

Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar Pembuatan *Test Kit* Timbal

SKRIPSI

Oleh:
ELMIA HIDAYATI
145090207111025



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018

Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar
Pembuatan *Test Kit* Timbal

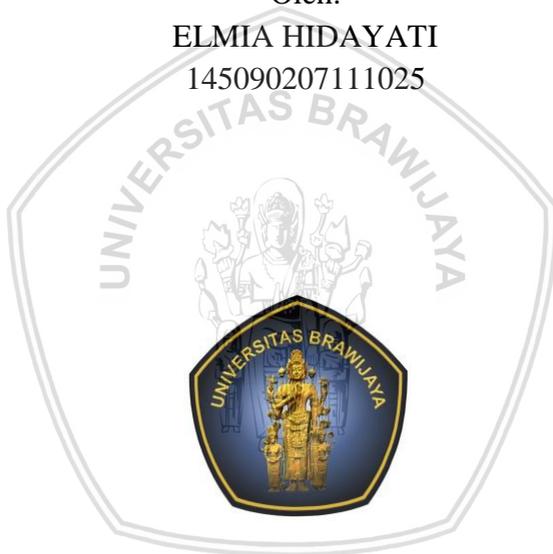
SKRIPSI

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

Oleh:

ELMIA HIDAYATI

145090207111025



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2018

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar
Pembuatan *Test Kit* Timbal

Oleh:
ELMIA HIDAYATI
145090207111025

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji
Pada tanggal 19 JUL 2018
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam Bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing-II


Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 19640529 198802 2 001


Dr. Ir. Adam Wirawan, MS
NIP. 19580621 198403 1 004



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Mipa Universitas Brawijaya


Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19731020 200212 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : ELMIA HIDAYATI
Nim : 145090207111025
Jurusan : KIMIA
Penulis skripsi berjudul :

Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar
Pembuatan *Test Kit* Timbal

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, Juli 2018

Yang menyatakan,



(Elmia Hidayati)
NIM. 145090207111025

Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar Pembuatan *Test Kit* Timbal

ABSTRAK

Timbal (Pb) merupakan salah satu unsur kimia yang melimpah di alam, mudah terdistribusi ke lingkungan, dan berada dalam kelompok logam berat non esensial yang bersifat resisten dan korosif. Karena banyaknya sumber keberadaan timbal dan bahaya timbal bagi manusia maupun lingkungan, maka diperlukan suatu metode untuk menganalisis kandungan timbal yang murah, mudah, efisien, dan cepat untuk mendeteksi timbal. Metode yang dapat digunakan tersebut adalah *test kit*, yaitu metode *monitoring* kandungan timbal secara semi kuantitatif yang dapat membantu mencegah paparan timbal. Pada penelitian ini dilakukan optimasi penentuan jenis pelarut yang sesuai untuk ditizon dan penentuan lama waktu kestabilan warna kompleks Pb(II)-ditizonat terhadap pembuatan *test kit* timbal. Jenis pelarut yang diteliti adalah kloroform, karbon tetraklorida, benzena, dan amonia. Penentuan jenis pelarut dilakukan dengan cara memilih jenis pelarut yang paling bisa membedakan warna baik secara visual maupun dari pembacaan nilai absorbansi antara ditizon dengan kompleks Pb(II)-ditizonat. Dari hasil penelitian, kloroform menunjukkan jenis pelarut yang paling sesuai untuk ditizon dan waktu optimum pembacaan warna pada komparator warna *test kit* dan pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah pada menit ke-5. Pada kondisi tersebut, *test kit* dapat digunakan untuk mengukur timbal pada kisaran konsentrasi 0, 1, 2, 3-4, 5-7, dan 8-10 ppm.

Kata kunci : Timbal, ditizon, *test kit*, senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat, kloroform

The Effect of Solvent Type and Stability Time as the Bases for Developing Lead Test Kit

ABSTRACT

Lead is one of the chemical elements that is abundant in nature, easily distributed to the environment, and one of non essential metals group that was resistant and corrosive. There are many sources of lead which endanger human and living environment, therefore a cheap, easy, efficient, and fast tool to detect lead is needed. A tool that can be used is a test kit, a semi-quantitative monitoring tool that can help preventing lead exposure. For developing this test kit, optimization was done with regard to the type of solvents and the stability time of Pb(II)-dithizonate complex. The solvents studied were chloroform, carbon tetrachloride, benzene, and ammonia. Determination of solvents were performed by selecting solvent which showed significant color intensity either visually or by measuring the absorbance of Pb(II)-dithizonate. From the results of the study, chloroform showed the most suitable solvent for dithizone with optimum stability time for complex of Pb(II)-dithizonate of 5 minutes. Under these optimum conditions the developed test kit can be use for measuring Pb(II) in the range concentration of 0, 1, 2, 3-4, 5-7, and 8-10 ppm.

Keywords: Lead, dithizone, test kit, Pb (II)-dithizonate complex, chloroform



KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan nikmat dan karunia-Nya sehingga dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul “**Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar Pembuatan *Test Kit* Timbal**”. Penyusunan skripsi ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dalam bidang kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, bantuan, dan dukungan dari berbagai pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen pembimbing I serta Dr. Ir. Adam Wiryawan, MS selaku dosen pembimbing II atas bimbingan dan limpahan ilmu yang telah diberikan kepada penulis.
2. Budi Kamulyan, S.Si, M.Si selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan saran dan masukan kepada penulis selama masa studi di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
3. Dosen penguji seminar proposal dan seminar kemajuan, Dr. Ulfa Andayani, S.Si, M.si dan dosen penguji ujian akhir skripsi atas saran dan masukan kepada penulis selama penyusunan skripsi .
4. Ketua Jurusan Kimia, dosen, karyawan, dan laboran Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas semua bantuan yang telah diberikan kepada penulis.
5. Orang tua tersayang, Bapak Jamhari dan Ibu Siti Halimah yang selalu mendukung dan memberikan do'a terbaiknya kepada penulis.
6. Kakak terbaik, Nizar Nazarudin dan adik tersayang, Azizah Nur Laili, atas semua dukungan dan masukan kepada penulis.
7. Segenap sahabat, Omeque Cantique, Genggong, Prajesiaji Praba Kumara, dan seluruh teman, kakak tingkat, adik tingkat, yang telah membantu memberikan dukungan, semangat dan do'a terbaiknya kepada penulis.

8. Grup Timbal sayang, Grup TA smt 8, dan seluruh rekan kerja di Laboratorium Analitik yang bekerja bersama dalam menyelesaikan penelitian tugas akhir di Jurusan Kimia FMIPA UB.
9. Seluruh pihak dan instansi yang membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat kekurangan. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan memberikan wawasan bagi penulis ataupun pembaca.

Malang, Juli 2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2,1 Timbal	5
2.1.1 Sifat dan Keberadaan Timbal	5
2.1.2 Toksisitas Timbal dan Efek bagi Kesehatan	7
2.2 Ditizon	8
2.3 Metode Penentuan Timbal	9
2.3.1 Metode Kolorimetri	11
2.3.2 Metode Spektrofotometri UV-Vis	11
2.4 Kloroform	13
2.5 Karbon tetraklorida	14
2.6 Amonia	15
2.7 Benzena	16
2.8 Senyawa Kompleks	17
2.9 Senyawa Kompleks Pb(II)-ditizonat	19
BAB III METODE PENELITIAN	20
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	20
3.3 Tahapan Penelitian	20
3.4 Prosedur Kerja	20
3.4.1 Pembuatan Larutan Induk Pb(II) 1000 ppm	20



3.4.2 Penentuan Jenis Pelarut Ditizon terhadap Pembentukan Kompleks Pb(II)-ditizonat	21
3.4.3 Pembuatan Larutan Ditizon 40 ppm	21
3.4.4 Penentuan Lama Waktu Kestabilan Warna Kompleks Pb(II)-ditizonat	21
3.4.5 Penentuan Kisaran Pengukuran Konsentrasi Timbal	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Penentuan Jenis Pelarut Ditizon terhadap Pembentukan Kompleks Pb(II)-ditizonat	24
4.1.1 Pelarut Kloroform	29
4.1.2 Pelarut Karbon tetraklorida	30
4.1.3 Pelarut Benzena	31
4.2 Penentuan Waktu Kestabilan Warna Kompleks Pb(II)-ditizonat	32
4.3 Penentuan Kisaran Pengukuran Konsentrasi Timbal	34
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	37
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	38
LAMPIRAN	41



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Sifat Fisika Logam Timbal	6
Tabel 2.2: Sifat Kimia Logam Timbal	6
Tabel 2.3: Tabel Warna Komplementer	12
Tabel 2.4: Sifat Fisika dan Kimia Pelarut Kloroform	14
Tabel 2.5: Sifat Fisika dan Kimia Pelarut Karbon Tetraklorida	15
Tabel 2.6: Sifat Fisika dan Kimia Pelarut Amonia	16
Tabel 2.7: Sifat Fisika dan Kimia Pelarut Benzena	17



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Logam timbal	5
Gambar 2.2: Struktur ditizon	8
Gambar 2.3: Reaksi pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat	9
Gambar 2.4: Reaksi Pb(II) dan Alizarin Red S	10
Gambar 2.5: Hubungan absorbansi dan konsentrasi	12
Gambar 2.6: Struktur kimia kloroform	13
Gambar 2.7: Struktur kimia karbon tetraklorida	14
Gambar 2.8: Struktur kimia amonia	16
Gambar 2.9: Struktur kimia benzena	17
Gambar 4.1: Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), Kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam kloroform	24
Gambar 4.2: <i>Overlay</i> spektra larutan ditizon dan senyawa Kompleks	26
Gambar 4.3: Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), Kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam karbon tetraklorida	26
Gambar 4.4: <i>Overlay</i> spektra larutan ditizon dan senyawa Kompleks	26
Gambar 4.5: Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), Kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam benzena	27
Gambar 4.6 <i>Overlay</i> spektra larutan ditizon dan senyawa Kompleks	29
Gambar 4.7: Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), Kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam amonia	28
Gambar 4.8: <i>Overlay</i> spektra larutan ditizon dan senyawa Kompleks	28
Gambar 4.9: Kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm	29

Gambar 4.10: Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat	29
Gambar 4.11: Kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm	30
Gambar 4.12: Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat	31
Gambar 4.13: Kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm	31
Gambar 4.14: Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat	32
Gambar 4.15: Grafik hubungan antara waktu dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat	33
Gambar 4.16: Grafik hubungan antara waktu dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat 5 ppm	34
Gambar 4.17: Komparator warna <i>test kit</i> timbal 0-10 ppm	35
Gambar 4.18: Komparator warna <i>test kit</i> timbal 0, 1, 2, 3-4, 5-7, dan 8-10 ppm	35
Gambar 4.19: Kurva penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal 0-10 ppm	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Skema Kerja Penelitian	41
Lampiran B. Perhitungan Pembuatan Larutan	42
Lampiran C. Hasil Spektra Panjang Gelombang	43



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Timbal atau *Plumbum* (Pb) merupakan salah satu unsur kimia yang melimpah di alam, mudah terdistribusi ke lingkungan, dan berada dalam kelompok logam berat non esensial serta bersifat resisten, korosif, padat, dan memiliki titik lebur rendah [1]. Menurut Naria (2005) [2], logam berat non esensial adalah logam berat yang tidak memiliki manfaat sama sekali bagi tubuh, bahkan akan menimbulkan sifat toksik apabila berada pada jumlah berlebih [3].

