vrana *dkk.*, 2005, **Passive Sampling Techniques for Monitoring Pollutants in Water**, *TrAC Trends Anal. Chem.*, vol. 24, no. 10, hlm. 845–868, Nov.

LAMPIRAN
Lampiran A. Diagram Alir Penelitian



Lampiran B. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

B.1 Larutan Tiosianat

B.1.1 Larutan Stok Tiosianat 100 mg/L

Larutan tiosianat yang ada dalam 1 liter larutan sebanyak 100 mg, maka padatan KSCN yang perlu ditimbang sebanyak

$$\text{massa KSCN} = \frac{Mr \text{ KSCN}}{Mr \text{ SCN}} \times \text{massa SCN}$$

$$\text{massa KSCN} = \frac{97}{58} \times 0,1 \text{ g}$$

$$\text{massa KSCN} = 0,167 \text{ g}$$

sebanyak 0,167 KSCN dimasukkan ke dalam gelas kimia kemudian dilarutkan dengan akuades secukupnya. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu takar 1 L kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

B.1.2 Larutan Tiosianat Berbagai Konsentrasi

Larutan Tiosianat 100 mg/L digunakan untuk membuat larutan standar dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; dan 10 mg/L menggunakan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Volume larutan tiosianat} = \frac{10 \text{ ml} \times \text{konsentrasi}}{\text{konsentrasi larutan stok}}$$

$$\text{Volume larutan tiosianat} = \frac{10 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/L}}{100 \text{ mg/L}} = 0,2 \text{ mL}$$

Tiap kenaikan konsentrasi dengan kelipatan 2 dibutuhkan larutan tiosianat 100 mg/L sebanyak 0,2 mL .

B.2 Larutan NaCl 1 M

Padatan NaCl ditimbang sebanyak 59,5 gram kemudian dilarutkan dalam akuades sebanyak 1 liter sesuai perhitungan berikut:

$$[\text{NaCl}] = \frac{\text{mol}}{\text{Volume}}$$

$$1 \text{ mol/L} = \frac{\text{mol}}{1 \text{ L}}$$

$$\text{mol NaCl} = 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{mol} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\text{massa} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 1 \text{ mol} \times 59,5 \text{ gram/mol}$$

$$= 59,5 \text{ gram}$$

B.3 Pembuatan Larutan FeCl₃

Larutan FeCl₃ 1,000M dibuat dari padatan FeCl₃ sebanyak 16,200 g yang dilarutkan dalam 80 mL akuades. Larutan tersebut ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 8 mL yang kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL untuk ditanda batasakan menggunakan akuades

B.4 Pembuatan PIM sebagai *Passive Sampler*

Massa total PIM yang dibutuhkan sebesar 300 mg sehingga masing-masing bahan penyusun memiliki massa sebesar :

a. 10 % Aliquat 336-Cl

$$80 \% \text{ PVC} = \frac{80}{100} \times 300 \text{ mg} = 240 \text{ mg}$$

$$10 \% \text{ Aliquat 336-Cl} = \frac{10}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,03 \text{ g}$$

$$\rho = \frac{\text{massa Aliquat 336 - Cl}}{\text{Volume Aliquat 336 - Cl}}$$

$$0,884 \text{ g/mL} = \frac{0,03 \text{ g}}{\text{Volume Aliquat 336-Cl}} = 34 \mu\text{L}$$

Volume Aliquat 336-Cl yang dibutuhkan sebanyak 74 μL

$$10 \% \text{ DOP} = \frac{10}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,03 \text{ g}$$

$$\rho \text{ DOP} = \frac{\text{massa DOP}}{\text{Volume DOP}}$$

$$0,986 \text{ g/mL} = \frac{0,03 \text{ g}}{\text{Volume DOP}} = 30,4 \mu\text{L}$$

