

**Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum  
dalam Pembuatan *Test Kit* Timbal**

SKRIPSI

Oleh:  
ELVANDA TIKA HARIAWAN  
145090207111007



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

repository.ub.ac.id

Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum dalam Pembuatan  
*Test Kit* Timbal

SKRIPSI

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

Oleh:  
ELVANDA TIKA HARIAWAN  
145090207111007



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



## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI


Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum dalam Pembuatan  
*Test Kit* Timbal


Oleh:  
ELVANDA TIKA HARIAWAN  
145090207111007

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal.....16 JUL 2018....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I


Pembimbing II

  
Dr. Hermin Sulistyarti  
NIP. 19640529 198802 2 001

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



Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Elvanda Tika Hariawan

NIM : 145090207111007

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

“Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum dalam Pembuatan *Test Kit* Timbal”

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 2018

Yang menyatakan,



(Elvanda Tika Hariawan)

NIM. 145090207111007

## Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum dalam Pembuatan *Test Kit* Timbal

### ABSTRAK

Timbal merupakan golongan logam berat yang beracun yang mudah terakumulasi oleh tubuh dan dapat menyebabkan penyakit serius bahkan kematian. Beberapa metode telah dilakukan untuk analisis timba baik kualitatif maupun kuantitatif. Metode analisis timbal yang sudah ada tidak bisa dilakukan oleh semua masyarakat karena memerlukan keahlian khusus, biaya mahal dan waktu yang tidak singkat. Belakangan ini telah dikembangkan metode analisis timbal yang mudah dan cepat yaitu *test kit* timbal. Pembuatan *test kit* yang didasarkan pada pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah. Kinerja *test kit* timbal dioptimasi terhadap kestabilan ditizon serta konsentrasi ditizon dan pH pembentukan senyawa kompleks Pb-ditizonat. Optimasi konsentrasi ditizon dilakukan dengan pengukuran absorbansi senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan spektroskopik-20 pada panjang gelombang maksimum 515 nm dengan waktu pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yaitu 5 menit. Konsentrasi ditizon yang diteliti adalah 20-40 ppm. Optimasi pH dilakukan dengan mengkondisikan timbal menggunakan NaOH 0,1 M untuk menghasilkan pH 7-9. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi optimum ditizon adalah 30 ppm dan pH optimum adalah 8. Pada konsentrasi ditizon optimum dan pH optimum tersebut, komparator warna *test kit* timbal yang dibuat dapat digunakan untuk mendeteksi konsentrasi timbal 1; 2-3; 4-5; 6-7; dan 8-10 ppm yang menunjukkan warna yang berbeda.

**Kata kunci:** Timbal , ditizon , optimasi, Pb(II)-ditizonat , *test kit*

## Optimization of Dithizone Concentration and pH for The Development of Lead Test Kit

### ABSTRACT

Lead is a toxic heavy metal group that is easily accumulated by human the body and can cause serious illness and even death. Several methods have been done for both qualitative and quantitative analysis. The existing methods for lead analysis cannot be done by all societies because they require certain expertise, expensive, and time consuming. Recently analytical method was developed for easier lead analysis, which is lead test kit. Optimization of the lead test kit was determined by the formation of Pb(II)-dithizonate complex that has a red color. The performance of test kit were stability complex as well as the concentration of dithizone and optimized pH complex suit to create a lead test kit. Optimization of dithizone concentration was done by measuring the absorbance using Spectronic-20 at maximum wavelength of 515 nm with time of formation is 5 minutes. Dithizone concentration studied in the range 20-40 ppm. Optimization of pH was done by adjusting complex solution using NaOH 0,1 M to produce various pH from 7-9. The experiment results showed that performed optimum absorbance of dithizone concentration is 30 ppm and optimum pH of 8. Under the obtained optimum conditions, the proposed test kit can be used to analyze the content of lead in the concentration range of 1; 2-3; 4-5; 6-7 dan 8-10 ppm that different color.

**Keywords:** Lead, dithizone, optimization, Pb(II)-dithizone, test kit



## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT dan segala limpahan rahmat serta hidayah-Nya sehingga skripsi **Penentuan Konsentrasi Ditizon dan pH Optimum dalam Pembuatan Test Kit Timbal** dapat terselesaikan dengan baik sebagai salah satu syarat dalam gelar sarjana sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen Pembimbing I sekaligus penasehat akademik atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, dukungan, kesabaran dan doa yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini dan telah memberikan bimbingan selama kuliah
2. Dr.Ir. Adam Wiryawan, MS selaku dosen Pembimbing II atas segala bimbingan, pengarahan, perl. hatian, dukungan, kesabaran dan doa yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
3. Drs. Budi Kamulyan, M.Sc selaku dosen penguji dan yang telah memberikan masukan serta saran yang diberikan kepala penulis untuk perbaikan naskah skripsi ini.
4. Masruri, S.Si.,M.Si.,Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia dan Dr. Ulfa Andayani, S.Si, M.Si selaku Sekretaris Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di laboratorium kimia.
5. Bapak, Ibu dan Adik tercinta yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
6. Teman-teman seperjuangan skripsi sianida, Elmia dan Sekar yang selama ini telah banyak membantu dan saling memberi motivasi setiap harinya.
7. Semua teman-teman di Jurusan Kimia angkatan 2014 dan segenap pihak atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, dengan kerendahan hati, penulis

mengharap kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Juni 2018

Penulis





**DAFTAR ISI**

<b>HALAMAN JUDUL</b>	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b>	ii
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b>	iii
<b>ABSTRAK</b>	iv
<b>ABSTRACT</b>	v
<b>KATA PENGANTAR</b>	vi
<b>DAFTAR ISI</b>	viii
<b>DAFTAR TABEL</b>	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Timbal	4
2.1.1 Sifat Timbal	4
2.1.2 Persenyawaan dan Kegunaan Timbal	4
2.1.3 Toksisitas Timbal	5
2.2 Ditizon	6
2.3 Kompleks Pb(II)-ditizonat	7
2.4 Metode Analisis Timbal	10
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	16
3.3 Tahapan Penelitian	16
3.4 Prosedur Kerja	17



