

**Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cd (II) Tipe Kawat
Terlapis Bermembran D2EHPA**

SKRIPSI

**Oleh:
DEDI ARTA PUTRA
0910923036-92**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

**Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cd (II) Tipe Kawat
Terlapis Bermembran D2EHPA**

SKRIPSI

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

Oleh:
DEDI ARTA PUTRA
0910923036-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PEMBUATAN ELEKTRODA SELEKTIF ION Cd (II) TIPE
KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN D2EHPA**

Oleh:

Dedi Arta Putra
(0910923036)

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

Menyetujui,
Dosen Pembimbing I

Menyetujui,
Dosen Pembimbing II

Dr. Atikah.,Apt.,M.Si
NIP. 195702081986012001

Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 196405291988022001

Menyetujui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas
Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS.
NIP. 195712271986031003

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Dedi Arta Putra
NIM : 0910923036
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

” Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Bermembran D2EHPA “

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir 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 tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir 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, 11 Juli 2013

Yang menyatakan,

Dedi Arta Putra

NIM. 0910923036

ABSTRAK

Pembuatan elektroda selektif ion Cd(II) tipe kawat terlapis bermembran D2EHPA dilakukan untuk memperoleh perbandingan komposisi membran yang optimum dan waktu perendaman optimum, sehingga dapat menghasilkan ESI kadmium tipe kawat terlapis yang bersifat *Nernstian* dan waktu perendaman optimum. Pembuatan ESI kadmium ini dilakukan dengan membuat 3 komposisi membran yang tersusun dari D2EHPA:PVC:DBP = 10 : 30 : 60 (komposisi 1) ; 13 : 29 : 58 (komposisi 2) dan 16 : 28 : 56 (komposisi 3). Komposisi – komposisi tersebut dihitung harga *de-dm* yang merupakan parameter homogenitas membran dengan nilai *de-dm* paling kecil (mendekati nol) yang bisa menghasilkan ESI *Nernstian*. Larutan uji yang digunakan adalah CdCl₂ pada konsentrasi 10⁻¹-10⁻⁸ M dengan menggunakan pH 5 karena pada pH tersebut kadmium terdapat pada fasa terlarutnya sehingga akan terdeteksi secara sempurna. Pada penelitian ini juga dilakukan optimasi waktu perendaman yang dilakukan pada komposisi optimum membran yaitu pada komposisi 3 dengan perbandingan komposisi membran yaitu D2EHPA : PVC : DBP = 16 : 28 : 56 dengan faktor Nernst sebesar 27,26 mV/dekade konsentrasi, dan hasil optimasi perendaman didapatkan pada perendaman 20 menit.

Kata kunci : *ESI kadmium, D2EHPA, komposisi optimum, waktu perendaman, Nernstian*

ABSTRACT

Development of Cd ion selective electrodes typical coated wire D2EHPA membrane done to obtain optimum membrane composition ratio and optimum soaking time in order to produce Nernstian cadmium ISE. Development of cadmium ESI was done by varying membrane compositions of D2EHPA: PVC: DBP under ratio of 10 : 30 : 60 (as composition 1); 13 : 29 : 58 (as composition 2) and 16 : 28 : 56 (as composition 3). All of the compositions were calculated their de-dm values, where the smallest de-dm value (close to zero) gives the best homogeneity of the membrane resulting Nernstian to the ISE. Solutions of CdCl₂ at the range concentration from 10⁻¹-10⁻⁸ M were used as test solutions, under pH 5. This pH was chosen to ensure that Cd present in the solution. This study was also conducted with the optimization of soaking time for the optimum composition the membrane (composition 3), ie. Under this optimum composition and soaking time (20 min's) the Cd-ISE gave result to Nernst factor of 27,26 mv/dekade concentration.

Keywords : ISE cadmium, D2EHPA, composition of the optimum, soaking time, Nernstian

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia Nya sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Skripsi yang berjudul **“Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cd(II) Tipe Kawat Terlapis Bermembran D2EHPA”** ini merupakan salah satu syarat kelulusan untuk memperoleh gelar sarjana sains dalam bidang kimia di fakultas MIPA universitas brawijaya. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan terlibat dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini, diantaranya kepada:

1. Dr. Atikah, Apt.,M.Si. selaku dosen Pembimbing I dan Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen Pembimbing II atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, dukungan, kesabaran dan doa yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Drs. Edi Priyo Utomo, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas mipa universitas brawijaya sekaligus dosen pembimbing akademik atas bimbingan dan pengarahan selama masa studi
3. Seluruh dosen dan staf atas segala bantuan yang diberikan
4. Kedua orang tua, nenek, kakak dan adik tercinta yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
5. Sahabat – sahabatku yang selama ini telah membantu dengan doa dan motivasinya.
6. Semua teman-teman atas doa dan dukungannya serta semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran diharapkan dari pembaca. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi pemerhati Kimia dan pembaca sekalian, khususnya penulis.

Malang, Juli 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kadmium	6
2.2 Elektroda Selektif Ion.....	7
2.3 Prinsip Pengukuran ESI.....	9
2.4 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis	10
2.5 ESI Kadmium	11
2.6 Membran.....	12
2.7 Komponen Penyusun Membran	12
2.7.1 <i>Di(2-etilheksil) asam fosfat</i>	13
2.7.2 Polivinil Klorida (PVC).....	14
2.7.3 Dibutil ftalat (DBP)	15
2.7.4 Tetrahidrofuran (THF).....	15
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	16

3.2.1	Alat	16
3.2.2	Bahan	16
3.3	Tahapan Penelitian	16
3.4	Prosedur Kerja	17
3.4.1	Preparasi larutan.....	17
3.4.1.1	Pembuatan larutan bufer asetat pH 5.....	17
3.4.1.2	Pembuatan larutan induk CdCl ₂ 1M.....	17
3.4.1.3	Pembuatan larutan induk CdCl ₂ 2M.....	18
3.4.1.4	Pembuatan Larutan CdCl ₂ dengan Konsentrasi 1x10 ⁻¹ - 1x10 ⁻⁸ M pH 5.....	18
3.4.1.5	Ekstraksi D2EHPA dengan larutan CdCl ₂ 2 M	18
3.4.2	Pembuatan ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	18
3.4.2.1	Pembuatan badan elektroda.....	19
3.4.2.2	Pembuatan Membran Cd.....	19
3.4.2.3	Pembuatan ESI kadmium tipe kawat terlapis	20
3.4.2.4	Optimasi komposisi membran.....	20
3.4.3	Uji kualitas ESI kadmium.....	21
3.4.3.1	Faktor Nernst.....	21
3.4.3.2	Limit deteksi.....	22
3.4.3.3	Optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium kawat terlapis.....	22
3.4.3.4	Analisa kualitatif membran ESI kadmium dengan FTIR.....	22
3.5	Analisa Data	22
3.5.1	Perhitungan nilai faktor Nernst, rentang konsentrasi linier (limit deteksi).....	23
3.5.2	Perhitungan nilai rata-rata nilai potensial.....	24
3.5.3	Perhitungan standar deviasi dan koefisien variasi	24

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Pembuatan ESI kadmium Tipe Kawat Terlapis.....	25
4.1.1	Optimasi komposisi membran ESI kadmium tipe kawat terlapis	26
4.1.2	Optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium tipe kawat terlapis	29

4.2 Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi Linier, dan Batas Deteksi.....	30
4.3 Analisis Kualitatif Membran ESI kadmium dengan FTIR	32
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	36
5.2 Saran	36
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	40



DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	: Rangkaian pengukuran ESI.....	8
Gambar 2.2	: Skema sel elektroda selektif ion tipe kawat terlapis.....	11
Gambar 2.3	: Rangkaian ESI tipe kawat terlapis	11
Gambar 2.4	: Struktur kimia D2EHPA	12
Gambar 2.5	: Bentuk ion-ion dari D2EHPA.....	12
Gambar 2.6	: Mekanisme membran D2EHPA terhadap kadmium	14
Gambar 2.7	: Mekanisme pertukaran ion antara D2EHPA dengan ion logam.....	16
Gambar 3.1	: Kontruksi ESI kadmium.....	20
Gambar 3.2	: Kurva hubungan antara E_{sel} dengan $-\log[Cd^{2+}]$	23
Gambar 4.1	: Rangkaian pengukuran (a) dan kontruksi ESI bermembran D2EHPA (b)	25
Gambar 4.2	: Hubungan antara faktor Nernst dan waktu perendaman untuk menentukan waktu perendaman optimum ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	30
Gambar 4.3	: Penentuan limit deteksi dan rentang konsentrasi linier ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	32
Gambar 4.4	: Spektrum IR D2EHPA sebelum di ekstraksi	33
Gambar 4.5	: Spektrum IR setelah di ekstraksi dengan $CdCl_2$	33
Gambar 4.6	: Reaksi D2EHPA dengan Cd^{2+}	34
Gambar 4.7	: Reaksi kompleks dari D2EHPA dengan Cd^{2+}	35
Gambar C.1.1	: Grafik penentuan limit deteksi	48

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 3.1 :Perbandingan % berat komposisi bahan pembentuk membran.....	19
Tabel 3.2 :Perbandingan % berat komposisi membran ESI dengan perhitungan (d_e-d_m)	21
Tabel 4.1 :Pengaruh perbandingan komposisi penyusun membran terhadap harga faktor Nernst ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	28
Tabel 4.2 :Data potensial ESI kadmium tipe kawat terlapis pada komposisi dan waktu perendaman optimum.....	31
Tabel 4.3 :Data spektra FTIR dari D2EHPA sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi	34
Tabel B.1 :Pembuatan larutan $CdCl_2$ 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M pH 5.....	44
TabelC.1.1:Penentuan komposisi optimum membran	46
TabelC.1.2:Hasil potensial komposisi membran 1	46
TabelC.1.3:Hasil potensial komposisi membran 2	47
TabelC.1.4:Hasil potensial komposisi membran 3	48
TabelC.2.1:Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	49
TabelC.2.2:Pengaruh waktu perendaman terhadap harga faktor Nernst ESI kadmium tipe kawat terlapis.....	53



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	
TAHAPAN KERJA	40
A.1 Diagram Alir Penelitian.....	40
Lampiran B	
PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN.....	41
B.1 Perhitungan dan Pembuatan Komposisi Membran D2EHPA.....	41
B.1.1 Komposisi membran 1 D2EHPA:PVC:DBP = 10 : 30 : 60.....	41
B.1.2 Komposisi membran 2 D2EHPA:PVC:DBP = 13 : 29 : 58.....	41
B.1.3 Komposisi membran 3 D2EHPA:PVC:DBP = 16 : 28 : 56.....	41
B.2 Pembuatan larutan CdCl ₂	41
B.2.1 Larutan CdCl ₂ 1M dalam 100 mL	42
B.2.2 Larutan CdCl ₂ 2M dalam 50 mL	42
B.2.3 Larutan CdCl ₂ CdCl ₂ 1x10 ⁻¹ - 1x10 ⁻⁸ M pH 5	42
B.3 Perhitungan Batas Deteksi, Standar Deviasi dan % Koefisien Variasi.....	43
B.3.1 Komposisi 1	43
B.3.2 Komposisi 2	44
B.3.3 Komposisi 3.....	44
Lampiran C	
DATA HASIL PENELITIAN.....	46
C.1 Penentuan Komposisi Optimum Membran ESI Tipe Kawat Terlapis.....	46
C.2 Pengaruh Waktu Perendaman Terhadap Potensial ESI Kadmium Tipe Kawat Terlapis	49

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bertambahnya jumlah populasi manusia yang ada menyebabkan kebutuhan air bersih juga akan semakin meningkat. Pola kehidupan manusia modern saat ini sangat bergantung sekali terhadap air bersih. Namun jumlah air bersih semakin berkurang dikarenakan meningkatnya jumlah manusia dan perilaku manusia yang dapat mengotori air, diantaranya terdapat pertambangan ataupun perindustrian yang melakukan pembuangan limbahnya ke perairan tanpa mematuhi peraturan yang telah ditetapkan sehingga mengurangi kualitas air bersih yang ada.

Salah satu jenis cemaran air bersih yang ada dan cukup berbahaya bagi manusia dan ekosistem yaitu limbah logam berat. Limbah logam berat ini dapat dikategorikan berdasarkan sifat toksiknya yaitu meliputi tinggi, sedang dan rendah, logam berat yang memiliki tingkat toksik yang tinggi adalah Zn, Cd, dan Hg [1]. Pada penelitian ini akan di fokuskan tentang studi lebih lanjut pada analisa logam kadmium (Cd) dalam air. Kadmium ini memiliki sifat racun bagi manusia yaitu bersifat karsinogenik. Sumber kadmium berasal dari limbah industri dan pembuangan dari pertambangan. Kadmium ini biasa terdapat dalam bentuk sedimen di dalam perairan [2]. Pada industri, logam kadmium ini sering digunakan untuk pigmen keramik, penyepuhan listrik, dan pembuatan *alloy*. Konsentrasi kadmium di dalam perairan tidak boleh melebihi batas yang telah ditentukan oleh Badan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No.28 Tahun 2001 yang menyatakan bahwa batas maksimum kadmium dalam perairan yaitu sebanyak 0,01 ppm dan 0,05 ppm untuk air minum. Kadmium memiliki efek jangka panjang jika terakumulasi ke dalam tubuh manusia, terutama dapat merusak kerja hati dan ginjal jika konsentrasi yang dikonsumsi tinggi. Dan jika jumlah konsentrasinya sedikit maka dapat menimbulkan gangguan pada paru paru, hati dan tekanan darah, serta dapat mengakibatkan kerapuhan pada tulang [3]. Kadmium ini akan mulai berdampak toksik pada konsentrasi di atas atau sama dengan 0,1 – 10 mg/l, dan tidak berdampak pada konsentrasi di bawahnya.

