

**PENGARUH TEMPERATUR, pH, DAN ION ASING
TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION
FORMIAT TIPE TABUNG**

SKRIPSI

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

**oleh:
KIKY FREDERIKA RUMAPAR
0510923029-92**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2010**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH TEMPERATUR, pH, DAN ION ASING
TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION
FORMIAT TIPE TABUNG**

oleh:

KIKY FREDERIKA RUMAPAR
0510923029-92

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

Pembimbing I

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

Pembimbing II

Dr. Ir. Chasan Bisri
NIP. 19510801 198002 1 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama: Kiky Frederika Rumapar

NIM : 0510923029-92

Jurusan.....:

Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**“PENGARUH TEMPERATUR, pH, DAN ION ASING
TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION
FORMIAT TIPE TABUNG”**

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 bersedia menanggung resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Februari 2010

Yang menyatakan,

Kiky Frederika Rumapar

NIM 0510923029-92

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah yang telah melimpahkan kasih dan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul **"Pengaruh Temperatur, pH, dan Ion Asing terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion formiat Tipe Tabung"**. Penulis menyadari bahwa laporan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, perkenankanlah penulis mengucapkan terimakasih yang tak terhingga kepada:

1. Dr. Atikah, Apt. M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan Dr. Ir. Chasan Bisri selaku Dosen Pembimbing II yang telah sabar membimbing dalam pelaksanaan Tugas Akhir.
2. Drs. Sutrisno, M.Si., selaku dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan saran dan nasehat selama menjalani studi.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS., selaku Ketua Jurusan Kimia, serta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia.
4. Dr. Rurini Retnowati, M.Si., Dr. Sasangka Prasetyawan, MS., Drs. Danar Purwonugroho, M.Si., dan Dr. Diah Mardiana, MS., sebagai dosen penguji atas segala saran dan masukan terhadap tugas akhir ini.
5. Kedua orang tua dan keluarga yang selama ini telah memberikan dukungan, semangat dan kasih sayang pada penulis dalam mengerjakan Tugas Akhir ini.
6. Teman-teman KIMIA '05 selaku teman seperjuangan yang telah banyak mendorong dan memotivasi penulis hingga terselesaikannya laporan skripsi ini.
7. Semua pihak yang turut membantu dalam penyusunan laporan skripsi ini yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Akhir kata, bila ada kekurangan dalam laporan skripsi ini baik materi maupun cara penulis menyajikannya, maka penulis mohon adanya saran dan kritik yang membangun dari semua pihak. Semoga laporan skripsi ini dapat memberikan manfaat dan menambah wawasan bagi kita semua.

Malang, Februari 2010

Penulis

PENGARUH TEMPERATUR, pH, DAN ION ASING TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION FORMIAT TIPE TABUNG

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh temperatur, pH, dan ion asing terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) formiat bermembran PVC menggunakan alikuat 336-formiat sebagai bahan aktif. Dari beberapa *plasticizer* yang digunakan, kinerja ESI terbaik diperoleh dari membran dengan komposisi 32 % PVC, 64 % dioktilftalat, dan 4 % bahan aktif. Pengaruh temperatur dilakukan dengan mengukur potensial larutan formiat pada rentang konsentrasi 10^{-4} M- 10^{-1} M pada temperatur 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, dan 50 °C. Penentuan pengaruh pH dilakukan dengan mengukur potensial larutan formiat pada rentang konsentrasi 10^{-4} M- 10^{-1} M pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 dan 12. Pengaruh ion asing ditentukan dengan metode larutan terpisah yang dilakukan dengan mengukur potensial larutan ion utama (formiat) dan ion asing (asetat dan klorida) pada konsentrasi 10^{-4} M- 10^{-1} M. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kinerja ESI formiat tipe tabung tidak dipengaruhi oleh temperatur 25 °C sampai 40 °C, tidak dipengaruhi oleh pH 3 sampai 8, dan tidak dipengaruhi oleh ion klorida, tetapi dipengaruhi oleh ion asetat. Urutan selektifitas ESI formiat tipe tabung berturut-turut adalah ion asetat > ion formiat > ion klorida.

Kata kunci: ESI formiat, tipe tabung

THE INFLUENCE OF TEMPERATURE, pH, AND FOREIGN IONS DUE TO THE PERFORMANCE OF TUBE TYPE FORMIC ION SELECTIVE ELECTRODE

ABSTRACT

The aim of this research is to determine the effect of temperature, pH, and foreign ions to the performance of tubetype formic Ion Selective Electrode (ISE) PVC for indirect determination based on aliquat 336-formate as ionophore supported PVC membrane was prepared. Among different plasticizers tested, the best performance was obtained with a membrane composition of 32 % PVC, 64 % dioctylphthalate, and 4 % ionophore. The effect of temperature were determined by measuring the potential response formic solution at concentration range of 10^{-4} M- 10^{-1} M at temperature of 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, and 50 °C. The pH effect were determined by measuring the potential response formic solution at concentration range of 10^{-4} M- 10^{-1} M with pH of 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 and 12. The influence of foreign ion was determined by separate solution method done by measuring potential solution in prior ion (formic ion) and foreign ions (acetate and chloride) at concentration of 10^{-4} M- 10^{-1} M. The research results showed that the performance of tube type formic ISE were not influenced by temperature 25 °C until 40 °C, not influenced by pH 3 until 8, and not influenced by chloride ion, but influenced by acetate ion. The selectivity response of formic ISE showed that the selectivity of acetate ion > formic ion > chloride ion.

Key words: formic ISE, tube type

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Elektroda Selektif Ion	5
2.2 ESI Formiat tipe Tabung	8
2.3 Kinerja ESI	10
2.3.1 Pengaruh temperatur	11
2.3.2 Pengaruh pH	11
2.3.3 Pengaruh ion asing	11
2.4 Asam formiat	13
2.5 Formalin	14
2.6 Hipotesis	15
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	16
3.2.1 Alat-alat penelitian	16
3.2.2 Bahan-bahan penelitian	16
3.3 Metode Penelitian	17
3.4 Preparasi Larutan	17
3.4.1 Pembuatan larutan HCOONa 1 M	17

3.4.2	Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M	17
3.4.3	Preparasi larutan NaCl 1 M	18
3.4.4	Pembuatan larutan NaCl 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M	18
3.4.5	Pembuatan larutan CH ₃ COONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M	18
3.4.6	Pembuatan larutan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12	18
3.4.7	Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12	18
3.8.	Analisis Data	19
3.8.1	Pengaruh temperatur	19
3.8.2	Pengaruh pH	19
3.8.3	Pengaruh ion asing	20
3.8.4	Penentuan rata-rata hasil dan standar deviasi ...	21
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Pembuatan Elektroda	22
4.2	Pengaruh Temperatur terhadap Kinerja ESI Formiat Tipe Tabung	23
4.3	Pengaruh pH terhadap Kinerja ESI Formiat Tipe Tabung	25
4.4	Pengaruh Ion Asing terhadap Kinerja ESI Formiat Tipe Tabung	26
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	28
5.2	Saran	28
 DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN		
		29
		32

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Skema pertukaran ion pada fasa antarmuka..... 7
Gambar 2.2	Skema pengukuran ESI tipe tabung..... 8
Gambar 2.3	Skema konstruksi ESI formiat tipe tabung..... 10
Gambar 2.4	Struktur formaldehid terhidrat 14
Gambar 4.1	Hasil pembuatan ESI formiat tipe tabung 22
Gambar 4.2	Pengaruh temperatur terhadap harga Nernst ESI formiat..... 23
Gambar 4.3	Pengaruh pH terhadap harga Nernst ESI formiat. 25
Gambar 4.4	Harga koefisien selektifitas ESI formiat untuk konsentrasi formiat dan ion asing sama yaitu 10^{-4} M sampai 10^{-1} M 27
Gambar L.4.1a	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 25°C 41
Gambar L.4.1b	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 30°C 42
Gambar L.4.1c	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 35°C 42
Gambar L.4.1d	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 40°C 43
Gambar L.4.1e	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 45°C 44
Gambar L.4.1f	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk temperatur 50°C 44
Gambar L.4.2a	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 3 46
Gambar L.4.2b	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 4 47
Gambar L.4.2c	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 5 47
Gambar L.4.2d	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 6 48
Gambar L.4.2e	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 7 49
Gambar L.4.2f	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 8 49

Gambar L.4.2g	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 9 50	
Gambar L.4.2h	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 10	51
Gambar L.4.2i	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 11	51
Gambar L.4.2j	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pH 12	52
Gambar L.4.3a	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pengukuran ion asing CH_3COO^-	54
Gambar L.4.3b	Kurva penentuan harga faktor Nernst untuk pengukuran ion asing Cl^-	55



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Kandungan formalin dalam makanan..... 14
Tabel 4.1	Harga koefisien selektifitas ESI Formiat untuk konsentrasi formiat dan ion asing..... 26
Tabel L.4.1	Data potensial sel ESI rata-rata untuk tiap temperatur..... 41
Tabel L.4.1a	Data potensial sel ESI pada temperatur 25 °C..... 41
Tabel L.4.1b	Data potensial sel ESI pada temperatur 30 °C..... 42
Tabel L.4.1c	Data potensial sel ESI pada temperatur 35 °C..... 43
Tabel L.4.1d	Data potensial sel ESI pada temperatur 40 °C..... 43
Tabel L.4.1e	Data potensial sel ESI pada temperatur 45 °C..... 43
Tabel L.4.1f	Data potensial sel ESI pada temperatur 50 °C..... 44
Tabel L.4.2	Data potensial sel ESI rata-rata untuk tiap pH 45
Tabel L.4.2a	Data potensial sel ESI pada pH 3 46
Tabel L.4.2b	Data potensial sel ESI pada pH 4 46
Tabel L.4.2c	Data potensial sel ESI pada pH 5 47
Tabel L.4.2d	Data potensial sel ESI pada pH 6 48
Tabel L.4.2e	Data potensial sel ESI pada pH 7 48
Tabel L.4.2f	Data potensial sel ESI pada pH 8 49
Tabel L.4.2g	Data potensial sel ESI pada pH 9 50
Tabel L.4.2h	Data potensial sel ESI pada pH 10 50
Tabel L.4.2i	Data potensial sel ESI pada pH 11 51
Tabel L.4.2j	Data potensial sel ESI pada pH 12 52
Tabel L.4.3	Data potensial sel ESI formiat terhadap ion formiat, ion asing Cl^- dan CH_3COO^- 53
Tabel L.4.3a1	Rata-rata potensial sel ion formiat..... 54
Tabel L.4.3a2	Rata-rata potensial sel ion asetat 54
Tabel L.4.3b1	Rata-rata potensial sel ion formiat 55
Tabel L.4.3b2	Rata-rata potensial sel ion Cl^- 55
Tabel L.4.3c	Harga K_a, b untuk ion Cl^- dan ion asetat..... 56

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian	32
Lampiran 2. Skema Kerja.....	33
Lampiran 3. Contoh Perhitungan Pembuatan Larutan	37
Lampiran 4. Analisis Data.....	40

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Formalin merupakan larutan 37 % formaldehid dalam air dengan tambahan 10-15 % metanol sebagai pencegah polimerisasi. Formalin pada umumnya digunakan sebagai pembunuh kuman, pembasmi lalat, pencegah korosi, pembuatan sutra, zat warna, serta sebagai bahan pengawet mayat dan bersifat ilegal kalau dipakai dalam makanan (Nuryasin, 2006).

Di Indonesia, formalin disalahgunakan oleh produsen makanan sebagai pengawet makanan karena formalin mudah diperoleh dengan harga yang murah serta menghasilkan ketahanan dan tekstur yang bagus pada makanan. Formalin ditemukan pada tahu, kwe tiau, bakso, ayam, ikan segar dan ikan asin. Produk-produk ini merupakan produk makanan yang biasa dikonsumsi oleh seluruh lapisan masyarakat yang peredarannya seringkali tidak didaftarkan pada BPOM (Badan POM, 2006).

Berbagai metode analisis formalin yang telah dilaporkan antara lain spektrofotometri (metode baku), fluorometri, GC, dan HPLC. Akan tetapi metode-metode tersebut memiliki kelemahan antara lain: memerlukan instrumentasi dan pereaksi yang kompleks dan mahal, kisaran pengukuran yang sempit, serta memerlukan tahapan dan waktu analisis yang panjang, sehingga tidak praktis untuk analisis langsung di lapangan. Oleh karena itu, pada penelitian ini dikembangkan perancangan sensor formiat sebagai alat pengukur kadar formalin dalam makanan (Tang *et al.*, 2005).

Metode alternatif yang dapat dikembangkan antara lain metode potensiometri dengan elektroda selektif ion (ESI). Metode ini memiliki kelebihan yaitu: desain yang sederhana sehingga lebih ekonomis dan efisien, bersifat *portable* sehingga mudah untuk analisis langsung di lapangan, kisaran pengukuran yang lebar karena potensial listrik yang terukur berbanding lurus dengan logaritma aktifitas ion, serta dapat diterapkan pada larutan sampel yang berwarna maupun keruh (Ortuno *et. al.* 2007).

Agar formalin dapat ditentukan secara potensiometri, formaldehid terhidrat (formalin) harus diubah terlebih dahulu menjadi bentuk ion yang dapat disensor oleh ESI. Formaldehid terhidrat dapat dioksidasi dengan berbagai oksidator menjadi asam formiat ($K_a=1,77 \cdot 10^{-4}$),

salah satunya menggunakan larutan asam kromat (Goswami dan Kaylan, 1971). Asam formiat hasil oksidasi kemudian diubah menjadi ion formiat oleh suatu basa kuat, sehingga formaldehid dapat ditentukan secara potensiometri dengan elektroda selektif formiat.