Timbal memiliki pengaruh yang sangat besar di bidang kesehatan dimana efek paparannya bersifat kronis, sehingga akan terjadi peningkatan dosis kumulatif secara progresif. Pada usia anak-anak, timbal dapat menyebabkan penurunan IQ, menyebabkan anak menjadi *hyperactive*, susah dalam konsentrasi belajar, menyebabkan alat pendengaran rusak, pertumbuhan yang terhambat, serta menyebabkan masalah sosial seperti hilangnya rasa peduli terhadap sesama [4]. Pada orang dewasa, timbal dapat menyebabkan kerusakan serius pada sistem saraf, anemia, penurunan sintesis hemoglobin, dapat mengganti kalsium dalam tulang sehingga menyebabkan kelumpuhan. Pada kadar di atas 0,005 ppm, paparan timbal dapat menyebabkan gangguan terhadap berbagai sistem organ, sistem saraf, ginjal, sistem reproduksi, yaitu mengurangi kesuburan, meningkatkan angka keguguran, kelahiran mati, atau kelahiran *premature* pada wanita hamil [5, 6], dan lebih jauh lagi kandungan timbal di atas 0,01 ppm dalam tubuh dapat menyebabkan kematian [7].

Hasil penelitian yang dilakukan oleh Albalak pada tahun 2003 [8] menunjukkan bahwa seperempat dari total siswa di Jakarta memiliki kandungan timbal berkisar 0,001-0,0015 ppm di dalam tubuhnya. Penelitian berikutnya dilakukan oleh Adriyani dan Mukono pada tahun 2004 [9] di Surabaya, didapatkan data bahwa anak-anak memiliki kandungan timbal yang cukup besar di dalam tubuhnya, yaitu dalam kisaran 0,001 ppm. Kemudian penelitian lain dilakukan di Semarang Utara pada tahun 2011 menemukan bahwa kadar timbal di dalam udara pada musim kemarau mencapai rata-rata

$8,41 \times 10^{-6}$ ppm [10]. Kadar timbal tersebut telah melampaui nilai ambang baku mutu lingkungan yang tercantum dalam Peraturan Pemerintah Nomor 41/1999 yaitu, maksimal 2×10^{-6} ppm [11].

Timbal biasa digunakan masyarakat untuk melapisi pipa besi, pengelasan, cat, batu baterai, dan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan bahan bakar. Kemudian timbal akan bereaksi dengan udara dan air membentuk lapisan timbal karbonat, oksida, dan sulfat yang akan terserap oleh media lingkungan [10]. Selain itu, timbal juga terdapat pada beberapa jenis ikan dan kerang-kerangan sehingga timbal akan masuk ke dalam tubuh manusia melalui proses pencernaan. Namun, timbal dan senyawanya biasanya masuk ke dalam tubuh melalui saluran pernafasan, sedangkan absorpsi melalui kulit hanya dilakukan oleh alkil timbal dan naftenat timbal (timbal organik). Pengumpulan atau akumulasi timbal di dalam tubuh dapat dideteksi menggunakan bioindikator berupa darah, rambut, urin, dan tulang. Namun spesimen *biomarker* yang mewakili adalah darah dan urin [9].

Mengingat betapa banyaknya sumber keberadaan timbal dan bahaya timbal bagi manusia maupun lingkungan, maka diperlukan suatu alat untuk menganalisis kandungan timbal yang murah, mudah, efisien, dan cepat untuk mendeteksi timbal sehingga paparan timbal dapat dikurangi. Alat yang dapat digunakan tersebut adalah *test kit*, yaitu alat monitoring kandungan timbal secara semi kuantitatif yang dapat membantu mencegah paparan timbal. Metode analisis timbal(II) yang sering digunakan adalah spektrofotometri serapan atom (SSA). Namun, metode spektrofotometri serapan atom memiliki kekurangan diantaranya yaitu instrumentasi yang mahal, memerlukan keahlian, dan tidak bisa dilakukan di lapang.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Farah Alfarisi pada tahun 2012, Analisis timbal didasarkan pada pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah pada suasana basa, dimana intensitas warna yang terbentuk sesuai dengan besarnya konsentrasi timbal. Sensitivitas prosedur dalam analisis timbal dapat ditingkatkan dengan melibatkan an proses pemekatan terlebih dahulu dengan mengubah logam timbal menjadi senyawa kompleks dan diikuti dengan ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut yang sesuai. Hal itu dikarenakan sifat dari ion logam yang pada umumnya tidak larut di dalam pelarut organik non polar, sehingga ion logam harus

diubah menjadi bentuk molekul yang tidak bermuatan agar dapat terekstrak ke dalam pelarut organik non polar [12]. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dikembangkan *test kit* yang dapat digunakan untuk menentukan kadar suatu senyawa dengan cukup akurat, murah, dan dapat digunakan untuk analisis di lapang. Optimasi yg dilakukan pada percobaan ini meliputi penentuan jenis pelarut yang sesuai untuk ditizon, penentuan panjang gelombang maksimum, dan penentuan lama waktu stabilisasi warna kompleks Pb(II)-ditizonat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, dapat dirumuskan beberapa permasalahan, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh jenis pelarut untuk ditizon terhadap pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat?
2. Berapa waktu kestabilan optimum kompleks Pb(II)-ditizonat pada pembuatan *test kit* timbal?
3. Berapa kisaran konsentrasi Pb(II) yang dapat diukur menggunakan *test kit* timbal?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah di atas, batasan masalah yang dapat diambil adalah:

1. Timbal yang digunakan adalah timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)
2. Pengompleks timbal yang digunakan adalah ditizon
3. Instrumen yang digunakan adalah Spektrofotometri UV-Vis Shimadzu dan Spektrometri 20
4. Pelarut ditizon yang digunakan adalah kloroform, karbon tetraklorida (CCl_4), benzena (C_6H_6), dan amonia (NH_3)

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan jenis pelarut yang sesuai untuk ditizon terhadap pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat
2. Menentukan waktu kestabilan optimum kompleks Pb(II)-ditizonat pada pembuatan *test kit* timbal
3. Menentukan kisaran konsentrasi Pb(II) yang dapat diukur menggunakan *test kit* timbal

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memahami dasar ilmu dan teknik untuk pengembangan alat analisis
2. Menciptakan alat analisis timbal dalam bentuk *test kit* yang efektif dan efisien sehingga dapat mengurangi terjadinya paparan timbal



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Timbal

2.1.1 Sifat dan Keberadaan Timbal

Timbal atau *Plumbum* (Pb) merupakan salah satu unsur kimia yang melimpah di alam, mudah terdistribusi ke lingkungan, dan berada dalam kelompok logam berat non esensial serta bersifat resisten, korosif, padat, memiliki titik lebur rendah, dan memiliki sifat kimia yang aktif sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam lain agar terhindar dari korosi [8]. Timbal adalah logam lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat (Gambar 2.1) dan memiliki bilangan oksidasi +2. Timbal mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,20. Titik leleh timbal adalah 1740 °C dan memiliki massa jenis 11,34 g/cm³ [8]. Meyer (2003) mengungkapkan bahwa logam timbal pada suhu 500-600 °C dapat menguap dan membentuk oksigen di udara dalam bentuk timbal oksida (PbO).



Gambar 2.1 Logam Timbal [4]

Beberapa sifat fisika dan sifat kimia yang dimiliki timbal tercantum pada Tabel 2.1 dan Tabel 2.2.

Tabel 2.1 Sifat Fisika Logam Timbal [4]

Sifat Fisika Timbal	Keterangan
Nomor atom	82
Densitas	11,34 g/cm ³
Titik lebur	327,46 °C
Titik didih	1749 °C
Kalor peleburan	4,77 kJ/mol
Kalor penguapan	179,5 kJ/mol
Kekerasan (skala Brinell=Mpa)	38,6
Fasa pada suhu kamar	Padatan
Kalor jenis	26,650 J/molK

Tabel 2.2 Sifat Kimia Logam Timbal [4]

Sifat Kimia Timbal	Keterangan
Bilangan oksidasi	4, 2, -4
Elektronegativitas	2,33 (skala pauli)
Energi ionisasi 1	715,6 kJ/mol
Energi ionisasi 2	1450,5 kJ/mol
Energi ionisasi 3	3081,5 kJ/mol
Jari-jari atom	175 pm
Radius ikatan kovalen	146 pm
Jari-jari Van Der Waals	202 pm
Struktur kristal	Kubik berpusat muka
Sifat kemagnetan	Diamagnetik
Resistifitas termal	208 nohm.m
Konduktifitas termal	35,3 W/Mk
Timbal larut dalam asam	
Memiliki kereaktifan rendah	

Timbal secara alami terdapat dalam jumlah kecil pada batuan, penguapan lava, tanah, dan tumbuhan. Dalam jumlah besar, timbal dihasilkan dari proses penambangan, peleburan, pengilangan, dan pengolahan ulang sekunder. Itu artinya bahwa, jumlah timbal terbesar dihasilkan oleh aktivitas manusia, diantaranya pembakaran

batubara, asap dari pabrik-pabrik yang mengolah senyawa timbal alkil, timbal oksida, peleburan biji timbal, dan transfer bahan bakar kendaraan. Logam timbal dapat mencemari makhluk hidup dan lingkungan, masuknya timbal ke tubuh manusia dapat melalui makanan dari tumbuhan yang biasa dikonsumsi manusia seperti sayur-sayuran. Selain itu timbal terdapat di perairan baik secara alami maupun sebagai dampak dari aktivitas manusia. Selain itu, proses korosifikasi dari batuan mineral juga merupakan salah satu jalur masuknya sumber timbal ke perairan [9].

2.1.2 Toksisitas Timbal dan Efek Bagi Kesehatan

Berdasarkan toksisitasnya, logam berat digolongkan ke dalam tiga golongan yaitu, golongan 1 yang meliputi Hg, Cd, Pb, As, Cu dan Zn yang mempunyai sifat toksik yang tinggi, golongan 2 yang meliputi Cr, Ni dan Co yang mempunyai sifat toksik menengah serta golongan 3 yang meliputi Mn dan Fe yang mempunyai sifat toksik rendah [13]. Namun toksisitas tersebut sangat dipengaruhi oleh faktor fisika, kimia dan biologi lingkungan. Sehingga, beberapa kondisi lingkungan dapat mengubah laju absorpsi logam dan mengubah kondisi fisiologisnya. Timbal adalah logam toksik yang bersifat kumulatif sehingga mekanisme toksisitasnya dibedakan menurut beberapa organ yang dipengaruhinya, yaitu sistem hemopoetik, sistem saraf pusat dan tepi, sistem ginjal, sistem gastrointestinal, sistem kardiovaskular, dan sistem reproduksi [13].

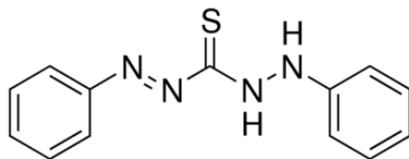
Timbal digolongkan dalam dua bentuk dan memiliki toksisitas yang sama pada manusia, yaitu bentuk organik dan anorganik. Dalam bentuk anorganik, timbal biasa dipakai dalam industri baterai, untuk pelindung kabel telepon, konstruksi pabrik kimia, kontainer, sebagai bahan peledak, dan juga untuk berbagai macam industri. Sedangkan dalam bentuk organik, timbal digunakan dalam industri perminyakan, misalnya tetra etil-timbal (TEL) dan tetra metil timbal (TML) digunakan sebagai campuran bahan bakar bensin. Timbal dalam bentuk TEL dan TML inilah yang memberikan kontribusi terbesar kadar timbal dalam udara [13].