Beberapa metode yang telah ada sebelumnya untuk menentukan logam Cd sudah cukup banyak digunakan, diantaranya: Spektroskopi serapan atom (AAS), ekstraksi dan kromatografi [4]. Metode – metode tersebut dapat mendeteksi keberadaan logam Cd dalam air. Dari metode-metode tersebut yang memiliki hasil yang baik dalam analisa logam secara kuantitatif dan kualitatif adalah analisa dengan menggunakan AAS dan peralatan spektroskopi lain. Metode-metode tersebut memiliki keunggulan dan kekurangan dalam penggunaannya, keunggulan dari metode-metode tersebut adalah cepat dalam analisa dan hasilnya juga cukup teliti untuk mendeteksi keberadaan logam kadmium tetapi metode-metode tersebut juga memiliki beberapa kekurangan diantaranya adalah pada analisis logam dengan AAS dan peralatan spektroskopi, instrumen yang digunakan cukup mahal, penggunaan reagen–reagen yang cukup kompleks dan mahal, perlu digunakan larutan baku dengan jumlah rentang konsentrasi yang banyak untuk analisis satu sampel logam, selain itu pada saat analisis sampel dalam AAS diperlukan satu jenis lampu katoda dalam analisis satu jenis logam sehingga AAS merupakan metode yang mahal serta tidak praktis untuk analisis lapang. Untuk mengatasi beberapa kekurangan tersebut maka dilakukan pembuatan metode yang lebih sederhana, praktis dan murah yaitu metode potensiometri menggunakan elektroda selektif ion (ESI).

ESI merupakan suatu sensor setengah sel elektrokimia yang digunakan untuk mendeteksi keberadaan suatu kation ataupun anion menggunakan metode potensiometri yang memanfaatkan transfer ion pada membran yang digunakan. ESI tidak memerlukan reagen yang mahal dalam analisisnya, proses cepat dalam penentuan ion, serta prosesnya sederhana untuk keperluan analisis lapang [5]. ESI Cd(II) kawat berlapis tanpa adanya penambahan bahan pendukung membran memiliki kelemahan yaitu terhadap ketahanan terhadap ion pengganggu yang kurang, usia pakai yang sebentar, batas deteksi penguukuran yang kecil, dan memiliki faktor Nernst yang berubah-ubah sehingga dalam hal ini perlu diatasi dengan membuat ESI Cd(II) yang selektif, tahan terhadap ion asing dan temperatur yaitu dengan penambahan bahan pendukung. Penelitian tentang pembuatan ESI Cd(II) berlapis membran telah dilakukan sebelumnya oleh Pangabean, 2008 yaitu tentang pembuatan dan karakterisasi ESI

Cd(II) bermembran dengan menggunakan bahan aktif kitosan. Dari penelitian tersebut dilaporkan bahwa dengan menggunakan bahan aktif kitosan, dengan komposisi bahan pendukung membran yang terdiri dari DOPP (dioktilphenilphosponat), PVC dan THF dilakukan dengan mengacu pada komposisi membran yang telah dibuat pada percobaan sebelumnya yaitu mengenai logam Pb oleh Gea, 2000 didapatkan hasil yaitu harga faktor Nernst sebesar 32,03 mV/dekade, dan dilakukan pengukuran pada konsentrasi 10^{-1} - 10^{-6} M dan memberikan rentang konsentrasi minimum pada $2,512 \times 10^{-5}$ M [6]. Mengacu dari percobaan tersebut dapat disimpulkan bahwa penelitian tersebut cukup mendekati faktor Nernst pada ion divalen yaitu sebesar 29,6 mV/dekade tetapi harga konsentrasi linier tidak cukup luas yaitu sebesar 10^{-1} - 10^{-5} M sehingga dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan bahan pendukung membran yang lebih baik. Bahan pendukung membran yang digunakan untuk membuat ESI dengan membran yang dilakukan pada percobaan ini diharapkan dapat memiliki kemampuan selektifitas baik dan bersifat hidrofob diantaranya adalah dengan DBP (dibutil ftalat) sebagai pemlastis, DBP ini digunakan sebagai pemlastis karena DBP dapat meningkatkan kelenturan pada polimer PVC. Selain itu juga digunakan bahan pendukung membran polimer yang memiliki berat molekul tinggi yaitu PVC (polivinilklorida), PVC digunakan sebagai bahan campuran membran karena PVC ini bersifat inert, kuat dan hidrofob. PVC mampu bercampur dengan bahan elektroaktif maupun pelarutnya. PVC bersifat kaku, kuat, inert dan tahan terhadap pelarut dengan pori – pori kecil [8]. Sedangkan pelarut yang digunakan yaitu pelarut THF (tetrahidrofuran), THF atau tetrahidrofuran ini adalah pelarut polar yang memiliki kepolaran cukup tinggi [9].

Selain itu penentuan komposisi dan penambahan bahan aktif membran yang digunakan dapat mempengaruhi terhadap kemampuan selektivitas ESI yang akan dibuat, dalam percobaan ini dilakukan dengan menggunakan perhitungan komposisi yang optimum untuk sifat homogen membran dengan menggunakan persamaan yang telah dibuat oleh Niesel & Handsen, 1976 [10] yaitu menggunakan persamaan *de-dm* yang mendekati nol. Selain itu digunakan bahan aktif membran yang digunakan untuk menambah kerja dari membran yang dibuat yaitu D2EHPA atau *di-2(ethyl heksil)- phosphoric acid*. D2EHPA merupakan bahan organik yang

biasa digunakan untuk ekstraksi logam. D2EHPA ini memiliki kemampuan selektifitas yang baik untuk ion yang akan dianalisis karena D2EHPA dapat bertindak sebagai anion D2EHPA yang akan mengikat kation logam yang mana dalam percobaan ini adalah logam kadmium [11]. Dengan penambahan bahan-bahan pendukung membran tersebut maka diharapkan akan didapatkan ESI kawat terlapis bermembran dengan kemampuan selektivitas tinggi, tahan terhadap pH dan temperatur dan memiliki rentang konsentrasi luas yang merupakan kriteria ESI yang baik.

Dalam penelitian ini dilakukan pengkajian lebih lanjut tentang pembuatan variasi komposisi membran optimum dari ESI Cd(II) untuk menghasilkan membran yang homogen dan pengukuran optimasi waktu perendaman. Sehingga ESI Cd(II) bermembran D2EHPA yang dibuat memiliki sifat yang *Nernstian* dan memiliki waktu perendaman optimum.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan permasalahan yang akan dibahas dalam penelitian ini yaitu :

1. Berapa perbandingan komposisi membran yang optimum sehingga didapatkan ESI kadmium tipe kawat terlapis yang bersifat *Nernstian*?
2. Berapa lama waktu perendaman yang optimum sehingga didapatkan ESI kadmium tipe kawat terlapis yang bersifat *Nernstian*?

1.3 Batasaan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah yang dikemukakan di atas maka batasan permasalahan dari penelitian ini yaitu :

1. Perbandingan komposisi membran yang digunakan dalam analisis menggunakan ESI kadmium ini yaitu dengan 3 komposisi D2EHPA : PVC : DBP = 10 : 30: 60 (komposisi 1) ; 13 : 29 : 58 (komposisi 2) dan 16 : 28 : 56 (komposisi 3). Perbandingan tersebut dihitung berdasarkan rumus *de-dm*.
2. Larutan uji yang digunakan adalah CdCl₂ pada konsentrasi 10⁻¹-10⁻⁸ M dengan menggunakan pH 5.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukan penelitian ini adalah :

1. Memperoleh perbandingan komposisi membran yang optimum sehingga dapat menghasilkan ESI kadmium tipe kawat berlapis yang bersifat *Nernstian*.
2. Memperoleh waktu perendaman optimum yang diperlukan sehingga dapat menghasilkan ESI kadmium tipe kawat berlapis yang bersifat *Nernstian*.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dihasilkan ESI kadmium tipe kawat berlapis bermembran D2EHPA dengan komposisi dan waktu perendaman optimum sehingga didapatkan ESI yang bersifat *Nernstian*.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kadmium

Kadmium adalah suatu unsur kimia yang memiliki lambang Cd dalam tabel periodik dengan nomor atom 48, berat atom 112,4, titik leleh 321°C, titik didih 767°C dan memiliki masa jenis 8,65 g/cm³. Kadmium berwarna putih perak, lunak, mengkilap, tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan kadmium oksida bila dipanaskan. Kadmium (Cd) umumnya terdapat dalam kombinasi dengan klor (Cd klorida) atau belerang (Cd sulfid). Kadmium membentuk Cd²⁺ yang bersifat tidak stabil. Cd banyak digunakan sebagai stabilizer dalam pembuatan (polyvinil & klorida). Kadmium didapat dari limbah berbagai jenis pertambangan logam yang tercampur Cd seperti Pb, dan Zn. Logam kadmium (Cd) biasanya selalu dalam bentuk campuran dengan logam lain terutama dalam pertambangan timah hitam dan seng. Cd dapat ditemukan di dalam perairan baik di dalam sedimen maupun di dalam penyediaan air minum[12].

Berdasarkan pada sifat kimianya, logam kadmium di dalam persenyawaan yang dibentuknya umumnya mempunyai bilangan valensi ²⁺, sangat sedikit yang mempunyai bilangan valensi ¹⁺. Bila dimasukkan ke dalam larutan yang mengandung ion OH⁻, ion-ion Cd²⁺ akan mengalami proses pengendapan. Endapan yang terbentuk dari ion-ion Cd²⁺ dalam larutan OH⁻ biasanya dalam bentuk senyawa terhidrasi yang berwarna putih. Umumnya kadmium terdapat dalam kombinasi dengan unsur lain seperti oksigen (kadmium oksida), klorine (kadmium klorida) atau belerang (kadmium sulfida). Kebanyakan kadmium merupakan produk samping dari pengecoran seng, timah atau tembaga kadmium yang banyak digunakan berbagai industri, terutama pelapisan logam, pigmen, baterai dan plastik. Kadmium adalah logam toksik yang umumnya ditemukan dalam industri[2].

Kadmium dalam jenis logam berat non-esensial. Logam ini jumlahnya relatif kecil, tetapi dapat meningkat jumlahnya dalam lingkungan karena proses pembuangan sampah industri maupun penggunaan minyak sebagai bahan bakar. Di samping itu daerah pertambangan seperti pertambangan seng (Zn), timbal (Pb) maupun

tembaga (Cu) selalu mengandung kadmium sebagai bahan sampingan. Dampak negatif kadmium bagi manusia maupun hewan diantaranya dapat mengakibatkan terganggunya fungsi ginjal yang dapat mengakibatkan gejala glikosuria, proteinuria, aciduria dan hiperkalsiuria. Gejala tersebut bila berlanjut akan menyebabkanagalnya fungsi ginjal dan mengakibatkan kematian[12].

2.2 Elektroda Selektif Ion

Elektroda selektif-Ion (ESI) adalah suatu sensor elektrokimia yang sensitif terhadap aktivitas ion larutan yang diukur dan ditandai dengan perubahan potensial secara reversibel [13]. ESI memiliki pengembangan yang luas dari para peneliti karena alat ini mudah perakitannya, pemakaiannya sederhana dan larutan sampel yang berwarna tidak berpengaruh sampai pada batas tertentu[13].

Elektroda selektif-ion (ESI) merupakan suatu alat yang digunakan untuk menentukan secara kuantitatif dari ion-ion, molekul-molekul atau spesi-spesi tertentu, karena elektroda tersebut merupakan elektrokimia yang akan berubah secara reversibel terhadap perubahan keaktifan dari spesi-spesi yang diukur[14]. Dasar dari penentuan adalah metode potensiometri yaitu dengan menggunakan elektroda selektif ion adalah menentukan potensial dari larutan yang akan diukur [15]. Membran merupakan suatu pokok dari ESI karena merupakan tempat terjadinya deteksi terhadap analit yang akan ditentukan. Membran berupa polimer ataupun membran cair yang terdiri dari pelarut yang tidak bercampur dengan air dan suatu reagen yang memiliki sifat pengestraksi.

Untuk membuat membran adapun hal yang harus diperhatikan dalam pemilihan bahan polimer yang akan digunakan, syarat – syaratnya meliputi [16]:

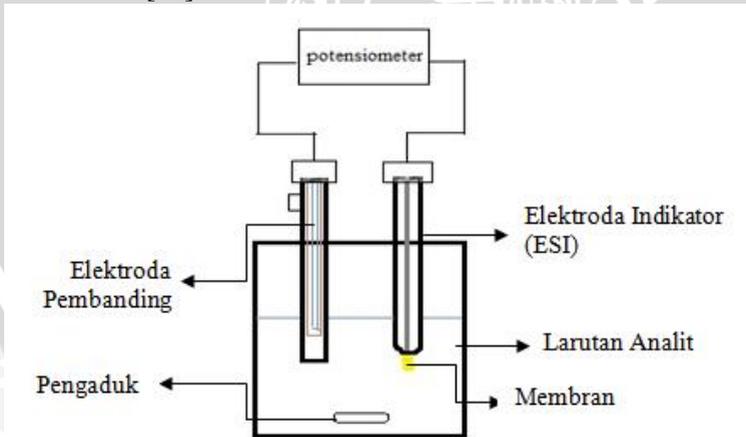
1. Polimer yang mempunyai gugus yang mampu menyumbangkan elektron guna membentuk ikatan koordinasi dengan kation garam dopan. Interaksi ini terjadi bila polimer mempunyai pasangan elektron bebas yang disediakan oleh atom nitrogen, oksigen, sulfur atau klor.
2. Polimer yang mempunyai rantai fleksibel sehingga atom dopan dapat dengan mudah terikat pada polimer aktif.
3. Polimer yang memiliki densitas energi kohesi yang tinggi dan suhu transisi gelas (T_g) yang rendah.

Dalam pengukuran analisis suatu ESI harus sesuai dengan parameter sebagai ESI yang optimum, parameter yang optimum dalam ESI meliputi [17]:

1. Harus sensitif, yang ditunjukkan oleh sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst untuk ion divalen adalah 29,56 mV/dekade konsentrasi.
2. Memiliki kisaran konsentrasi linier luas (1 hingga 10^{-6}).
3. Limit deteksi rendah yaitu 10^{-6} M.
4. Waktu respon cepat yaitu < 1 menit.
5. Pembuatannya dapat diulang dengan baik dan mudah.
6. Usia pemakaian > 5 bulan.
7. Menunjukkan akurasi dan ketelitian tinggi (memberikan kesalahan < 5%).