ESI formiat tipe tabung telah dikembangkan oleh Sutrisno (2009). ESI tersebut mempunyai membran yang terbuat dari bahan aktif Aliquat 336 formiat sebagai bahan aktif. Dari beberapa *plasticizer* yang digunakan, kinerja ESI terbaik diperoleh dari membran dengan komposisi 32 % PVC, 64 % DOP, dan 4 % bahan aktif. Elektroda yang telah dibuat bersifat cukup nernstian dengan kisaran konsentrasi yang lebar (10^{-4} M– 10^{-1} M), faktor nernst $44,76 \pm 0,55$ mV/dekade konsentrasi, batas deteksi $9,48 \times 10^{-5}$ M (2,84 ppm), waktu respon 45 detik, dan waktu prakondisi optimum 2 jam. Membran ESI dapat digunakan selama 3 hari dengan potensial yang stabil. ESI yang telah dibuat berhasil diaplikasikan untuk penentuan secara tak langsung kadar formalin sebagai ion formiat dalam sampel makanan. Data yang diperoleh menunjukkan bahwa ESI yang telah dibuat memberikan hasil yang tidak berbeda nyata dengan metode standar spektrofotometri sinar tampak pada kadar formaldehid 15,73 – 128,84 ppm.

Potensial yang dihasilkan ESI formiat merupakan hasil dari pertukaran ion bebas dengan ion formiat dalam membran. Keberadaan ion formiat bebas dipengaruhi oleh kesetimbangan ionnya. Jika ion H^+ dalam larutan dominan (pH asam), maka akan membentuk asamnya untuk mencapai kesetimbangan, akan tetapi jika ion OH^- lebih dominan maka ion formiat akan stabil dalam bentuk ionnya (Scoog, *et al.*, 2004).

Stabilitas potensial dan reproduisibilitas ESI formiat dipengaruhi oleh lingkungan yang diantaranya adalah temperatur, pH dan kehadiran ion asing. Ketiga faktor tersebut dapat menyebabkan adanya perubahan harga faktor Nernst. Beberapa spesi ion asing dapat bereaksi *irreversible* terhadap membran ESI yang menyebabkan rusaknya selektifitas membran. Selain itu ESI bermembran cair pada umumnya didasarkan pada ekstraksi pelarut. ESI lebih selektif terhadap ion hidrofobik dibanding ion hidrofilik. Pada penelitian ini ion asing yang digunakan adalah klorida (hidrofilik) dan asetat (hidrofobik), karena ion-ion asing ini

mempunyai kemampuan untuk berkompetisi dengan ion utama pada proses pertukaran ion. Ion asing yang sejenis akan menyebabkan terjadinya kompetisi dengan ion target, dan keasaman akan mempengaruhi stabilitas ion target (Bailey, 1976).

Pada penentuan formiat (formalin yang telah dioksidasi) dalam makanan, perlu diperhatikan beberapa hal yang dapat mempengaruhi kinerja ESI formiat tipe tabung antara lain temperatur, ion asing, dan pH. Penelitian tentang aplikasi ESI formiat telah diterapkan pada sampel tahu yang mengandung formalin (Sutrisno, 2009), sehingga dimungkinkan penggunaan ESI formiat terjadi pada berbagai temperatur mengingat keadaan sampel di lapangan yang mempunyai temperatur yang bervariasi. Perubahan temperatur akan menyebabkan perubahan mobilitas ion yang terukur dan kestabilan membran (Rundle, 2003). Dengan demikian sangatlah penting dilakukan optimasi penentuan formiat dengan melihat ketiga parameter utama, yaitu temperatur, pH, dan kehadiran ion asing. Penelitian sebelumnya telah membahas karakteristik ESI formiat yang dapat digunakan, tetapi masih sangat kurang. Oleh karena itu pada penelitian ini sangat diperlukan untuk menyempurnakan penelitian sebelumnya tentang faktor-faktor yang mempengaruhi ESI formiat tipe tabung.

1.1 Perumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh temperatur, pH, dan ion asing terhadap kinerja elektoda selektif ion (ESI) formiat tipe tabung?

1.2 Batasan Masalah

1. ESI formiat tipe tabung yang digunakan adalah yang telah dikembangkan oleh Sutrisno (2009).
2. Kisaran konsentrasi larutan baku HCOONa dalam pengukuran adalah 10^{-4} sampai 10^{-1} M.
3. pH pengukuran dilakukan pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12.
4. Temperatur pengukuran dilakukan pada kisaran temperatur 25°C , 30°C , 35°C , 40°C , 45°C , dan 50°C

5. Ion asing yang digunakan adalah CH_3COO^- dan Cl^- menggunakan metode larutan terpisah dengan konsentrasi ion asing dan ion utama HCOONa 10^{-4} sampai 10^{-1} M.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh temperatur, pH dan ion asing pada ESI formiat tipe tabung.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh temperatur, pH, dan ion asing terhadap kinerja ESI formiat tipe tabung jika digunakan untuk penentuan kadar formalin dalam sampel makanan di lapangan.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Elektroda Selektif Ion (ESI)

Elektroda selektif ion (ESI) adalah suatu sel setengah elektrokimia yang menggunakan membran sebagai sensor kimia lingkungan ionik dan mengatur aktivitas (konsentrasi) ion-ion dimana potensialnya berubah-ubah secara reversibel terhadap perubahan aktivitas ion dalam larutan yang dapat menembus antarmuka membran-larutan yang diukurinya (Caman, 1979). Berdasarkan jenis membran yang digunakan sebagai sensor kimia, dikenal beberapa jenis ESI untuk sensor ion dan molekul. Untuk sensor ion yaitu elektroda bermembran kaca, padatan dan cairan penukar ion, sedangkan untuk sensor molekul yaitu petunjuk gas dan enzim (Pranitis, 1992).

ESI terdiri dari membran sebagai komponen penting yang dapat memisahkan dua larutan yang mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkannya. Membran yang digunakan dalam sel elektrokimia dan berfungsi sebagai sensor ion tertentu disebut membran selektif ion (Mulder, 1996).

Menurut Buck dan Lindner (1994) membran ESI memisahkan komponen dalam ESI dari larutan uji serta membran ini memberikan respon potensial dan selektivitas ion. Membran yang digunakan sebagai membran ESI adalah membran selektif ion, yaitu membran yang mempunyai gugus aktif sehingga memiliki sifat pertukaran ion yang selektif terhadap analit yang disensornya dari pada ion lain yang berada bersama-sama dalam satu larutan.

Sifat yang harus dimiliki membran ESI agar ESI memiliki sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap ion yang disensornya adalah: (1) bersifat hidrofobik dan mempunyai tetapan dielektrik tinggi, (2) menghantarkan arus listrik walaupun kecil yang ditimbulkan oleh migrasi ion-ion. Hal ini dapat dicapai dengan porositas membran yang rendah dengan kerapatan muatan tinggi, (3) dapat bereaksi dengan ion analit secara selektif melalui tiga mekanisme yaitu : pertukaran, kompleksasi atau kristalisasi, (4) fluks perpindahan sangat kecil, yang dapat dicapai dengan penggunaan bahan pendukung PVC-*plasticizer* (5) bersifat lentur sehingga ion-

ion di dalamnya memiliki mobilitas tinggi dan dapat bermigrasi, (6) stabil terhadap pH, bahan organik dan oksidator (Lakshminarayanaiah, 1976).

Dalam analisis potensiometri, dapat digunakan ESI tipe kawat berlapis atau tipe tabung. Kelebihan ESI tipe kawat berlapis antara lain: karakteristik sama dan kadang-kadang lebih baik jika dibandingkan dengan ESI tipe tabung, berukuran kecil (\varnothing 1-2 mm), hanya membutuhkan volume sampel yang sedikit, konstruksinya sederhana sehingga mudah dibuat, harga relatif lebih murah, serta dapat digunakan dalam posisi miring yang sesuai digunakan untuk pengukuran *in vivo* dengan usia pemakaian lebih dari 6 bulan (Atikah, 2005). Sedangkan kelebihan ESI tipe tabung memiliki larutan pembanding dalam yang berfungsi menjaga stabilitas potensial antarmuka bagian dalam membran sehingga akan menghasilkan respon potensial yang akurat dan stabil.

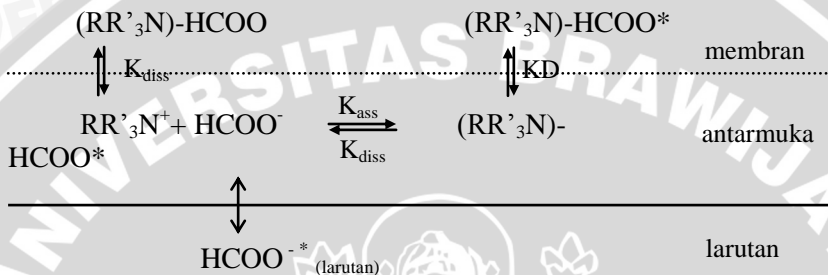
Keuntungan dari konstruksi ESI tipe tabung adalah (Atikah, 2005): (a) potensial elektroda pembanding dalam berharga tertentu dan stabil, (b) aktivitas ion-ion dalam larutan pembanding dalam (a_i) berharga konstan dan berfungsi menjaga stabilitas potensial antarmuka bagian dalam membran dan aktivitas ion dalam fasa membran, serta (c) mencegah transpor air ke dalam membran. Sedangkan kerugian dalam hal karakter mekanik dan praktis antara lain karena berukuran besar, konstruksinya rumit, memerlukan posisi tegak selama pengukuran, sehingga penggunaannya susah. Selain itu membran dapat mengalami kerusakan pada pengadukan cepat serta relatif lebih mahal (Atikah, 2005).

Pada umumnya, ESI bermembran cair akan merespon anion berdasarkan sifat hidrofobisitas dari suatu ion. Dimana sifat tersebut ditentukan oleh kerapatan muatan dan ukuran ion tersebut. Apabila dalam larutan yang akan diuji terdapat ion asing maka terdapat kemungkinan bahwa ion tersebut dapat mempengaruhi pengukuran dengan menggunakan ESI karena membran yang digunakan ESI adalah selektif ion bukan spesifik ion.

Ketika kontak dengan larutan analit, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran dengan larutan. Jika ion yang berada dalam larutan dapat menembus batas antarmuka membran dengan larutan, maka akan terjadi reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif

membran hingga mencapai kesetimbangan. Respon potensial ESI terjadi jika ion dapat menembus batas antarmuka dua fasa sehingga akan terjadi kesetimbangan elektrokimia, menyebabkan timbulnya beda potensial.

Mekanisme pertukaran ion pada antarmuka membran dengan larutan dinyatakan dalam reaksi pada Gambar 2.1 (Bailey, 1976):



Gambar 2.1 Skema pertukaran ion pada fasa antarmuka membran-larutan

Beda potensial yang terukur dapat dinyatakan dengan persamaan Nernst pada Persamaan 2.1.

$$E_{sel} = E^{\circ} - 2,303 \frac{RT}{nF} \log a \quad (2.1)$$

Dengan :

- E = beda potensial sel
- E° = potensial elektroda standar
- a = aktivitas ion analit
- n = muatan ion yang ditentukan
- R = tetapan gas ideal ($8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$)
- T = temperatur (K)
- F = tetapan Faraday (96.485 Cmol^{-1})

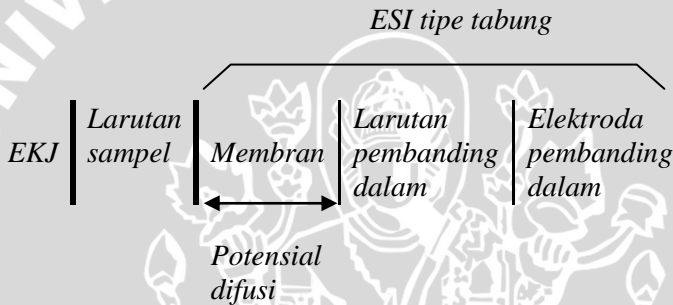
Ion HCOO^- merupakan ion monovalen dengan $n=1$, jika $T=298 \text{ K}$, maka persamaan Nernst menjadi :

$$E = E^{\circ} - 59,21 \log a_{\text{HCOO}^-} \quad (2.2)$$

2.2 ESI Formiat Tipe Tabung

ESI tipe tabung tersusun dari suatu membran, larutan pembanding dalam, dan sebuah elektroda pembanding dalam. Potensial listrik antara elektroda kerja dan elektroda pembanding luar menyatakan potensial analit, yang timbul akibat pemisahan muatan pada permukaan membran ESI pada kondisi arus nol, dimana ion utama terkemisorpsi dari larutan analit ke permukaan membran (Faridbod *et. al.*, 2008).

Skema sel pengukuran menggunakan ESI tipe tabung ditunjukkan oleh Gambar 2.2 (Lakshminarayanaiah, 1976).



Gambar 2.2. Skema pengukuran ESI tipe tabung

ESI merupakan suatu elektrode membran yang merespon secara sensitif terhadap kehadiran ion lain. Hal ini termasuk mengetahui kadar ion yang spesifik dalam suatu larutan.