Volume DOP yang dibutuhkan sebanyak 30,4 μL

b. 15% Aliquat 336-Cl

$$75 \% \text{ PVC} = \frac{75}{100} \times 300 \text{ mg} = 225 \text{ mg}$$

$$15 \% \text{ Aliquat 336-Cl} = \frac{15}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,045 \text{ g}$$

$$\rho = \frac{\text{massa Aliquat 336-Cl}}{\text{Volume Aliquat 336-Cl}}$$

$$0,884 \text{ g/mL} = \frac{0,045 \text{ g}}{\text{Volume Aliquat 336-Cl}} = 51 \mu\text{L}$$

Volume Aliquat 336-Cl yang dibutuhkan sebanyak 51 μL

$$10 \% \text{ DOP} = \frac{10}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,03 \text{ g}$$

$$\rho \text{ DOP} = \frac{\text{massa DOP}}{\text{Volume DOP}}$$

$$0,986 \text{ g/mL} = \frac{0,03 \text{ g}}{\text{Volume DOP}} = 30,4 \mu\text{L}$$

Volume DOP yang dibutuhkan sebanyak 30,4 μL

c. 20% Aliquat 336-Cl

$$70 \% \text{ PVC} = \frac{70}{100} \times 300 \text{ mg} = 210 \text{ mg}$$

$$20 \% \text{ Aliquat 336-Cl} = \frac{20}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,06 \text{ g}$$

$$\rho = \frac{\text{massa Aliquat 336-Cl}}{\text{Volume Aliquat 336-Cl}}$$
$$0,884 \text{ g/mL} = \frac{0,06 \text{ g}}{\text{Volume Aliquat 336-Cl}} = 74 \mu\text{L}$$

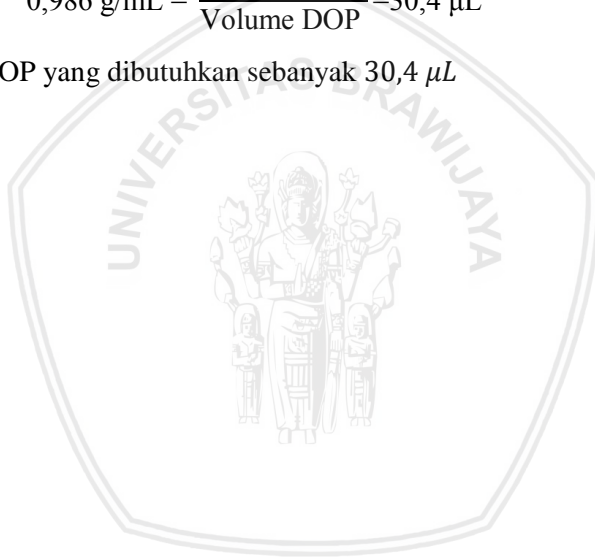
Volume Aliquat 336-Cl yang dibutuhkan sebanyak 74 μL

$$10 \% \text{ DOP} = \frac{10}{100} \times 300 \text{ mg} = 30 \text{ mg} = 0,03 \text{ g}$$

$$\rho \text{ DOP} = \frac{\text{massa DOP}}{\text{Volume DOP}}$$

$$0,986 \text{ g/mL} = \frac{0,03 \text{ g}}{\text{Volume DOP}} = 30,4 \mu\text{L}$$

Volume DOP yang dibutuhkan sebanyak 30,4 μL

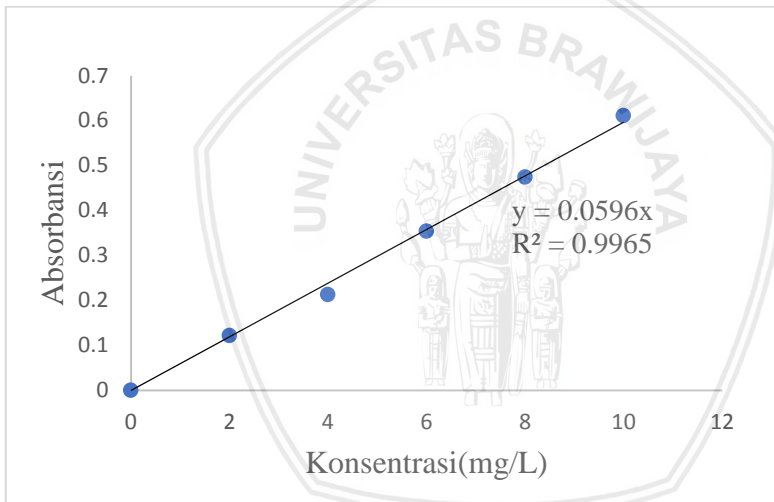


Lampiran C. Data Hasil Penelitian

C.1 Kurva Baku Ion Tiosianat

Tabel C.11 Konsentrasi dan Absorbansi Kurva Baku Tiosianat

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,122
4	0,213
6	0,354
8	0,474
10	0,611