3.4.1 Pembuatan Larutan	17
a. Preparasi Larutan Timbal Induk Pb(II) 100 ppm	17
b. Preparasi Larutan Stok Ditizon 100 ppm	17
c. Preparasi Larutan Basa	17
d. Preparasi Larutan Asam	17
3.4.2 Optimasi Metode	17
a. Penentuan Konsentrasi Ditizon Optimum	17
b. Penentuan Derajat Keasaman (pH) Optimum	18
c. Pembuatan Komparator Warna untuk <i>Test Kit</i> Timbal	18
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Penentuan Konsentrasi Ditizon Optimum	21
4.2 Penentuan Derajat Keasaman (pH) Optimum	24
4.3 Pembuatan Komparator Warna untuk <i>Test Kit</i> Timbal	26
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan	28
5.2 Saran	28
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	29
<b>LAMPIRAN</b>	33



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer	14
Tabel B.1.1	Pengenceran larutan Pb(II) konsentrasi 0,1-0,9 ppm dan 1-9 ppm.	35
Tabel B.2	Volume pengenceran ditizon untuk konsentrasi 20; 25; dan 30 ppm	36
Tabel C.1	Data hubungan Konsentrasi ditizon dengan absorbansi	37
Tabel D.1	Data hubungan pH dengan absorbansi	38
Tabel E.1	Data pengukuran konsentrasi timbal 0-10 ppm	39
Tabel E.2	Data perhitungan absorptivitas molar Pb <sup>2+</sup> dengan metode <i>test kit</i> timbal 1-5 ppm	41



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur ditizon	6
Gambar 2.2	Kesetimbangan tautomerik ditizon	7
Gambar 2.3	Kompleks logam-ditizon	8
Gambar 2.4	Reaksi yang terjadi antara ion Pb(II) dengan ligan ditizon	8
Gambar 2.5	Skema spektrofotometri UV/Vis	11
Gambar 2.6	Hubungan absorbansi terhadap konsentrasi	13
Gambar 2.7	Hubungan transmisi terhadap konsentrasi	13
Gambar 4.1	Pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat berdasarkan Teori Ikatan Valensi	20
Gambar 4.2	Model VSEPR senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat	21
Gambar 4.3	Grafik hubungan antara konsentrasi ditizon dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat	22
Gambar 4.4	Perbedaan intensitas warna optimasi konsentrasi ditizon menggunakan Pb(II) 6 ppm	22
Gambar 4.5	Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 20 ppm	23
Gambar 4.6	Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 25 ppm	23
Gambar 4.7	Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 30 ppm	23
Gambar 4.8	Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 40 ppm	23
Gambar 4.9	Grafik hubungan antara pH terhadap absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat	25
Gambar 4.10	Perbedaan intensitas warna optimasi pH	25



Gambar 4.11	Komparator warna <i>test kit</i> timbal konsentrasi 0-10 ppm	27
Gambar 4.12	Komparator warna <i>test kit</i> timbal konsentrasi 0-10 ppm	27
Gambar E.1	Kurva penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal 0-10 ppm	39
Gambar E.2	Kurva penentuan kisaran pengukuran konsentrasi timbal 1-5 ppm	40



**DAFTAR LAMPIRAN**

LAMPIRAN A	Diagram Alir Penelitian	33
LAMPIRAN B	Perhitungan dan Pembuatan Larutan	34
B.1	Larutan Timbal (II)	34
B.1.1	Larutan Induk Pb (II) 100 ppm	34
B.1.2	Pembuatan Larutan Pb(II) 10 ppm	34
B.2	Larutan Stok Ditizon 100 ppm	35
B.3	Larutan Natrium Hidroksida 0,1 M	36
B.4	Larutan Asam Nitrat 1 M	36
LAMPIRAN C	Penentuan Kosentrasi Ditizon Optimum	37
LAMPIRAN D	Penentuan Derajat Keasaman (pH) Optimum	38
LAMPIRAN E	Hasil Pengukuran absorbansi konsentrasi timbal	39
LAMPIRAN F	Dokumentasi Penelitian	42



## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Timbal (Pb) tergolong logam berat yang sangat beracun dan terdapat di udara yang biasanya ditemukan dalam bentuk oksidanya ( $Pb^{2+}$ ) [1]. Timbal merupakan bahan kimia golongan logam yang sama sekali tidak dibutuhkan oleh tubuh. Sumber utama pencemaran timbal di udara adalah dari emisi gas buang kendaraan bermotor. Partikel timbal yang terdapat pada asap kendaraan bermotor berukuran 0,02-1,00  $\mu m$ . Partikel yang sangat kecil ini memungkinkan terhirup dan masuk ke dalam tubuh dan terikat oleh darah. Selain itu timbal juga terdapat dalam limbah cair industri yang menggunakan timbal dalam proses produksinya, seperti industri pembuatan baterai, cat dan keramik. Pembuangan limbah cair termasuk pencemaran air dan tanah [2].