Prinsip-prinsip dalam pengukuran ESI agar didapatkan hasil pengukuran yang optimum meliputi kondisi elektroda yang akan digunakan direndam dalam analit yang akan diuji untuk dijenuhkan. Kondisi dari larutan analit yang meliputi pH, temperatur, volume dan dijaga konstan. Larutan yang akan diuji serta analit di aduk dengan stirer saat perendaman dan pengujian secara konstan. Elektroda direndam saat sebelum digunakan untuk prakondisi elektroda dengan cara mengkondisikan menggunakan konsentrasi analit yang lebih kecil dari pada konsentrasi larutan saat penjenuhan [18].

Dalam pengukuran ESI, rangkaian pengukuran ESI ditunjukkan oleh Gambar 2.1 [19].



Gambar 2.1. Rangkaian pengukuran ESI

Respon ESI yang terjadi dapat dijelaskan ketika ion analit dapat menembus batas antar muka membran sehingga akan terjadi kestimbangan elektrokimia dua fasa dan akan menyebabkan beda potensial yang mana beda potensial ini ditentukan oleh aktivitas ion yang terdapat pada fasa tersebut. Persamaan yang sesuai pada beda potensial yang terjadi tersebut ditunjukkan oleh Persamaan 2.1 [14].

$$E = E^{\circ} + \frac{2,303 RT}{nF} \log \frac{a_{x-air}}{a_{x-membran}} \quad (2.1)$$

Keterangan :

- E = beda potensial
- E° = potensial elektroda standar
- a_x = aktivitas ion analit
- n = muatan ion yang ditentukan
- R = ketetapan gas ideal ($8,314 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$)
- T = temperatur ruang (25°C)
- F = tetapan Farady (96.485 Cmol^{-1})

2.3 Prinsip Pengukuran ESI

Potensial suatu ESI ditentukan dengan menggunakan elektroda pembanding Ag/AgCl yang mana potensial yang terukur merupakan beda potensial antara ESI dengan elektroda pembanding Ag/AgCl sehingga dapat dituliskan sebagai Persamaan 2.2 [15].

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{ESI}} - E_{\text{pembanding}} \quad (2.2)$$

Konduktor kawat platina menggantikan sistem elektroda pembanding dalam pada ESI Cd^{2+} tipe kawat berlapis. Potensial yang terukur dapat dituliskan dengan Persamaan 2.3 [15].

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{Membran (internal)}} + E_{\text{Membran (eksternal)}} + E_{\text{pembanding}} \quad (2.3)$$

Jika E_{Membran} = konstan maka Persamaan 2.2 dapat dituliskan menjadi Persamaan 2.4 [15].

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} \pm 2,303 \frac{RT}{nF} \log a_A \quad (2.4)$$

Tanda (+) untuk kation dan tanda (-) untuk anion. E_{sel} ini menunjukkan beda potensial dari potensial elektroda pembanding E° yang mana dipengaruhi oleh T temperatur dan muatan ion n. Sehingga untuk ion Cd^{2+} muatannya adalah 2 sehingga Persamaan 2.4 tersebut menjadi Persamaan 2.5 [15].

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} + 0,0591 \log a_{\text{Mn}} \quad (2.5)$$

Dimana a_{MN} adalah aktifitas ion, aktifitas ion ini dipengaruhi oleh total kekuatan ion dalam larutan () dengan Persamaan 2.6 berikut [15]

$$a = \dots [i] \quad (2.6)$$

Sehingga persamaan akhir ditunjukkan dengan Persamaan 2.7

$$E_{sel} = E^{\circ} + 0,0591 \log [i] \quad (2.7)$$

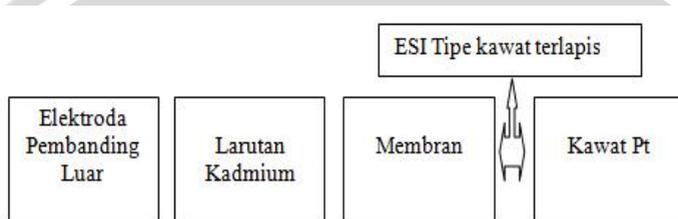
2.4 Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis

ESI tipe kawat terlapis adalah sebuah tipe dari ESI dengan sebuah kawat sebagai bahan elektroaktif yang digabungkan dengan membran polimer sebagai bahan pendukung dalam transfer ion terhadap konduktor logam. ESI memiliki beberapa jenis elektroda diantaranya elektroda gelas, elektroda membran zat padat (kawat terlapis), elektroda cairan-membran, elektroda yang didasarkan pada pertukaran ion dan pembawa netral, elektroda probe sensor gas dan elektroda enzim. Jenis-jenis elektroda tersebut dikelompokkan berdasarkan pada bentuk yang disesuaikan terhadap kemampuan untuk mendeteksi analit yang akan digunakan [6].

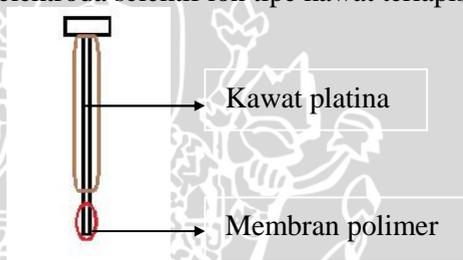
ESI tipe kawat terlapis adalah salah satu tipe dari ESI yang menggunakan membran pada kawat elektroda yang digunakan dengan menggunakan bahan membran berpendukung untuk menambah kinerja kawat elektroda yang digunakan. ESI tipe kawat terlapis digunakan untuk menentukan aktivitas dari beberapa kation dan anion tertentu secara potensiometrik. Kawat elektroda yang digunakan merupakan konduktor logam yang baik serta inert. Kawat elektroda yang biasa digunakan untuk ESI tipe kawat terlapis adalah platina, perak, tembaga dan grafit [6].

ESI dengan tipe kawat terlapis dapat dibuat dengan cara mencelupkan dan merendam kawat yang digunakan ke dalam suatu membran campuran yang mengandung analit serta bahan aktif yang dapat meningkatkan kerja ESI tersebut [20]. Membran yang digunakan untuk membuat ESI tipe kawat terlapis ini harus memiliki sensitivitas tinggi terhadap analit yang akan dianalisis. Kriteria sifat membran tersebut meliputi : (1) bersifat hidrofobik dan memiliki tetapan dielektrik tinggi; (2) mampu atau menghantarkan listrik dengan baik; (3) dapat beraksi dengan ion analit; dan (4) bersifat lentur sehingga ion-ion di dalamnya memiliki mobilitas tinggi dalam migrasi ionik di dalam membran tersebut [21].

Campuran membran dalam ESI dapat dibuat dengan mencampurkan berbagai bahan pendukung diantaranya PVC, *plasticizer* dan bahan aktif. Dalam hal ini membran tersebut dilarutkan ke dalam pelarut organik THF. Skema dalam pembuatan ESI tipe kawat terlapis dapat dibuat sesuai dengan Gambar 2.2 dan gambar rangkaian ESI ditunjukkan pada Gambar 2.3 [20]:



Gambar 2.2. Skema sel elektroda selektif ion tipe kawat terlapis



Gambar 2.3. Rangkaian ESI tipe kawat terlapis

2.5 ESI Kadmium

ESI kadmium merupakan sebuah sensor elektrokimia yang memiliki fungsi untuk mendeteksi keberadaan kadmium secara kualitatif dan kuantitatif dengan metode elektrokimia. Telah banyak dilaporkan tentang pembuatan sensor kimia untuk mendeteksi keberadaan kadmium, diantaranya percobaan Ghantous, dkk, 1998 tentang elektroda membran dari asam humat dengan logam berat Cu, Pb dan Cd, percobaan Muguel, dkk, 1999 tentang pembuatan mikroelektroda selektif Cd dengan menggunakan ionofir N,N,N,N-tetrabutyl-3,4-dioksaoktaditioamida dan percobaan oleh Panggabean, 2008 tentang pembuatan dan karakterisasi membran ESI Cd^{2+} berbahan aktif D2EHPA. Dari percobaan-percobaan yang telah ada tersebut maka dibuat skripsi ini yaitu tentang pembuatan ESI kadmium dengan membran D2EHPA yang belum ada sebelumnya.

2. 6 Membran

Membran merupakan bagian yang terpenting dari ESI. Membran adalah lapisan yang memiliki kemampuan memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari fasa yang dipisahkan [21].

Membran dapat dipisahkan menjadi 2 jenis berdasarkan struktur dan bahannya, yaitu meliputi [21]:

1. Membran homogen, adalah membran yang terbuat dari satu jenis bahan aktif yang mampu memberi respon terhadap sifat elektrokimia.
2. Membran heterogen adalah membran yang terbuat dari bahan aktif serta bahan pendukung yang bersifat inert.

Membran ESI kadmium harus bersifat selektif dan sensitif terhadap analit sehingga persyaratan yang harus dipenuhi oleh membran adalah [21]:

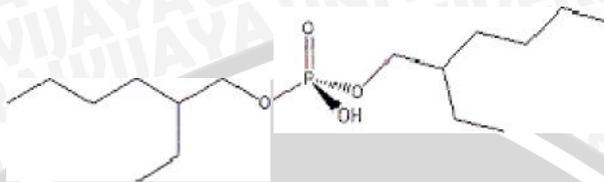
1. Memiliki kestabilan terhadap pH, oksidator, dan bahan organik lain.
2. Dapat bereaksi selektif dengan ion analit.
3. Membran harus bersifat hidrofobik dan tetapan dielektrik harus tinggi.
4. Mampu menghantarkan arus listrik.
5. Bersifat lentur agar ion-ion dengan mudah bermigrasi.

Agar didapatkan membran yang memiliki sifat sensitif dan selektif maka membran dapat dibuat dengan komponen – komponen membran yang sesuai. Komponen penyusun membran yang sesuai terdiri dari bahan aktif (ionofor), *plasticizer*, bahan pendukung yang merupakan polimer dan pelarut polimer [21].

2.7 Komponen Penyusun Membran

2.7.1 *Di(2-ethylheksil) phosphoric acid*

D2EHPA atau *di(2-ethylheksil) phosphoric acid*) merupakan bahan organik yang biasa digunakan untuk ekstraksi logam uranium, besi, kobal, zinc kadmium dan logam-logam lain. D2EHPA ini dapat dibuat dengan mereaksikan asam diester fosfat dan 2-etilheksanol. D2EHPA dapat digunakan secara langsung dan bisa digunakan sebagai campuran dalam ekstraksi. Struktur kimia D2EHPA ditunjukkan oleh Gambar 2.4 [11].



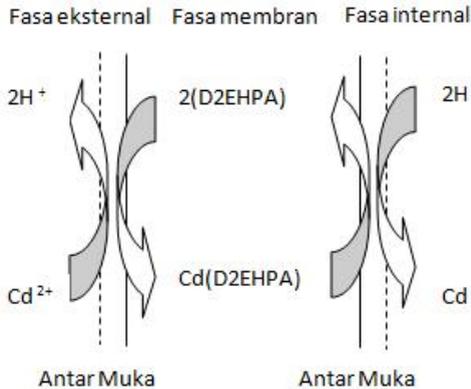
Gambar 2.4. Struktur kimia D2EHPA

D2EHPA memiliki berat molekul 322,42 g/mol, berbentuk cair dan berwarna kuning bening. D2EHPA ini merupakan asam yang lemah dan dapat bereaksi dengan ion logam membentuk kompleks netral yang larut dalam pelarut organik [11]. Dalam proses ekstraksi D2EHPA dapat terdeprotonasi membentuk anion, kemudian anion tersebut akan mengikat logam dari fase air dan membentuk kompleks secara khelasi yang mana selanjutnya akan terlarut pada fasa organik. Gambar 2.5 berikut ini adalah mekanisme D2EHPA dalam membentuk ion-ion bebasnya [11].



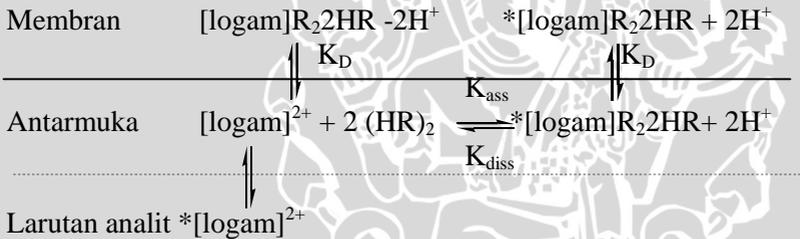
Gambar 2.5. Bentuk ion-ion dari D2EHPA

D2EHPA akan membentuk dalam bentuk dimer-dimernya ketika terlarut dengan pelarut organik. Dimer ini akan mengikat logam sehingga membentuk spesi yang larut terhadap fasa organik [22]. Gambar 2.6 merupakan mekanisme permeasi membran D2EHPA terhadap logam kadmium [22]. Mekanisme yang terjadi pada Gambar 2.6 tersebut adalah mula-mula Cd(II) bereaksi dengan D2EHPA pada fasa luar membran membentuk kompleks $Cd(D2EHPA)_4$, kemudian setelah melewati fasa membran Cd(II) dilepaskan oleh D2EHPA menuju fasa internal dan D2EHPA kembali dalam bentuk semula [22].



Gambar 2.6. Mekanisme membran D2EHPA terhadap kadmium

Gambar 2.7 ini merupakan mekanisme pertukaran ion yang terjadi antara membran D2EHPA dengan logam [22] :



Gambar 2.7 Mekanisme pertukaran ion antara D2EHPA dengan ion logam

2.7.2 Polivinil klorida (PVC)

Polivinil klorida (PVC) merupakan bahan pendukung membran yang paling umum digunakan dalam pembuatan membran. PVC mampu bercampur dengan bahan elektroaktif maupun pelarutnya. PVC bersifat kaku, kuat, inert dan tahan terhadap pelarut dengan pori-pori kecil. Sifat kaku tersebut di karenakan PVC memiliki temperatur gelas (T_g) yang relatif tinggi yaitu sebesar 81°C sehingga untuk melenturkan PVC harus menurunkan T_g yaitu dilakukan dengan penambahan *plasticizer*. Pelarut yang sesuai untuk

PVC adalah pelarut organik, dan yang biasa digunakan adalah tetrahidrofuran (THF) [10].