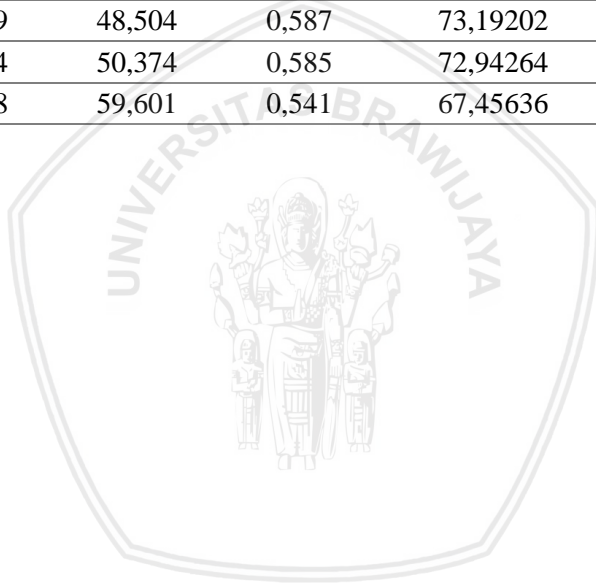
Gambar C.1.1 Kurva Baku Ion Tiosianat

C.2. Data Hasil Transport Ion Tiosianat

C.2.1 Pengaruh Pengadukan terhadap waktu kinetik

Tabel C.2.1.1 600 rpm

t	Fasa penerima		Fasa umpan		Massa(mg)	V eq(L)
	A	C(mg/L)	A	C(mg/L)		
0	0	0	0,792	98,75312	0	0
30	0,076	9,4763	0,689	85,91022	0,0947	0,001103
60	0,107	13,342	0,663	82,66833	0,1334	0,001613
90	0,12	14,963	0,615	76,68329	0,1496	0,001951
120	0,389	48,504	0,587	73,19202	0,4850	0,006626
150	0,404	50,374	0,585	72,94264	0,5037	0,006905
180	0,478	59,601	0,541	67,45636	0,5960	0,008835



Tabel C.2.1.2 800 rpm

t	Fasa penerima		Fasa umpan		Massa (mg)	V_{Eq} (L)
	A	C(mg/L)	A	C(mg/L)		
0	0	0	0,792	98,75	0	0
30	0,021	2,6185	0,717	89,40	0,0262	0,000292
60	0,131	16,334	0,614	76,55	0,1633	0,002133
90	0,194	24,19	0,501	62,46	0,2418	0,003872
120	0,526	65,86	0,455	56,73	0,6558	0,011560
150	0,471	58,728	0,499	62,22	0,5872	0,009438
180	0,462	57,606	0,517	64,46	0,5760	0,008936



Tabel C.2.1.3 1000 rpm

t	fasa penerima		fasa umpan		Massa(mg)	V eq(L)
	A	C(mg/L)	A	C(mg/L)		
0	0	0	0,792	98,75	0	0
30	0,064	7,98	0,595	74,18	0,0798	0,001075
60	0,294	36,65	0,571	71,19	0,3665	0,005148
90	0,331	41,27	0,565	70,45	0,4127	0,005858
120	0,415	51,74	0,554	69,07	0,5174	0,007490
150	0,488	60,84	0,546	68,08	0,6084	0,089377
180	0,529	65,96	0,531	66,21	0,6596	0,009962



C.2.2 Pengaruh Komposisi Ekstraktan terhadap C_{TWA}

Tabel C.2.2.1 Konsentrasi Hasil Transpor Ion Tiosianat pada variasi konsentrasi *carrier* Aliquat 336-Cl Pengulangan 1