Jika potensial elektroda pembanding Elektroda Kalomel Jenuh (EKJ) = E_{pemb} , potensial larutan pembanding dalam dengan permukaan membran = $E_{M(int)}$, potensial membran dengan analit = $E_{M(ekst)}$, dan potensial ESI yang terukur adalah jumlah dari semua potensial yang timbul dalam sistem, maka persamaan yang diperoleh adalah persamaan 2.3 – 2.5 (Bailey, 1976),

$$E = E_{katoda} - E_{anoda} \quad (2.3)$$

$$E = E_{ESI} - E_{pemb(ekst)} \quad (2.4)$$

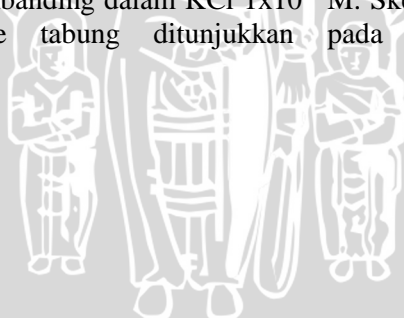
$$E = (E_{pemb(int)} + E_{M(int)} + E_{M(ekst)}) - E_{pemb(ekst)} \quad (2.5)$$

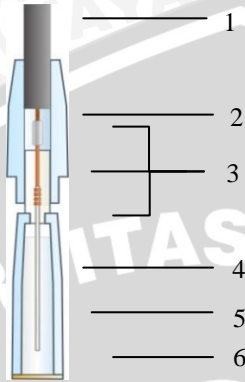
$E_{pemb(ekst)}$, $E_{pemb(int)}$, dan $E_{M(int)}$ diharapkan memberikan harga yang tetap, sehingga harga potensial sel yang terukur adalah $E_{M(ekst)}$ yang ditunjukkan dengan persamaan Nernst untuk anion formiat sebagai persamaan 2.6:

$$E = E^{\circ} - 59,2 \log a_{formiat} \quad (2.6)$$

Komponen Elektroda Selektif Ion (ESI) formiat tipe tabung terdiri dari badan elektroda, elektroda pembanding dalam Ag/AgCl (hasil elektrolisis), larutan pembanding dalam ($KCl\ 1 \times 10^{-3}\ M$), membran, penghubung ke alat potensiometer. Badan elektroda dibuat dari plastik polietilen yang dengan asumsi bagian atasnya adalah bagian yang runcing dan bagian bawahnya adalah bagian yang lebar. Plastik polietilen terlebih dahulu diberi lubang kecil sebagai tempat menyuntikkan larutan $KCl\ 1 \times 10^{-3}\ M$. Lubang dibuat pada ketinggian tertentu sehingga larutan KCl yang diisikan tidak tumpah dan elektroda pembanding dalam Ag/AgCl dapat tercelup semua dalam larutan KCl .

Elektroda pembanding dalam Ag/AgCl dimasukkan ke dalam plastik polietilen, kemudian bagian bawahnya ditutup dengan membran yang telah dibuat dan direkatkan dengan *tape* PVC, setelah itu ESI dioven pada temperatur $40-50\ ^{\circ}C$ selama 12 jam. ESI diisi dengan larutan pembanding dalam $KCl\ 1 \times 10^{-3}\ M$. Skema konstruksi ESI formiat tipe tabung ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Sutrisno,2009).





Keterangan: 1 Kabel koaksial RG-58 4 Kawat Ag
 2 Kawat Cu 5 Larutan KCl $1 \times 10^{-3} \text{M}$
 3 Plastik Polietilen 6 Membran

Gambar 2.3 Konstruksi ESI formiat tipe tabung

2.3 Kinerja ESI

Kinerja ESI dapat ditunjukkan oleh harga faktor Nernst yang menyimpang. Faktor Nernst ditunjukkan oleh kemiringan dari daerah linier kurva hubungan antara potensial E (mV) dengan $-\log a_{\text{formiat}}$. Faktor Nernst ideal suatu ESI untuk ion monovalen sebesar 59,2 mV/dekade konsentrasi. Hal-hal yang mempengaruhi faktor Nernst adalah larutan pembeding dalam, sifat hidrofobisitas bahan elektroaktif dalam membran yang menyebabkan bahan elektroaktif terdistribusi dalam membran dan dalam fasa air. Dimana hal ini dapat menyebabkan asosiasi ion dalam fasa air. Kinerja ESI dipengaruhi oleh beberapa hal, diantaranya sensitifitas terhadap temperatur tingkat keasaman dan selektifitas terhadap ion asing (Bailey, 1976).

2.3.1 Pengaruh temperatur larutan terhadap kinerja ESI

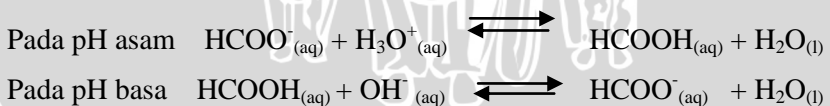
Pada umumnya, hasil pengukuran tidak selalu memberikan harga faktor Nernst yang sesuai dengan nilai teoritis. Hal itu dapat disebabkan adanya pengaruh dari temperatur, pH dan ion pengganggu (Lynde, 2007).

Temperatur dapat dikontrol sebagai variasi, dalam parameter ini temperatur dapat menyebabkan kesalahan dalam pengukuran yang signifikan. Perubahan 10 °C pada temperatur sampel dapat mengubah harga faktor Nernst 1 mV/dekade. Dari hasil penelitian sebelumnya kinerja ESI formiat tidak dipengaruhi oleh temperatur pada rentang 20 °C hingga 40 °C (Mutakin, 2009). Pengaruh temperatur pada harga faktor Nernst dapat dihitung dari modifikasi persamaan Nernst, yang ditulis sebagai persamaan 2.8 (Rundle, 2003):

$$\text{Faktor Nernst} = 2,303RT/nF \quad (2.8)$$

2.3.2 Pengaruh pH larutan terhadap kinerja ESI

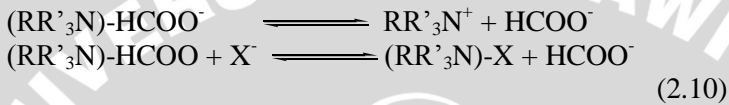
ESI formiat tipe tabung dirancang agar dapat merespon aktifitas ion formiat dalam larutan. Kestabilan ion formiat dalam larutan sangat dipengaruhi oleh tingkat keasaman, dimana pada pH asam ion formiat cenderung berinteraksi dengan ion H⁺ membentuk asam formiat sehingga proses ionisasi tidak dapat berlangsung sempurna. Sebaliknya pada pH basa keberadaan ion OH⁻ sangat banyak sehingga akan mendeprotonasi asam formiat menjadi ion formiat secara sempurna (Scoog *et al.*, 2004). Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 2.9 berikut ini:



2.3.3 Pengaruh ion asing

ESI tidak ada yang hanya merespon ion utama yang ditentukan, namun dapat merespon terhadap ion-ion lain yang terdapat pada

cuplikan. Selektifitas dari ESI ditunjukkan dengan harga koefisien selektifitas (K) yang ditentukan dengan menggunakan persamaan Nicolsky-Eisemann, nilai negatif untuk koefisien selektifitas menunjukkan bahwa elektroda lebih peka terhadap ion utama dibandingkan dengan ion pengganggu, sedangkan nilai menunjukkan bahwa keberadaan ion pengganggu sangat mengganggu proses pengukuran (Bailey, 1976). Reaksi yang terjadi ketika ESI merespon ion asing secara umum ditunjukkan pada persamaan 2.10.



dimana, X = ion asing sejenis

Derajat selektifitas ion utama terhadap ion asing dinyatakan dengan koefisien selektifitas. Koefisien selektifitas ($K_{A,B}^{pot}$) didefinisikan sebagai ukuran selektifitas dari elektroda untuk ion utama, A (ion yang ditentukan) dengan adanya ion asing B (Bailey, 1976). Jika $K_{A,B}^{pot} > 1$ maka ESI lebih merespon secara selektif terhadap ion asing B daripada ion utama A. Pada umumnya, $K_{A,B}^{pot} < 1$ yang berarti bahwa ESI lebih merespon secara selektif ion utama A daripada ion asing B (Umezawa, *et al.*, 2000).

Dalam larutan pada umumnya tidak hanya terdapat ion utama saja, melainkan terdapat adanya beberapa ion pengganggu. Pemilihan ion asing didasarkan pada sifat hidrofobisitas ion tersebut. Potensial ESI dengan adanya ion pengganggu dapat diukur dengan menggunakan persamaan Nicolsky-Eisemann pada Persamaan 2.11.

$$E = E^0 - 2,303 \frac{RT}{nF} \log(a_A + K_{A,B} a_B^{n/z}) \quad (2.11)$$

dimana E = potensial standar elektroda

E^0 = konstanta

a_A, a_B = aktivitas ion utama dan ion pengganggu

n, z = muatan ion utama dan ion pengganggu

A = ion utama

B = ion pengganggu

Ada dua cara untuk menentukan harga koefisien selektifitas yaitu metode larutan terpisah dan metode larutan tercampur. Metode larutan terpisah merupakan metode yang sangat sederhana. Pada metode larutan terpisah, potensial elektroda diukur dalam larutan yang mengandung ion utama i tanpa adanya ion pengganggu j , kemudian dalam larutan yang mengandung ion pengganggu j tanpa adanya ion utama i (Atikah, 1994). Koefisien selektivitasnya dapat dihitung dengan Persamaan 2.12.

$$K_{A^-,B^-}^{pot} = 10^{\left(\frac{E_B - E_A}{slope}\right)} \quad (2.12)$$

Proses selektivitas ion yang terjadi pada membran dan larutan dapat dijelaskan sebagai berikut : saat ESI formiat dicelupkan ke dalam larutan sampel, maka akan terjadi difusi ion-ion dalam lapisan rangkap listrik yang disebut sebagai potensial Donnan pada antarmuka membran – larutan. Gugus aktif pada membran ESI formiat (garam $(RR_3^+N^-)$ formiat) mula-mula terdisosiasi menjadi kation $RR_3^+N^+$ dan anion formiat dalam antarmuka membran – larutan sampel sehingga muatan membran ditentukan oleh kation $RR_3^+N^+$ yang berkedudukan tetap dalam membran serta bersifat sebagai penukar anion. Pada keseimbangan Donnan, jumlah anion dan kation yang berdifusi ke dalam membran dan larutan sama. Selama penukar ion tetap berada pada permukaan membran adalah anion bermuatan positif, maka kation lain yang berada bersama-sama dalam larutan sampel tidak ikut berperan dalam menimbulkan potensial Donnan karena ditolak keluar membran. Anion hidrofobik dan berjari-jari paling besar akan lebih lambat mencapai antarmuka membran – larutan dan melewati lapis rangkap listrik sehingga akan mengontrol potensial Donnan.

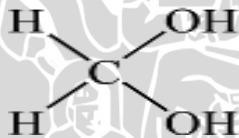
2.4 Asam Formiat

Asam formiat mempunyai rumus molekul $HCOOH$. Senyawa ini larut dalam air, alkohol, dan eter. Mempunyai densitas 1,22 g/mL (20 °C), titik didih 100,8 °C, dan merupakan senyawa pereduksi yang sangat kuat. Senyawa ini banyak digunakan dalam proses *dyeing* dan *finishing* tekstil, pabrik fumigan dan insektisida, pelarut parfum,

antiseptik, dan penggumpal karet alam (Sax dan Lewis, 1987; Parker, 1989; Hampel dan Hawley, 1982). Asam formiat memiliki harga pKa 3,77 dan diikuti asam asetat dengan pKa 4,76 (Smith dan March, 2007).

2.5 Formalin

Formalin merupakan campuran 37% formaldehid dan 10-15 % metil alkohol. Digunakan dalam industri fungisida, germisida, dan desinfektan, serta sebagai pengawet mayat dan alat-alat kedokteran. Jika terkonsumsi dalam jangka panjang formaldehid dapat merusak hati, ginjal, limpa, pankreas, otak dan menimbulkan kanker, terutama kanker hidung dan tenggorokan. Keracunan akut formalin dapat menimbulkan vertigo dan perasaan mual dan muntah. Keracunan akut metil alkohol dalam makanan dapat menyebabkan kebutaan, kerusakan hati dan saraf dan menimbulkan kanker pada keturunan selanjutnya. Jadi kombinasi antara formaldehid dan metil alkohol dalam formalin sebenarnya mempunyai efek karsinogenik atau menimbulkan kanker secara ganda (Maulany, 2006). Adapun struktur formaldehid terhidrat ditunjukkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Struktur Formaldehid terhidrat

Kandungan Formalin pada Makanan di Jakarta (Badan POM,2006)

Tabel 2.1 Kandungan Formalin pada makanan di Jakarta

Jenis Makanan	Kadar Formalin
Ikan asin	5,86-40,18 ppm
Tahu	3,12-107,36 ppm
Mi basah	168,37-413,84 ppm
Mi keriting	50,36 ppm
Mi ayam super	4,06-10 ppm
Kwe tiaw	3,1 ppm

2.6 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini adalah:

1. Perubahan temperatur akan menyebabkan perubahan aktifitas ion pada antar muka membran larutan sehingga akan berpengaruh terhadap harga faktor Nernst.
2. pH basa dapat mempengaruhi kinerja dari ESI.
3. Ion asetat dan klorida akan berkompetisi dengan ion formiat

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya Malang yang dilaksanakan pada bulan Februari hingga Mei 2009.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ESI formiat tipe tabung yang telah dikembangkan oleh Sutrisno (2009), elektrode Ag/AgCl, plastik polietilen, potensiometer Fisher Accument model 955, statif, pengaduk magnet ikamag, oven, neraca analitik Ohaus model Adventurer AR 2130, *stopwatch*, pipet mikro Eppendorf, peralatan gelas seperti labu ukur 25 mL dan 100 mL, gelas piala, pipet ukur, gelas pengaduk, botol semprot, corong pisah 100 mL gelas arloji, dan pipet tetes.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah Aliquat 336-klorida (metiltrioktilamoniumklorida) (Aldrich) sebagai bahan aktif membran, dioktilftalat (DOP) (Sigma), polivinilklorida (PVC) dengan BM tinggi 160.000 (Sigma), pelarut tetrahidrofur (THF) (E-Merck), kawat platina (sebanyak 3 @ 3 cm; diameter 0,6 mm), plastik polietilen (PE) (teknis), kabel koaksial RG-58, NaCl (Merck), CH₃COOH (Merck), NaOH (Merck), HCl (Merck), asam formiat (Merck), formaldehid 37% (Merck), KCl (Merck) dan akuades.