Timbal merupakan salah satu unsur kimia yang sangat berbahaya bagi makhluk hidup maupun lingkungan karena sifatnya yang karsinogenik. Efek paparannya bisa terjadi tanpa gejala yang jelas dan bersifat kronis, sehingga akan terjadi peningkatan dosis

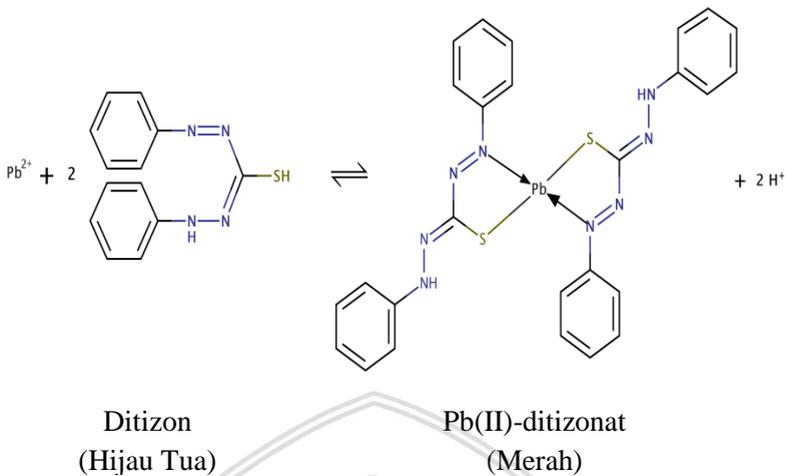
kumulatif secara progresif. Akumulasi logam berat timbal pada tubuh yang terjadi secara terus menerus dapat menghambat aktivitas kerja enzim. Pada usia anak-anak, timbal dapat menyebabkan penurunan IQ, menyebabkan anak menjadi *hyperactive*, susah dalam konsentrasi belajar, menyebabkan alat pendengaran rusak, pertumbuhan yang terhambat, serta menyebabkan masalah sosial seperti hilangnya rasa peduli terhadap sesama [4]. Pada orang dewasa, timbal dapat menyebabkan kerusakan serius pada sistem saraf, anemia, penurunan sintesis hemoglobin, dan yang paling berbahaya adalah toksisitas timbal yang disebabkan oleh gangguan absorpsi kalsium Ca karena hal ini dapat menyebabkan terjadinya penarikan deposit timbal dari tulang sehingga menyebabkan kelumpuhan. Pada kadar di atas 0,005 ppm, paparan timbal dapat menyebabkan gangguan terhadap berbagai sistem organ, sistem saraf, ginjal, sistem reproduksi, yaitu mengurangi kesuburan, meningkatkan angka keguguran, kelahiran mati, atau kelahiran *premature* pada wanita hamil [8, 9], dan lebih jauh lagi kadar timbal di atas 0,01 ppm dalam tubuh dapat menyebabkan kematian [7].

2.2 Ditizon

Ditizon (*diphenylthiocarbazone*) (Gambar 2.2) adalah senyawa kimia berwarna biru kehitaman dengan bentuk padatan kristal. Ditizon juga merupakan senyawa pengkompleks yang biasa digunakan untuk ekstraksi cair-cair. Memiliki sifat larut dalam etanol, CCl_4 , CHCl_3 , C_6H_6 , NH_3 , dan senyawa kompleks yang terbentuk antara logam dan ditizon memiliki sifat tidak larut di dalam air [14]. Larutan ditizon memiliki warna hijau tua, sedangkan kompleks logam dengan ditizon berwarna ungu tua, merah, jingga, kuning, atau warna lain tergantung pada ion logam yang berikatan dengan ditizon. Logam yang dapat membentuk kompleks dengan ditizon antara lain Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pd, Ag, Cd, In, Sn, dan Pb [15].



Gambar 2.2 Struktur ditizon [14]

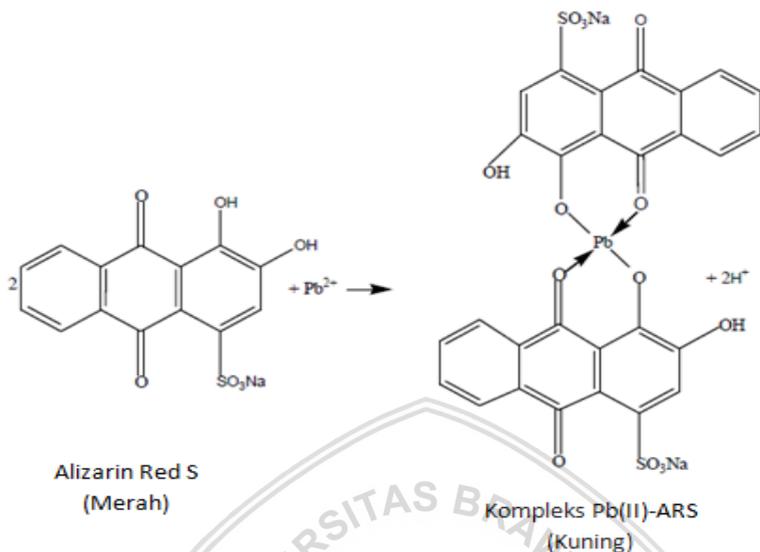


Gambar 2.3 Reaksi pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat [25]

Dition dikenal sebagai salah satu zat pengkelat yang menunjukkan sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap ion Pb^{2+} dalam suasana basa (pH optimum 9,5). Dalam suasana basa, ion OH^- akan berikatan dengan salah satu ion H^+ pada ditizon sehingga membentuk anion ditizonat sehingga anion ini akan membentuk kompleks yang stabil dengan Pb^{2+} (Gambar 2.3). Pada suasana asam, terjadi kompetisi antara ion Pb^{2+} dengan H^+ untuk berikatan dengan ditizon [15]. Sehingga jika H^+ berikatan dengan ditizon maka akan terbentuk asam ditizonat, sedangkan jika Pb^{2+} yang berikatan dengan ditizon akan terbentuk kompleks Pb(II)-ditizonat yang tidak stabil [14].

2.3 Metode Penentuan Timbal

Analisis timbal yang paling sering dilakukan adalah menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Namun, metode ini memiliki kekurangan diantaranya yaitu instrumentasi yang mahal, memerlukan keahlian, dan tidak bisa dilakukan di lapang.



Gambar 2.4 Reaksi Pb(II) dan Alizarin RED S [17]

Oleh karena itu, Aldinomera (2014) mencoba melakukan analisis penentuan timbal menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Di dalam penelitian tersebut dilakukan validasi dan didapatkan hasil bahwa penentuan timbal dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis memiliki linieritas yang baik dengan koefisien korelasi sebesar 0.9962, akurasi sebesar 0.15-26.1%, presisi sebesar 3.03-18.33%, limit deteksi dan limit kuantifikasi berturut-turut sebesar 0,46 ppm dan 1,54 ppm [16]. Penelitian yang dilakukan oleh Aldinomera (2014) ini menggunakan pengompleks Alizarin RED S (ARS) (rumus senyawa $C_{14}H_8O_4$), dan dihasilkan kompleks Pb-ARS (Gambar 2.4) berwarna kuning [16].

Selain itu penentuan timbal juga dilakukan oleh Alfarsi (2012) menggunakan spektrofotometri dengan pengompleks ditizon (1:2) yang akan menghasilkan kompleks Pb(II)-ditizonat berwarna merah. Sensitivitas prosedur dalam analisis timbal dapat ditingkatkan dengan proses pemekatan terlebih dahulu dengan mengubah logam timbal menjadi senyawa kompleks dan diikuti dengan ekstraksi cair-cair menggunakan kloroform [18].

2.3.1 Metode Kolorimetri

Kolorimetri adalah suatu metode analisis kimia yang didasarkan pada tercapainya kesamaan warna antara larutan sampel dan larutan standar, dengan menggunakan mata sebagai detektor [19]. Kolorimetri didasarkan pada perubahan warna larutan yang sebanding dengan perubahan konsentrasi komponen pembentuk larutan. Oleh karena itu aspek kuantitatif merupakan tujuan pengukuran dengan metode ini. Metode ini dapat diterapkan untuk penentuan komponen zat warna ataupun komponen yang belum berwarna, tetapi dengan menggunakan reagen pewarna yang sesuai sehingga dapat menghasilkan senyawa berwarna. Jika telah tercapai kesamaan warna berarti jumlah molekul zat penyerap yang dilewati sinar pada kedua sisi tersebut telah sama dan ini dijadikan dasar perhitungan. Syarat pewarnaan ini antara lain warna yang terbentuk harus stabil, reaksi pewarnaan harus selektif, larutan harus transparan, dan memiliki sensitifitas tinggi [19]. Metode kolorimetri seringkali akan memberikan hasil yang lebih tepat pada konsentrasi rendah dibandingkan prosedur titrimetri ataupun gravimetri. Selain itu prosedur kolorimetri lebih sederhana dilakukan daripada prosedur titrimetri maupun gravimetri [19].

2.3.2 Metode Spektrofotometri UV-Visible

Spektrofotometri UV-Vis merupakan suatu spektrofotometri absorpsi berdasarkan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang 160-780 nm. Prinsip kerja spektrofotometri berdasarkan Hukum Lambert-Beer, bila cahaya monokromatik (I_0) melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut diserap (I_a), dipantulkan (I_r), dan sebagian lagi dipancarkan (I_t) [17]. Metode spektrofotometri untuk analisis kuantitatif suatu senyawa didasarkan pada pengukuran terjadinya serapan radiasi elektromagnetik oleh molekul pada panjang gelombang yang spesifik. Hubungan antara tebal kuvet (media) yang dilewati dengan intensitas cahaya dan hubungan antara serapan radiasi dengan konsentrasi dikenal dengan Hukum Lambert-Beer, yaitu [19]:

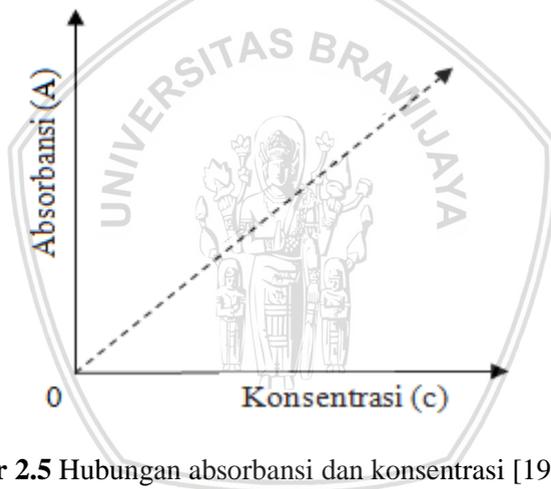
$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c \quad (2.1)$$

Dimana, A = Absorbansi

ϵ = Absorptivitas molar ($M^{-1}cm^{-1}$)

- a = Absorptivitas ($\text{g}^{-1}\text{L cm}^{-1}$)
b = Tebal kuvet (cm)
c = Konsentrasi (mol/L)

Absorptivitas molar (ϵ) dan absorptivitas (a) adalah suatu konstanta dan nilainya spesifik untuk jenis zat dan panjang gelombang tertentu, sedangkan tebal kuvet (b) adalah tetap. Sehingga dengan mengukur absorbansi suatu senyawa, konsentrasinya dapat ditentukan dengan membandingkannya pada konsentrasi larutan standar karena absorbansi suatu senyawa merupakan fungsi linier dari konsentrasi [19]. Apabila absorbansi (A) dihubungkan terhadap konsentrasi (c) dengan tebal kuvet (b) 1 cm, maka akan menghasilkan garis lurus dengan lereng ab dalam daerah dimana Hukum Lambert-Beer berlaku seperti pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Hubungan absorbansi dan konsentrasi [19]

Persyaratan Hukum Lambert-Beer antara lain radiasi yang digunakan harus monokromatik, energi radiasi yang diabsorpsi oleh sampel tidak menimbulkan reaksi kimia, sampel (larutan) yang mengabsorpsi harus homogen, tidak terjadi fluoresensi atau fosforesensi, dan indeks refraksi tidak berpengaruh terhadap konsentrasi, sehingga larutan harus pekat (konsentrasi tinggi). Beberapa larutan seperti larutan timbal (Pb^{2+}) di dalam air tidak berwarna, agar timbal memiliki warna, larutan Pb diekstraksi dengan ditizon sehingga berubah menjadi berwarna merah. Larutan berwarna merah akan menyerap radiasi pada daerah hijau. Dalam hal ini

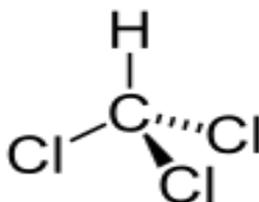
larutan Pb menunjukkan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 515,5 nm. Spektrofotometri UV-Vis merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan *Visible*. Menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda, yaitu sumber cahaya UV (200-400 nm) dan sumber cahaya *visible* (400-700 nm). Tabel warna komplementer disajikan pada Tabel 2.3. [19].