Waktu (menit)	Fasa Penerima						Fasa Umpan					
	10%		15%		20%		10%		15%		20%	
	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C
0	0	0	0	0	0	0	0,607	10,18	0,608	10,20	0,586	9,83
30	0,012	2,01	0,023	3,86	0,068	11,41	0,603	10,12	0,602	10,10	0,562	9,43
60	0,018	3,02	0,032	5,37	0,081	13,59	0,597	10,02	0,553	9,28	0,543	9,11
90	0,041	6,88	0,065	10,91	0,097	16,28	0,594	9,97	0,525	8,81	0,507	8,51
120	0,048	8,05	0,087	14,60	0,122	20,47	0,582	9,77	0,505	8,47	0,472	7,92
150	0,058	9,73	0,092	15,44	0,134	22,48	0,553	9,28	0,49	8,22	0,451	7,57
180	0,061	10,23	0,503	84,40	0,143	23,99	0,503	8,44	0,469	7,87	0,423	7,10



Tabel C.2.2.2 Konsentrasi Hasil Transpor Ion Tiosianat pada variasi konsentrasi *carrier* Aliquat 336-Cl Pengulangan 2

Waktu (menit)	Fasa Penerima						Fasa Umpan					
	10%		15%		20%		10%		15%		20%	
	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C
0	0	0	0	0	0	0	0,609	10,22	0,600	10,07	0,573	9,61
30	0,015	2,52	0,015	2,52	0,026	4,36	0,591	9,92	0,581	9,75	0,55	9,23
60	0,021	3,52	0,028	4,70	0,037	6,21	0,581	9,75	0,554	9,30	0,535	8,98
90	0,026	4,36	0,034	5,70	0,073	12,25	0,575	9,65	0,538	9,03	0,502	8,42
120	0,032	5,37	0,048	8,05	0,111	18,62	0,551	9,24	0,512	8,59	0,489	8,20
150	0,045	7,55	0,059	9,90	0,172	28,86	0,545	9,14	0,506	8,49	0,444	7,45
180	0,051	8,56	0,065	10,91	0,207	34,73	0,501	8,41	0,486	8,15	0,429	7,20



Tabel C.2.2.3 Konsentrasi Hasil Transpor Ion Tiosianat pada variasi konsentrasi *carrier* Aliquat 336-Cl Pengulangan 3

Waktu (menit)	Fasa Penerima						Fasa Umpan					
	10%		15%		20%		10%		15%		20%	
	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C	A	C
0	0	0	0	0	0	0	0,605	10,15	0,594	9,97	0,591	9,92
30	0,013	2,18	0,019	3,19	0,05	8,39	0,59	9,90	0,577	9,97	0,578	9,70
60	0,028	4,70	0,026	4,36	0,067	11,24	0,583	9,78	0,556	9,68	0,529	8,88
90	0,042	7,05	0,038	6,38	0,125	20,97	0,565	9,48	0,545	9,33	0,513	8,61
120	0,046	7,72	0,042	7,05	0,183	30,70	0,543	9,11	0,526	9,14	0,464	7,79
150	0,051	8,56	0,060	10,07	0,196	32,89	0,51	8,56	0,497	8,83	0,439	7,37
180	0,053	8,89	0,077	12,92	0,223	37,42	0,497	8,34	0,484	8,34	0,418	7,01



C.3 Penentuan Laju sampling(Rs)