Timbal dapat masuk ke dalam tubuh yaitu dapat melalui absorpsi di kulit, absorpsi melalui saluran pernafasan dan absorpsi melalui saluran pencernaan [3]. Darah di dalam tubuh manusia memiliki fungsi yang sangat penting yaitu sebagai alat transportasi oksigen dan zat-zat yang dibutuhkan oleh tubuh. Ketika timbal (Pb) dalam darah dengan konsentrasi yang tinggi akan menghambat aktivitas enzim. Penghambatan aktivitas enzim akan terjadi melalui pembentukan senyawa antara logam berat dengan gugus sulfhidril (S-H) dari enzim [4]. Timbal dalam darah dapat mengganggu enzim oksidase dan akibatnya menghambat sistem metabolisme sel sehingga pertumbuhan juga akan terganggu [5]. Selain itu juga dapat mengakibatkan penurunan kecerdasan, memori jangka pendek dan gangguan pendengaran. Pada konsentrasi yang lebih tinggi, timbal bisa menyebabkan kerusakan otak permanen dan bahkan kematian [6].

Penelitian timbal dilakukan oleh Belay dan Tadesse (2014) menggunakan *atomic absorption spectrometry* (AAS) dalam penentuan kandungan Pb pada sampel rempah-rempah. *Limit of detection* (LOD) yang diperoleh cukup kecil yaitu 16  $\mu g/L$  [7]. Penelitian analisa kadar timbal dalam larutan maupun dalam sampel biologi juga dapat dianalisis dengan *inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS) [8] dan *inductively coupled plasma atomic emission spectrometry* (ICP-AES) [9]. Meskipun metode-metode ini relatif cepat dan selektif, namun

memerlukan waktu persiapan sampel yang lama, peralatan yang mahal, dan memerlukan kreatifitas [8,9]. Metode lainnya yaitu menggunakan metode spektrofotometri menggunakan kompleks 1,5-difenilkarbazon (ditizon). Metode ini diketahui lebih sederhana, cepat, dan memiliki LOD yang lebih rendah yaitu 10 µg/L dibanding metode yang digunakan Belay dan Tadesse (2014) [10].

Keterbatasan pengetahuan masyarakat yang kurang terhadap bahayanya logam berat terutama paparan logam timbal (Pb) timbal dalam darah mengakibatkan banyak keracunan timbal. Oleh karena itu, dibutuhkan metode analisis timbal yang mudah, cepat, dapat digunakan di lapang dan dapat mengetahui paparan timbal dalam air maupun sampel biologi. *Test kit* merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengetahui kadar suatu senyawa yang cukup akurat dan mudah dioperasikan dan digunakan oleh berbagai kalangan yang penggunaannya tidak membutuhkan listrik, dan perlengkapan khusus, murah, dan dapat digunakan untuk analisis lapang tanpa keahlian khusus [11]. Akan tetapi keberadaan *test kit* timbal di Indonesia harus diimport dahulu dan juga harganya mahal, sehingga tidak terjangkau oleh masyarakat

Oleh karena itu, pada penelitian ini difokuskan pada pembuatan *test kit* timbal dengan reagen yang digunakan adalah ditizon. Ditizon dipilih karena banyak digunakan karena dapat memberikan kompleks logam-ditizonat yang berwarna. Kompleks Pb(II)-ditizonat akan memberikan larutan berwarna merah. Pembuatan *test kit* timbal dibutuhkan optimasi terhadap beberapa faktor. Salah satunya jumlah timbal dan ditizon mempunyai perbandingan tertentu untuk mencapai kesetimbangan. Menurut reaksi kesetimbangan jumlah ditizon yang ditambahkan harus berlebih untuk memastikan timbal telah bereaksi sempurna, maka diperlukan penentuan konsentrasi ditizon optimum untuk membentuk senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang sempurna. kestabilan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat dipengaruhi juga oleh pH, karena senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat akan terbentuk pada pH tertentu. Oleh karena itu, diperlukan penentuan pH optimum pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat.

Reaksi pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat tersebut mempengaruhi kinerja *test kit* timbal, sehingga pada penelitian ini dilakukan pembuatan *test kit* yang kinerjanya dioptimasi terhadap pH



kestabilan pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat dan konsentrasi ditizon dalam pembuatan *test kit* timbal.

## 2.1 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan beberapa permasalahan yaitu :

1. Berapakah konsentrasi optimum ditizon dalam pembuatan *test kit* timbal?
2. Berapa derajat keasaman (pH) optimum dalam pembuatan *test kit* timbal?
3. Berapa kisaran konsentrasi timbal yang dapat diukur menggunakan *test kit* timbal?

## 3.1 Batasan Masalah

1. Timbal yang digunakan adalah timbal nitrat ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ )
2. Panjang gelombang yang digunakan adalah 515 nm
3. Pelarut ditizon yang digunakan adalah kloroform
4. Waktu reaksi yang digunakan adalah 5 menit

## 4.1 Tujuan Penelitian

1. Menentukan konsentrasi optimum ditizon dalam pembuatan *test kit* timbal
2. Menentukan derajat keasaman (pH) optimum dalam pembuatan *test kit* timbal
3. Menentukan kisaran konsentrasi timbal yang dapat diukur menggunakan *test kit* timbal

## 5.1 Manfaat Penelitian

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

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Timbal

##### 2.1.1 Sifat Timbal

Timbal (Pb) merupakan golongan logam berat golongan IV A, dan periode ke 6 dalam tabel periodik. Mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan berat atom (BA) 202,2 g/mol. Logam ini berwarna kelabu kebiruan dan lunak dengan titik didih 1.620 °C dan titik leleh 327 °C. Timbal (Pb) akan menguap dan membentuk oksigen dalam udara berbentuk timbal oksida pada suhu 550-600 °C. Kerapatan timbal lebih besar dibandingkan dengan logam-logam biasa kecuali emas dan raksa. Timbal (II) adalah bentuk timbal oksida paling umum. Pb sangat rapuh dan mudah mengkerut pada pendinginan, mudah larut dalam air panas, air dingin, asam nitrit, asam asetat dan asam sulfat pekat. Timbal merupakan penghantar listrik yang tidak baik [5].