Tabel 2.3 Tabel warna komplementer [19]

Panjang Gelombang (nm)	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Warna yang Diserap	Warna Komplementer
<400	>25.000	-	Ultraviolet
400-450	22.000-25.000	Violet	Kuning
450-490	20.000-22.000	Biru	Oranye
490-550	18.000-20.000	Hijau	Merah
550-580	17.000-18.000	Kuning	Violet
580-650	15.000-17.000	Oranye	Biru
650-700	14.000-15.000	Merah	Hijau
>700	<14.000	-	Inframerah

1.4 Kloroform

Kloroform adalah nama umum untuk triklorometana (CHCl_3) (Gambar 2.6). Kloroform dikenal karena sering digunakan sebagai bahan pembius, dan kebanyakan digunakan sebagai pelarut nonpolar di laboratorium [20]. Sifat fisika dan kimia dari kloroform ditunjukkan pada Tabel 2.4.



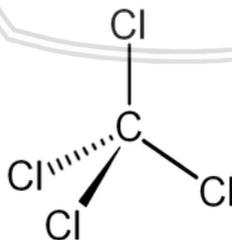
Gambar 2.6 Struktur kimia kloroform [20]

Tabel 2.4 Sifat fisika dan kimia dari pelarut kloroform [20]

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Rumus kimia CHCl_3	Berbentuk cairan tidak berwarna
Massa molar 119,38 g/mol	Memiliki bau menyengat seperti eter
Titik lebur $-63,5\text{ }^\circ\text{C}$	Larut dalam benzene
Titik didih $61,15\text{ }^\circ\text{C}$	Bersifat karsinogen
Kelarutan dalam air 1,062 g/100 mL ($0\text{ }^\circ\text{C}$) 0,809 g/100 mL ($20\text{ }^\circ\text{C}$) 0,732 g/100 mL ($60\text{ }^\circ\text{C}$)	

1.5 Karbon tetraklorida

Menurut tatanama IUPAC, senyawa ini dinamai karbon tetraklorida (Gambar 2.7) jika dianggap sebagai senyawa anorganik dan tetra klorometana jika dianggap sebagai senyawa organik. Namun nama lain dari karbon tetraklorida ada 11, yaitu: tetraklorometana, benziform, benzinoform, karbon klorida, karbon tet, freon 10, halon 104, metana tetraklorida, perklorometana, tetraform, dan tetrasol [21]. Beberapa sifat fisika dan kimia karbon tetraklorida ditunjukkan pada Tabel 2.5.



Gambar 2.7 Struktur kimia karbon tetraklorida [21]

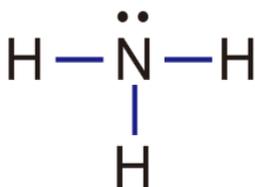
Tabel 2.5 sifat fisika dan kimia karbon tetraklorida [21]

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Rumus molekul CCl_4	Cairan tidak berwarna,
Berat molekul 153,82 g/mol	Memiliki bau seperti eter
Densitas 1,5867 gr/cm ³ (cairan) 1,831 gr/cm ³ (padat)	Kelarutan dalam pelarut lain: Larut dalam alkohol, eter, kloroform, benzene
Titik lebur -22,92 °C	Bersifat sedikit volatil
Titik didih 76,72 °C	
Kelarutan dalam air 785–800 mg/L pada 25 °C	
Tekanan uap 94 kPa pada 20 °C	

Dalam molekul karbon tetraklorida, empat atom klor diposisikan secara simetri karena sudut dalam konfigurasi tetrahedral bergabung dengan atom karbon pusat dengan ikatan kovalen tunggal. Sehingga CCl_4 bersifat nonpolar. Sebagai pelarut, karbon tetraklorida sesuai untuk melarutkan senyawa-senyawa nonpolar lain, lemak dan minyak [21].

1.6 Amonia

Amonia adalah senyawa kimia dengan rumus NH_3 (Gambar 2.8). Biasanya senyawa ini didapati berupa gas dengan bau tajam yang khas (disebut bau amonia). Walaupun amonia memiliki peran penting bagi keberadaan nutrisi di bumi, amonia sendiri adalah senyawa kaustik yang dapat merusak kesehatan. Administrasi Keselamatan dan Kesehatan Pekerjaan Amerika Serikat memberikan batas 15 menit bagi kontak dengan amonia dalam gas berkonsentrasi 35 ppm, atau 8 jam untuk 25 ppm. Kontak dengan gas amonia berkonsentrasi tinggi dapat menyebabkan kerusakan paru-paru dan bahkan kematian [22]. Beberapa sifat fisika dan kimia amonia ditunjukkan pada Tabel 2.6.



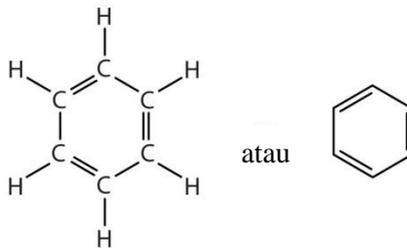
Gambar 2.8 Struktur kimia amonia [22]

Tabel 2.6 Sifat fisika dan kimia amonia [22]

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Rumus molekul NH₃	Dalam suhu kamar berwujud gas dan tidak berwarna
Massa molar 17,0306 g/mol	Memiliki bau tajam
Massa jenis 0,6942 g/L	Bersifat kaustik dan korosif
Kelarutan dalam air 89,9 g/100 mL pada 0°C	Bersifat sangat mudah larut dalam air
Titik didih -33,34 °C	Bersifat mudah terbakar di udara
Titik lebur -77,73 °C	Bersifat basa lemah

2.7 Benzena

Benzena juga dikenal dengan rumus kimia C_6H_6 , PhH , dan benzol (Gambar 2.9), merupakan senyawa kimia organik yang terdiri dari 6 atom karbon yang membentuk cincin dengan 1 atom hidrogen berikatan pada setiap 1 atom karbon. Benzena merupakan salah satu jenis hidrokarbon aromatik siklik dengan ikatan pi yang tetap. Benzena adalah salah satu komponen dalam minyak bumi dan salah satu bahan petrokimia yang paling dasar serta pelarut yang penting dalam dunia industri. Karena memiliki bilangan oktan yang tinggi, maka benzena juga salah satu campuran penting pada bensin. Benzena juga bahan dasar dalam produksi obat-obatan, plastik, bensin, karet buatan, dan pewarna [23]. Beberapa sifat fisika dan kimia benzena ditunjukkan pada Tabel 2.7.



Gambar 2.9 Struktur Kimia Benzena [23]

Tabel 2.7 sifat fisika dan kimia benzena [23]

Sifat Fisika	Sifat Kimia
Rumus molekul C_6H_6	Berbentuk cairan tak berwarna
Massa molar 78,1121 g/mol	Bersifat <i>toxic</i> dan mudah terbakar
Densitas 0,8786 g/ml	Bersifat mudah menguap
Titik didih 80,1 °C	Dapat digunakan sebagai pelarut
Titik lebur 5,5 °C	Bersifat non polar
Kelarutan dalam air 0,8 g/L (25°C)	

2.8 Senyawa Kompleks

Dalam artian luas, senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk karena penggabungan dua atau lebih senyawa sederhana. Senyawa kompleks juga diartikan sebagai senyawa dengan ion logam sebagai atom pusatnya bereaksi dengan ion atau molekul yang memiliki pasangan elektron bebas sebagai ligan dengan ikatan kovalen koordinasi. Menurut teori asam basa lewis, ligan merupakan basa karena bertindak sebagai pemberi pasangan elektron. Sedangkan logam sebagai penerima pasangan elektron disebut dengan asam lewis. Ligan merupakan kelompok senyawa yang mampu membentuk ikatan dengan logam menjadi suatu senyawa kompleks. Ligan dapat dibagi menjadi beberapa jenis berdasarkan jenis atom pendonornya, yaitu ligan halogen, oksigen, donor sulfur, dan donor nitrogen [24].

Ciri yang sangat penting bagi senyawa kompleks adalah terbentuknya bangun melingkar yang disebut cincin kelat, misalnya Cu(II) dengan etilendiamin, Pb(II) dengan APDC, NaDDTC, kupferat, dan ditizon. Cincin kelat tersebut menambah kestabilan senyawa kompleks. Tidak hanya ligan bervalensi dua, ligan bervalensi tiga, empat, lima, dan enam pun dapat membentuk senyawa kompleks kelat. Semakin banyak cincin kelat terbentuk, maka senyawa kompleks yang terbentuk juga semakin stabil. Selain itu, jika dua atau lebih gugus fungsi terdapat dalam satu molekul ligan maka akan terbentuk senyawa kompleks kelat. Pembentukan senyawa kompleks kelat ini sangat mudah terjadi jika cincin kelat yang terbentuk mengandung lima atau enam atom [24, 25, 26].

Lewis menjelaskan bahwa valensi koordinasi sebagai tingkat kecenderungan ion-ion logam untuk mencapai susunan elektron gas mulia. Akibatnya, ion-ion logam tersebut cenderung menerima elektron. Pemberian pasangan elektron inilah yang disebut dengan ligan. Proses pembentukan ikatan pemberi-penerima elektron tersebut dapat dituliskan dalam persamaan berikut [27],



Jumlah ion logam yang diikat oleh logam disebut dengan bilangan koordinasi senyawa kompleks. Dengan demikian, persamaan di atas dapat ditulis dalam bentuk umum sebagai berikut [27],



Besarnya reaksi pembentukan kompleks dinyatakan dalam bentuk tetapan kesetimbangan, dimana semakin besar tetapan kesetimbangan, maka semakin stabil kompleks logam tersebut di dalam larutan [27].

$$K = \frac{[ML_n]}{[M][L]^n} \quad (2.4)$$

2.9 Senyawa Kompleks Pb(II)-ditizonat

Timbal merupakan logam divalen dengan sifat pertengahan antara *hard acid* dan *soft acid* sehingga mampu berikatan dengan ligan dari suatu agen pengompleks yang bersifat basa membentuk senyawa-senyawa kompleks yang stabil. Beberapa contoh agen pengompleks yang dapat membentuk kompleks dengan Pb adalah APDC, ditizon, kupferon, NaDDTC, dan masih banyak yang lainnya. Namun sebagai logam golongan B, timbal lebih baik berikatan dengan agen pengompleks yang mengandung gugus sulfur atau nitrogen [28].