2.7.3 Dibutil ftalat (DBP)

DBP atau dibutil ftalat merupakan cairan kental berwarna kuning terang bening, beraroma ester. DBP memiliki rumus molekul $C_6H_4-1,2-(COOC_4H_9)_2$. Titik nyala $157^{\circ}C$, titik didih $340^{\circ}C$, sulit larut dalam air dingin. Kelarutan tinggi terhadap dietil eter, aseton, benzen, alkohol, pelarut organik dan minyak.

DBP memiliki kelarutan dalam air sebesar 13 mg/L pada $25^{\circ}C$ dan 11,2 mg/L pada $20^{\circ}C$. DBP adalah *plasticizer* yang umum digunakan sebagai aditif pada perekat atau tinta cetak. DBP juga digunakan sebagai suatu ektoparasitisis [10]. Dalam pembuatan membran ESI, DBP ini baik digunakan karena memiliki kelarutan yang kecil terhadap air sehingga dapat menjaga komposisi membran tetap homogen terhadap air.

2.7.4 Tetrahidrofuran (THF)

THF atau tetrahidrofuran adalah pelarut polar yang memiliki kepolaran cukup tinggi. THF memiliki titik didih $66,0^{\circ}C$. Rumus kimia dari THF adalah $(CH_2)_4O$, massa relatif dari molekul THF adalah 72,12 g/mol. Fungsi THF yaitu untuk menghomogenkan komponen penyusun dari membran ESI [11].

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dilaboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya Malang yang dilaksanakan bulan Maret hingga bulan Mei 2013.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pH dan potensiometer merek ORION 710 A, elektroda pembanding Ag/AgCl merek Hanna, pengaduk magnet, batang magnet (stirer), statif, neraca analitik merek adventurer model AR 2130, botol semprot, botol sampel, bola hisap, oven serta seperangkat peralatan gelas dan plastik yang lazim digunakan di laboratorium kimia.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah CdCl₂ (Fluka), D2EHPA, polimer PVC (sigma), pelarut THF (E-merck), pemlastis DBP, larutan CH₃COOH 100 %, NaCOOH, HNO₃ pekat, etanol 96 %, kabel koaksial RG-58, jek orion, kawat Pt (panjang 5 cm, diameter 0,5 mm), plastik polietilen (PE) dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan prinsip potensiometri dengan cara mengukur potensial larutan CdCl₂ pembanding Ag/AgCl. Adapun tahapan penelitian yang dilakukan antara lain:

1. Preparasi larutan

- a. Pembuatan larutan bufer asetat pH 5
- b. Pembuatan larutan induk CdCl₂ 1 M
- c. Pembuatan Larutan Induk CdCl₂ 2 M
- d. Pembuatan larutan CdCl₂ dengan konsentrasi yang bervariasi yaitu 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M pH 5.
- e. Ekstraksi D2EHPA dengan larutan CdCl₂ 2M

2. Pembuatan ESI Kadmium tipe kawat berlapis
 - a. Pembuatan badan elektroda
 - b. Pembuatan membran ESI kadmium
 - c. Pembuatan elektroda selektif ion Cd tipe kawat berlapis
 - d. Optimasi komposisi membran
3. Uji Kualitas ESI kadmium
 - a. Faktor Nernst
 - b. Limit deteksi
 - c. Optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium kawat berlapis
 - d. Analisa kualitatif membran ESI kadmium dengan FTIR
4. Analisa Data
 - a. Perhitungan nilai faktor Nernst dan rentang konsentrasi linier (batas deteksi)
 - b. Perhitungan rata-rata nilai potensial
 - c. Perhitungan standar deviasi dan koefisien variasi

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi larutan

3.4.1.1 Pembuatan larutan bufer asetat pH 5

Bufet asetat dibuat dengan menambahkan larutan natrium asetat 0,2 M sebanyak 35,2 ml ke dalam larutan asam asetat 0,2 M sebanyak 14,8 ml dalam gelas kimia dan dikondisikan pada pH 5 menggunakan pH meter dengan cara menambahkan natrium asetat jika terlalu asam, dan ditambahkan asam asetat jika terlalu basa hingga dicapai pH 5. Selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

3.4.1.2 Pembuatan larutan induk CdCl_2 1 M

Larutan induk yang digunakan adalah larutan kadmium klorida 1M yang dibuat dari padatan CdCl_2 (BM=183,3 g/mol) sebanyak g dan dilarutkan ke dalam gelas kimia. Dikondisikan pada pH 5 dengan penambahan bufer asetat, kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

3.4.1.3 Pembuatan larutan induk CdCl₂ 2 M

Larutan induk CdCl₂ 2M dibuat dengan cara melarutkan padatan CdCl₂ sebanyak 183,3g ke dalam gelas kimia. Kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 50 ml dan dikondisikan pada pH 5 dengan bufer asetat kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas.

3.4.1.4 Pembuatan Larutan CdCl₂ dengan Konsentrasi 1x10⁻¹ - 1x10⁻⁸ M pH 5

Larutan CdCl₂ 1x10⁻¹, 1x10⁻² dan 1x10⁻³ M dibuat dari larutan induk CdCl₂ 1M dengan cara memipet masing-masing sebanyak 10 ; 1 dan 0,1 mL larutan induk ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambah sedikit akuades dan dikondisikan pada pH 5 dengan penambahan bufer asetat, kemudian dipindahkan dalam labu takar 100 mL secara kuantitatif dan diencerkan sampai tanda batas.

Larutan CdCl₂ 1x10⁻⁴, 1x10⁻⁵ dan 1x10⁻⁶ M dibuat dari larutan CdCl₂ 1x10⁻³ M, sedangkan Larutan CdCl₂ 1x10⁻⁷ dan 1x10⁻⁸ dibuat dari larutan CdCl₂ 1x10⁻⁶ M. Keduanya dibuat dengan prosedur yang sama seperti yang sebelumnya.

3.4.1.5 Ekstraksi D2EHPA dengan larutan CdCl₂ 2 M

Ekstraksi D2EHPA dilakukan agar D2EHPA yang akan digunakan akan jenuh dengan ion Cd²⁺ sehingga dapat digunakan untuk ionofor yang mampu menukarkan ion Cd²⁺ pada membran yang akan dibuat. Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan corong pisah ukuran 50 mL dengan menggunakan perbandingan 1:1 dimana D2EHPA 10 mL dan CdCl₂ 2M 10 mL sebanyak 4 kali ekstraksi.

3.4.2 Pembuatan ESI kadmium tipe kawat terlapis

3.4.2.1 Pembuatan badan elektroda

Kawat Pt dibersihkan dengan menggunakan amplas dengan ukuran 1000, kemudian kawat Pt harus dicuci dengan (HNO₃) pekat, aquades dan etanol 96% untuk menghilangkan kotoran dan lemak hingga bersih dan dikeringkan dalam oven pada temperatur ± 50 °C selama 30 menit. Kemudian dirangkai berdasarkan Gambar 3.1.

3.4.2.2 Pembuatan membran Cd

Metode pembuatan membran dilakukan dengan mencampurkan bahan-bahan membran yang terdiri dari polimer PVC, DBP ke dalam pelarut THF dan D2EHPA yang telah dijenuhkan dengan CdCl_2 2 M melalui ekstraksi. Perbandingan (%) yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 3.1 dengan menentukan harga $(d_e - d_m)$ sebagai parameter komposisi yang homogen. Komposisi homogen dan optimum akan menunjukkan harga $(d_e - d_m)$ yang mendekati nol atau yang terkecil, harga d_m ditunjukkan dengan Persamaan 3.1 [10].

$$d_m = W_{\text{pvc}} \cdot d_{\text{pvc}} + W_{\text{pemlastis}} \cdot d_{\text{pemlastis}} \quad (3.1)$$

dengan

W = % berat

d_e = Parameter kelarutan bahan aktif $(\text{kal.cm}^{-3})^{1/2}$. Harga parameter kelarutan bahan aktif membran (D2EHPA: $8,76 (\text{kal.cm}^{-3})^{1/2}$ dan pemlastis membran (DBP : $9,4(\text{kal.cm}^{-3})^{1/2}$.

d_m = Parameter kelarutan bahan pendukung membran $(\text{kal.cm}^{-3})^{1/2}$

d_{pvc} = Parameter kelarutan bahan PVC $(\text{kal.cm}^{-3})^{1/2} = 9,41 (\text{kal.cm}^{-3})^{1/2}$

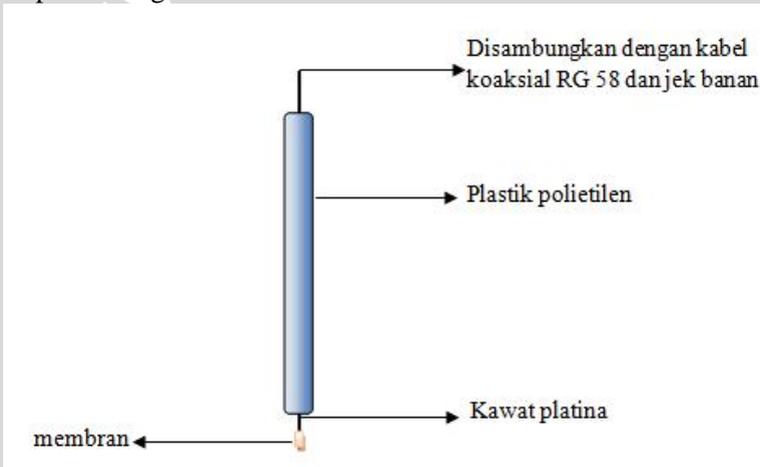
Dari perhitungan $(d_e - d_m)$ tersebut didapatkan kemungkinan komposisi membran yang homogen dan optimum ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Perbandingan % berat komposisi bahan pembentuk membran

Komposisi membrane	% Berat		
	D2EHPA	PVC	DBP
1	10	30	60
2	13	29	58
3	16	28	56

3.4.2.3 Pembuatan ESI kadmium tipe kawat terlapis

Pada pembuatan badan ESI yang telah dibuat sebelumnya selanjutnya dilanjutkan dengan cara melapiskan campuran membran pada ujung kawat Pt $\pm 1,5$ cm ke dalam campuran membran sampai membran menempel pada kawat Pt dengan rata. Setelah membran menempel, dilanjutkan dengan pengeringan kawat yang telah terlapisi membran pada suhu ruang (temperatur ± 25 °C) selama 30 menit kemudian dilanjutkan pemanasan dalam oven pada temperatur ± 50 °C selama 12 jam. Setelah itu, kawat Pt yang telah dilapisi tersebut didinginkan pada suhu ruang, lalu membran pada ESI dibilas dengan akuades dan dikeringkan pada suhu ruang. Gambar 3.1 merupakan rangkaian dari konstruksi ESI kadmium.



Gambar 3.1. Konstruksi ESI kadmium

3.4.2.4 Optimasi komposisi membran

Optimasi dilakukan untuk mengetahui berapa perbandingan komposisi membran yang optimum pada ESI kadmium tipe kawat terlapis menggunakan kawat Ag. Komposisi optimum membran ditentukan berdasarkan harga parameter kelarutan, dimana komposisi membran yang optimum adalah yang memiliki harga perbedaan parameter kelarutan antara bahan aktif D2EHPA, bahan pendukung membran DBP dan PVC yang paling mendekati nol yang menunjukkan bahwa membran tersebut homogen. Komposisi optimum membran dengan perhitungan $(d_e - d_m)$ ditunjukkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Perbandingan % berat komposisi membran ESI dengan perhitungan (d_e-d_m)

Komposisi membrane	% Berat			
	D2EHPA	PVC	DBP	(d_e-d_m)
1	10	30	60	0,291
2	13	29	58	0,5733
3	16	28	56	0,8556

Bahan-bahan pembentuk membran tersebut dilarutkan dengan THF dengan perbandingan 1: 3 b/v [23]. Dilakukan pengukuran potensial pada ESI dengan masing-masing komposisi membran pada sederetan variasi konsentrasi larutan CdCl_2 10^{-8} , 10^{-7} , 10^{-6} , 10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} dan 10^{-1} M. Masing-masing komposisi dilakukan sebanyak 3 kali set. Selanjutnya, dibuat grafik antara $-\log$ potensial yang terukur dengan konsentrasi larutan. Slope grafik yang linier yang mendekati harga faktor Nernst teoritis ($29,6 \pm 5$ mv/dekade konsentrasi) merupakan komposisi membran yang optimum untuk ESI kadmium yang dihasilkan[15].

3.4.3 Uji kualitas ESI kadmium

3.4.3.1 Faktor Nernst

Harga faktor Nernst dari suatu ESI sangat penting untuk ditentukan karena faktor ini menentukan apakah suatu ESI tersebut mengikuti persamaan Nernst atau tidak. Cara penentuannya adalah dengan cara menyiapkan sederet variasi konsentrasi larutan CdCl_2 10^{-8} , 10^{-7} , 10^{-6} , 10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} dan 10^{-1} M yang diperoleh dengan pengenceran larutan baku induk, selanjutnya diukur harga potensialnya dengan pH meter. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara E (mV) terhadap $-\log a_{\text{Cd}^{2+}}$. Grafik yang diperoleh merupakan garis linier pada selang konsentrasi tertentu dengan kemiringan sebesar $-2,303RT/nF$ yang merupakan harga faktor Nernst, sedangkan grafik yang berupa garis lurus menunjukkan daerah trayek pengukuran.

3.4.3.2 Limit deteksi

Limit deteksi dari ESI didapatkan dari perpotongan garis singgung pada fungsi garis lurus dengan garis melengkung dari kurva hubungan antara E (mV) terhadap $-\log a_{\text{Cd}^{2+}}$. Selanjutnya perpotongan kedua garis singgung tersebut ditarik ke bawah hingga diperoleh garis yang tegak lurus terhadap sumbu x dari garis tersebut dapat diketahui konsentrasi limit deteksi dari ESI [15].