##### 2.1.2 Persenyawaan dan Kegunaan Timbal

Sebagian besar timbal di alam merupakan kombinasi dengan sejumlah mineral-mineral, seperti anglesit ( $\text{PbSO}_4$ ), cersusit ( $\text{PbCO}_3$ ), galenit ( $\text{PbS}$ ), wulfenit ( $\text{PbMnO}_4$ ), crocoite ( $\text{PbCrO}_3$ ), pyromorphite [ $\text{PbCl}_2 \cdot 3\text{Pb}(\text{PO}_4)_2$ ], minium ( $\text{PbO}_4$ ) dan juga dalam bentuk garam-garam sulfo, silikat, vanadate, arsenat, dan lain-lain [12].

Logam timbal dapat masuk ke lingkungan perairan melalui limbah kegiatan industri yang menggunakan timbal sebagai bahan bakunya seperti pabrik aki, gelas, pemoles keramik, semen, korek api, ban, cat pelindung logam. Pencemaran logam timbal dalam perairan dan juga tanah juga dapat dihasilkan dari kegiatan pertambangan, peleburan logam dan korosi saluran air. Pencemaran udara yang disebabkan oleh Pb dapat berasal dari hasil dari pembakaran bahan bakar bensin yang menghasilkan senyawa Pb terutama  $\text{PbBrCl}$  dan  $\text{PbBrCl} \cdot 2\text{PbO}$  [13].

Timbal oksida ( $\text{PbO}_4$ ) dan logam timbal dalam industri baterai digunakan sebagai bahan aktif dalam pengaliran arus elektron. Alloy Pb yang mengandung 1% stibium (Sb) biasanya digunakan sebagai kabel telepon [1]. Persenyawaan logam timbal juga digunakan untuk warna kuning pada kosmetik yaitu  $\text{PbCrO}_4$ . Timbal digunakan dalam cat pada rumah-rumah, patri dengan timbal banyak digunakan dalam pipa, dan

timbal berupa gasoline juga banyak digunakan sebelum bahayanya ditemukan [14].

### 2.1.3 Toksisitas Timbal

Timbal adalah ion logam berat yang bersifat toksik yang mudah terakumulasi dalam organ manusia karena mudahnya ion logam Pb berikatan dengan gugus fungsi yang terdapat pada protein, karbohidrat dan lemak. Hal ini dapat mengakibatkan gangguan sistem hematopoetik, sistem saraf pusat, sistem saraf tepi dan ginjal [15]. Pb yang masuk ke dalam tubuh kita sebagian akan diadsorpsi oleh saluran pencernaan sekitar 5-10 % dari jumlah yang tertelan, sekitar 5 % dari 30 % yang terserap melalui pernafasan akan tinggal di dalam tubuh. Timbal yang tinggal tersebut akan menggumpal terutama di skeleton (90-95 %) [4].

Timbal yang masuk ke dalam tubuh akan menghambat aktivitas enzim yang terjadi melalui pembentukan senyawa antara timbal dengan gugus S-H enzim [5]. Hal tersebut disebabkan karena gugus S-H mudah berikatan dengan ion-ion logam berat yang masuk ke dalam tubuh. Akibatnya daya kerja yang dimiliki enzim menjadi sangat berkurang atau sama sekali tidak bekerja. Keadaan seperti ini dapat merusak sistem metabolisme. Ion logam  $Pb^{2+}$  dapat menggantikan  $Ca^{2+}$  (kalsium) yang terdapat pada jaringan tulang. Selain itu, pada wanita hamil, timbal dapat melewati plasenta dan kemudian ikut masuk dalam sistem peredaran darah janin dan selanjutnya setelah bayi lahir timbal dikeluarkan dari air susu [1].

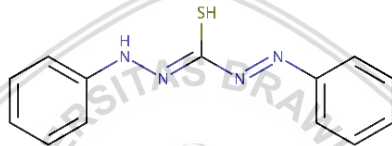
Penelitian yang mempelajari pengaruh kronis toksisitas Pb pada anak umur 6-7 tahun yang menunjukkan bahwa berdasarkan analisis konsentrasi Pb diatas 24 ppm dan dibawah 6 ppm, dikategorikan sebagai kandungan Pb tinggi dan rendah. Hasil tes menunjukkan bahwa anak yang kandungan Pb dalam giginya tinggi ternyata kecerdasan (IQ) lebih rendah dari pada yang konsentrasi Pb rendah [16].