Ditizon memiliki rumus $C_{13}H_{12}N_4S$ (HDZ) yang berbentuk padatan berwarna hitam keunguan. Ditizon adalah suatu ligan pengkelat yang dapat bereaksi dengan ion-ion logam tertentu. Sebagai asam lemah, ditizon di dalam air terionisasi dengan konstanta asam ($K_a = 2,8 \times 10^{-5}$). Koefisien distribusinya di antara air dan kloroform sangat tinggi yaitu 2×10^{-5} sehingga diharapkan koefisien distribusi logam ditizonat yang netral juga sangat tinggi [28].

Proses ekstraksi kelat Pb(II)-ditizonat terdiri dari empat tahap kesetimbangan, masing-masing dengan sebuah konstanta kesetimbangan. Tahap pertama, senyawa kelat (HDZ) didistribusikan di antara fasa air dan fasa organik. Tahap kedua, reagen dalam fasa air mengalami ionisasi. Tahap ketiga, ion logam kelat dengan anion reagen saling bergabung membentuk molekul yang tidak bermuatan. Tahap keempat, kelat didistribusikan di antara fasa air dan fasa organik [28]. Adanya warna yang khas untuk setiap senyawa kompleks ditizonat memungkinkan pemakaian ditizon dalam analisis kualitatif dan kuantitatif ion logam tertentu. Selektifitas reaksi ditizon dengan logam dipengaruhi oleh pH larutan dan konsentrasi ligan [28].



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya Malang pada Bulan Januari hingga Bulan Mei 2018.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometri UV-Vis, spektronik 20, kuvet, corong pisah, kamera digital, neraca analitik, gelas arloji, gelas kimia, tabung reaksi, botol semprot, labu ukur, pipet volume, pipet tetes, pipet ukur, dan batang pengaduk.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah PbNO_3 (Merck), ditizon (Merck), kloroform p.a (Merck), karbon tetraklorida p.a (CCl_4), Benzena p.a (C_6H_6), amonia p.a (NH_3), akuades, dan akuadem (hydrobatt).

3.3 Tahapan Penelitian

Tahap pelaksanaan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pengumpulan alat dan bahan
2. Pembuatan larutan induk Pb(II) 1000 ppm
3. Pembuatan larutan standar Pb(II) 1-10 ppm
4. Pembuatan larutan ditizon 40 ppm
5. Penentuan jenis pelarut ditizon terhadap pembentukan kompleks Pb(II) -ditizonat
6. Penentuan waktu kestabilan optimum pembentukan warna kompleks Pb(II) -ditizonat
7. Penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Pembuatan Larutan Induk Pb(II) 1000 ppm

larutan induk Pb(II) 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,1599 g PbNO_3 dalam labu ukur 50 mL menggunakan akuadem

hingga tanda batas. Larutan Pb(II) dengan konsentrasi yang lebih rendah dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk ke dalam volume yang sesuai menggunakan akuadem.

3.4.2 Penentuan Jenis Pelarut Ditizon Terhadap Pembentukan Kompleks Pb(II)-ditizonat

Agar mol ditizon ekuivalen dengan mol Pb(II), maka ditizon dibuat dalam konsentrasi 40 ppm. Ditizon ditimbang sebanyak 0,001 g dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan dengan pelarut kurang lebih 10 mL. Selanjutnya larutan ditizon dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan pelarut hingga tanda batas.

Tabung reaksi sebanyak 11 buah disiapkan, selanjutnya 1 mL Pb(II) dengan variasi konsentrasi 1-10 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan 0,2 mL ditizon di dalam pelarut kloroform, diamati perubahan warna yang terjadi. Selanjutnya diukur absorbansi dari setiap konsentrasi Pb dengan cara memisahkan dan mengambil fasa organik menggunakan corong pisah dan diukur absorbansinya menggunakan spektrometri UV pada panjang gelombang tertentu. Prosedur yang sama juga dilakukan pada jenis pelarut yang lain, yaitu karbon tetraklorida (CCl_4), benzena (C_6H_6), dan amonia (NH_3). Jenis pelarut yang sesuai adalah pelarut yang menghasilkan perbedaan warna antara ditizon dan kompleks Pb(II)-ditizonat.

3.4.3 Pembuatan Larutan Ditizon 40 ppm

larutan ditizon 40 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,001 gram padatan ditizon ke dalam 25 mL pelarut yang sesuai.

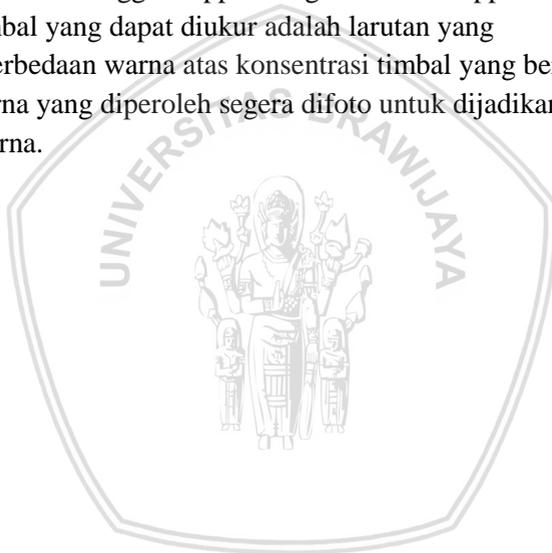
3.4.4 Penentuan Lama Waktu Kestabilan Warna Kompleks Pb(II)-ditizonat

Diambil 1 mL larutan Pb(II) 10 ppm dan 0,2 mL larutan ditizon 40 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Optimasi waktu kestabilan kompleks Pb(II)-ditizonat dilakukan pada fasa organik yang sudah dipisahkan, didiamkan selama 5 menit, diamati perubahan warna yang terbentuk kemudian diukur absorbansinya dengan spektrometri UV pada panjang gelombang tertentu. Selanjutnya pengukuran dilakukan tiap selang waktu 5 menit hingga 40 menit. Dibuat kurva hubungan antara waktu

pendiaman dan absorbansi. Rentang waktu yang memiliki absorbansi paling stabil merupakan waktu optimum stabilisasi warna kompleks Pb(II)-ditizonat.

3.4.5 Penentuan Kisaran Pengukuran Konsentrasi Timbal

Penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal dilakukan pada kondisi optimum sebelumnya, yaitu jenis pelarut ditizon yang digunakan adalah kloroform, panjang gelombang maksimum yang digunakan adalah 515,5 nm, konsentrasi ditizon yang digunakan adalah 30 ppm, dan waktu pengukuran 5 menit. Konsentrasi timbal divariasikan mulai dari 0 hingga 10 ppm dengan interval 1 ppm. Kisaran konsentrasi timbal yang dapat diukur adalah larutan yang memberikan perbedaan warna atas konsentrasi timbal yang berbeda. Hasil deret warna yang diperoleh segera difoto untuk dijadikan komparator warna.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk optimasi jenis pelarut ditizon dan waktu kestabilan pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat pada pembuatan *test kit* timbal serta menentukan kisaran pengukuran konsentrasi timbal pada *kit*. *Tes kit* timbal dibuat untuk menganalisis kandungan timbal secara kuantitatif dalam sampel air. Analisis timbal didasarkan pada pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah pada suasana basa (Gambar 2.3), dimana intensitas warna yang terbentuk sesuai dengan besarnya konsentrasi timbal.

Berdasarkan penelitian dari Alfarisi tahun 2012, sensitivitas prosedur dalam analisis timbal dapat ditingkatkan dengan melibatkan proses pemekatan terlebih dahulu dengan mengubah logam timbal menjadi senyawa kompleks dan diikuti dengan ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut yang sesuai. Hal itu dikarenakan sifat dari ion logam yang pada umumnya tidak larut di dalam pelarut organik non polar, sehingga ion logam harus diubah menjadi bentuk molekul yang tidak bermuatan agar dapat terekstrak ke dalam pelarut organik non polar.

Tahap pertama yang dilakukan pada penelitian ini yaitu menentukan jenis pelarut ditizon yang sesuai, yaitu jenis pelarut yang dapat membedakan antara warna ditizon dan warna kompleks Pb(II)-ditizonat. Menurut Alfarisi [18], ditizon merupakan salah satu reagen pengompleks yang paling banyak digunakan, bersifat tidak larut di dalam air tetapi larut di dalam beberapa pelarut organik (kloroform, karbon tetraklorida, dan benzena) serta amonia. Sehingga penulis menggunakan empat jenis pelarut tersebut untuk ditentukan jenis pelarut mana yang paling sesuai untuk ditizon. Tahap kedua yaitu menentukan waktu kestabilan pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan oleh ditizon untuk bereaksi dengan timbal dalam menghasilkan warna kompleks yang stabil dan ditunjukkan oleh nilai absorbansinya. Tahap ketiga yaitu penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal yang bertujuan untuk mengetahui batas konsentrasi timbal terkecil hingga terbesar yang masih bisa dideteksi oleh reagen pengompleks ditizon menggunakan *test kit* yang telah dibuat.

4.1 Penentuan Jenis Pelarut Ditizon terhadap Pembentukan Kompleks Pb(II)-ditizonat

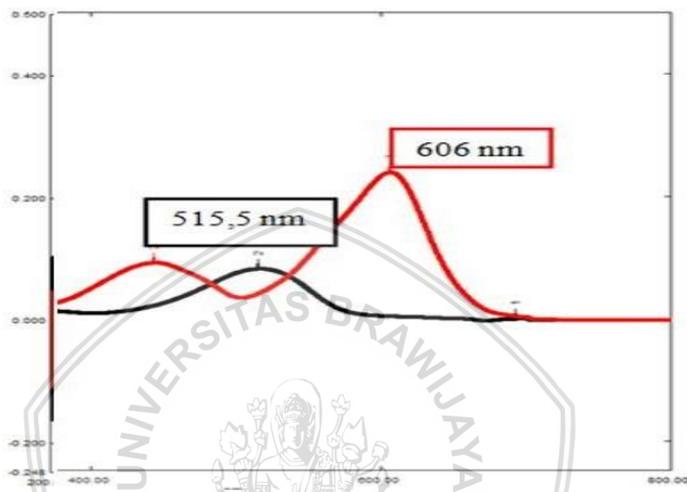
Tahap pertama yang dilakukan dalam penelitian penentuan jenis pelarut adalah menentukan panjang gelombang maksimum dari masing-masing jenis pelarut yang digunakan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Untuk serapan individual, berdasarkan data spektra yang diperoleh dapat ditentukan panjang gelombang maksimum terpilih, yaitu 474,5 nm untuk pelarut amonia, 520 nm untuk pelarut karbon tetraklorida, 515,5 nm untuk pelarut kloroform, dan 522 nm untuk pelarut benzena. Penentuan jenis pelarut dilakukan dengan cara memasukkan 1 mL Pb(II) 10 ppm dan 100 ppm ke dalam tabung reaksi kemudian ditambahkan dengan larutan ditizon 40 ppm di dalam masing-masing jenis pelarut, dan diamati perubahan warna yang terbentuk serta diukur nilai absorbansinya. Jenis pelarut yang dipilih adalah jenis pelarut yang dapat memberikan perbedaan warna antara warna ditizon dengan warna kompleks Pb(II)-ditizonat.