3.4.3.3 Optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium kawat terlapis

Untuk menentukan optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium kawat terlapis dilakukan dengan cara merendam ESI Cd yang telah dilakukan sebelumnya pada 3.4.4.2 ke dalam CdCl_2 1M dengan variasi waktu 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70 dan 80 menit. Kemudian digunakan untuk mengukur potensial larutan uji CdCl_2 10^{-8} , 10^{-7} , 10^{-6} , 10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} dan 10^{-1} M pH 5. Selanjutnya dari harga potensial yang keluar ditentukan faktor Nernst-nya. Harga faktor Nernst dari tiap waktu perendaman yang mendekati harga faktor Nernst teoritis adalah waktu perendaman prakondisi yang optimum dari ESI kadmium[15].

3.4.3.4 Analisa kualitatif membran ESI kadmium dengan FTIR

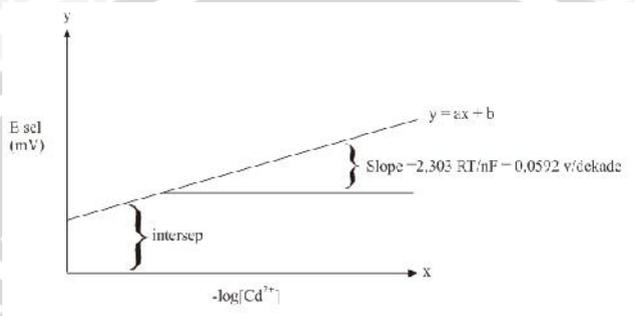
Analisa kualitatif dengan FTIR dilakukan dengan merekan spektra dari D2EHPA setelah dan sebelum dilakukan ekstraksi CdCl_2 2M dengan perbandingan 10 ml:10ml sebanyak 4 kali dengan pengocokan masing – masing 10 menit. Kemudian fasa organik yang berada di atas dipisahkan dan diukur spektra infra merahnya pada bilangan gelombang 4000–650 cm^{-1} dengan menggunakan spektrofotometri infra merah. Pengukuran kualitatif ini berfungsi untuk mengetahui keberadaan logam kadmium yang berada di dalam membran D2EHPA.

3.5 Analisa Data

3.5.1 Perhitungan nilai faktor Nernst, rentang konsentrasi linier (limit deteksi)

Faktor Nernst dari suatu elektroda menunjukkan sensitivitas dari elektroda dalam mendeteksi ion tertentu. Faktor Nernst di tentukan dari kurva hubungan antara potensial sel (E_{sel}) dengan $-\log$

[Cd²⁺] dari data potensial yang terukur pada variasi konsentrasi ion kadmium dimana aktivitas ion sebanding dengan konsentrasi larutan. Kurva hubungan antara E_{sel} dengan -log[kadmium] ditunjukkan pada Gambar 3.2



Gambar 3.2. Kurva hubungan antara E_{sel} dengan -log [Cd²⁺]

Dari kurva hubungan tersebut harga faktor Nernst ditunjukkan oleh slope (kemiringan) dari garis $y = ax + b$. Jika garis tersebut dianalogikan dengan Persamaan 3.2 [15].

$$E_{sel} = E^0 + 2,303 \frac{RT}{nF} \log [Cd^{2+}] \quad (3.2)$$

Keterangan :

E_{sel} = potensial sel yang terukur

E⁰ = potensial reduksi dari Cd

R = 8,314 J/mol.K

F = 96.500 C/mol

Maka didapatkan slope sebesar $-2,303RT/nF$, harga faktor Nernst untuk ion divalen (Cd²⁺ = bermuatan dua) sebesar 29,6 mV/dekade konsentrasi. Jika bilangan Nernst dari suatu elektroda mendekati harga faktor Nernst teoritis (29,6 mV/dekade konsentrasi) maka sensitivitas elektroda tersebut akan semakin tinggi[15].

Secara teoritis ESI optimum memiliki rentang konsentrasi linier diantara 1 M hingga 10⁻⁶ M, dimana rentang konsentrasi linier ini dinyatakan sebagai batas konsentrasi linier dari pengukuran ESI yang dinyatakan sebagai garis vertikal yang tepat berada pada batas konsentrasi dari kurva hubungan potensial sel (E_{sel}) terhadap -log [Cd²⁺]. Batas deteksi linier ini merupakan batas konsentrasi terkecil yang dapat direspon oleh elektroda dan ditentukan pada perpotongan antara daerah linier (masih memenuhi faktor Nernst) dan non linier (diluar persamaan Nernst) [15].

3.5.2 Perhitungan nilai rata-rata nilai potensial

Untuk menghitung rata-rata nilai potensial hasil pengukuran ESI kadmium terhadap masing-masing konsentrasi maka dapat dilakukan dengan menghitung harga \bar{x} menggunakan Persamaan 3.3 [24].

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3.3)$$

Keterangan :

\bar{x} = rata-rata nilai potensial

$\sum_{i=1}^n x_i$ = jumlah sampel

i = pengulangan ke- i

x_i = nilai potensial ke- i

n = jumlah pengulangan

3.5.3 Perhitungan standar deviasi dan koefisien variasi

Setelah dilakukan pengukuran potensial ESI kadmium dan dihitung harga rata-rata potensialnya, selanjutnya ditentukan ketelitian dari hasil pengukurannya yaitu dengan menghitung SD (standar deviasi) dan CV (koefisien variasi) dari percobaan ESI yang dilakukan. SD dan CV menunjukkan ketelitian dan presisi dari data yang didapat dimana semakin kecil standar deviasi (mendekati nol) maka data yang didapat semakin teliti, dan semakin kecil koefisien variasi (<5%) maka data yang diperoleh presisi. Standar deviasi dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 3.4, sedangkan koefisien variasi dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 3.5 [24].

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.4)$$

$$CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.5)$$

Keterangan :

x_i = nilai potensial ke i

\bar{x} = rata harga faktor Nernst

n = jumlah pengulangan

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan ESI Kadmium Tipe Kawat Terlapis

ESI kadmium tipe kawat terlapis adalah suatu metode analisis elektrokimia dengan menggunakan membran selektif ion sebagai sensor kimia yang digunakan untuk menentukan suatu konsentrasi ion kadmium secara kuantitatif dengan cepat, sederhana dan murah. ESI kadmium tipe kawat terlapis dibuat dengan melapisi kawat platina dengan berbagai variasi komposisi membran. Kontruksi ESI kadmium tipe kawat terlapis dapat dilihat pada Gambar 4.1.



(a) (b)
Gambar 4.1. Rangkaian pengukuran (a) dan kontruksi ESI bermembran D2EHPA (b)

Untuk membuat ESI kadmium ini mula mula dilakukan pembuatan membran yaitu dengan cara mencampurkan bahan – bahan membran yang terdiri dari PVC sebagai penyusun membran, DBP sebagai *plasticizer* dan D2EHPA yang telah dijenuhkan dengan Cd dengan komposisi yang telah di tentukan, kemudian diaduk dengan menggunakan stirer hingga homogen. Homogenitas campuran membran ditandai campuran bebas gelembung dan berwarna bening. Kemudian membran tersebut ditempelkan pada ujung kawat kontruksi ESI yang telah dibuat dengan cara mencelupkan hingga ujung ESI tersebut telah terlapis dan

dilanjutkan pengeringan di dalam oven dengan temperatur 50°C. Selanjutnya penyimpanan dapat dilakukan di dalam desikator untuk mencegah uap air masuk ke dalam membran.

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa ESI kadmium yang dibuat memiliki ukuran yang cukup kecil yaitu dengan diameter elektroda 0,5 cm dan diameter membran $\pm 0,3-0,5$ mm sehingga dari kontruksi tersebut dapat disimpulkan bahwa elektroda selektif ion yang dibuat merupakan kontruksi yang mudah dan sederhana serta mudah dalam perangkaian dan penggunaannya, baik dalam analisa didalam laboratorium maupun analisa lapang.

4.1.1 Optimasi komposisi membran ESI kadmium tipe kawat terlapis

Komposisi membran merupakan salah satu faktor penting yang menentukan kinerja ESI secara selektif terhadap ion tertentu. Pengukuran optimasi komposisi ini dapat menentukan kinerja optimum dari suatu ESI tersebut. Dalam penelitian ESI kadmium tipe kawat terlapis ini dilakukan variasi bahan aktif dari berbagai perbandingan komposisi membran untuk mendapatkan kinerja ESI dengan komposisi membran optimum dan memiliki sifat *Nernstian*.

Karakteristik membran ESI dipengaruhi oleh homogenitas dan hidrofobisitas dari bahan aktif yang digunakan. Bahan aktif yang digunakan perlu ditambahkan dengan ion yang spesifik untuk melakukan untuk penentuan ion tersebut, dalam hal ini ion yang berperan adalah Cd^{2+} . Cd^{2+} dijenuhkan ke dalam bahan aktif D2EHPA sehingga bahan aktif yang digunakan akan berisi oleh Cd dengan menggantikan gugus H^+ yang mana logam ini nantinya akan dapat bertukar dengan logam Cd^{2+} di dalam sampel. Ekstraksi dilakukan sebanyak 4 kali dengan menggunakan perbandingan 1:1 pada fasa air:fasa organik, dengan larutan $CdCl_2$ 1M sebagai fasa air sebanyak 10 mL, dan D2EHPA sebagai fasa organik sebanyak 10 mL.

Sebelum dilakukan ekstraksi dilakukan pengukuran pH awal sebelum ekstraksi dan sesudah ekstraksi pada fasa airnya. Hal ini bertujuan agar mengetahui terjadinya pertukaran ion Cd^{2+} dengan gugus H^+ pada D2EHPA dengan ditandai perubahan pH. Hasil yang didapatkan dari ekstraksi ini menunjukkan pH sebelum ekstraksi pada fasa air yaitu sebesar pH=5 dan pH sesudah ekstraksi sebesar

pH=0, dari data tersebut menunjukkan perubahan yang cukup signifikan sehingga menunjukkan bahwa logam Cd telah masuk ke dalam D2EHPA dan menggantikan gugus H⁺. Perubahan pH yang ditunjukkan menunjukkan perubahan yang drastis, hal ini dikarenakan jumlah Cd²⁺ di dalam CdCl₂ ini lebih sedikit daripada H⁺ pada D2EHPA.

Membran yang kurang hidrofob memungkinkan lepasnya bahan aktif ke larutan analit. Jika bahan aktif lepas maka mobilitas ion antar muka membran akan menurun sehingga ESI yang dibuat akan kurang selektif lagi. Pada percobaan ini dilakukan penelitian tentang pengaruh jumlah penambahan ionofor terhadap faktor Nernstnya. Penambahan ionofor berpengaruh terhadap banyaknya matrik penukar kation pada gugus OH pada D2EHPA yang mana gugus H⁺ dapat digantikan oleh Cd sehingga membuat membran semakin selektif. Tetapi jika terlalu banyak dapat membuat membran menjadi kurang homogen dikarenakan memiliki harga *de-dm* yang besar sehingga menyebabkan mudah rusak ketika membran ESI digunakan.

Pada penelitian ESI kadmium tipe kawat terlapis ini bahan penyusun membran terdiri dari bahan aktif membran yaitu D2EHPA, polimer PVC, dan pemlastis DBP dengan komposisi sesuai dengan Tabel 4.1. Campuran membran tersebut dilarutkan ke dalam THF dengan perbandingan 1:3. PVC memiliki fungsi agar kekuatan mekanik membran meningkat sehingga membran tidak mudah sobek, namun pada dasarnya PVC memiliki sifat kaku sehingga perlu ditambahkan pemlastis DBP agar PVC menjadi lentur dan lunak. Penambahan pemlastis DBP ini menyebabkan pergerakan rantai polimer semakin lentur dan fleksibel sehingga sifat konduktivitas dari membran akan semakin baik. Pemlastis DBP dapat menurunkan temperatur transisi gelas (T_g) dari PVC yang relatif tinggi yaitu 11°C.

Pada data Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa variasi komposisi membran dapat mempengaruhi homogenitas membran yang mana semakin banyak jumlah D2EHPA maka harga *de-dm* semakin besar, tetapi data pengukuran faktor Nernst menunjukkan sifat yang paling *Nernstian*. Hal ini dikarenakan semakin banyak jumlah D2EHPA yang ditambahkan maka matrik penukar ion Cd pada ionofor

sehingga akan semakin banyak sehingga Cd yang dapat ter-exchange di dalam membran juga akan semakin optimum [11].

Tabel 4.1 Pengaruh perbandingan komposisi penyusun membran terhadap harga faktor Nernst ESI kadmium tipe kawat terlapis

Komposisi membrane	% Berat			(d_e-d_m)	S (mV/dekade konsentrasi)	R^2
	D2EHPA	PVC	DBP			
1	10	30	60	0,291	$22,93x \pm 0,74$	0,983
2	13	29	58	0,5733	$23,1x \pm 0,435$	0,752
3	16	28	56	0,8556	$27,26x \pm 0,7085$	0,999

Pengaruh dari penambahan bahan aktif D2EHPA ditunjukkan oleh faktor Nernst yang paling *Nernstian* didapatkan dari pengukuran komposisi 3 dengan perbandingan 16:28:56 menunjukkan harga faktor Nernst sebesar 27,26 mV/dekade konsentrasi. Harga faktor Nernst ini cukup baik dimana harga faktor Nernst teoritis adalah sebesar $29,5 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi. Pada komposisi 3 ini didapatkan rentang konsentrasi linier sebesar 10^{-1} - 10^{-5} M atau 1,46-14600 ppm. Rentang ini cukup luas untuk dikatakan ESI yang optimum, hal ini di karenakan kemampuan matrik membran untuk menukarkan ion kadmium cukup banyak pada konsentrasi tinggi sehingga potensial akan terukur secara optimal pada konsentrasi besar, dan pada konsentrasi kecil. Matrik dari D2EHPA ini akan semakin sulit mengalami disosiasi karena ukuran ion kurang sesuai dengan matrik D2EHPA sehingga kurang selektif pada konsentrasi di bawah 10^{-5} M. Pada pengukuran komposisi 1 didapatkan faktor Nernst sebesar 22,93 dan komposisi 2 sebesar 23,1, data ini menunjukkan bahwa pada komposisi 1 dan 2 membran ESI yang digunakan masih belum optimum karena tidak berada pada rentang faktor Nernst yang diperbolehkan secara teoritis yaitu $29,5 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi sehingga komposisi tersebut tidak digunakan untuk pengukuran optimasi waktu perendaman yang akan ditentukan selanjutnya. Selain itu penambahan D2EHPA juga menambah kemampuan daya hantar listrik membran sehingga semakin banyak

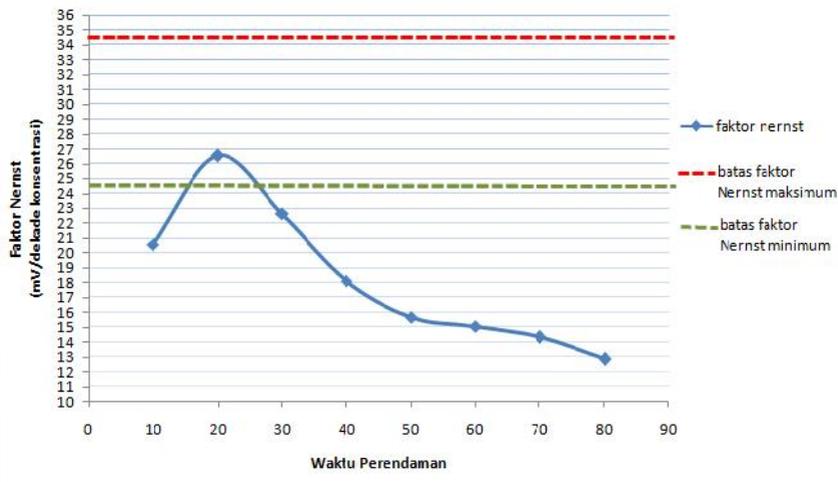
D2EHPA yang ditambahkan menyebabkan potensial yang terukur semakin optimum.