Berdasarkan beberapa penelitian di beberapa negara, diperkirakan sekitar seperempat sampai setengah poin IQ hilang untuk setiap kenaikan 0,01 ppm (1  $\mu\text{g}/\text{dL}$ ) timbal darah selama tahun-tahun prasekolah untuk anak-anak yang memiliki kadar timbal darah di kisaran 0,1-0,2 ppm (10-20  $\mu\text{g}/\text{dL}$ ) [17,18]. Pada penduduk perkotaan kadar Pb darah adalah perkotaan sebesar 0,2 ppm (20  $\mu\text{g}/\text{dL}$ ), sedangkan pada penduduk pedesaan hanya sebesar 0,15 ppm (15  $\mu\text{g}/\text{dL}$ ) [10]. Waktu paruh Pb kurang lebih 25 hari, pada jaringan lunak 40 hari sedangkan

pada tulang 25 tahun [17]. Konsentrasi normal kadar timbal dalam darah menurut WHO adalah 0,1-0,25 ppm (10 – 25  $\mu\text{g/dL}$ ). Sedangkan batas konsentrasi timbal di dalam air minum yang diizinkan menurut WHO adalah 0,01 mg/L [19].

## 2.2 Ditizon

Ditizon mempunyai struktur  $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$  (Gambar 2.1) dan mempunyai berat molekul 256,33 g/mol. Ditizon ( $\text{H}_2\text{Dz}$ , 1,5-diphenylthiocarbazone, 3-mercapto-1,5-diphenylformazane) merupakan salah satu reagen organik yang paling banyak digunakan pada metode spektrofotometri [19]. Ditizon bereaksi dengan Mn, Fe (II), Co, Ni, Cu, Zn, Pd, Ag, Cd In, Sn (I), Te, Pt, Au Hg, Tl, Pb, Bi dan Po. [21].

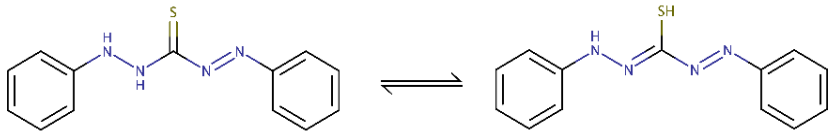


**Gambar 2.1.** Struktur ditizon [22]

Senyawa ini berwujud padatan hitam-lembayung yang tidak larut dalam air pada  $\text{pH} < 7$ , larut dalam air deionisasi, membentuk larutan oranye dari anion  $\text{HDz}$ . Sebagai asam lemah, ditizon di dalam air terionisasi dengan konstanta asam ( $K_a = 2,8 \cdot 10^{-5}$ ). Ditizon larut dalam tetra klorida ( $\text{CCl}_4$ ), kloroform ( $\text{CHCl}_3$ ), hidrokarbon dan alkohol serta akan memberikan warna hijau. Kelarutan ditizon dalam  $\text{CCl}_4$  sebesar 0,5 mg/mL sedangkan pada kloroform 20 mg/mL. Senyawa ini baik untuk penentuan logam dalam kuantitas kecil. Kompleks ditizon dengan logam Co, Ni, Pb, Tl, dan Cd stabil pada kondisi netral [19].

Kompleks dapat terbentuk dengan baik tergantung pada kation yang bereaksi dengan ditizon, karena ditizon memiliki dua bentuk tautomer yaitu tioketo dan tiol yang berada pada kesetimbangan tautomerik yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 [23].

Ditizon (difeniltiokarbazon) telah dikenal sebagai salah satu senyawa pengkelat efektif untuk banyak ion logam menggunakan spektrofotometer. Ditizon telah banyak digunakan untuk prakonsentrasi ion logam berat renik sebagai agen pengkelat. Kelemahannya metode ini memerlukan penggunaan pelarut organik toksik [19].

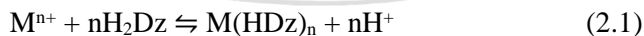


**Gambar 2.2** Keseimbangan tautomerik ditizon [23]

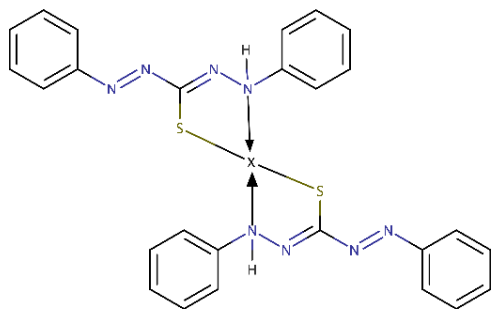
### 2.3 Kompleks Pb(II)-ditizonat

Timbal (Pb) merupakan logam divalen yang bersifat antara “hard acid” dan “soft acid” sehingga mampu berikatan dengan ligan dari suatu “complexing agent” yang bersifat basa membentuk senyawa-senyawa kompleks yang stabil. Beberapa contoh “complexing agent” yang dapat membentuk kompleks dengan timbal antara lain ditizon, kupferon, NaDDtc dan lain-lain. Timbal akan lebih mudah berikatan dengan “complexing agent” yang mengandung gugus sulfur atau nitrogen. [24]. Ion-ion logam pada umumnya tidak larut dalam pelarut organik non polar. Agar ion logam dapat terekstrak ke dalam pelarut organik non polar, maka ion logam tersebut diubah menjadi bentuk molekul yang tidak bermuatan dengan pembentukan kompleks. Senyawa kompleks adalah senyawa dengan ion logam sebagai atom pusat bersenyawa dengan ion atau molekul yang memiliki pasangan elektron bebas sebagai ligan dengan ikatan kovalen koordinasi [25].

Ditizon berfungsi sebagai asam monoprotik ( $pK_a = 4,7$ ) sampai pHnya mencapai 12. Ditizonat logam primer ( $M(HDz)_n$ ) terbentuk berdasarkan reaksi 2.1 [26].