3.3. Metode Penelitian

Metode penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan:

1. Preparasi larutan
 - a. Pembuatan larutan induk HCOONa 1 M
 - b. Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M
2. Pembuatan larutan CH_3COONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M
 - a. Pembuatan larutan induk NaCl 1 M
 - b. Pembuatan larutan NaCl 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M
 - c. Pembuatan larutan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12
 - d. Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12
3. Pengukuran potensial ESI formiat dari larutan HCOONa 10^{-4} - 10^{-1} M pada temperatur 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, dan 50 °C
4. Pengukuran potensial ESI formiat dari larutan HCOONa 10^{-4} - 10^{-1} M pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12
5. Pengukuran potensial ESI formiat dari larutan HCOONa 10^{-4} - 10^{-1} M tanpa ion asing dan dengan adanya ion asing menggunakan metode larutan terpisah.

3.4 Preparasi larutan

3.4.1 Pembuatan larutan HCOONa 1 M

Larutan induk HCOONa 1 M dibuat dengan mereaksikan antara larutan NaOH 2 M dengan larutan HCOOH 2 M. Larutan NaOH 2M dibuat dengan menimbang padatan NaOH (BM= 40) sebanyak 8 g, kemudian dilarutkan dengan akuades secara kuantitatif hingga volume 100 mL. Larutan HCOOH dibuat dengan mengencerkan 7,7 mL HCOOH 98 % (densitas 1,22 g/mL), secara kuantitatif hingga volume 100 mL. Larutan NaOH 2 M dan larutan HCOOH 2 M kemudian direaksikan.

3.4.2 Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M

Larutan HCOONa 10^{-1} M dibuat dari larutan induk HCOONa 1 M dengan cara memipet 2,5 mL larutan induk 1 M menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL lalu

diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan $\text{HCOONa } 10^{-2} \text{ M}$ dibuat dari larutan $\text{HCOONa } 10^{-1} \text{ M}$ dengan cara yang sama, demikian juga larutan $\text{HCOONa } 10^{-3} \text{ M}$ dan 10^{-4} M .

3.4.3 Preparasi larutan NaCl 1 M

Larutan $\text{NaCl } 1 \text{ M}$ sebanyak 100 mL dibuat dengan menimbang padatan NaCl sebanyak 5,850 g kemudian dilarutkan dengan akuades hingga volume akhir 100 mL.

3.4.4 Pembuatan larutan $\text{NaCl } 10^{-4}$, 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M

Larutan $\text{NaCl } 10^{-1} \text{ M}$ dibuat dari larutan induk $\text{NaCl } 1 \text{ M}$ dengan cara memipet 2,5 mL larutan induk $\text{NaCl } 1 \text{ M}$ menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan diencerkan menggunakan akuades hingga tanda batas. Larutan $\text{NaCl } 10^{-2} \text{ M}$ dibuat dari larutan $\text{NaCl } 10^{-1} \text{ M}$ dengan cara yang sama, demikian juga larutan $\text{NaCl } 10^{-3} \text{ M}$ dan 10^{-4} M .

3.4.5 Pembuatan larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-4}$, 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M

Larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-1} \text{ M}$ dibuat dari larutan induk $\text{CH}_3\text{COONa } 1 \text{ M}$ dengan cara memipet 2,5 mL larutan induk $\text{CH}_3\text{COONa } 1 \text{ M}$ kemudian dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-2} \text{ M}$ dibuat dari larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-1} \text{ M}$ dengan cara yang sama, demikian juga larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-3} \text{ M}$ dan 10^{-4} M .

3.4.6 Pembuatan larutan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12

Larutan pH 3 dibuat dengan mengukur terlebih dahulu pH akuades pada gelas piala menggunakan pH meter. Kemudian ditambahkan beberapa tetes HCl konsentrasi 10^{-2} M atau 10^{-5} M kedalam larutan tersebut hingga pH 3. Dengan cara yang sama untuk pembuatan larutan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12. Untuk pembuatan larutan pH > 7 menggunakan larutan NaOH konsentrasi 10^{-2} M atau 10^{-5} M .

3.4.7 Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12

Larutan HCOONa 10^{-1} M pH 3 sebanyak 25 mL dibuat dengan cara memipet 2,5 mL larutan HCOONa 1 M menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala 25 mL, diencerkan sedikit dengan akuades dan diukur pH larutan menggunakan pH meter. Kemudian ditambahkan beberapa tetes HCl 10^{-2} M atau 10^{-5} M kedalam larutan tersebut hingga pH 3. Kemudian larutan tersebut dipindahkan kedalam labu takar secara kuantitatif dan diencerkan hingga tanda batas menggunakan larutan pH 3. Larutan HCOONa 10^{-2} M pH 3 sebanyak 25 mL dibuat dari larutan HCOONa 1 M dengan cara yang sama seperti pada pembuatan larutan HCOONa 10^{-1} M. Demikian juga untuk pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} M dan 10^{-3} M pH 3 serta untuk pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pH 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12. Pembuatan larutan pH > 7 menggunakan larutan NaOH konsentrasi 10^{-2} M atau 10^{-5} M.

3.8 Analisis Data

3.8.1 Pengaruh Temperatur

Potensial rata-rata ion utama digunakan untuk mencari harga faktor Nernst tiap temperatur. Harga faktor Nernst yang dihasilkan dari tiap temperatur hampir mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 59,2 mV/dekade. Kemudian dibuat kurva hubungan antara harga faktor Nernst dengan temperatur. Pengukuran dilakukan masing-masing tiga pengulangan untuk tiap konsentrasi tiap temperatur, dimana konsentrasi larutan yang akan diukur 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada kisaran temperatur 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C dan 50 °C. Dari kurva yang dihasilkan maka dapat diketahui pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI.

3.8.2 Pengaruh pH

Potensial rata-rata ion utama digunakan untuk mencari harga faktor Nernst tiap pH. Harga faktor Nernst yang dihasilkan dari tiap temperatur hampir mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 59,2

mV/dekade. Kemudian dibuat kurva hubungan antara harga faktor Nernst dengan pH. Pengukuran dilakukan masing-masing tiga pengulangan untuk tiap konsentrasi tiap pH, dimana konsentrasi larutan yang akan diukur 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada kisaran pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 dan 12. Dari kurva yang dihasilkan maka dapat diketahui pengaruh pH terhadap kinerja ESI.

3.8.3 Pengaruh Ion Asing

Potensial rata-rata ion formiat (E_1 rata-rata) digunakan untuk mencari harga faktor Nernst. Koefisien selektivitas ($K_{A,B}^{pot}$) masing-masing ion dihitung dengan menggunakan persamaan $\log K_{A,B}^{pot} = \frac{E_2 - E_1}{E_{Nernst}}$ dengan E_2 rata-rata potensial ion asing dan E_1 rata-rata potensial ion formiat. Kemudian dibuat kurva hubungan $-\log [HCOO^-]$ dan $K_{A,B}^{pot}$. Pengukuran dilakukan masing-masing tiga pengulangan untuk tiap konsentrasi. Ion asing yang digunakan adalah asam asetat dan Cl^- . Ion asing dan ion utama masing-masing diukur potensial selnya pada konsentrasi 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M. Metode yang digunakan adalah metode larutan terpisah. Ion asing yang mengganggu kinerja ESI formiat berdasarkan harga koefisien selektivitasnya, yaitu tidak mengganggu apabila < 1 , dan mengganggu jika > 1 (Wroblewsky, 2005).

3.8.4 Penentuan rata-rata hasil dan standar deviasi

Perhitungan rata-rata hasil pengukuran adalah sebagai berikut :

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.1)$$

Keterangan :

- \bar{x} = rata-rata
- i = pengulangan ke i
- x_i = sampel ke i
- n = jumlah pengulangan
- Σ = jumlah sampel

Standar deviasi dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (3.2)$$

Keterangan :

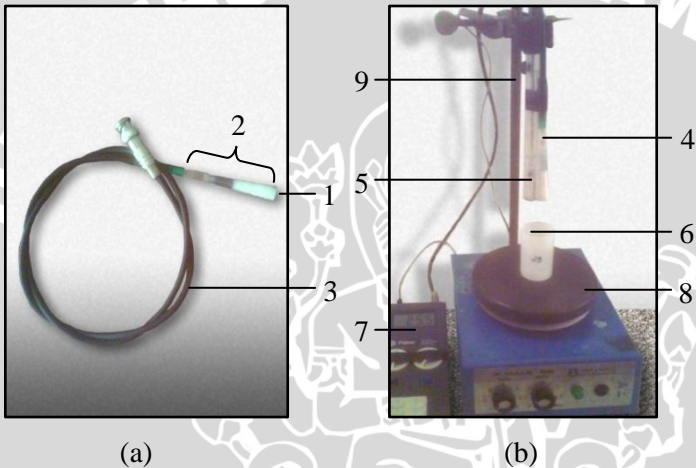
- SD = Standar deviasi
- x = sampel
- \bar{x} = rata-rata
- n = jumlah pengulangan
- Σ = jumlah sampel



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Elektroda

ESI formiat tipe tabung dibuat sesuai skema pada Gambar 2.3 dan hasilnya ditunjukkan pada Gambar 4.1.a. Rangkaian alat untuk penentuan kadar formalin menggunakan ESI formiat tipe tabung ditunjukkan pada Gambar 4.1.b (Sutrisno,2009).

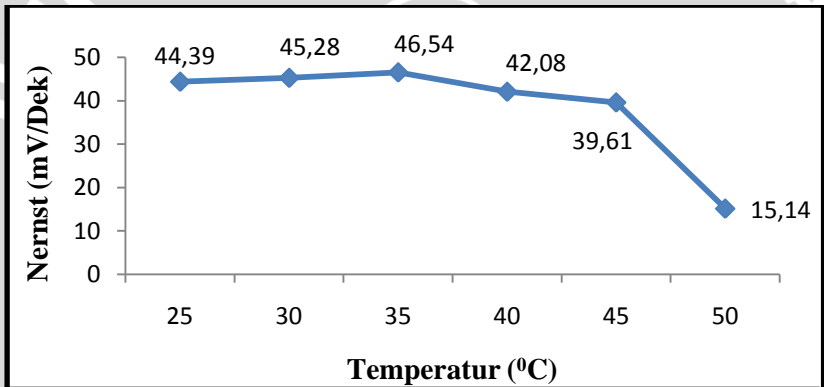


- Keterangan:
- | | |
|-------------------|---------------------|
| 1 Membran | 6 Larutan sampel |
| 2 Badan elektroda | 7 Potensiometer |
| 3 Kabel RG-58 | 8 Pengaduk magnetik |
| 4 ESI formiat | 9 Statif |
| 5 EKJ | |

Gambar 4.1 Hasil pembuatan ESI formiat tipe tabung (a), rangkaian alat untuk pengukuran menggunakan ESI formiat tipe tabung (b)

4.2 Pengaruh Temperatur terhadap Kinerja ESI Formiat Tipe Tabung

Hasil pengukuran pengaruh temperatur larutan terhadap kinerja ESI formiat tipe tabung ditentukan dengan mengukur potensial larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada temperatur 25°C , 30°C , 35°C , 40°C , 45°C , dan 50°C . Potensial rata-rata ion utama digunakan untuk mencari harga faktor Nernst tiap temperatur yang kemudian diplot dalam kurva hubungan $-\log [\text{HCOO}^-]$ dengan potensial (mV). Setelah itu dibuat kurva hubungan antara harga faktor Nernst dengan temperatur (data selengkapnya pada lampiran L.3.1).



Gambar 4.2 Pengaruh temperatur terhadap harga faktor Nernst ESI formiat untuk konsentrasi formiat 10^{-4} M hingga 10^{-1} M

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa tidak adanya perubahan signifikan harga faktor Nernst pada kisaran temperatur 25°C , 30°C , 35°C , 40°C yang berarti pada temperatur tersebut tidak mengganggu kinerja dari ESI formiat tipe tabung, karena hasilnya masih termasuk dalam rentang *Nernst* yang diperbolehkan. Namun pada temperatur 45°C dan 50°C dapat dilihat adanya perubahan yang signifikan dari harga faktor Nernst yang mengalami penurunan secara drastis.

Penurunan harga faktor Nernst ini disebabkan karena temperatur di pengaruhi oleh mobilitas ion dan fleksibilitas membran. Dalam hal ini mobilitas ion yang dimaksudkan adalah mobilitas ion pada proses pertukaran ion untuk menghasilkan potensial. Mobilitas ion

berbanding lurus dengan temperatur. Apabila temperatur tinggi maka mobilitas ion akan meningkat. Hal ini dikarenakan temperatur tinggi akan memberikan energi berlebih sehingga gerakan ion sangat cepat yang membuat proses pertukaran ion menjadi kurang sempurna. Faktor lain yang mempengaruhi penurunan harga faktor Nernst adalah fleksibilitas membran. Dalam penelitian ini bahan membran yang digunakan adalah polimer (PVC) serta *plasticizer*. *Plasticizer* yang sesuai untuk suatu polimer tertentu adalah yang memiliki kepolaran yang hampir sama dengan polimer tersebut. Untuk PVC, *plasticizer* yang dapat digunakan antara lain suatu diester aromatik. Dalam penelitian ini DOP mewakili diester aromatik.