Selain itu pengukuran juga dianalisa dengan perhitungan standar deviasi dan koefisien variasi yang menunjukkan ketelitian dalam pengukurannya. Jika standar deviasi dan koefisien variasi semakin kecil maka data tersebut teliti dengan harga standar deviasi kurang dari 10 dan koefisien variasi kurang dari 5%. Data standar deviasi dan koefisien variasi yang didapatkan dari pengukuran ini yaitu komposisi 1 = $22,93x \pm 0,74$ dengan koefisien variasi 3,227 % ; komposisi 2 = $23,1x \pm 0,435$ dengan koefisien variasi 1,88 % dan komposisi 3 = $27,26x \pm 0,7085$ dengan koefisien variasi 2,599 %.

4.1.2 Optimasi waktu perendaman membran ESI kadmium tipe kawat terlapis

Salah satu faktor penting yang mempengaruhi sensitivitas ESI yaitu waktu perendaman. Penentuan optimasi waktu perendaman ini berfungsi agar didapatkan waktu yang sesuai dalam mengukur menggunakan ESI yang telah dibuat. Dalam prakondisi ini bertujuan agar permukaan dari membran yang digunakan sesuai dengan kondisi analit yang akan diukur, sehingga pengukuran akan lebih optimum. ESI kadmium tipe kawat terlapis merupakan suatu jenis ESI yang sistem elektroda pembanding dalamnya digantikan oleh konduktor elektronik yaitu kawat Pt ini bertindak sebagai elektroda pembanding dalam ketika ada air pada antar muka membran-logam sehingga dapat menimbulkan potensial listrik. ESI perlu diprakondisi (direndam) dalam larutan analit agar air bisa terdifusi ke antar muka membran-logam. Jumlah air yang ada pada antarmuka membran-logam harus mencukupi agar didapatkan ESI yang sensitif dan selektif terhadap ion yang disensornya.

Pada penelitian ini dilakukan waktu prakondisi perendaman membran ESI pada larutan CdCl_2 0,1 M dengan variasi waktu 10 hingga 80 menit kemudian dilakukan penentuan faktor Nernst pada konsentrasi 10^{-1} - 10^{-8} M. Prakondisi ini bertujuan untuk mengkondisikan membran dengan ion kadmium agar dengan mudah merespon ion kadmium dalam larutan analit serta dapat meningkatkan konduktivitas dan sensitivitas yang merata pada seluruh permukaan membran. Grafik hubungan antara waktu perendaman dengan harga faktor Nernst dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Hubungan antara faktor Nernst dan waktu perendaman untuk menentukan waktu perendaman optimum ESI kadmium tipe kawat terlapis.

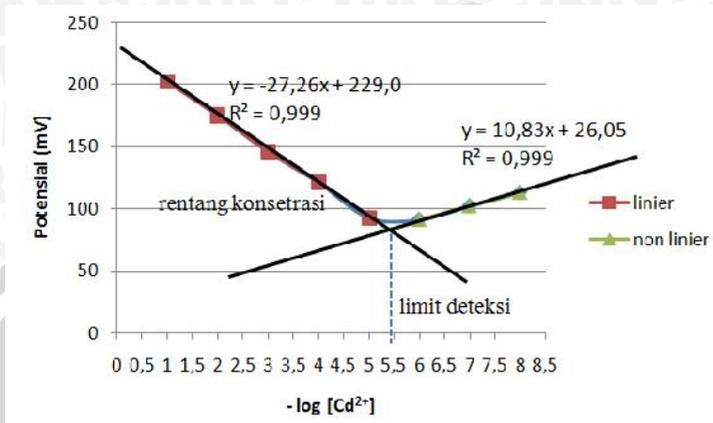
Dari data dalam Gambar 4.2 dapat jelaskan pada waktu optimasi perendaman 10 menit jauh dari faktor Nernst dengan harga faktor Nernst yang didapat sebesar 20,53 dengan R^2 sebesar 0,798, hal ini dimungkinkan pada saat perendaman pertama kali membran masih kering dan belum terkondisikan terhadap larutan kadmium sehingga matrik pada membran masih belum optimum untuk berdisosiasi dengan ion kadmium. Pada waktu perendaman 20 menit masih dalam rentang faktor Nernst yang diperbolehkan yaitu 26,53 dengan harga R^2 sebesar 0,999 pada rentang faktor Nernst $29,5 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi hal ini di karenakan membran telah terkondisi dengan baik sehingga ion Cd dapat melakukan disosiasi dengan baik. Dari grafik dapat dilihat bahwa semakin lama waktu perendaman membran ESI kadmium menyimpang jauh dari faktor Nernst yang diperbolehkan. Hal ini dapat di karenakan semakin lama waktu prakondisi perendaman membran telah jenuh sehingga disosiasi ion kadmium akan semakin lemah dan tidak menunjukkan potensial yang diinginkan, selain itu pada waktu perendaman 30 sampai 80 menit kemungkinan membran mengalami swelling sehingga pori-pori membran menjadi kecil dan sulit mendistribusikan ion-ionnya.

4.2 Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi Linier, dan Batas Deteksi

ESI memiliki karakter yang optimal untuk pengukuran jika menghasilkan faktor Nernst yang sesuai teoritis yaitu sebesar 29,5 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen, rentang konsentrasi linier luas dan limit deteksi rendah. Dari hasil pembuatan ESI kadmium tipe kawat berlapis didapatkan komposisi optimum dan waktu perendaman optimum yaitu komposisi 3 dengan perbandingan D2EHPA : PVC : DBP = 16 : 28 : 56 (% b/b) dengan waktu perendaman prakondisi 20 menit. Data potensial ESI kadmium tipe kawat berlapis pada komposisi dan waktu perendaman optimum ditunjukkan pada Tabel 4.2 dan penentuan limit deteksi dan rentang konsentrasi linier ESI kadmium tipe kawat berlapis ditunjukkan pada Gambar 4.3

Tabel 4.2. Data potensial ESI kadmium tipe kawat berlapis pada komposisi dan waktu perendaman optimum

[Cd ²⁺] M	-Log [Cd ²⁺]	Potensial ESI Kadmium (mV)			
		1	2	3	Rata - rata
1x10 ⁻¹	1	197	204	205	202
1x10 ⁻²	2	176	174	175	175
1x10 ⁻³	3	140	148	149	145,66
1x10 ⁻⁴	4	121	123	119	121
1x10 ⁻⁵	5	87	96	95	92,66
1x10 ⁻⁶	6	90	91	92	91
1x10 ⁻⁷	7	100	102	104	102
1x10 ⁻⁸	8	110	115	113	112,66
Faktor Nernst (mv/dekade konsentrasi)		27,5	26,7	27,6	27,26
Rentang Konsentrasi		1x10 ⁻⁵ – 1x10 ⁻¹ M atau 1,46 – 16400 ppm			
R ²		0,991	0,999	0,998	0,999
Batas Deteksi		4,265 x 10 ⁻⁶ M atau 0,47938 ppm			
Slope (Rata-rata)		27,26			
Simpangan Baku		0,708			
% Simpangan Baku		2,599 %			



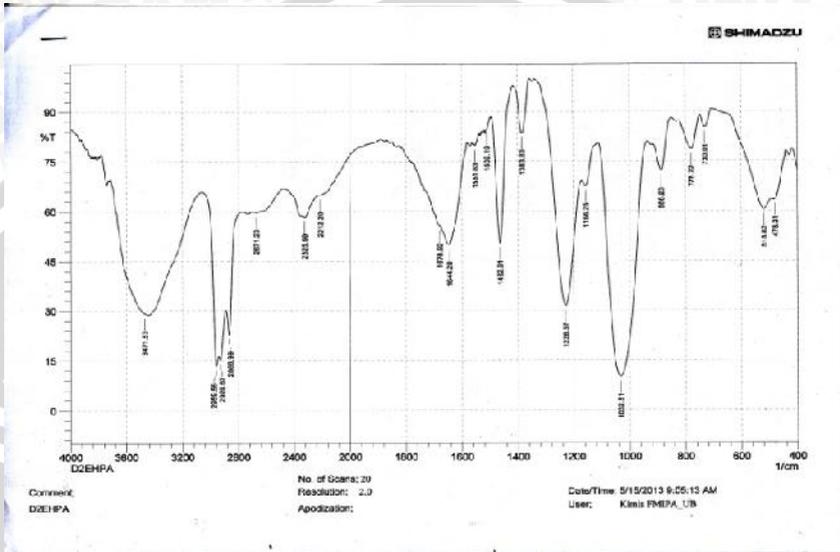
Gambar 4.3. Penentuan limit deteksi dan rentang konsentrasi linier ESI kadmium tipe kawat terlapis

Berdasarkan data dalam Tabel 4.2 faktor Nernst yang dihasilkan sudah mendekati teoritis yaitu 27,26 mV/dekade konsentrasi yang merupakan slope dari garis liniernya dengan R^2 mendekati 1 yaitu 0,999 yang menunjukkan adanya linieritas yang baik antara potensial sel (E_{sel}) yang dihasilkan dengan konsentrasi kation kadmium. Batas deteksi dari pengukuran ESI komposisi ini cukup baik yaitu sebesar $4,265 \times 10^{-6}$ M sehingga dapat dikatakan bahwa ESI ini cukup baik dengan rentang konsentrasi minimum 1×10^{-6} M. Dari data standar deviasi dan koefisien variasi dapat dilihat ketelitian pengukuran pada percobaan yaitu sebesar 0,708 dan 2,599 % sehingga dari data tersebut dapat disimpulkan bahwa data yang didapatkan dari pengukuran ESI kadmium komposisi 4 ini teliti dan presisi karena koefisien variasi tersebut tidak melebihi 5 % [24].

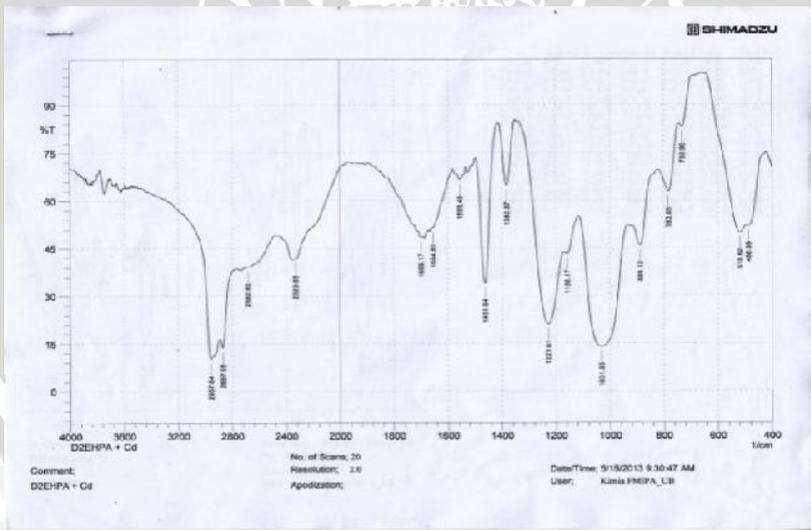
4.3 Analisis Kualitatif Membran ESI Kadmium dengan FTIR

Analisa kualitatif membran dapat digunakan dengan menggunakan analisa FTIR. FTIR ini adalah suatu metode yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul untuk menentukan struktur atau identifikasi gugus fungsi dari suatu senyawa dengan memanfaatkan radiasi elektromagnetik terhadap gugus fungsinya. Spektra IR dari D2EHPA sebelum ekstraksi (D2EHPA) ditunjukkan

pada Gambar 4.4 dan spektra IR D2EHPA (D2EHPA-Cd) setelah ekstraksi ditunjukkan pada Gambar 4.5.

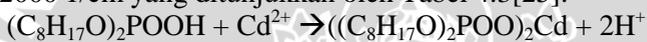


Gambar 4.4 Spektrum IR D2EHPA sebelum diekstraksi



Gambar 4.5 Spektrum IR setelah diekstraksi dengan CdCl_2

Pada percobaan ini dilakukan analisa FTIR pada bahan aktif membran saja, hal ini dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa D2EHPA yang akan digunakan untuk membuat membran telah mengandung kadmium yang didapatkan melalui proses ekstraksi menggunakan larutan CdCl₂ 2M. Setelah dilakukan ekstraksi ini pH awal fasa air adalah 5. Setelah di lakukan ekstraksi pH fasa air berubah menjadi 0 yang menunjukkan bahwa Cd²⁺ pada fasa air telah masuk pada gugus fosfat pada D2EHPA dan pada fasa air digantikan oleh H⁺ dari D2EHPA sehingga pH turun, seperti pada reaksi pada Gambar 4.6. Hal ini sesuai dengan hasil FTIR yang didapatkan yang menunjukkan perubahan serapan pada spektrum 3600 – 2000 1/cm yang ditunjukkan oleh Tabel 4.3[25].