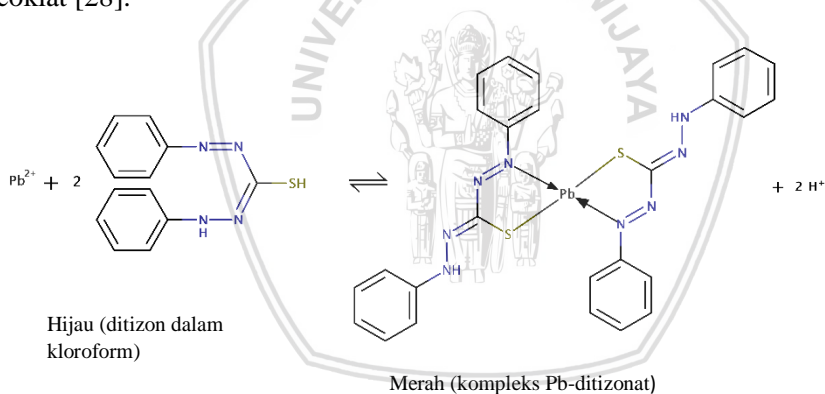


Ditizon memiliki dua atom hidrogen aktif yang dapat disubstitusi dengan kation. Selain itu, ditizon juga memiliki atom donor elektron yaitu sulfur dan nitrogen yang dapat bereaksi dengan kation sehingga ditizon akan berikatan dengan logam-logam dan membentuk kompleks ditizonat reaksi yang terjadi antara logam (X) dengan ditizon dapat dilihat pada Gambar 2.3 [27].



**Gambar 2.3** Kompleks logam-ditizon [27]

Ditizon merupakan salah satu reagen yang sangat sensitif dengan jumlah logam dalam satuan mikrogram. Ditizon cenderung teroksidasi menjadi difeniltiokarbadiazon ( $S=C(N=NC_6H_5)_2$ ) yang tidak dapat berikatan dengan logam dan tidak dapat larut dalam ammonia, tetapi larut dalam pelarut organik yang menghasilkan larutan berwarna hijau atau coklat [28].



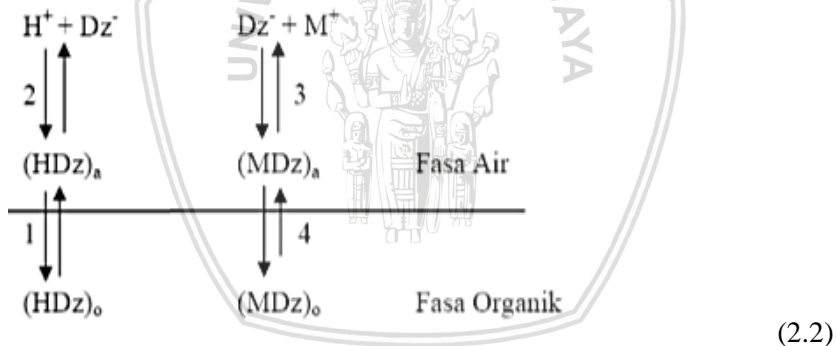
**Gambar 2.4** Reaksi yang terjadi antara ion Pb(II) dengan ligan ditizon [25]

Timbal dapat dideteksi oleh ditizon dengan sensitivitas dan selektivitas yang tinggi dalam suasana basa [29]. Pada suasana asam, terjadi kompetisi antara ion  $Pb^{2+}$  dengan  $H^+$  untuk berikatan dengan ditizon. Apabila  $H^+$  berikatan dengan ditizon maka akan terbentuk asam ditizonat sedangkan apabila  $Pb^{2+}$  berikatan dengan ditizon akan terbentuk kompleks ditizon- $Pb^{2+}$  yang tidak stabil. Sedangkan pada suasana basa, ion  $OH^-$  akan berikatan dengan salah satu ion  $H^+$  pada ditizon sehingga

membentuk anion ditizonat. Bentuk anion ini akan membentuk kompleks yang stabil dengan  $Pb^{2+}$ . Kompleks  $Pb(II)$ -ditizonat memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang 520 nm [30]. Ditizon akan membentuk kompleks dengan ion logam  $Pb^{2+}$  membentuk kompleks berwarna merah dalam suasana basa. Hal ini menunjukkan ditizon memberikan sensitivitas terhadap logam timbal. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.4. Ditizon digunakan untuk ekstraksi dan untuk penentuan kolorimetri ion logam timbal [31].

Kompleks  $Pb(II)$ -ditizonat tidak larut dalam air dan determinasinya membutuhkan ekstraksi dalam kloroform atau karbon tetraklorida terlebih dahulu. Berdasarkan stoikiometri, kompleks  $Pb(II)$ -ditizon terbentuk dengan mereaksikan 1 mol  $Pb(II)$  dengan 2 mol ditizon [10].

Proses ekstraksi khelat  $Pb(II)$ -ditizonat terdiri dari empat tahap kesetimbangan, masing-masing dengan konstanta kesetimbangan. Tahap-tahap ini diilustrasikan dalam reaksi 2.2.