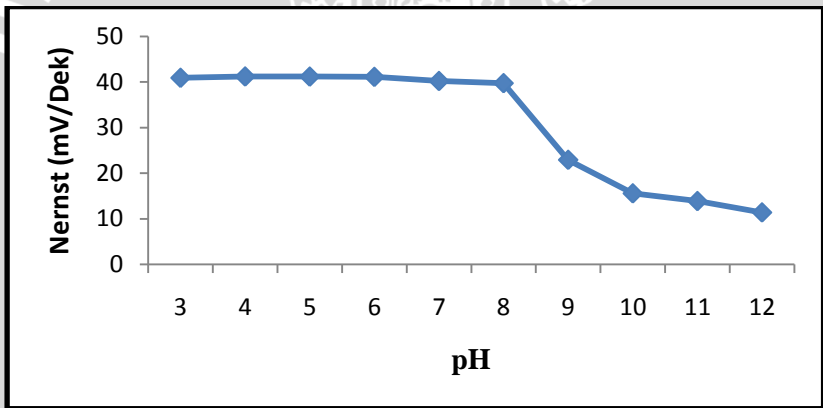
Penambahan *plasticizer* terhadap polimer akan menurunkan temperatur transisi gelas, sehingga polimer menjadi lebih lentur. Sifat lentur ini diperlukan oleh membran ESI agar ion-ion dari gugus aktif membran dapat bergerak untuk mengalami pertukaran ion dengan ion dari larutan analit. Molekul-molekul *plasticizer* akan berada diantara rantai-rantai polimer yang menyebabkan ruang atau jarak antar rantai polimer menjadi lebih besar, sehingga rantai polimer dapat bergerak lebih leluasa yang membuat membran menjadi lebih lentur.

Sifat lentur (fleksibilitas) dari membran membuat ion-ion dapat bergerak bebas. Akan tetapi distribusi senyawa aktif dalam membran secara keseluruhan harus dipertahankan. Oleh karena itu, diperlukan *plasticizer* yang dapat membuat membran menjadi lentur, tetapi juga mampu mempertahankan distribusi bahan aktif membran. Interaksi yang terjadi antara *plasticizer* DOP dengan PVC tidak hanya terbentuk melalui interaksi secara fisika, tetapi juga terjadi interaksi secara kimia melalui ikatan hidrogen antara gugus C=O pada DOP dengan gugus CHCl pada PVC. DBP dan DOS merupakan *plasticizer* yang mirip dengan DOP, yaitu merupakan diester, sehingga DBP dan DOS juga memiliki kemungkinan untuk membentuk ikatan hidrogen dengan PVC (Garnaik dan Sivaram,1996). Apabila temperatur dinaikkan maka akan terjadi perubahan dimana membran polimer menjadi kurang lentur. Akibatnya respon potensial ESI formiat yang terukur kurang maksimal. Hal inilah yang menyebabkan harga faktor Nernst menurun.

Kesalahan pengukuran yang signifikan dapat disebabkan oleh adanya perubahan temperatur dalam pengukuran tersebut. Dengan adanya perubahan 10°C pada temperatur suatu sampel maka dapat mengubah harga faktor Nernst sebesar 1 mV/dekade (Lynde, 2007).

4.3 Pengaruh pH terhadap Kinerja ESI formiat Tipe Tabung

Pengaruh pH terhadap kinerja ESI formiat dilakukan dengan pengukuran potensial larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M pada pH antara 3 sampai 12. Potensial rata-rata ion utama digunakan untuk mencari harga faktor Nernst tiap pH yang kemudian diplot dalam kurva hubungan $-\log [\text{HCOO}^-]$ dengan potensial (mV). Setelah itu dibuat kurva hubungan antara harga faktor Nernst dengan pH (data selengkapnya pada lampiran L.3.2).



Gambar 4.3 Pengaruh pH terhadap harga faktor Nernst ESI formiat untuk konsentrasi formiat 10^{-4} M hingga 10^{-1} M pada temperatur kamar.

Dari Gambar 4.3 dapat diketahui bahwa pada pH 3-8 ESI formiat masih memiliki harga *Nernst* dalam rentang yang diperbolehkan sedangkan pada $\text{pH} > 8$ ESI sudah memberikan penyimpangan dari faktor *Nernst* yang di bolehkan yaitu $59,2 \pm 5\text{ mV/dekade}$. Hal ini berarti pada pH yang sedikit basa, yaitu pH 8, ESI ini masih menunjukkan harga *Nernst* yang cukup baik, sedangkan pada $\text{pH} > 8$ mulai mengalami penyimpangan harga *Nernst* yaitu harga faktor

Nernst mengalami penurunan. Penurunan harga Nernst disebabkan karena ion OH merupakan ion yang mempunyai muatan sama dengan ion formiat yaitu -1 sehingga ion OH dapat berkompetisi dengan ion formiat dalam proses pertukaran ion. Dari persamaan ini

$$E = E^0 - \frac{2,303 RT}{nF} \log \frac{a_{x-air}}{a_{x-membran}}$$

apabila terjadi kompetisi antara ion formiat dengan OH akan menyebabkan aktivitas ion formiat dalam membran berkurang akibatnya potensial sel akan menurun. Apabila potensial sel menurun maka harga faktor Nernst juga menurun (Watoni dkk., 2007).

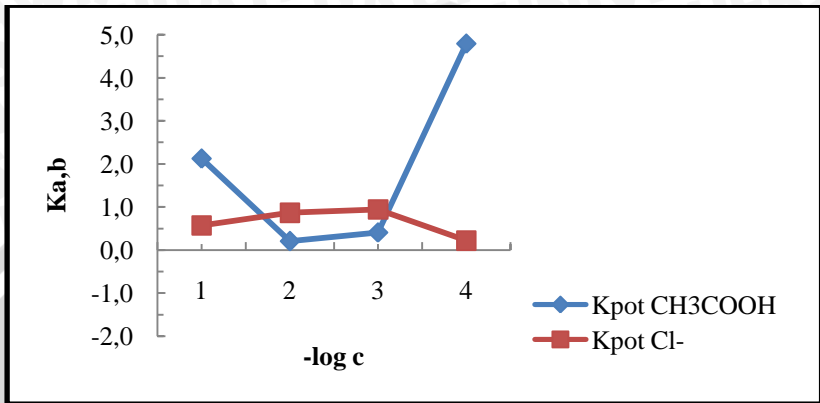
4.4 Pengaruh Ion Asing terhadap Kinerja ESI Formiat Tipe Tabung.

Pengaruh ion asing melalui penentuan harga koefisien selektifitas dilakukan dengan menggunakan metode larutan terpisah. Dalam metode ini pengukuran dilakukan pada larutan ion utama. Dimana ion formiat dan ion asing sama yaitu 10^{-4} M, 10^{-3} M, 10^{-2} M, 10^{-1} M. Masing-masing larutan diukur potensialnya kemudian dihitung harga $K_{A,B}^{pot}$ untuk ion asetat dan Cl⁻. Data harga $K_{A,B}^{pot}$ ion asing dan ion utama diplot dalam kurva hubungan antara $K_{a,b}$ dengan $-\log c$ (data selengkapnya pada Lampiran L.3.3).

Tabel 4.1 Harga koefisien selektifitas ESI formiat untuk konsentrasi formiat dan ion asing sama yaitu 10^{-4} M sampai 10^{-1} M

$-\log [HCOO^-]$	K_{HCOO^-,Cl^-}^{pot}	$K_{HCOO^-,CH_3COO^-}^{pot}$
1	0.568	2.123
2	0.863	0.200
3	0.939	0.405
4	0.217	4.792
Rata-rata	0.646	1.880

Ion asing dinyatakan sebagai pengganggu jika harga koefisien selektifitas yang dihasilkan ($K_{A,B}^{pot}$) > 1 dan tidak mengganggu jika $K_{A,B}^{pot}$ < 1 (Wroblewsky, 2005). Dari harga koefisien selektifitas ESI formiat di atas jion asing yang mengganggu yaitu ion asetat.



Gambar 4.4 Harga koefisien selektifitas ESI formiat untuk konsentrasi formiat dan ion asing sama yaitu 10^{-4} M hingga 10^{-1} M pada temperatur kamar.

Berdasarkan pada Gambar 4.4 juga dapat di lihat bahwa ion asetat lebih mengganggu dibanding Cl^- karena ion asetat memiliki jari-jari lebih besar dari pada ion formiat dan klorida. Apabila jari-jari lebih besar maka ekstraksi larutan-membran menjadi lebih besar sehingga ion asetat lebih mudah melakukan pertukaran antamuka membran-larutan.

Dilihat dari kepolaranya, ion asetat lebih nonpolar dibandingkan dengan ion formiat yang menyebabkan ion asetat (hidrofobik) lebih condong pada membran yang hidrofobik. Hal ini menyebabkan terjadinya kompetisi yang sangat kuat dengan ion formiat.

Dilihat dari afinitas ion terhadap bahan aktif membran yang bermuatan positif, afinitas ion asetat lebih tinggi dibandingkan ion formiat. Hal ini dikarenakan ion asetat memiliki gugus metil sebagai gugus pendorong elektron sehingga muatan negatif akan terpusat pada gugus $-\text{COO}^-$ (Smith dan March, 2007). Pemusatan elektron ini menyebabkan muatan negatif pada gugus $-\text{COO}^-$ ion asetat lebih kuat dari pada muatan negatif pada gugus $-\text{COO}^-$ ion formiat. Hal ini menyebabkan ion asetat lebih mampu berinteraksi dengan bahan aktif membran pada proses pertukaran ion yang menyebabkan selektifitas membran menjadi berkurang.

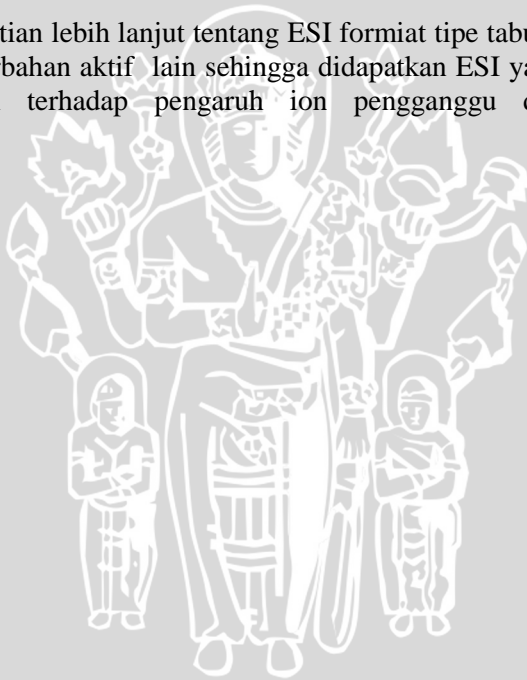
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dapat disimpulkan bahwa kinerja ESI formiat tipe tabung (faktor Nernst) tidak dipengaruhi oleh temperatur pada rentang 25 °C sampai 40 °C, pH 3 sampai 8, serta kinerja ESI formiat tipe tabung tidak terganggu oleh adanya ion klorida dalam larutan, namun terganggu oleh adanya ion asetat dalam larutan.

5.2 Saran

Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang ESI formiat tipe tabung dengan membran berbahan aktif lain sehingga didapatkan ESI yang memiliki ketahanan terhadap pengaruh ion pengganggu dan temperatur.



DAFTAR PUSTAKA

- Anonim¹, 2006. Hindarkan Pemakaian Ilegal Formalin Untuk Pangan, http://www.republika.co.id/koran.asp?kat_id=318. Tanggal akses : 21 Agustus 2007
- Atikah, 1994. Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Nitrat Tipe Kawat Terlapis. Thesis Program Pascasarjana. Institut Teknologi Bandung. Bandung
- Atikah, 2005. Fenomena Transport Ion Formiat pada Elektroda Selektif Formiat Tipe Kawat Terlapis Membran dengan Aliquat 336-formiat. Disertasi Doktor. ITB. Bandung
- Bailey, P.L. 1976. Analysis with Ion Selective Electrode. Heyden & Sons Ltd. London. hal 20-24
- Buck, R. P. and E. Lindner. 1994. Recommendations for Nomenclature of Ion-Selective Electrodes. Pure & Appl. Chem. (66). No. 12. pp.2527-2536
- Camman, K. 1979. Working With Ion Selective Electrodes. Spring Verlag Berlin Herdelberg. New York
- Cohen, P. 1988. The ASME Handbook on Water Technology for Thermal Systems. American Society of Mechanical Engineers. p. 567
- Faridbod, F. Ganjali, M. R. Dinarvand, R. and Narouzi, P. 2008. Developments in the Field of Conducting and Non-conducting Polymer Based Potentiometric Membrane Sensors for Ions Over the Past Decade. Sensors 8, 2331-2412
- Goswami, C. and Kaylan, K.B. 1971. Mechanism of Chromic Acid Oxidation of Aldehydes. Bulletin of The Chemical Society of Japan. Vol. 45. 2925-2926

Hampel, C.A. and G.G. Hawley. 1982. Chemical Terms. Van Nostrand Reinhold. New York. 120

Laksminarayanaiah, N. 1976. Membranes electrodes. Academic Press. London

Lynde, S. A. 2007. Environmental Sampling and Monitoring. <http://cwr.cee.vt.edu/environmental/teach/smprimer/ise/ise.html>. Tanggal akses : 10 Juni 2009

Maulany, 2006. Bahaya Formalin Dalam Makanan. http://www.ranesi.nl/tema/kesehatan050926/bahaya_formalin_makanan060105 Tanggal akses : 15 september 2008

Mulder, M., 1996. Basic principles of membrane technology. Klnwer Academic Publisher. Dordrecht.