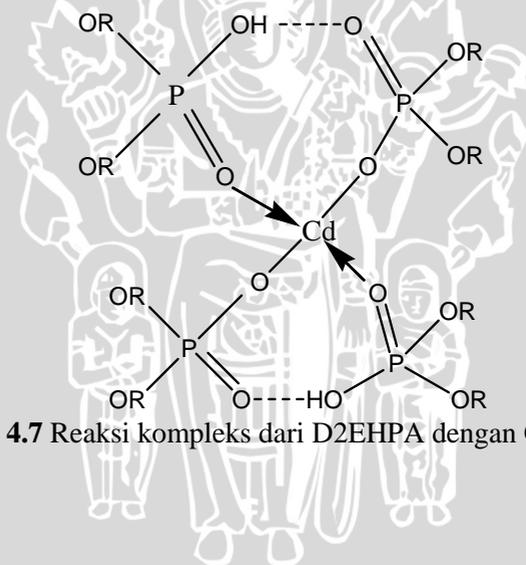
Gambar 4.6 Reaksi D2EHPA dengan Cd²⁺

Tabel 4.3 Data spektra FTIR dari D2EHPA sebelum dan sesudah dilakukan ekstraksi

Gugus Fungsi & Jenis Vibrasi	Daerah serapan (1/cm)	Bilangan Gelombang (1/cm)	
		D2EHPA sebelum ekstraksi	D2EHPA sesudah ekstraksi
O-H ikatan hidrogen	2000-3600	3472	-
C-H (Stretch)	2850-3000	2870-2960	2868-2958
-CH ₃ Alkana (bend. Sym)	1450 dan 1375	1384	1383
R-C-O eter (stretch alkil-aril eter)	1050 -1000	1033	1032
C-O-C(Stretch alkil-aril eter)	1280-1220	1228	1228
P=O (Stretch)	1210-1140	1156	1158
P-O (Stretch)	845-725	778	783

Dari Tabel 4.3 tersebut gugus OH dari D2EHPA yang ditunjukkan oleh daerah serapan 2000-3600 1/cm. Serapan ini ditunjukkan pada D2EHPA sebelum ekstraksi dengan bilangan gelombang sebesar 3472 cm^{-1} yang kemudian spektrumnya menjadi landai setelah ekstraksi, hal ini menunjukkan adanya perubahan ikatan pada H^+ yang berikatan dengan O-H ikatan hidrogen pada D2EHPA sehingga kemungkinan membentuk gugus $\text{O}-\text{Cd}^{2+}$.

Adapun ikatan yang terjadi antara D2EHPA dengan Cd yang ditunjukkan oleh Gambar 4.7. Dari Gambar 4.7 tersebut D2EHPA akan membentuk ikatan kompleks bersama ion Cd^{2+} , ion Cd^{2+} bertindak sebagai atom pusat dan D2EHPA bertindak sebagai ligan sehingga membentuk ikatan kompleks. Selain itu juga terdapat serapan C-H (2850-3000 1/cm) dan $-\text{CH}_3$ (1450 dan 1375 1/cm) dari struktur D2EHPA serta ikatan P=O (1210-1140 1/cm) dan P-O (845-725 1/cm) yang sesuai pada struktur D2EHPA.



Gambar 4.7 Reaksi kompleks dari D2EHPA dengan Cd^{2+}

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa komposisi membran menentukan sifat dasar ESI antara lain faktor Nernst, rentang konsentrasi linier luas, batas deteksi rendah dan dapat di ulang (reproducibile) dipengaruhi oleh hidrofobisitas dan homogenitas membran. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan komposisi yang memiliki sifat yang paling *Nernstian* adalah pada komposisi 3 dengan perbandingan komposisi % berat D2EHPA : PVC : DBP = 16 : 28 : 56 dengan faktor Nernst yang dihasilkan mendekati faktor teoritis sebesar 27,26 mV/dekade konsentrasi pada bufer pH 5, kisaran konsentrasi cukup luas yaitu 1×10^{-1} - 1×10^{-5} M dan batas deteksi rendah yaitu sebesar $4,265 \times 10^{-6}$ M dengan reproduibilitas baik ($SD=0,708$).

Waktu perendaman optimum didapatkan data perendaman yang masih bersifat *Nernstian* adalah pada 20 menit yang dilakukan dengan larutan $CdCl_2$ 0,1 M.

5.3 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai karakter ESI kadmium ini meliputi pengaruh parameter lain seperti waktu respon, usia pemakaian, pH, temperatur, dan ion asing .

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anonim., 2012, **Logam Berat**, <http://id.shvoong.com/exact-sciences/1921262-logam-berat/> diakses tanggal 24 januari 2013
- [2] Vogel., 1990, **Buku Text Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro**, Bagian I, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta
- [3] Rahman, Aditya., 2006., **Kandungan Logam Berat Timbal(Pb) dan Kadmium(Cd) pada Beberapa Jenis Krustasea Di Pantai Batakan dan Takisung Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan**, *Bioscientiae.*, Vol. 3(2): 93-101
- [4] Salbiah, Effendy D.L.P, Aman C, 2009, **Analisa logam Pb, Cd, Cu, dan Zn dalam Ketam Batu, dan Lohan Segar yang berasal dari Perairan Belawan Secara Spektrofotometri Serapan Atom**, Universitas Sumatra Utara
- [5] Buhlmann, P., M. Hayakawa, S. Yajima and Y. Emezawa 2001, **Co-Ion Interference for Ion-Selective Electrodes Based on Charge and Neutral Ionophores: A Comparison**, *Anal. Chem* 70, 4291-4304
- [6] Panggabean, A . Sentosa, 2001, **Thesis Pembuatan dan Karakterisasi Membran Elektroda Selektif Ion Cd²⁺ Kitosan Sebagai Sensor Kimia**, Program Pascasarjana Universitas Sumatra Utara, Medan
- [7] Anonymous¹. 2009. **Dibutyl Phtalat**. <http://chemicalland21.com>. Diakses tanggal 24 Januari 2013
- [8] Vijayendran, B.R., H. Benecke, J.D. Elhard and V.D. McGinnis. 2001. **Environmentally Friendly Plasticizers for Polyvinyl Chloride (PVC) Resins**. *Conference Proceeding Volume III*. Texas: Dallas
- [8] Marganof, 2003, **Potensi Limbah Udang Sebagai Penyerap logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan**, <http://rudycr.com/PPS702-ipb/07134/marganof.pdf>, tanggal akses : 18 Pebruari 2013

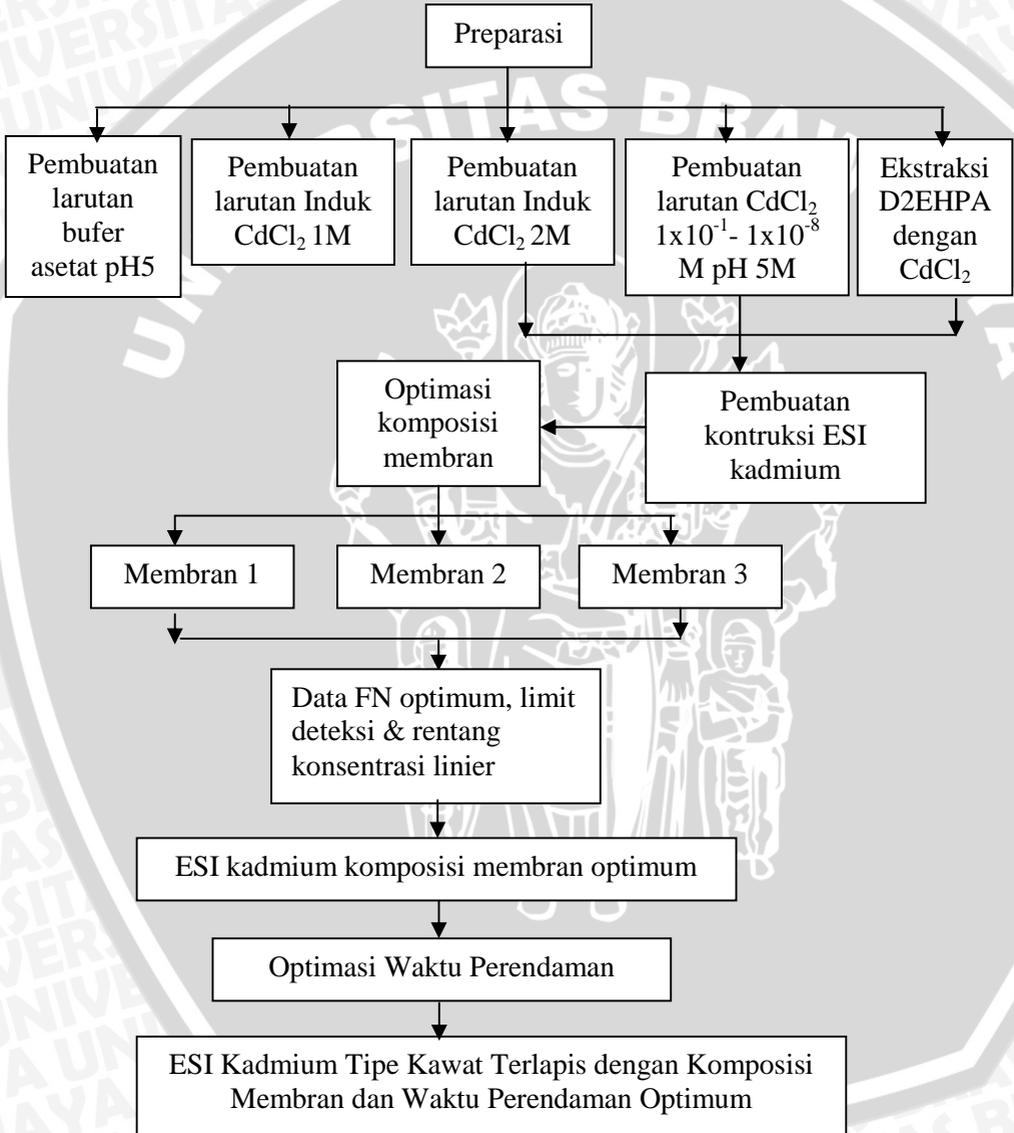
- [9] Anonymous², 2008, **Tetrahydrofuran**, <http://www.osha.gov/SLTC> / Diakses tanggal 24 Januari 2013.
- [10] Niesel, N.J and E.H. Hansen, 1976, **New Nitrate Ion Selective Electrodes Based Quarternary Ammonium Compound in Non Porous Polymer Membranes**, *Analytical Chimica Acta*, pp 1-16
- [11] Anonymous 3, 2012, **D2EHPA**, <http://www.chemorama.com/chemorex%20D2hepa.htm> 1, diakses tanggal 24 Januari 2013
- [12] Darmono, 1999, **Kadmium (Cd) Dalam Lingkungan dan Pengaruhnya Terhadap Kesehatan dan Produktivitas Ternak**, Balai Penelitian Veteriner, Bogor
- [13] Bailey, P L., (1976), "**Analysis with ion-selective electrodes**", Heyden and Sons, New York.
- [14] Buchan, (1983), **Pembuatan suatu elektroda spesifik bermembran dan penentuan besaran fisiko-kimianya**, Dirjen Dikti Dep. P&K
- [15] Morf W. E., (1991), **The principles of ion-selective electrodes and of membrane transport**, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam.
- [16] Gray. F. M., (1991), **Solid polymer electrolytes: fundamental and technological applications**, VCR Publisher, New York
- [17] Pranitis, D.M., M.T. Diaz and M.E. Meyerhoff. 1992. **Potentiometric Ion-, Gas-, and Bio-Selective Membrane Electrode**. *Anal. Chem*: 23, 163-186.
- [18] Vesely, J., Dalibor, W. And Karel, S., 1978, **Analysis With Ion Selective Electrode**, Ellis Hordwood limited Publisher, Chichester
- [19] Brian, M., 1997, **Ion Selective Electrode: Measurement Considerations**, <https://elchem.kaist.ac.kr/vt/chemed/echem/ise.htm>, diakses tanggal 24 Februari 2013
- [20] Wygladacs, K., 2005, **Solid-State Sensors**, Warsaw University of Technology, Department of Analytical Chemistry, Poland. <http://csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/solid.>, diakses pada tanggal 19 September 2012

- [21] Laksminarayanaiah, N., 1976, **Membranes Electrodes**, Academic Press, London
- [22] Anil, K.D.E., M. Schipad, S.M. Khopkar and R.A Chalmers, 1970, **Solvent Extraction of Metals**, Van Nostrand Reinhold Company, London.
- [23] Mulder, M., 1991, **Basic Principles of Membrane Technology**, Klewer Academic Publisher, London
- [24] Walpole, E Ronald, 1992, **Pengantar Statistika Edisi ke-3**, Penerbit PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta
- [25] Pavia, D.L., Lampman G.M., Kriz, George S., 2000, **Introduction to Spectroscopy**, Chengage Learning, Washington



LAMPIRAN

Lampiran A TAHAPAN KERJA A.1 Diagram Alir Penelitian



Lampiran B

PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN

B.1 Perhitungan dan Pembuatan Komposisi Membran D2EHPA

B.1.1 Komposisi membran 1 D2EHPA:PVC:DBP = 10 : 30 : 60

$$\text{Berat D2EHPA} = 10/100 \times 1 \text{ g} = 0,1 \text{ g}$$

$$\text{Berat PVC} = 30/100 \times 1 \text{ g} = 0,3 \text{ g}$$

$$\text{Berat DBP} = 60/100 \times 1 \text{ g} = 0,6 \text{ g}$$

Total komposisi membran 1 g + THF 3 mL (perbandingan THF = 1:3)

B.1.2 Komposisi membran 2 D2EHPA:PVC:DBP = 13 : 29 : 58

$$\text{Berat D2EHPA} = 13/100 \times 1 \text{ g} = 0,13 \text{ g}$$

$$\text{Berat PVC} = 29/100 \times 1 \text{ g} = 0,29 \text{ g}$$

$$\text{Berat DBP} = 58/100 \times 1 \text{ g} = 0,58 \text{ g}$$

Total komposisi membran 1 g + THF 3 mL (perbandingan THF = 1:3)

B.1.3 Komposisi membran 3 D2EHPA:PVC:DBP = 16 : 28 : 56

$$\text{Berat D2EHPA} = 16/100 \times 1 \text{ g} = 0,16 \text{ g}$$

$$\text{Berat PVC} = 28/100 \times 1 \text{ g} = 0,28 \text{ g}$$

$$\text{Berat DBP} = 56/100 \times 1 \text{ g} = 0,56 \text{ g}$$

Total komposisi membran 1 g + THF 3 mL (perbandingan THF = 1:3)

B.2 Pembuatan Larutan bufer asetat pH 5

Pembuatan larutan CH_3COOH 0,2 M

$$\begin{aligned} [\text{CH}_3\text{COOH}] &= \frac{\% \times \rho \times 1000}{\text{BM}} \\ &= \frac{100\% \times 1,05 \text{ kg/L} \times 1000}{60,05 \text{ g/mol}} \\ &= 17,456 \text{ M} \end{aligned}$$

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

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

$$V_1 = 1,143 \text{ mL}$$

Perhitungan dan Pembuatan Larutan Na-Asetat 0,2 M

$$\text{Mol Na-asetat} = M \times V$$

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

$$\begin{aligned}
 &= 0,03 \text{ mol} \\
 \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 82 \text{ g/mol} \\
 &= 1,64 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi berat CH_3COONa yang ditimbang sebesar 1,64 g. Sebanyak 14,8 mL larutan CH_3COOH 0,2 M ditambahkan 35,2 mL larutan CH_3COONa 0,2 M dan ditambahkan aquades hingga tanda batas. Pengukuran pada pH 5 menggunakan pH meter.