Tabel C.3.1 Laju Sampling(Rs) 10%Aliquat 336-Cl

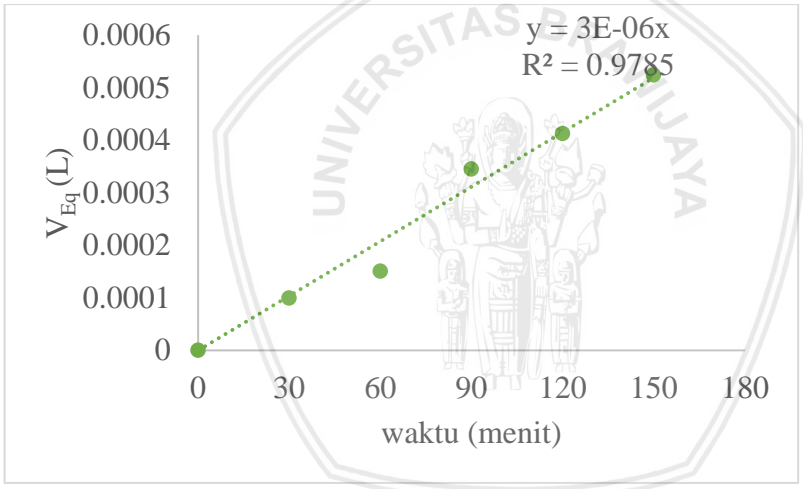
Waktu	massa (mg)	Volume Eq(L)
0	0	0
30	0,0101	0,00009
60	0,0151	0,00015
90	0,0344	0,00035
120	0,0403	0,00041
150	0,0487	0,00052
180	0,0512	0,00061

Tabel C.3.2 Laju Sampling(Rs) 15%Aliquat 336-Cl

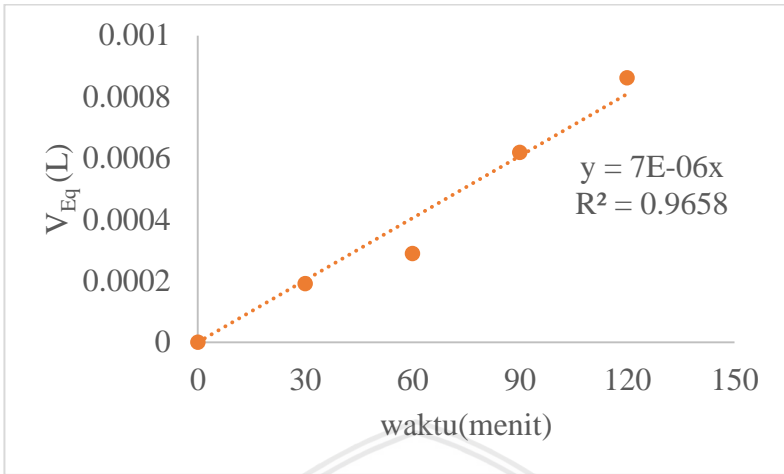
Waktu	massa (mg)	Volume Eq(L)
0	0	0
30	0,0193	0,00019103
60	0,0268	0,000289331
90	0,0545	0,000619048
120	0,073	0,000861386
150	0,0772	0,000938776
180	0,422	0,005362473

Tabel C.3.2 Laju Sampling(Rs) 20%Aliquat 336-Cl

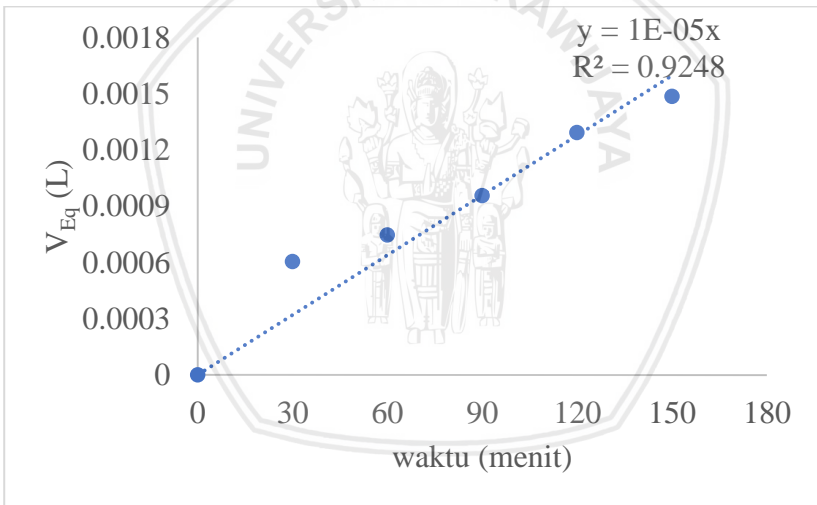
Waktu	massa (mg)	Volume Eq(L)
0	0	0
30	0,057	0,000604982
60	0,068	0,000745856
90	0,0814	0,000956607
120	0,1023	0,001292373
150	0,1124	0,001485588
180	0,12	0,001690307