Gambar 4.1 Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam kloroform (c)

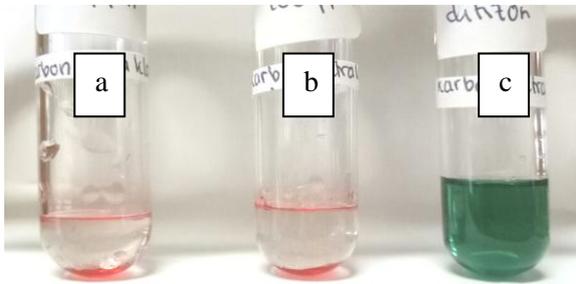
Kloroform merupakan salah satu jenis pelarut organik yang memiliki berat jenis $1,49 \text{ g/cm}^3$ sehingga kompleks yang terbentuk memiliki 2 fasa yang berbeda (Gambar 4.1). Fasa organik berada di bawah dan fasa air berada di atas. Selanjutnya fasa organik diambil menggunakan ekstraksi cair-cair dan diukur panjang gelombangnya menggunakan spektrofotometri UV-Vis, didapatkan warna untuk kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm adalah ungu, kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm adalah merah, sedangkan warna ditizon adalah

hijau tua serta panjang gelombang untuk ditizon 606 nm sedangkan kompleks Pb(II)-ditizonat 515,5 nm (Gambar 4.2). Sehingga kloroform mampu membedakan antara warna ditizon dengan warna kompleks Pb(II)-ditizonat dan dipilih sebagai jenis pelarut yang akan diujikan pada satu deret Pb(II) 0-10 ppm.

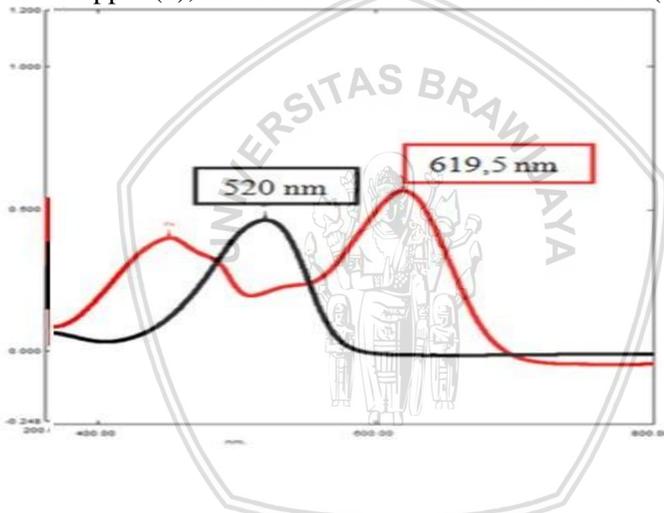


Gambar 4.2 Overlay spektra larutan ditizon (warna merah) dan larutan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat (warna hitam)

Karbon tetraklorida juga merupakan salah satu jenis pelarut organik yang memiliki berat jenis $1,59 \text{ g/cm}^3$ sehingga kompleks yang terbentuk memiliki dua fasa yang berbeda (Gambar 4.3). Fasa organik berada di bawah sedangkan fasa air berada di atas. Selanjutnya diamati perubahan warna yang terjadi dan dilakukan pengukuran panjang gelombang menggunakan spektrofotometri UV-Vis, didapatkan warna untuk kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm dan 100 ppm adalah merah sedangkan warna ditizon adalah hijau, serta panjang gelombang untuk ditizon 619,5 nm dan kompleks Pb(II)-ditizonat 520 nm (Gambar 4.4). Sehingga karbon tetraklorida juga mampu membedakan warna ditizon dan warna kompleks Pb(II)-ditizonat dan dipilih sebagai jenis pelarut yang akan diujikan pada satu deret Pb(II) 0-10 ppm.



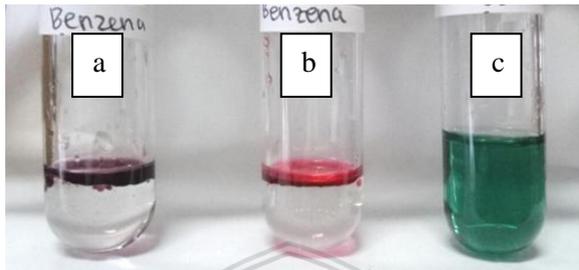
Gambar 4.3 Kompleks Pb(II)-ditizonat 10ppm (a), kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam karbon tetraklorida (c)



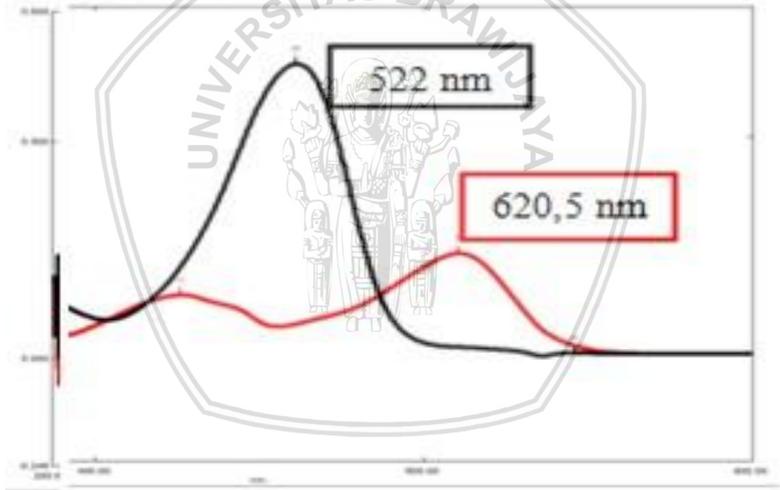
Gambar 4.4 Overlay spektra larutan ditizon (warna merah) dan larutan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat (warna hitam)

Benzena merupakan jenis pelarut organik yang memiliki berat jenis $0,876 \text{ g/cm}^3$ sehingga terbentuk dua fasa yang berbeda (Gambar 4.5). Fasa organik berada di atas sedangkan fasa air berada di bawah. Kemudian diamati perbedaan warna yang terbentuk dan dilakukan pengukuran panjang gelombang menggunakan spektrofotometri UV-Vis, didapatkan warna untuk kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm adalah ungu, kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm adalah merah, sedangkan ditizon berwarna hijau, serta panjang gelombang untuk

itizon 620,5 nm sedangkan kompleks Pb(II)-ditizonat 522 nm (Gambar 4.6). Sehingga benzena mampu membedakan antara warna ditizon dan warna kompleks Pb(II)-ditizonat dan juga dipilih sebagai jenis pelarut yang akan diujikan pada satu deret Pb(II) 0-10 ppm.



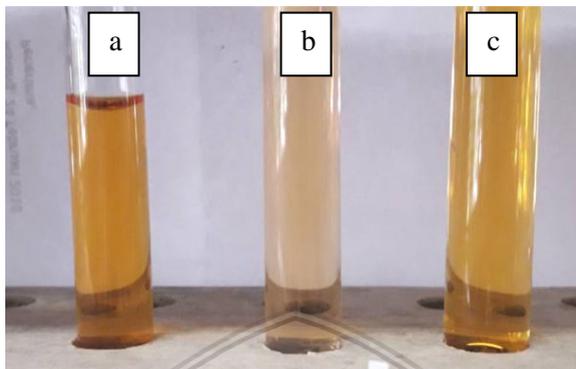
Gambar 4.5 Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam benzena (c)



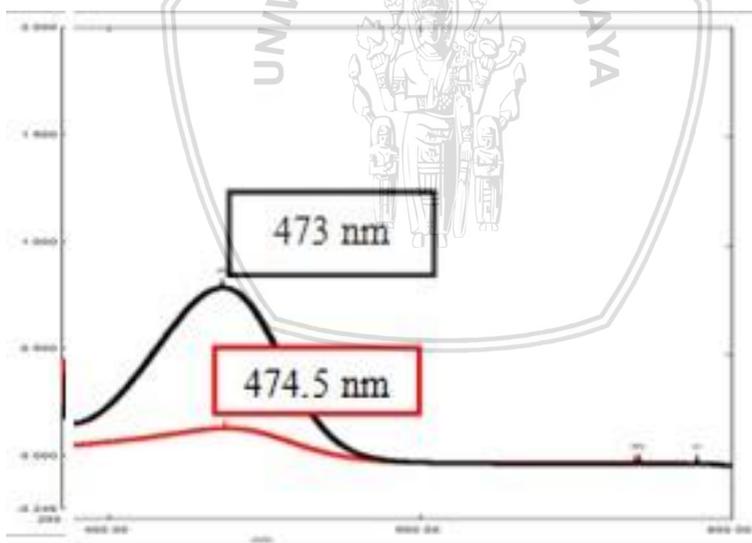
Gambar 4.6 Overlay spektra larutan ditizon (warna merah) dan larutan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat (warna hitam)

Pada pelarut amonia (Gambar 4.7), tidak terjadi perbedaan warna yang signifikan antara ditizon dengan kompleks Pb(II)-ditizonat. Hal ini didukung dengan pengukuran panjang gelombangnya menggunakan spektrofotometri UV-Vis, dan didapatkan panjang gelombang untuk ditizon 473 nm sedangkan

kompleks Pb(II)-ditizonat 474,5 nm (Gambar 4.8). Sehingga amonia tidak digunakan sebagai pelarut ditizon pada penelitian berikutnya.



Gambar 4.7 Kompleks Pb(II)-ditizonat 10 ppm (a), kompleks Pb(II)-ditizonat 100 ppm (b), dan ditizon dalam amonia (c)

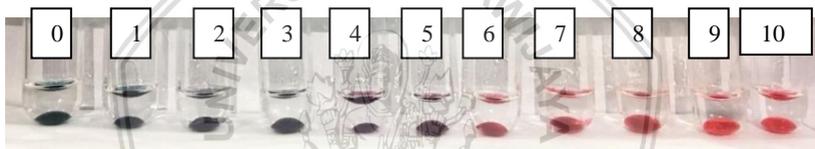


Gambar 4.8 Overlay spektra larutan ditizon (warna hitam) dan larutan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat (warna merah)

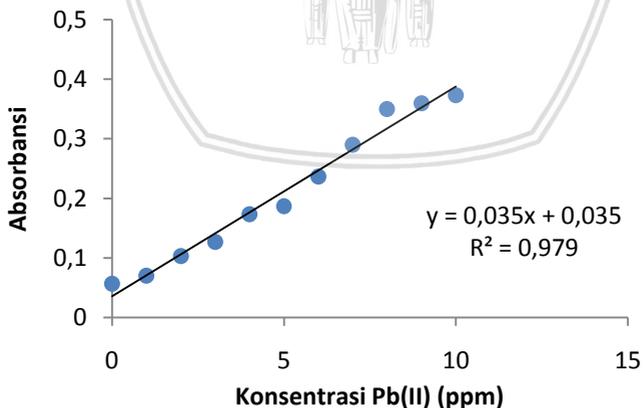
Selanjutnya dengan cara yang sama dilakukan penentuan jenis pelarut yang sesuai pada pelarut kloroform, karbon tetraklorida, dan benzena menggunakan timbal konsentrasi 0-10 ppm kemudian diamati intensitas warna yang terbentuk dan diukur absorbansinya menggunakan spektrometri UV-Vis.

4.1.1 Pelarut Kloroform

Optimasi jenis pelarut menggunakan pelarut kloroform dilakukan dengan cara 1 mL Pb(II) 0-10 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 0,2 mL ditizon 40 ppm. Hasil penelitian (Gambar 4.9) menggunakan pengamatan intensitas warna dengan mata menunjukkan bahwa pada pelarut kloroform, timbal dapat dibedakan dengan jelas antara konsentrasi 0, 1, 2, 3, 5, dan 8 ppm. Konsentrasi 3-4 ppm memiliki intensitas warna yang sama, 5-7 ppm memiliki intensitas warna yang sama, dan 8-10 ppm memiliki intensitas warna yang sama.