B.2 Pembuatan larutan CdCl_2

B.2.1 Larutan CdCl_2 1M dalam 100 mL

$$\begin{aligned}
 \text{Massa CdCl}_2 &= [\text{CdCl}_2] \text{ M} \times \text{Volume (L)} \times \text{Mr CdCl}_2 \text{ (g/mol)} \\
 &= 1\text{M} \times 0,1 \text{ L} \times 183,3 \text{ gr/mol} \\
 &= 18,33 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

B.2.1 Larutan CdCl_2 2M dalam 50 mL

$$\begin{aligned}
 \text{Massa CdCl}_2 &= [\text{CdCl}_2] \text{ M} \times \text{Volume (L)} \times \text{Mr CdCl}_2 \text{ (g/mol)} \\
 &= 2\text{M} \times 0,5 \text{ L} \times 183,3 \text{ gr/mol} \\
 &= 18,33 \text{ g}
 \end{aligned}$$

B.2.3 Pembuatan larutan CdCl_2 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M pH 5

Pembuatan larutan CdCl_2 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M pH 5 dapat dibuat dengan menggunakan rumus pengenceran bertingkat menggunakan persamaan $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

- Pembuatan larutan CdCl_2 1×10^{-1} M dari larutan CdCl_2 1 M

$$\begin{aligned}
 \text{Volume CdCl}_2 \text{ 1 M} &= (V_2, M_2) : M_1 \\
 &= (1 \times 10^{-1} \text{ M} \times 50 \text{ mL}) : 1\text{M} \\
 &= 5 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Ditambahkan bufer asetat ketika mengisikan ke dalam labu ukur $\pm 3/4$ volume labu ukur 50 mL dan dilakukan pengenceran dari rumus perhitungan yang samam untuk pembuatan larutan CdCl_2 1×10^{-2} - 1×10^{-8} M

Tabel B.1 Pembuatan larutan CdCl_2 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M pH 5

CdCl_2 yang di pipet (M)	Volume yang dipipet (mL)	CdCl_2 yang dihasilkan (M)
10^{-1}	5	10^{-2}
10^{-2}	5	10^{-3}
10^{-3}	5	10^{-4}
10^{-4}	5	10^{-5}
10^{-5}	5	10^{-6}
10^{-6}	5	10^{-7}
10^{-7}	5	10^{-8}

B.3 Perhitungan Batas Deteksi, Standar Deviasi dan % Koefisien Variasi

B.3.1 Komposisi 1

- Batas deteksi

$$-39,5x - 113,9 = 22,93x + 247$$

$$-39,5x - 22,93x = 247 + 113,9$$

$$-62,43x = 360,9$$

$$x = 360,9 / -62,43 = -5,7808$$

$$\text{anti log } -5,7808 = 1,65 \times 10^{-6}$$

- **Standar Deviasi**

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(22,8 - 22,93)^2 + (23,1 - 22,93)^2 + (22,9 - 23,93)^2}{3 - 1}}$$

$$= 0,74$$

$$CV = \frac{SD}{\text{Faktor Nernst rata - rata}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,74}{22,93} \times 100\%$$

$$= 3,227 \%$$

B.3.2 Komposisi 2

- Batas deteksi

$$-36,33x - 78,55 = 23,1x + 221,7$$

$$-36,33x - 23,1x = 221,7 + 78,55$$

$$-59,43x = 300,25$$

$$x = 300,25 / -59,43 = -5,0521$$

$$\text{anti log } -5,0521 = 8,87 \times 10^{-6}$$

- **Standar Deviasi**

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(22,5 - 23,1)^2 + (23 - 23,1)^2 + (23 - 23,1)^2}{3 - 1}}$$

$$= 0,43$$

$$CV = \frac{SD}{\text{Faktor Nernst rata - rata}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,43}{23,1} \times 100\%$$

$$= 1,88 \%$$

B.3.3 Komposisi 3

- Batas deteksi

$$-27,26x + 229 = -10,83x + 24,27$$

$$-27,26x - 10,83x = 24,27 - 229$$

$$-38,09x = -204,73$$

$$x = -204,73 / -38,09 = 5,37$$

$$\text{anti log } 5,37 = 4,26 \times 10^{-6}$$

- **Standar Deviasi**

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(27,5 - 27,26)^2 + (26,7 - 27,26)^2 + (27,6 - 27,26)^2}{3 - 1}}$$

= 0,7085

$$CV = \frac{SD}{\text{Faktor Nernst rata - rata}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,7085}{27,26} \times 100\%$$

= 2,599 %

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran C
DATA HASIL PENELITIAN

C.1 Penentuan Komposisi Optimum Membran ESI Kadmium Tipe kawat Terlapis

Tabel C.1.1 Penentuan komposisi optimum membran

Komposisi membrane	% Berat			$(d_e - d_m)$	S (mV/dekade konsentrasi)	R ²
	D2EHPA	PVC	DBP			
1	10	30	60	0,291	22,93x ± 0,74	0,983
2	13	29	58	0,5733	23,1x ± 0,435	0,752
3	16	28	56	0,8556	27,26x±0,7085	0,999

Tabel C.1.2 Hasil potensial komposisi membran 1

[Cd ²⁺] M	-Log [Cd ²⁺]	Potensial ESI Kadmium (mV)			
		1	2	3	Rata - rata
1x10 ⁻¹	1	226	227	228	227
1x10 ⁻²	2	198	199	200	199
1x10 ⁻³	3	172	171	174	172,33
1x10 ⁻⁴	4	160	162	163	161,66
1x10 ⁻⁵	5	131	130	132	131
1x10 ⁻⁶	6	132	136	133	133,66
1x10 ⁻⁷	7	140	141	143	141,33
1x10 ⁻⁸	8	210	213	215	212,66
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)		23,1	22,8	23,1	22,9
Kisaran Konsentrasi		1x10 ⁻⁵ – 1x10 ⁻¹ M atau 1,46 – 16400 ppm			
R²		0,986	0,979	0,983	0,983
Slope (Rata-rata)		22,9			
Simpangan Baku		0,74			
% Simpangan Baku		3,227 %			

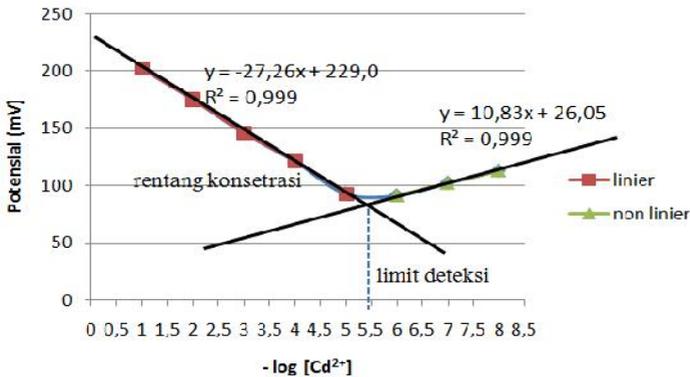
Tabel C.1.3 Hasil potensial komposisi membran 2

[Cd ²⁺] M	-Log [Cd ²⁺]	Potensial ESI Kadmium (mV)			
		1	2	3	Rata - rata
1x10 ⁻¹	1	204	233	232	223
1x10 ⁻²	2	181	146	148	158,33
1x10 ⁻³	3	162	122	121	135
1x10 ⁻⁴	4	134	112	110	118,66
1x10 ⁻⁵	5	115	135	132	127,33
1x10 ⁻⁶	6	120	153	155	142,66
1x10 ⁻⁷	7	143	182	183	169,33
1x10 ⁻⁸	8	235	206	205	215,33
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)		24,86	22,5	23	23
R²		0,996	0,565	0,565	0,752
Kisaran Konsentrasi		1x10 ⁻⁵ – 1x10 ⁻¹ M atau 1,460 – 16400 ppm			
Slope (Rata- rata)		23,1			
Simpangan Baku		0,435			
% Simpangan Baku		1,88 %			

Tabel C.1.4 Hasil potensial komposisi membran 3

[Cd ²⁺] M	-Log [Cd ²⁺]	Potensial ESI Kadmium (mV)			
		1	2	3	Rata - rata
1x10 ⁻¹	1	197	204	205	202
1x10 ⁻²	2	176	174	175	175
1x10 ⁻³	3	140	148	149	145,66
1x10 ⁻⁴	4	121	123	119	121
1x10 ⁻⁵	5	87	96	95	92,66
1x10 ⁻⁶	6	90	91	92	91
1x10 ⁻⁷	7	100	102	104	102
1x10 ⁻⁸	8	110	115	113	112,66
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)		27,5	26,7	27,6	27,26
Kisaran Konsentrasi		1x10 ⁻⁵ – 1x10 ⁻¹ M atau 1,46 – 16400 ppm			
R²		0,991	0,999	0,998	0,999
Batas Deteksi		4,265 x 10 ⁻⁶			
Slope (Rata- rata)		27,26			
Simpangan Baku		0,708			
% Simpangan Baku		2,59 %			

Gambar C.1.1 Grafik penentuan limit deteksi



C.2 Pengaruh Waktu Perendaman Terhadap Potensial ESI Kadmium Tipe Kawat Terlapis
Tabel C.2.1 Pengaruh waktu perendaman terhadap potensial ESI kadmium tipe kawat terlapis

-log [CdCl ₂]	10 menit (mV)			Rata - rata			20 menit (mV)			Rata - rata
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
	1	242	244	245	243,66	237	238	237	238	
2	211	214	216	213,66	209	212	209	212	211	210,66
3	174	178	175	175,66	185	184	185	184	182	183,66
4	195	198	204	199	158	155	158	155	161	158
5	147	150	148	148,33	134	132	134	132	129	131,66
6	175	186	187	182,66	153	152	153	152	159	154,66
7	198	209	204	203,66	178	176	178	176	172	175,33
8	197	239	133	189,66	192	195	192	195	193	193,33
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	20,6	220,4	20,6	20,53	25,7	26,9	25,7	26,9	27	26,53
R²	0,815	0,821	0,758	0,798	0,999	0,998	0,999	0,998	0,997	0,999

log [CdCl ₂]	30 menit (mV)			Rata - rata	40 menit (mV)			Rata - rata
	1	2	3		1	2	3	
8	194	196	193	194,33	134	135	136	135
7	164	163	166	164,33	120	119	118	119
6	132	138	135	135	96	95	98	96,33
5	113	116	115	114,66	81	80	79	80
4	106	105	107	106	63	64	65	64
3	107	105	106	106	128	129	130	129
2	139	145	146	143,33	111	110	113	111,33
1	167	165	166	166	138	140	139	139
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	22,7	22,9	22,3	22,63	18,1	18,1	18,1	18,1
R²	0,949	0,97	0,961	0,961	0,994	0,993	0,996	0,996

-log [CdCl ₂]	50 menit (mV)			60 menit (mV)			Rata - rata
	1	2	3	1	2	3	
1	133	129	130	130,66	130	127	128,33
2	91	89	90	89,66	114	112	113
3	76	77	78	77	98	97	98
4	70	72	74	72	82	83	83
5	61	60	62	61	68	71	68
6	61	60	62	61	71	70	71,33
7	82	83	84	89	89	87	88
8	99	102	103	101,3	107	105	107
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	16,5	15,5	15,2	15,69	15,6	14,1	15,06
R²	0,846	0,855	0,845	0,846	0,999	0,998	0,996

-log [CdCl ₂]	70 menit (mV)			Rata - rata	80 menit (mV)			Rata - rata
	1	2	3		1	2	3	
1	120	119	116	118,33	118	116	114	116
2	93	92	90	91,66	97	100	98	98,33
3	76	80	77	77,66	91	87	89	89
4	56	57	58	57	74	76	78	76
5	65	63	64	64	62	63	64	63
6	62	63	64	63	64	65	68	65,66
7	89	87	85	87	82	80	81	81
8	114	116	115	115	110	108	111	109,66
Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	14,7	14,7	13,6	14,33	13,5	13	12	12,83
R²	0,842	0,878	0,864	0,862	0,979	0,995	0,992	0,992

Tabel C.2.2 Pengaruh waktu perendaman terhadap harga faktor Nernst ESI kadmium tipe kawat terlapis

No	Waktu perendaman (menit)	Faktor Nernst rata-rata (mV/dekade konsentrasi)	Nilai Regresi
1	10	20,53	0,831
2	20	26,53	0,999
3	30	22,63	0,961
4	40	18,1	0,611
5	50	15,69	0,846
6	60	15,06	0,46
7	70	14,33	0,83
8	80	12,83	0,756