Mutakin, A. 2009. Pengaruh Temperatur, pH, dan Ion asing Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis. Skripsi. Universitas Brawijaya. Malang

Nuryasin, Achmad. 2006. Bahaya Formalin. http://Ikaptdk.com/arpan/indexs2.php=content_pdf=1&id=1T tanggal akses: 5 November 2008

Ortuno, J. A. Rodenas, V. Garcia, M. S. Albero, M. and Pedreno, C. S. 2007. A New Thiapride Selective Electrode and Its Clinical Application. Sensors, 7, 400-409

Parker, S.P. 1989. Dictionary of Chemistry. McGraw-Hill Book Co. US. 257

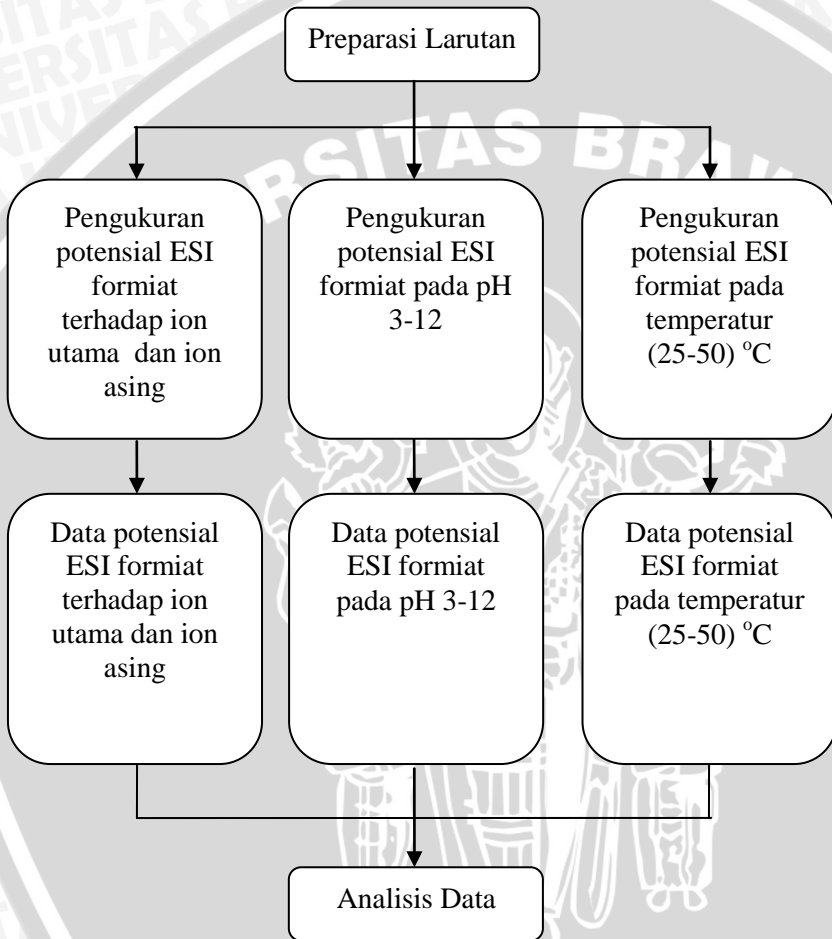
Pranitis, D. M.. 1992. Potentiometric Ion Gas And Bio Selective Membrane Electrodes, Crit. Rev. In Anal.

Rundle, C.C. 2003. Glossary of Term Used in Ion Selective Electrode Measurements (with Mahemathical Formula). Nico 2000 Ltd. London

- Sax, N.I. and R.J. Lewis. 1987. Hawley's Condensed Chemical Dictionary. Van Nostrand Reinhold Co. New York. 537
- Scoog, D.A., D.M. West, F.J. holler, and S.R. Crouch. 2004. Fundamental of Analytical Chemistry : Eighth Edition. Thomson Brooks. Canada
- Smith, M.B. and J. March. 2007. March' Advanced Organic Chemistry : Reactions, Mechanisms, and Structure. John Wiley & Sons.Inc. USA
- Sutrisno, D. 2009. Pembuatan Elektroda Selektif Formiat Tipe Tabung Berbasis Aliquat 336-formiat untuk Penentuan Kadar Formalin dalam Makanan. Universitas Brawijaya. Malang
- Tang, J. H. Wang, X. M. Sheng, G. Y. & Fu, J. M. 2005. The progress of the analysis of formaldehyde and other carbonyls in atmosphere. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 1(33). 134–140
- Umezawa, Y., P. Buhlmann, K. Umezawa, K. Tohda, and S. Amemiya. 2000. Potentiometric Selectivity Coefficients of Ion-Selective Electrodes Part 1 Inorganic Cations. *Pure Appl. Chem.* 72(10) : 1852–1854
- Watoni, A.H., S. Gandasmita, I. Noviadri, and Buchari. 2007. Electrochemical Synthesis and Characterization of Polypyrrole for Dodecylsulfate Sensor Membrane. *Indo.J.chem.* 7 (3) : 249-253
- Wroblewski, 2005. Ion Selective Electrodes. <http://www.csrg.ch.pw.edu.pl>. Tanggal akses : 23 Maret 2009.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian



Lampiran 2. Skema Kerja

L.2.1 Preparasi larutan

Pembuatan larutan induk HCOONa 1 M

8 g NaOH

- Dilarutkan dalam air pada gelas beker 50 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

7,7 mL HCOOH 98%

- Dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

- Diaduk hingga homogen
- Direaksikan pada gelas beker 200 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

Larutan induk

Pembuatan larutan induk CH₃COONa 1 M

4 g NaOH

- Dilarutkan dalam air pada gelas beker 25 mL
- Dipindahkan dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

5,72 mL CH₃COOH

- Dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

- Direaksikan pada gelas beker 200 mL dengan perbandingan volume 1 : 1

Larutan induk

Pembuatan larutan induk NaCl 1 M

5,85 g NaCl

- Dilarutkan dalam air pada gelas beker 50 mL
- Dipindahkan dalam labu ukur 100 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

Larutan induk

Pembuatan larutan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12

Akuades

- Diukur pH-nya
- Ditambahkan 10^{-2} M HCl atau 10^{-2} M NaOH atau 10^{-5} M HCl atau 10^{-5} M NaOH hingga pH yang diinginkan tercapai

Larutan pH

Pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} – 10^{-1} M

Contoh pembuatan larutan HCOONa 10^{-1} M

2,5 mL larutan HCOONa 1 M

- Dipindahkan dalam labu ukur 25 mL
- Diencerkan hingga tanda batas

larutan HCOONa 10^{-1} M

Pembuatan larutan formiat pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12

Contoh pembuatan larutan formiat 10^{-1} M pH 5

2,5 mL larutan formiat 1 M

- Dipindahkan dalam botol film 25 mL
- Diukur pHnya
- Ditambahkan larutan HCl 10^{-2} M beberapa tetes hingga pH 5
- Dipindahkan kedalam labu ukur 25 mL secara kuantitatif
- Diencerkan menggunakan akuades pH 5 hingga tanda batas

larutan formiat 10^{-1} M pH 5

L.2.2 Penentuan pengaruh temperatur

Larutan HCOONa 10^{-4} – 10^{-1} M

- Diukur potensial ESI formiat menggunakan potensiometer pada temperatur 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, 50 °C

Data

L.2.3 Penentuan pengaruh pH

Larutan HCOONa 10^{-4} – 10^{-1} M pH 3 -12

- Diukur potensial ESI formiat menggunakan potensiometer

Data

L.2.4 Penentuan pengaruh ion asing

Pengukuran potensial larutan $\text{HCOONa } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

Larutan $\text{HCOONa } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

- Diukur potensial ESI formiat menggunakan pH potensiometer

Data

Pengukuran potensial larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

Larutan $\text{CH}_3\text{COONa } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

- Diukur potensial ESI formiat menggunakan pH potensiometer

Data

Pengukuran potensial larutan $\text{NaCl } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

Larutan $\text{NaCl } 10^{-4} - 10^{-1} \text{ M}$

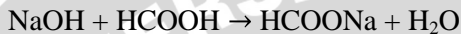
- Diukur potensial ESI formiat menggunakan pH potensiometer

Data

Lampiran 3. Contoh perhitungan Pembuatan Larutan L.3.1 Perhitungan pembuatan larutan HCOONa 1 M

Larutan HCOONa 1M sebanyak 200 mL dibuat dengan cara mereaksikan 50 mL larutan NaOH 2 M dengan 50 mL larutan HCOOH 2 M kemudian diaduk homogen lalu ditanda bataskan dengan akuades hingga volume total menjadi 200 mL.

Reaksi yang terjadi :



Pembuatan Larutan NaOH 2 M 100 mL

Massa NaOH yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned} W_{\text{NaOH}} &= [\text{NaOH}] \times M_{\text{NaOH}} \times \frac{100}{1000} \\ &= 2 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{100}{1000} \\ &= 8 \text{ g} \end{aligned}$$

Pembuatan Larutan HCOOH 2 M 100 mL

M HCOOH 98% :

$$\begin{aligned} M_{\text{HCOOH}} &= \frac{98}{100} \times 1,22 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times \frac{1 \text{ mol}}{64 \text{ g}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1} \\ &= 25,99 \text{ M} \end{aligned}$$

Volume HCOOH yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned} V_{\text{HCOOH}} &= \frac{2 \text{ M}}{25,99 \text{ M}} \times 100 \text{ mL} \\ &= 7,695 \text{ mL} \approx 7,7 \text{ mL} \end{aligned}$$

L.3.2 Contoh perhitungan pembuatan larutan HCOONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M dari HCOONa 1 M

Pembuatan 25 mL larutan HCOONa 10^{-1} M dari 1 M

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

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

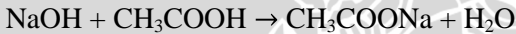
$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Jadi volume larutan HCOONa 1 M yang dibutuhkan untuk pembuatan 25 mL larutan HCOONa 10^{-1} M adalah sebanyak 2,5 mL.

L.3.3 Perhitungan Pembuatan Larutan CH₃COONa 1 M

Larutan CH₃COONa 1 M sebanyak 100 mL dibuat dengan cara mereaksikan 50 mL larutan NaOH 2 M dengan 50 mL larutan CH₃COOH 2 M.

Reaksi yang terjadi :



Pembuatan 50 mL Larutan CH₃COOH 2 M

Massa 50 mL CH₃COOH 2 M :

$$\begin{aligned} W_{\text{CH}_3\text{COOH}} &= [\text{CH}_3\text{COOH}] \times Mr_{\text{CH}_3\text{COOH}} \times \frac{50}{1000} \\ &= 2 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 60,05 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{50}{1000} \\ &= 6,005 \text{ g} \end{aligned}$$

Volume CH₃COOH yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned} V_{\text{CH}_3\text{COOH}} &= \frac{6,005 \text{ g}}{1,05 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} \\ &= 5,719 \text{ mL} \end{aligned}$$

L.3.4 Contoh perhitungan pembuatan larutan CH_3COONa 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M dari CH_3COONa 1 M

Pembuatan 25 mL larutan CH_3COONa 10^{-1} M dari 1 M

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

Jadi volume larutan CH_3COONa 1 M yang dibutuhkan untuk pembuatan 25 mL larutan CH_3COONa 10^{-1} M adalah sebanyak 2,5 mL.

L.3.5 Perhitungan pembuatan larutan NaCl 1 M

Larutan NaCl 1 M sebanyak 100 mL dibuat dengan cara melarutkan 5,85 g NaCl hingga volume 100 mL.

Massa NaCl yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned}W_{\text{NaCl}} &= [\text{NaCl}] \times M_{\text{NaCl}} \times \frac{100}{1000} \\&= 1 \text{ mol/L} \times 58,5 \text{ g/mol} \times \frac{100}{1000} \\&= 5,85 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.6 Contoh perhitungan pembuatan larutan NaCl 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} , dan 10^{-1} M dari NaCl 1 M

Pembuatan 25 mL larutan NaCl 10^{-1} M dari 1 M

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

Jadi volume larutan NaCl 1 M yang dibutuhkan untuk pembuatan 25 mL larutan NaCl 10^{-1} M adalah sebanyak 2,5 mL

Lampiran 4. Analisa Data

L.4.1 Pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI formiat tipe tabung

Tabel L.4.1 Data potensial ESI rata-rata untuk tiap temperatur

-log [HCOO ⁻]	Potensial (mV)					
	25°C	30°C	35°C	40°C	45 °C	50 °C
1	22,6±0,58	24,6±0,58	26,6±0,58	78,0±0,00	98,0±0,00	122,0±0,00
2	68,3±0,57	70,3±0,57	75,6±0,58	111,3±0,57	57,0±0,00	32,0±0,00
3	106,0±0,00	110,0±0,00	115,0±0,00	164,3±0,57	154,3±0,57	88,3±0,57
4	158,0±0,00	162,3±0,57	168,6±0,58	200,6±0,58	197,6±0,58	153,6±0,58
Nernst	44,39±0,28	45,28±0,43	46,54±0,43	42,08±0,43	39,61±0,28	15,14±0,28

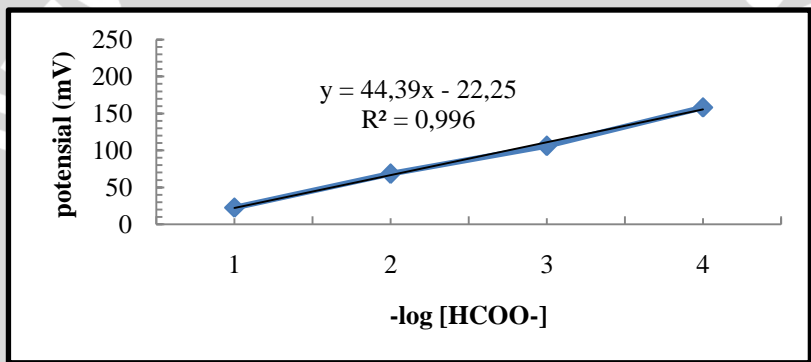
Perhitungan rata-rata potensial dan penentuan harga Nernst pada temperatur 25 °C, 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, 50 °C