Tahap pertama, senyawa khelat (HDz) didistribusikan diantara fasa air dan fasa organik. Selanjutnya, reagen dalam fasa air mengalami ionisasi. Tahap selanjutnya, ion logam khelat dengan anion reagen saling bereaksi membentuk molekul yang tidak bermuatan. Kemudian, khelat didistribusikan diantara fasa air dan organik. Adanya warna khas untuk setiap senyawa kompleks ditizonat memungkinkan penggunaan ditizon dalam analisis kuantitatif maupun kualitatif ion logam tertentu. Selektifitas reaksi logam dengan ditizon dipengaruhi oleh pH larutan dan konsentrasi ditizon [25]. Pengukuran kadar ion Pb hasil ekstraksi dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

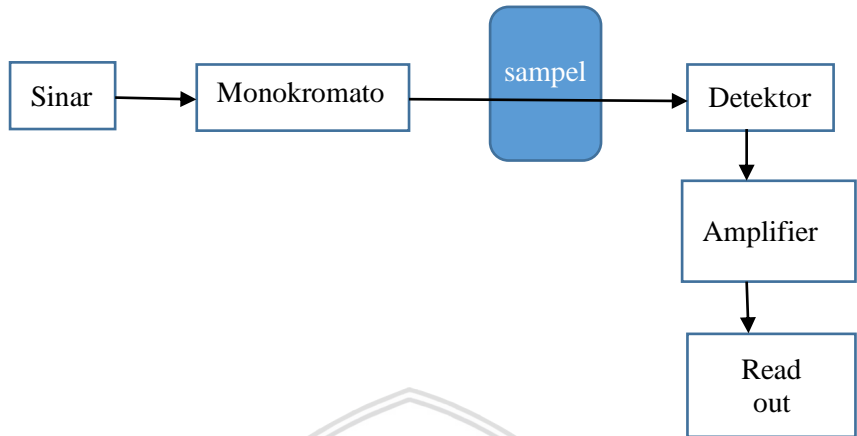
## 2.4 Metode Analisis Timbal

Metode analisis untuk menentukan logam timbal baik dalam material anorganik maupun dalam lingkungan perairan telah banyak dilakukan, diantaranya spektrofotometri serapan atom (SSA), namun penggunaan SSA memakan waktu yang lama dan rumit pada proses preparasi sampelnya [7]. Dengan demikian karena ada kekurangan dalam penggunaan spektrofotometri serapan atom (SSA), maka dikembangkan metode penetapan logam timbal dengan kolorimetri dan spektrofotometri sinar tampak [32].

Metode kolorimetri merupakan analisis kuantitatif yang didasarkan pada keadaan dimana perubahan warna larutan tergantung pada konsentrasi komponen pembentuk larutan. Metode ini dapat digunakan untuk penentuan komponen zat warna atau komponen yang belum berwarna dengan menggunakan reagen yang dapat memberikan perubahan warna pada komponen yang dianalisis. Syarat pewarnaan ini antara lain warna yang terbentuk harus stabil, reaksi pewarnaan harus selektif, larutan harus transparan, kesensitifannya tinggi, ketepatan ulang tinggi, warna yang terbentuk harus merupakan fungsi dari konsentrasi. Keuntungan metode kolorimetri yaitu memberikan hasil yang lebih tepat pada konsentrasi rendah dan lebih sederhana dibandingkan prosedur titrimetri ataupun gravimetri. Selain itu metode kolorimetri mempunyai keunggulan untuk penetapan rutin dari beberapa komponen dalam sejumlah sampel yang serupa sehingga dapat dilakukan dengan cepat [33].

Metode spektrofotometri adalah metode pengukuran yang didasarkan pada absorpsi cahaya pada panjang gelombang tertentu melalui suatu larutan yang mengandung kontaminan yang ditemukan konsentrasinya. Salah satu metode spektrofotometri yaitu spektrofotometri sinar tampak. Sinar tampak merupakan sinar yang dapat dilihat oleh mata manusia. Pada spektrofotometri sinar tampak pengukurannya didasarkan pada absorpsi panjang gelombang 400-800 nm dan memiliki energi sebesar 299-149 kJ/mol [33]. Warna yang terdapat pada spectrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer dapat dilihat pada Tabel 2.1 [32]. Persyaratan larutan yang harus dipenuhi untuk absorpsi sinar tampak adalah larutan yang diukur harus berwarna. Oleh karena itu, metode spektrofotometri sinar tampak disebut juga metode kolorimetri [33].





**Gambar 2.5** Skema spektrofotometri UV/Vis

Komponen Spektrofotometer UV/Vis adalah sebagai berikut [33].

a. Sumber cahaya

Sumber cahaya pada spektrofotometer harus memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitasnya tinggi. Sumber cahaya pada spektrofotometer UV/Vis ada dua macam yaitu Lampu Tungsten (Wolfram) dan Lampu Deuterium. Lampu Tungsten (Wolfram) digunakan untuk mengukur sampel pada daerah tampak (400-800 nm). Sedangkan lampu deuterium dipakai pada panjang gelombang 190-380 nm.

b. Monokromator

Monokromator adalah alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan komponen panjang gelombang tertentu. Bagian-bagian monokromator, yaitu prisma, grating (kisi difraksi), celah optis dan filter.

c. Wadah Sampel

Wadah sampel berfungsi sebagai tempat meletakkan sampel - UV, VIS dan UV-VIS menggunakan kuvet sebagai tempat sampel. Kuvet biasanya terbuat dari kuarsa atau gelas.

d. Detektor

Detektor mengkonversi sinyal sinyal menjadi elektrik. Idealnya, akan memberikan respon linier di atas range lebar dengan sedikit pengganggu dan sensitifitas tinggi. Spektrofotometer umumnya terdiri dari *photomultiplier tube detector* atau *photodiode detector*.

e. Amplifier

Suatu pengganda (amplifier) membuat isyarat listrik memadai untuk dibaca.

f. Sumber baca

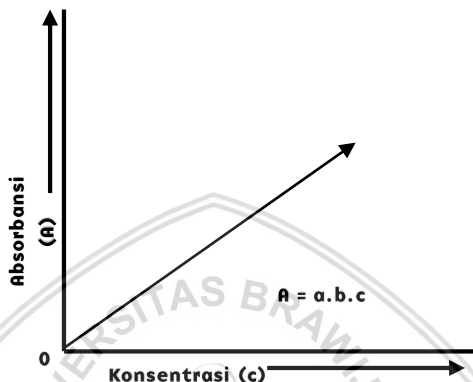
Suatu system baca pada mana diperagakan besarnya isyarat listrik.