Gambar C.3.1 Laju Sampling 10% carrier



Gambar C.3.2 Laju Sampling 15% carrier



Gambar C.3.3 Laju Sampling 20% carrier

Tabel C.3.4 Laju Sampling pada tiga komposisi dan tiga kali pengulangan

ulangan / komposisi	Rs (L/menit) x 10 ⁻⁶		
	10%	15%	20%
1	3	7	10
2	3	4	10
3	4	4	10
Rata-rata	3,3	5	10
SD	0,58	1,73	0



Lampiran D. Perhitungan Data

D.1 Perhitungan Konsentrasi Rata-rata per Waktu

D.1.1 Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap waktu kinetik

a. 600 rpm

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

Waktu(t) yang digunakan adalah waktu tepat sebelum fase ekulibrium terjadi (t kinetik)

t kinetik pada 600 rpm ulangan 1 terjadi pada waktu ke **180 menit**

Massa yang digunakan adalah massa pada **t kinetik = 0,687 mg**

R_s = 5 x 10⁻⁵ L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,596 \text{ mg}}{5 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 180 \text{ menit}} = 66,2 \text{ mg/L}$$

b. 800 rpm

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

Waktu(t) yang digunakan adalah waktu tepat sebelum fase ekulibrium terjadi (t kinetik)

t kinetik pada 800 rpm ulangan 1 terjadi pada waktu ke **120 menit**

Massa yang digunakan adalah massa pada **t kinetik = 0,655 mg**

R_s = 6 x 10⁻⁵ L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,655 \text{ mg}}{7 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 120 \text{ menit}} = 77,9 \text{ mg/L}$$

c. 1000 rpm

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

Waktu(t) yang digunakan adalah waktu tepat sebelum fase ekulibrium terjadi (t kinetik)

t kinetik pada 800 rpm ulangan 2 terjadi pada waktu ke **180 menit**

Massa yang digunakan adalah massa pada **t kinetik = 0,659 mg**

R_s = 6 x 10⁻⁵ L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,659 \text{ mg}}{6 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 180 \text{ menit}} = 61,01 \text{ mg/L}$$

D.1.2 Pengaruh Komposisi Ekstraktan terhadap C_{TWA}

a. 10%

- Pengulangan 1

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa analit sampler}}{Rs \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0487 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 150 \text{ menit}$$

$$Rs = 3 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0487 \text{ mg}}{3 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 97,32 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 2

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa analit sampler}}{Rs \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0377 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 150 \text{ menit}$$

$$Rs = 3 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0377 \text{ mg}}{3 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 75,50 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 3

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa analit sampler}}{Rs \cdot t} = 0,0377 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 150 \text{ menit}$$

$$Rs = 4 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0377 \text{ mg}}{4 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 75,50 \text{ mg/L}$$

b. 15%

- Pengulangan 1

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0730 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 120 \text{ menit}$$

$$R_s = 7 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0730 \text{ mg}}{7 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 120 \text{ menit}} = 86,89 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 2

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0403 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 150 \text{ menit}$$

$$R_s = 4 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0403 \text{ mg}}{4 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 120 \text{ menit}} = 83,89 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 3

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0352 \text{ mg}$$

$$\text{Waktu} = 150 \text{ menit}$$

$$R_s = 4 \times 10^{-6} \text{ L/menit}$$

$$C_{TWA} = \frac{0,0352 \text{ mg}}{4 \times 10^{-6} \text{ L/menit} \cdot 120 \text{ menit}} = 73,40 \text{ mg/L}$$

c. 20%

- Pengulangan 1

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{R_s \cdot t}$$

$$\text{Massa} = 0,0730 \text{ mg}$$

Waktu = 150 menit
Rs = 1×10^{-5} L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,112 \text{ mg}}{1 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 74,94 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 2