Harga Nernst ditentukan dengan menggunakan kurva hubungan antara potensial (rata-rata) (mV) dengan $-\log [\text{HCOO}^-]$. Harga Nernst merupakan gradien dari persamaan garis $y=ax+b$, sehingga Nernst = a

a. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 25 °C

Tabel L.4.1a Data potensial pada temperatur 25 °C

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	23	23	22	22,6	0,58
2	68	68	69	68,3	0,57
3	106	106	106	106,0	0,00
4	158	158	158	158,0	0,00
SD rata-rata					0,28

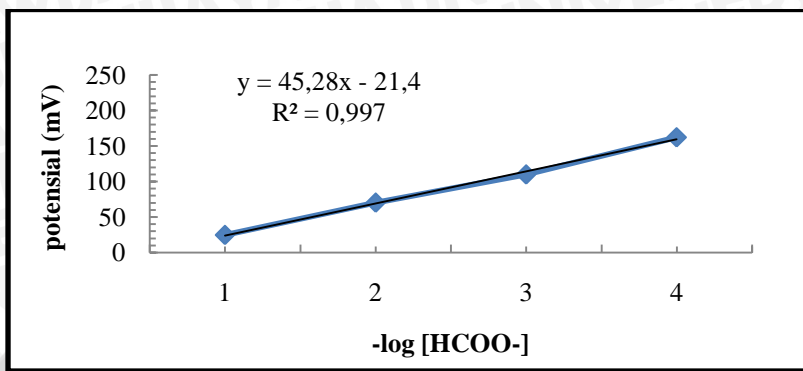


Gambar L.4.1a Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 25 °C

b. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 30 °C

Tabel L.4.1b Data potensial pada temperatur 30 °C

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	25	23	22	24,6	0,58
2	70	71	70	70,3	0,57
3	110	110	110	110,0	0,00
4	163	162	162	162,3	0,57
SD rata-rata					0,43

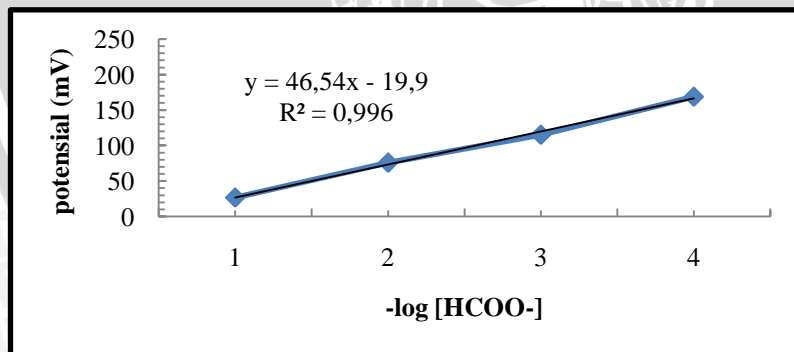


Gambar L.4.1b Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 30 °C

c. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 35 °C

Tabel L.4.1c Data potensial pada temperatur 35 °C

$-\log [\text{HCOO}^-]$	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	26	27	27	26,6	0,58
2	75	75	77	75,6	0,57
3	115	115	115	115,0	0,00
4	168	169	169	168,6	0,00
SD rata-rata					0,28

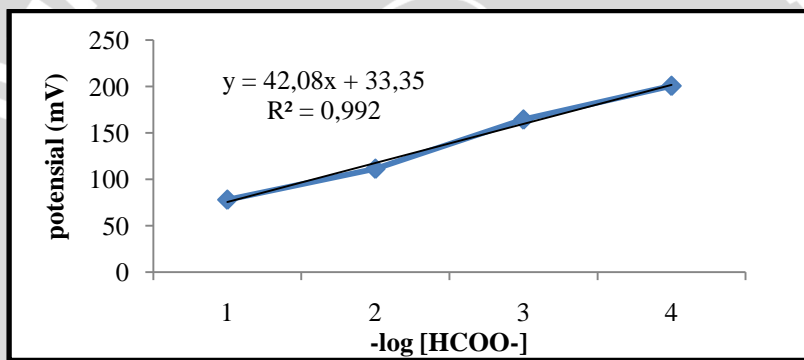


Gambar L.4.1c Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 35 °C

d. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 40 °C

Tabel L.4.1d Data potensial pada temperatur 40 °C

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	78	78	78	78,0	0,00
2	112	111	111	111,3	0,57
3	163	165	165	164,3	0,57
4	200	201	201	200,6	0,58
SD rata-rata					0,43

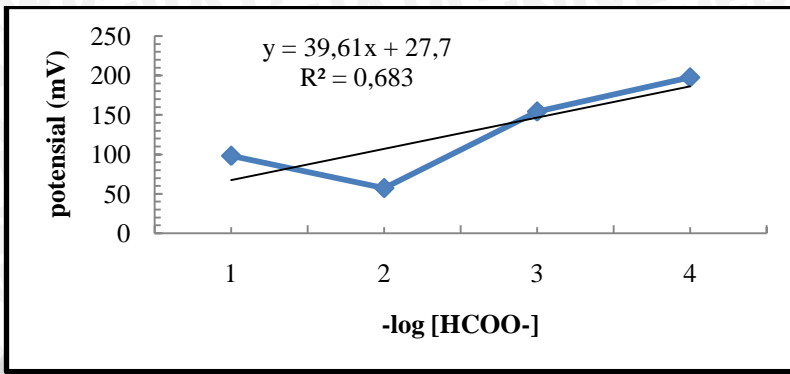


Gambar L.4.1d Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 40 °C

e. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 45 °C

Tabel L.4.1e Data potensial pada temperatur 45 °C

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	98	98	98	98,0	0,00
2	57	57	57	57,0	0,00
3	153	155	155	154,3	0,57
4	198	198	197	197,6	0,58
SD rata-rata					0,28

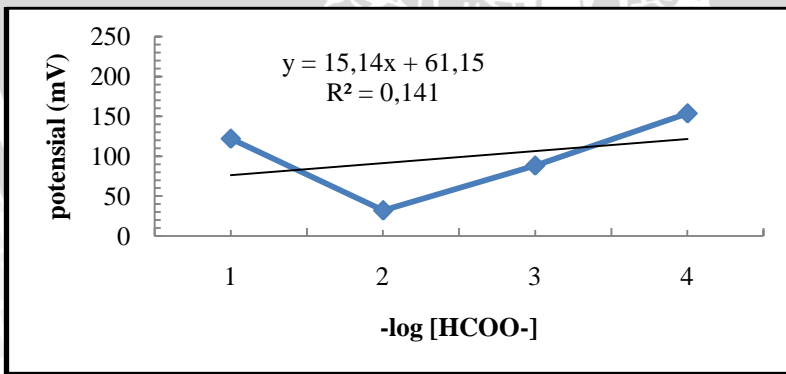


Gambar L.4.1e Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 45 °C

f. Penentuan harga Nernst untuk temperatur 50 °C

Tabel L.3.1f Data potensial pada temperatur 50 °C

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	122	122	122	122,0	0,00
2	32	32	32	32,0	0,00
3	89	88	88	88,3	0,57
4	153	154	154	153,6	0,58
SD rata-rata					0,28



Gambar L.4.1f Kurva penentuan harga Nernst untuk temperatur 50 °C

L.4.2 Pengaruh pH terhadap kinerja ESI formiat tipe tabung

Tabel L.4.2 Data potensial ESI rata-rata untuk tiap pH

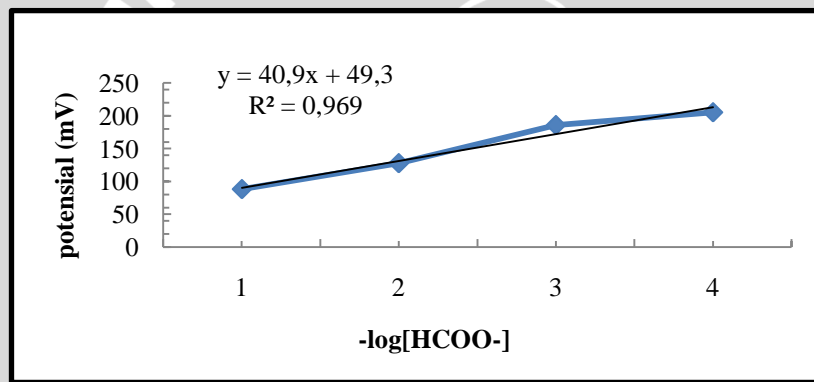
-log [HCOO ⁻]	Potensial (mV)									
	pH 3	pH 4	pH 5	pH 6	pH 7	pH 8	pH 9	pH 10	pH 11	pH 12
1	88,0±0,00	86,0±0,00	86,6±0,58	85,0±0,00	85,0±0,00	76,0±0,00	132,6±0,58	165,0±0,00	165,0±0,00	173,3±0,57
2	127,6±0,58	126,0±0,00	117,6±0,58	128,0±0,00	130,0±0,00	87,0±0,00	128,0±0,00	126,0±0,00	167,0±0,00	167,0±0,00
3	185,6±0,58	180,0±0,00	180,0±0,00	188,0±0,00	187,0±0,00	154,3±0,57	186,3±0,57	205,0±0,00	215,0±0,00	215,0±0,00
4	205,0±0,00	204,3±0,57	203,0±0,00	202,0±0,00	200,0±0,00	186,0±0,00	189,3±0,57	190,6±0,58	195,3±0,57	195,3±0,57
Nernst	40,9±0,29	41,19±0,14	41,16±0,29	41,1±0,00	40,2±0,00	39,73±0,14	22,93±0,43	15,58±0,14	13,89±0,14	11,4±0,28

Perhitungan rata-rata potensial dan penentuan harga faktor Nernst pada pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12

a. Penentuan harga Nernst untuk pH 3

Tabel L.4.2a Data potensial ESI pada pH 3

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	88	88	88	88,0	0,00
2	127	128	128	127,6	0,58
3	186	186	185	185,6	0,58
4	205	205	205	205,0	0,00
SD rata-rata					0,29

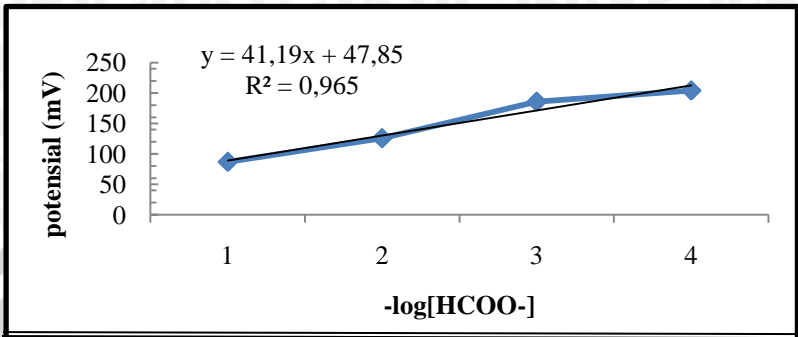


Gambar L.4.2a Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 3

b. Penentuan harga Nernst untuk pH 4

Tabel L.4.2b Data potensial ESI pada pH 4

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	87	87	87	87,0	0,00
2	126	126	126	126,0	0,00
3	186	186	186	186,0	0,00
4	204	204	205	204,3	0,57
SD rata-rata					0,14

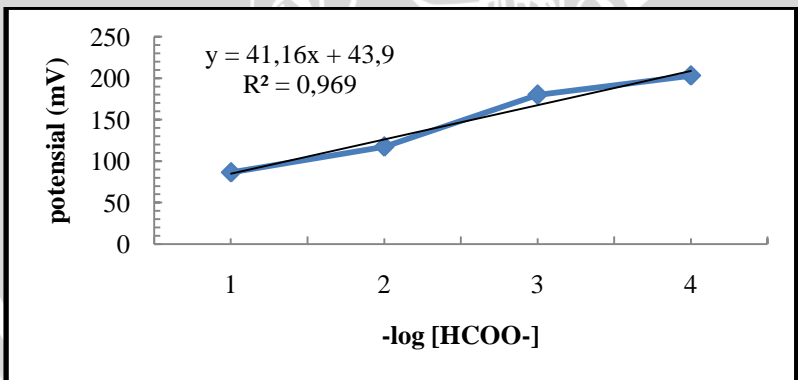


Gambar L.4.2b Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 4

c. Penentuan harga Nernst untuk pH 5

Tabel L.4.2c Data potensial ESI pada pH 5

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	87	87	87	86,6	0,58
2	118	118	117	117,6	0,58
3	180	180	180	180,0	0,00
4	203	203	203	203,0	0,00
SD rata-rata					0,29

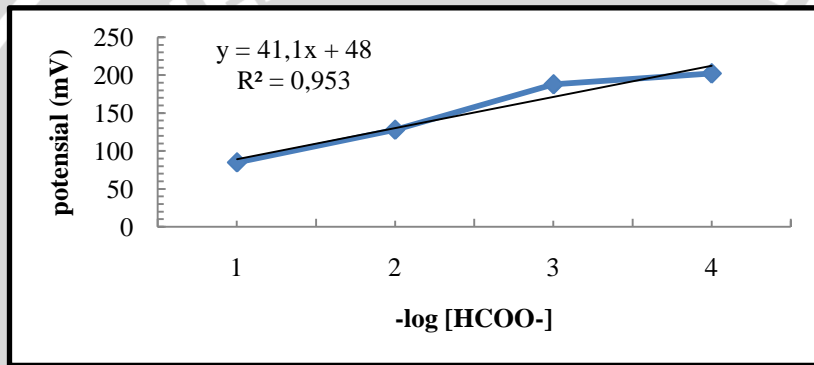


Gambar L.4.2c Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 5

d. Penentuan harga Nernst untuk pH 6

Tabel L.4.2d Data potensial ESI pada pH 6

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	85	85	85	85,0	0,00
2	128	128	128	128,0	0,00
3	188	188	188	188,0	0,00
4	202	202	202	202,0	0,00
SD rata-rata					0,00