Gambar 4.9 kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm

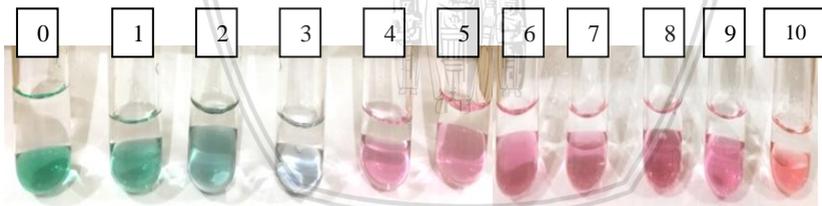


Gambar 4.10 Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat

Secara spektrofotometri, pelarut kloroform memiliki sensitivitas yang baik. Hal ini ditunjukkan dari persamaan grafik yang didapatkan (Gambar 4.10), yaitu $y=0,035x+0,035$, dimana *slope* yang didapatkan adalah 0,035 pada *range* konsentrasi timbal 0-10 ppm. Selain itu didapatkan harga koefisien distribusi 0,979. Artinya bahwa 98,9% terdapat korelasi antara konsentrasi Pb(II) dan absorbansi. Sehingga pelarut kloroform dapat digunakan sebagai pelarut ditizon.

4.1.2 Pelarut Karbon tetraklorida

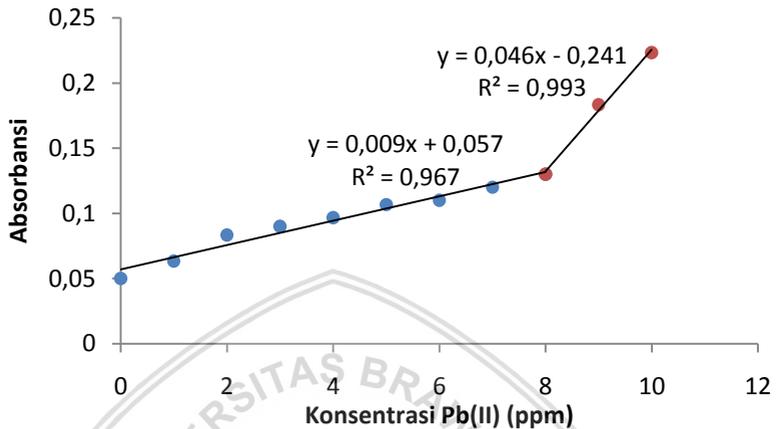
Optimasi jenis pelarut menggunakan pelarut karbon tetraklorida dilakukan dengan cara 1 mL Pb(II) 1-10 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 0,2 mL ditizon 40 ppm. Hasil penelitian (Gambar 4.11) menggunakan pengamatan intensitas warna dengan mata menunjukkan bahwa pada pelarut karbon tetraklorida, timbal dapat dibedakan dengan jelas antara konsentrasi 0, 3, 4, dan 10 ppm. Konsentrasi 0-2 ppm memiliki intensitas warna yang sama dan 4-9 ppm memiliki intensitas warna yang sama. Hasil absorbansi pada grafik (Gambar 4.12) juga menunjukkan angka yang lebih kecil dibandingkan dengan Gambar 4.10.



Gambar 4.11 kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm

Secara spektrofotometri, pelarut karbon tetraklorida memiliki sensitivitas yang rendah untuk *range* konsentrasi 0-7 ppm dan memiliki sensitivitas yang tinggi untuk *range* konsentrasi 8-10 ppm. Hal ini ditunjukkan dari persamaan grafik yang didapatkan (Gambar 4.12), yaitu $y=0,009x+0,057$ untuk konsentrasi 0-7 ppm, dimana *slope* yang didapatkan adalah 0,009 dan $y=0,046x-0,241$ untuk konsentrasi 8-10 ppm, sehingga *slope* yang didapatkan adalah 0,046. Selain itu didapatkan harga koefisien distribusi 0,967 untuk *range* 0-

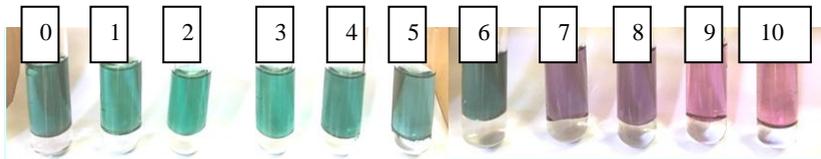
7 ppm dan 0,993 untuk *range* 8-10 ppm. Artinya bahwa 98,3% dan 99,6 % terdapat korelasi antara konsentrasi Pb(II) dan absorbansi.



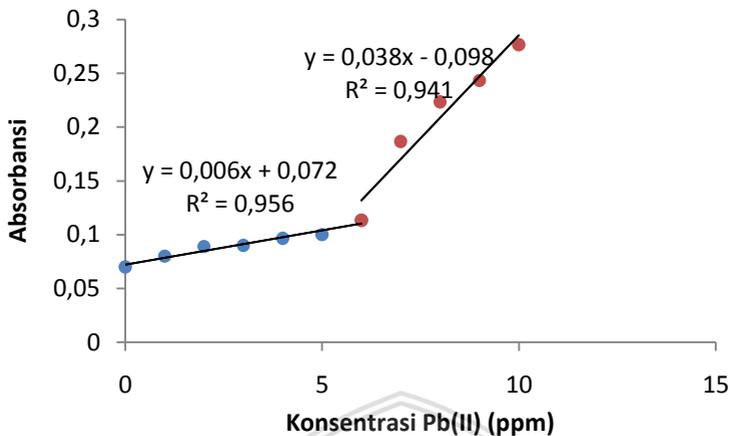
Gambar 4.12 Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat

4.1.3 Pelarut Benzena

Optimasi jenis pelarut menggunakan pelarut benzena dilakukan dengan cara 1 mL Pb (II) 1-10 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 0,2 mL ditizon 40 ppm. Hasil penelitian (Gambar 4.13) menggunakan pengamatan intensitas warna dengan mata menunjukkan bahwa pada pelarut benzena, timbal dapat dibedakan dengan jelas hanya pada konsentrasi 0, 7, dan 9 ppm. Konsentrasi 0-6 ppm memiliki intensitas warna yang sama, 7-8 ppm memiliki intensitas warna yang sama, dan 9-10 ppm memiliki intensitas warna yang sama. Hal ini juga didukung dari hasil absorbansi pada grafik (Gambar 4.14).



Gambar 4.13 Kompleks Pb(II)-ditizonat 0-10 ppm



Gambar 4.14 Grafik hubungan konsentrasi Pb(II) dengan absorbansi pada kompleks Pb(II)-ditizonat

Secara spektrofotometri, pelarut benzena memiliki sensitivitas yang rendah untuk *range* konsentrasi 0-6 ppm dan memiliki sensitivitas yang tinggi untuk *range* konsentrasi 7-10 ppm. Hal ini ditunjukkan dari persamaan grafik yang didapatkan (Gambar 4.14), yaitu $y=0,006x+0,072$ untuk konsentrasi 0-6 ppm, dimana *slope* yang didapatkan adalah 0,006 dan $y=0,038x-0,098$ untuk konsentrasi 7-10 ppm, sehingga *slope* yang didapatkan adalah 0,038. Selain itu didapatkan harga koefisien distribusi 0,956 untuk *range* 0-6 ppm dan 0,941 untuk *range* 7-10 ppm. Artinya bahwa 97,7% dan 97 % terdapat korelasi antara konsentrasi Pb(II) dan absorbansi.

Dibandingkan dengan jenis pelarut karbon tetraklorida dan benzena, pelarut kloroform memberikan hasil intensitas warna yang paling sensitif untuk menunjukkan konsentrasi timbal yang berbeda yang ditunjukkan dari *slope* yang paling besar untuk *range* konsentrasi timbal 0-10 ppm. Sehingga kloroform dipilih sebagai jenis pelarut untuk ditizon.

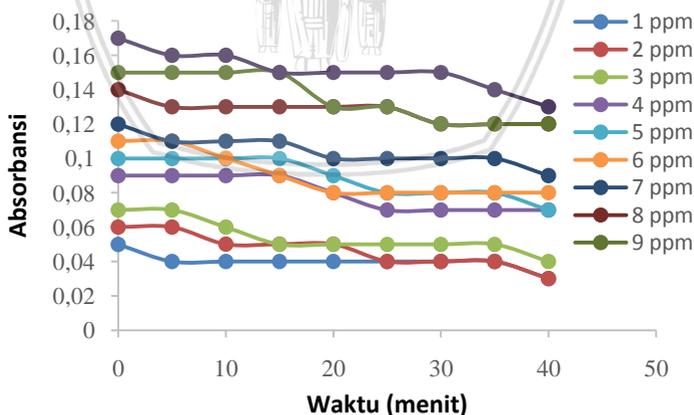
4.2 Penentuan Waktu Kestabilan Warna Kompleks Pb(II)-ditizonat

Penentuan waktu kestabilan warna kompleks Pb(II)-ditizonat dilakukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan oleh timbal

untuk bereaksi dengan ditizon membentuk senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah secara optimal dan untuk mengetahui kestabilan senyawa kompleks terhadap perubahan waktu sampai mencapai kesetimbangan tanpa mengalami dekomposisi, sehingga dapat diketahui waktu yang tepat untuk mengukur nilai absorbansinya.

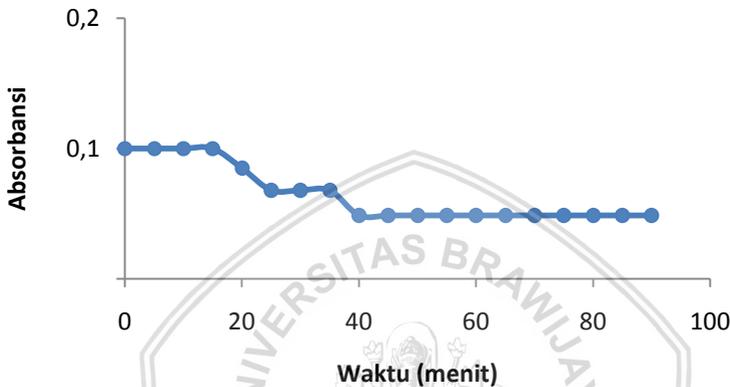
Warna merah kompleks Pb(II)-ditizonat mulai terbentuk pada saat pengocokan setelah penambahan ditizon, oleh karena itu pengukuran dimulai setelah penambahan ditizon. Penentuan waktu kestabilan warna kompleks Pb(II)-ditizonat dilakukan dengan mengukur nilai absorbansi pada menit ke 0-40 dengan interval waktu 5 menit dan $t_0 = 3$ menit, dimana t_0 adalah waktu yang dibutuhkan mulai penambahan ditizon hingga pembacaan absorbansi pertama. Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum yaitu jenis pelarut ditizon yang digunakan adalah kloroform dengan konsentrasi ditizon 30 ppm dan panjang gelombang maksimum 515,5 nm.

Hasil penelitian hubungan antara waktu dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat pada Gambar 4.15 menunjukkan bahwa nilai absorbansi cenderung konstan dengan meningkatnya waktu pembacaan (reaksi). Hal tersebut juga menunjukkan bahwa reaksi antara timbal dengan ditizon membentuk kompleks Pb(II)-ditizonat berjalan dengan cepat dan stabil.