$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{\text{Rs} \cdot t}$$

Massa = 0,0403 mg

Waktu = 120 menit

Rs = 1×10^{-5} L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,144 \text{ mg}}{1 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 96,19 \text{ mg/L}$$

- Pengulangan 3

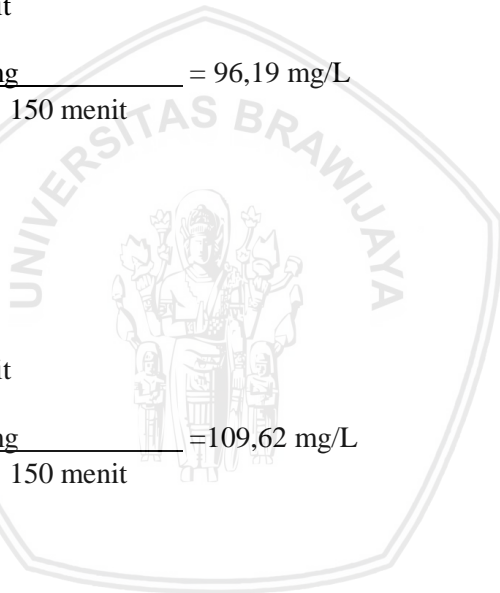
$$C_{TWA} = \frac{\text{Massa sampler}}{\text{Rs} \cdot t}$$

Massa = 0,0352 mg

Waktu = 150 menit

Rs = 1×10^{-5} L/menit

$$C_{TWA} = \frac{0,164 \text{ mg}}{1 \times 10^{-5} \text{ L/menit} \cdot 150 \text{ menit}} = 109,62 \text{ mg/L}$$



D.2 Perhitungan % Kesalahan

D.2.1 Pengaruh Pengadukan terhadap waktu kinetik

a. 600 rpm

$$\%error = \frac{C_{awal} - C_{TWA}}{C_{awal}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(98,75 - 66,20)mg/L}{98,75 mg/L} \times 100\% = 32,96 \%$$

$$\begin{aligned}\%akurasi &= 100\% - 32,96\% \\ &= 67,03\%\end{aligned}$$

b. 800 rpm

$$\%error = \frac{C_{awal} - C_{TWA}}{C_{awal}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(98,75 - 77,90)mg/L}{98,75 mg/L} \times 100\% = 21,11 \%$$

$$\begin{aligned}\%akurasi &= 100\% - \%error \\ &= 100\% - 21,82\% \\ &= 78,89\%\end{aligned}$$

c. 1000 rpm

$$\%error = \frac{C_{awal} - C_{TWA}}{C_{awal}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(98,75 - 61,01) mg/L}{98,75mg/L} \times 100\% = 38,21 \%$$

$$\%akurasi = 100\% - 38,21\% = 61,78\%$$

D.2.2 Pengaruh Komposisi terhadap C_{TWA}

a. 10%

$$\%error = \frac{C_{\text{awal}} - C_{\text{TWA}}}{C_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(101,85 - 81,38)\text{mg/L}}{101,85 \text{ mg/L}} \times 100\% = 20,10 \%$$

$$\begin{aligned}\%akurasi &= 100\% - 20,10\% \\ &= 79,9\%\end{aligned}$$

b. 15%

$$\%error = \frac{C_{\text{awal}} - C_{\text{TWA}}}{C_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(100,78 - 81,38)\text{mg/L}}{100,78 \text{ mg/L}} \times 100\% = 19,24 \%$$

$$\begin{aligned}\%akurasi &= 100\% - \%error \\ &= 100\% - 19,24\% \\ &= 80,76\%\end{aligned}$$

c. 20%

$$\%error = \frac{C_{\text{awal}} - C_{\text{TWA}}}{C_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$\%error = \frac{(97,87 - 93,59)\text{mg/L}}{97,87\text{mg/L}} \times 100\% = 4,38 \%$$

$$\begin{aligned}\%akurasi &= 100\% - 4,38\% \\ &= 95,62\%\end{aligned}$$