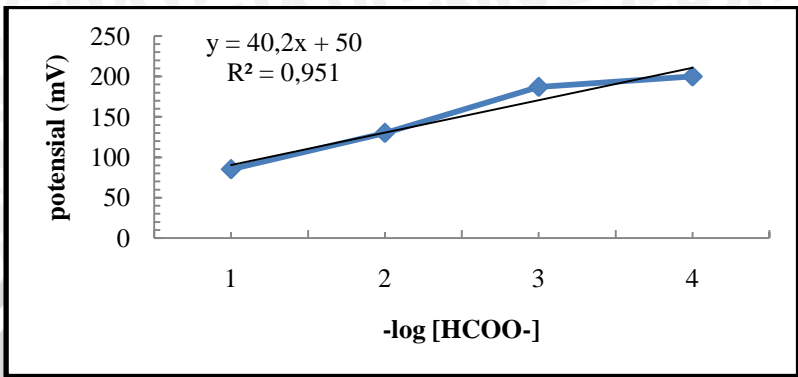


Gambar L.4.2d Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 6

e. Penentuan harga Nernst untuk pH 7

Tabel L.4.2e Data potensial ESI pada pH 7

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	85	85	85	85,0	0,00
2	130	130	130	130,0	0,00
3	187	187	187	187,0	0,00
4	200	200	200	200,0	0,00
SD rata-rata					0,00

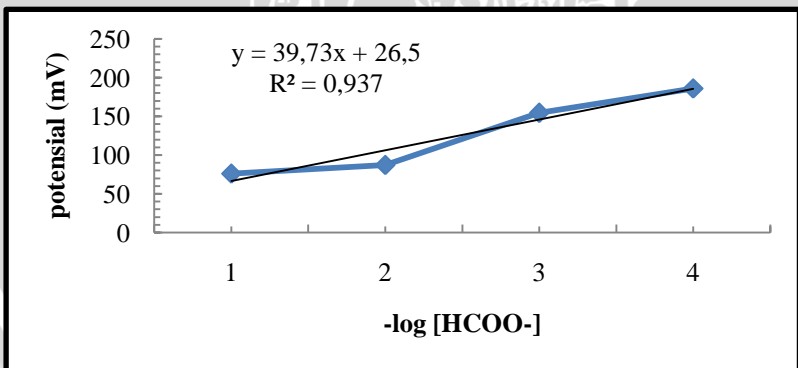


Gambar L.4.2e Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 7

f. Penentuan harga Nernst untuk pH 8

Tabel L.4.2f Data potensial ESI pada pH 8

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	76	76	76	76,0	0,00
2	87	87	87	87,0	0,00
3	155	154	154	154,3	0,57
4	186	186	186	186,0	0,00
SD rata-rata					0,14

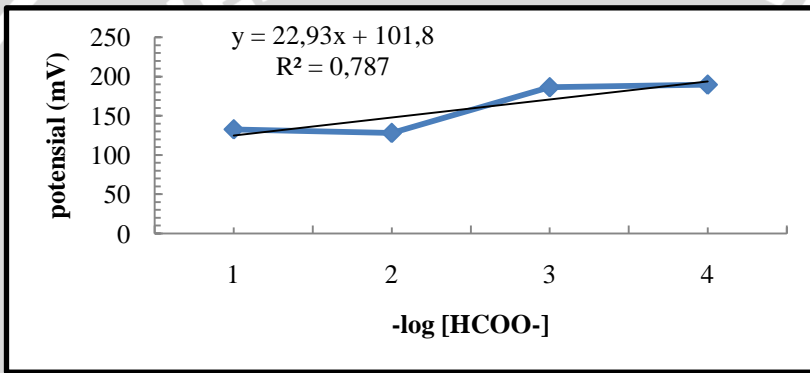


Gambar L.4.2f Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 8

g. Penentuan harga Nernst untuk pH 9

Tabel L.4.2g Data potensial ESI pada pH 9

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	132	133	133	132,6	0,58
2	128	128	128	128,0	0,00
3	187	186	186	186,3	0,57
4	190	189	190	189,3	0,57
SD rata-rata					0,43

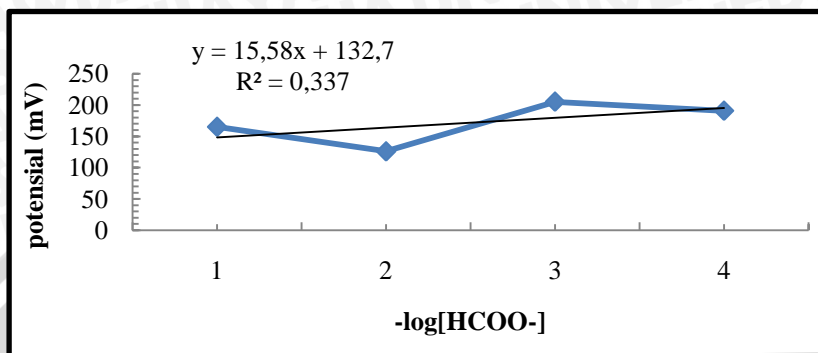


Gambar L.4.2g Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 9

h. Penentuan harga Nernst untuk pH 10

Tabel L.4.2h Data potensial ESI pada pH 10

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	165	165	165	165,0	0,00
2	126	126	126	126,0	0,00
3	205	205	205	205,0	0,00
4	190	191	191	191,6	0,58
SD rata-rata					0,14

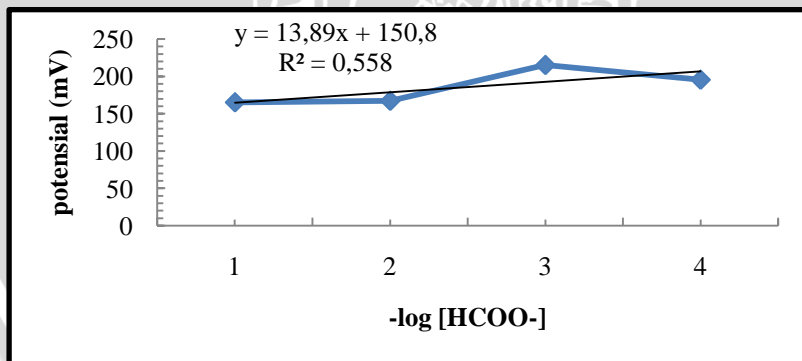


Gambar L.4.2h Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 10

i. Penentuan harga Nernst untuk pH 11

Tabel L.4.2i Data potensial ESI pada pH 11

$-\log$ [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	165	165	165	165,0	0,00
2	167	167	167	167,0	0,00
3	215	215	215	215,0	0,00
4	196	195	195	195,3	0,57
SD rata-rata					0,14

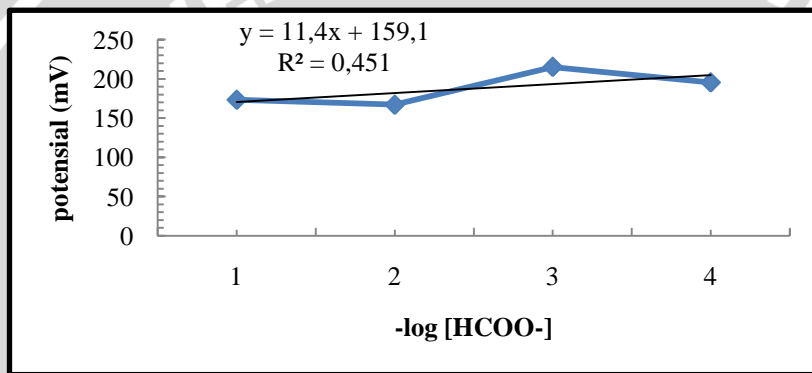


Gambar L.4.2i Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 11

j. Penentuan harga Nernst untuk pH 12

Tabel L.4.2j Data potensial ESI pada pH 12

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	174	173	173	173,3	0,57
2	167	167	167	167,0	0,00
3	215	215	215	215,0	0,00
4	196	195	195	195,3	0,57
SD rata-rata					0,28



Gambar L.4.2j Kurva penentuan harga Nernst untuk pH 12

L.4.3 Pengaruh ion asing terhadap kinerja ESI formiat tipe kawat terlapis

Tabel L.4.3 Data potensial ESI formiat terhadap ion formiat dan ion asing Cl^- dan CH_3COO^-

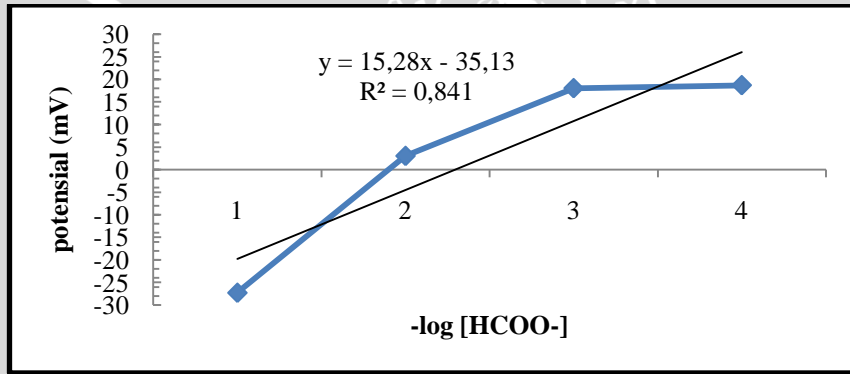
-log [HCOO ⁻]	Potensial (mV)		-log [HCOO ⁻]	Potensial (mV)	
	HCOO ⁻	Cl ⁻		HCOO ⁻	CH ₃ COO ⁻
1	-29,3	- 32,0	1	-27,3	-22,3
2	-17,6	- 18,3	2	3,0	-7, 6
3	-10,3	- 10,6	3	18,0	12,0
4	5,0	- 2,3	4	18,6	29,0
Nernst	11,02	9,68	Nernst	15,28	17,35

a. Perhitungan rata-rata potensial ion formiat dan ion CH_3COO^- serta penentuan harga Nernst

Penentuan harga Nernst ESI formiat

Tabel L.4.3a1 Rata-rata potensial ion formiat

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	-27	-27	-26	-27,3	0,57
2	3	3	3	3,0	0,00
3	18	18	18	18,0	0,00
4	19	18	18	18,6	0,58
SD rata-rata					0,28



Gambar L.4.3a Kurva penentuan harga Nernst untuk pengukuran CH_3COO^-

Tabel L.4.3a2 Rata-rata potensial CH_3COO^-

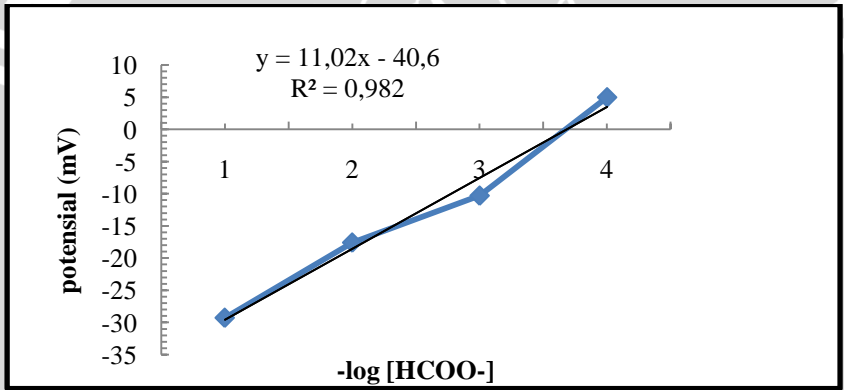
-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	-22	-22	-21	-22,3	0,57
2	-8	-7	-7	-7,6	0,58
3	12	12	12	12,0	0,00
4	29	29	29	29,0	0,00
SD rata-rata					0,28

b. Perhitungan rata-rata potensial ion formiat dan ion Cl⁻ serta penentuan harga Nernst

Penentuan harga Nernst ESI formiat

Tabel L.4.3b1 Rata-rata potensial ion formiat

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	-28	-29	-29	-29,3	0,57
2	-18	-17	-17	-17,6	0,58
3	-10	-10	-9	-10,3	0,57
4	5	5	5	5,0	0,00
SD rata-rata					0,43



Gambar L.4.3b Kurva penentuan harga Nernst untuk pengukuran ion Cl⁻

Tabel L.4.3b2 Rata-rata potensial ion Cl⁻

-log [HCOO ⁻]	Pengulangan			Rata-rata	SD
	I	II	III		
1	-32	-32	-32	-32,0	0,00
2	-17	-18	-18	-18,3	0,57
3	-11	-10	-10	-10,6	0,58
4	-1	-2	-2	-2,3	0,00
SD rata-rata					0,28

c. Harga koefisien selektivitas ESI formiat tipe tabung

Contoh Perhitungan Harga Ka,b :

$$\begin{aligned} \log K_{HCOO^-,Cl^-}^{pot} &= \frac{E_{Cl^-} - E_{HCOO^-}}{2,303RT/F} \\ &= \frac{-32,0 - (-29,3)}{11,02} \\ &= -0,245 \\ K_{HCOO^-,Cl^-}^{pot} &= 10^{-0,245} \\ &= 0,217 \end{aligned}$$

Tabel L.4.3c Harga Ka,b untuk ion CH_3COO^- dan Cl^-

$-\log [HCOO^-]$	K_{HCOO^-,Cl^-}^{pot}	$K_{HCOO^-,CH_3COO^-}^{pot}$
1	0,568	2,123
2	0,863	0,200
3	0,939	0,405
4	0,217	4,792
Rata-rata	0,646	1,880