Gambar 4.15 Grafik hubungan antara waktu dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat

Waktu 0-15 menit merupakan waktu dimana kesetimbangan tercapai. Dari 10 konsentrasi timbal tersebut, peneliti mencoba lagi untuk Pb(II) 5 ppm pada 0-90 menit pada interval 5 menit (Gambar 4.16) serta dicoba untuk didiamkan selama 24 jam. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa warna merah pada kompleks Pb(II)-ditizonat yang terbentuk tetap stabil hingga 24 jam.



Gambar 4.16 Hubungan antara waktu dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat 5 ppm

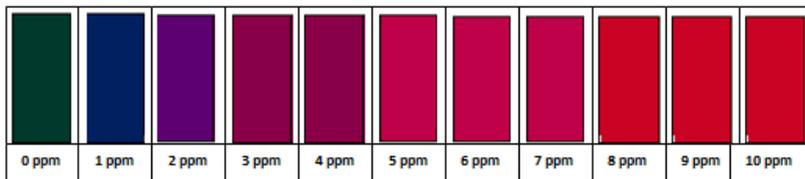
Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa pengukuran absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat secara spektrofotometri dan pembacaan warna pada komparator *test kit* dapat dilakukan mulai menit ke-0 hingga menit ke-15 dengan $t_0=3$ menit atau pembacaan warna dilakukan dengan waktu riil pada menit ke-3 hingga menit ke-18. Dari hasil tersebut maka dipilih waktu riil 5 menit untuk optimasi parameter selanjutnya.

4.3 Penentuan Kisaran Pengukuran Konsentrasi Timbal

Penentuan kisaran konsentrasi timbal dilakukan untuk mengetahui batas konsentrasi timbal terkecil sampai terbesar yang masih bisa dideteksi oleh ditizon menggunakan *test kit* timbal yang telah dibuat. Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum sebelumnya yaitu konsentrasi ditizon 30 ppm dan waktu pengukuran 5 menit dengan variasi konsentrasi timbal 0-10 ppm dengan interval

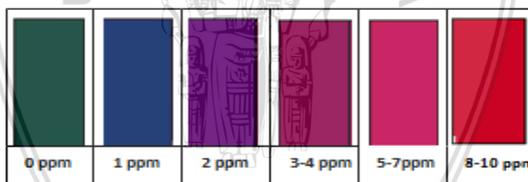
1 ppm. Konsentrasi timbal yang masih bisa dideteksi kemudian dijadikan komparator warna sebagai pembanding.

Hasil penelitian penentuan kisaran konsentrasi timbal 0-10 ppm menggunakan komparator *test kit* timbal dapat dilihat pada Gambar 4.17, sedangkan secara spektrofotometri dapat dilihat pada Gambar 4.19.



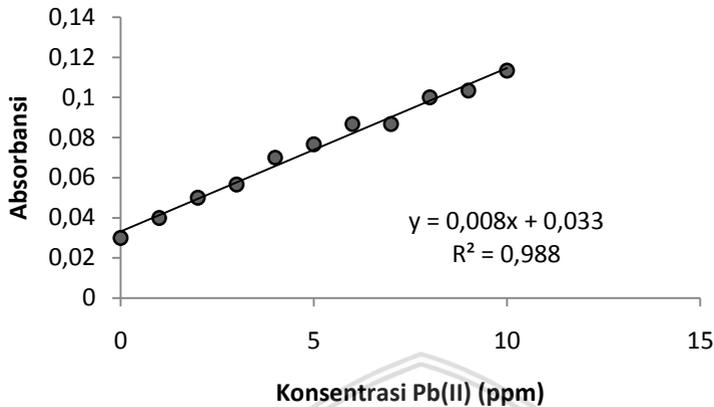
Gambar 4.17 Komparator warna *test kit* timbal 0-10 ppm

Hasil penelitian berdasarkan intensitas warna yang diamati menggunakan mata menunjukkan bahwa untuk komparator warna *test kit* timbal (Gambar 4.17) konsentrasi 3-4 ppm adalah sama, Intensitas warna pada 5-7 ppm sama, dan intensitas warna 8-10 ppm juga sama. Sehingga perbedaan intensitas warna yang jelas ada pada konsentrasi 0, 1, 2, 3-4, 5-7, dan 8-10 ppm (Gambar 4.18).



Gambar 4.18 Komparator warna *test kit* timbal 0, 1, 2, 3-4, 5-7, 8-10 ppm

Hasil penelitian kurva kisaran pengukuran konsentrasi timbal 0-10 ppm (Gambar 4.19) memiliki persamaan $y=0,008x+0,033$, koefisien determinasi (R^2)=0,988, dan koefisien korelasi (r)=0,993, hal ini menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang kuat antara konsentrasi timbal dengan absorbansi dan 99,3% perubahan absorbansi dipengaruhi oleh konsentrasi timbal.



Gambar 4.19 Kurva penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal 0-10 ppm

Hasil penelitian penentuan pengukuran timbal berdasarkan nilai absorbansi, *test kit* timbal mempunyai kesensitifan deteksi yang baik untuk menentukan konsentrasi timbal 0-10 ppm. Namun jika dilihat berdasarkan komparator warna, *test kit* hanya dapat membaca pada konsentrasi 0, 1, 2, 3-4, 5-7, dan 8-10 ppm.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

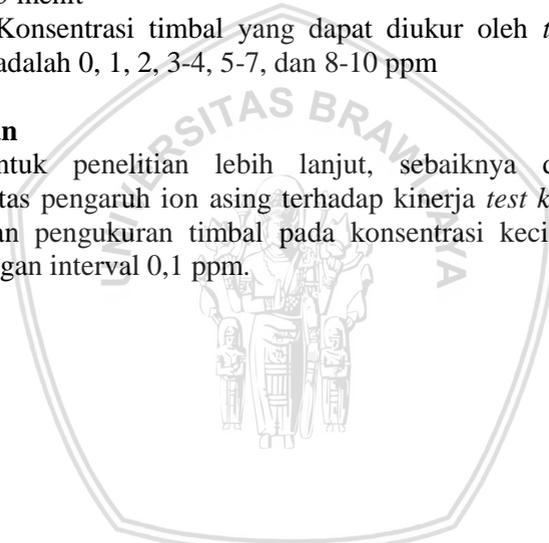
5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diambil dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Jenis pelarut terbaik, yang sensitif dalam memberikan perbedaan intensitas warna antara warna ditizon dengan warna kompleks Pb(II)-ditizonat adalah kloroform
2. Waktu kestabilan optimum kompleks Pb(II)-ditizonat adalah 5 menit
3. Konsentrasi timbal yang dapat diukur oleh *test kit* timbal adalah 0, 1, 2, 3-4, 5-7, dan 8-10 ppm

5.2 Saran

Untuk penelitian lebih lanjut, sebaiknya dilakukan uji selektivitas pengaruh ion asing terhadap kinerja *test kit* timbal dan penentuan pengukuran timbal pada konsentrasi kecil, yaitu 0,1-1 ppm dengan interval 0,1 ppm.





DAFTAR PUSTAKA

1. Syah, A. F. (2012). **Alternatif Pengelolaan Kelautan dan Perikanan dalam Mewujudkan Ketahanan Pangan Nasional**. *Seminar Nasional Kedaulatan Pangan dan Energi*. Universitas Trunojoyo, Madura.
2. Naria, Evi. (2005). Mewaspada Dampak Bahan Pencemar Timbal (Pb) di Lingkungan Terhadap Kesehatan. *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 17(4), 11-14.
3. Departemen Kesehatan RI. (2001). Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal. Ditjen PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI, Jakarta.
4. Meyer, Pamela A., M.G., Michael., F. Henry. (2003). A Global Approach to Childhood Lead Poisoning Prevention. *International Journal Hygiene Environmental Health*, 206, 363-369.
5. Suksmerri. (2008). Dampak Pencemaran Logam Timah Hitam (Pb) Terhadap Kesehatan. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*, 2(2), 174-178.
6. AOEC. (2007). Medical Management Guidelines for Lead-Exposed Adults. Association of Occupational Environmental Clinics, Washington DC.
7. Agustina, Titin. (2014). Kontaminasi Logam Berat pada Makanan dan Dampaknya pada Kesehatan. *Jurnal Teknobuga FT UNNES*, 1(1), 53-63.
8. Albalak, Rachel. (2003). Blood Lead Levels and Risk Factors for Lead Poisoning Among Children in Jakarta, Indonesia. *The Science of The Total Environment*, 301(1), 75-85.
9. Adriyani, Retno., Mukono. (2004). **Air Pb Level, Blood Lead Level and its Effects on the Health Disorders of Street**

Vendors in Surabaya. *Department of Environmental Health Public Faculty.* Airlangga University, Surabaya.

10. Lanphear BP. (2005). Low-Level Environmental Lead Exposure and Children's Intellectual Function: an International Pooled Analysis. *Environmental Health Perspectives*, 113: 894-9.
11. Presiden RI. (1999). Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 41 Tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara.
12. Alfariasi, Farah. (2012). *Penggunaan Pengompleks Ditizon untuk Analisis Penetapan Kadar Timbal dengan Metode Spektrofotometri Visibel* (Skripsi). Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, Surabaya.
13. Patrick L. (2006). Lead Toxicity, a Review of the Literature, Part 1: Exposure, Evaluation, and Treatment. *Altern Med Rev Journal*, 11(1), 2-22.
14. Nezio MSD., Palomeque M, Band BSF. (2005). Automated Flow Injection Method for Cadmium Determination with Preconcentration and Reagent Preparation Online. *Quim Nova*, (1), 145-148.
15. Rajesh N., Manikandan S. (2008). Spectrophotometric Determination of Lead After Preconcentration of its Diphenylthiocarbazone Complex on an Amberlite XAD-1180 Column. *Spectrochim Acta A Journal*, 70, 754-757.
16. Aldinomera, Rocky., L. Destiarti., dan P. Ardiningsih. (2014). Penentuan Kadar Timbal (II) pada Air Sungai Kapuas Secara Spektrofotometri Ultra Violet-Visible. *JKK Universitas Tanjungpura*, 3(1), 1- 6.
17. Alsamarrai, K.F. (2011). Spectrophotometric Assay of Lead in Human Hair Samples by Using Alizarin RED (S) in Samarra Area. *Samarra. J. of University of Anbar for Pure Science*, 5 (3).
18. Skoog. (2007). *Principle of Instrumental Analysis 4th Edition*. New York: Mc Graw-Hill and Co.

19. Day, R. A., dan A.L. Underwood. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
20. Harvey, D. (2002). *Modern Analytical Chemistry*. USA: Mc Graw Hill.
21. Santa Cruz Biotechnology. (2010). Material Safety Data Sheet: CCL₄. [http://www.scbt.com/datasheet-203162-CCl₄.html](http://www.scbt.com/datasheet-203162-CCl4.html). diakses tanggal 31 Maret 2018.
22. Cotton, A., G. Walkinson. (2007). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.
23. Pescok, R.L., L.D. Shield., T.Cairns., I.G. Mc William. (1976). *Modern Methods of Chemical Analysis 2nd Edition*. New York: John Wiley & Sons Inc.
24. Howard, A.G. (1998). *Aquatic Enviromental Chemistry*. New York: Oxford University Press.
25. Karim, Z., Mumtaz, M. (2008). Determination of Lead in Water by Preconcentration Technique Using Ammonium Pyrolidine Dithiocarbamate and Dithizone. *Journal of Saudi Chem.soc*, 12(4), 463-468.
26. Rivai, H. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta: UI Press.
27. Sary, J., Irving, H. (1964). *The Solvent Extraction of Metal Chelats*. New York: Pergamon Press.
28. Christian, G. D., Reilley, J. E. O. (1986). *Instrumental Analysis*. New York: Boston Allyn and Baton.