Prinsip kerja dari spektrofotometri ini adalah jumlah cahaya yang diabsorpsi oleh larutan sebanding dengan konsentrasi kontaminan dalam larutan. Dimana cahaya/energi bila mengenai elektron-elektron kontaminan, maka elektron akan tereksitasi dari keadaan dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi, eksitasi elektron-elektron ini, direkam dalam bentuk spektrum yang dinyatakan sebagai panjang gelombang dan absorbansi, sesuai dengan jenis elektron-elektron yang terdapat dalam molekul yang dianalisis. Makin mudah elektron-elektron bereksitasi makin besar panjang gelombang yang diabsorpsi, makin banyak elektron yang bereksitasi makin tinggi absorbansi. Prinsip ini dijabarkan dalam Hukum Lambert-Beer yang menghubungkan absorbansi cahaya dengan konsentrasi pada suatu bahan yang mengabsorpsi. Persamaan Hukum Lambert-Beer dapat dilihat pada persamaan 2.1 [33].

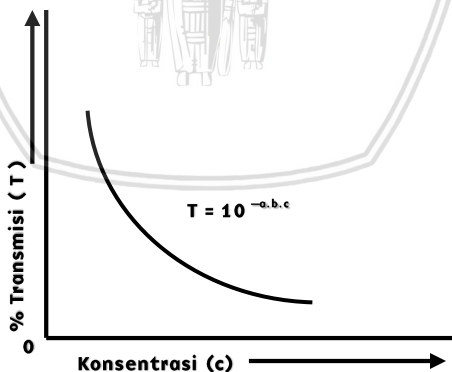
$$A = \log \frac{I_{in}}{I_{out}} = \frac{1}{T} = a \times b \times c \quad (2.1)$$

Dimana A adalah absorbansi,  $I_{in}$  adalah intensitas cahaya yang masuk,  $I_{out}$  adalah intensitas cahaya yang keluar, T adalah transmitansi, a adalah tetapan absorptivitas molar, b adalah tebal sampel, sedangkan c adalah konsentrasi pada suatu bahan yang mengabsorpsi. Apabila absorbansi (A) dihubungkan terhadap konsentrasi (c) untuk tebalnya (b) cm, maka akan menghasilkan garis lurus dengan lereng ab dalam daerah

dimana hukum Lambert-Beer berlaku seperti pada Gambar 2.5. Garis lurus yang dihasilkan tidak selalu diperoleh melalui titik nol (titik awal). Hal ini disebabkan oleh faktor-faktor kimia dan fisika[33]. Bila transmisi (T) dihubungkan terhadap konsentrasi (c) pada kondisi yang sama akan dihasilkan kurva eksponen, tetapi kurva log T terhadap c adalah garis lurus dengan lereng seperti pada Gambar 2.6 [33].



Gambar 2.6 Hubungan absorbansi terhadap konsentrasi [33]



Gambar 2.7 Hubungan transmisi terhadap konsentrasi [33]

**Tabel 2.1** Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer [32]

Panjang Gelombang (nm)	Warna yang Diserap	Warna Komplementer
400-435	Lembayung	Kuning-Hijau
435-480	Biru	Kuning
480-490	Hijau-Biru	Jingga
490-500	Biru-Hijau	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Kuning-Hijau	Lembayung
580-595	Kuning	Biru
595-610	Jingga	Hijau-Biru
610-750	Merah	Biru-Hijau

Penentuan kadar timbal juga dapat dilakukan dengan menggunakan pengompleks Alizarin Red S (ARS) yang banyak digunakan sebagai reagen untuk penentuan dari sejumlah logam. ARS digunakan untuk mengikat ion logam dibawah kondisi yang tepat dan struktur ARS bisa membentuk cincin kompleks dengan ion logam. Senyawa kompleks Pb-ARS ini dibuat dengan mereaksikan larutan  $Pb^{2+}$  dengan larutan ARS pada pH 4-12. Nilai penyerapan maksimum tergantung dari pH yang digunakan. Masing-masing larutan dengan pH yang berbeda diukur pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Pada reaksi ion  $Pb^{2+}$  dengan ARS terbentuk larutan kompleks kelat berwarna kuning [34].

Penentuan kadar timbal lainnya dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri menggunakan kompleks 1,5-difeniltiokarbazon (ditizon) dengan adanya larutan misel yaitu cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) yang memungkinkan untuk Pb(II)-ditizonat dapat larut dalam media berair. Ditizon (0,005%) yang digunakan akan dilarutkan dalam 2-propanol. Komposisi stokiometri khelat yang terbentuk adalah 1:2 (Pb(II)-ditizon) dalam waktu satu menit dan stabil selama 24 jam

pada suhu ruang. Kompleks Pb(II)-ditizonat yang dihasilkan memberikan warna merah dan dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 500 nm. Metode ini memberikan nilai LOD sebesar 10  $\mu\text{g/L}$  yang diketahui lebih sederhana dan cepat [10].



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

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

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrometri 20, neraca analitik, gelas arloji, gelas kimia, tabung reaksi, corong pisah, botol semprot, labu ukur, pipet volume, pipet tetes, pipet ukur, batang pengaduk, kamera digital, pH meter dan pH-universal (Merck).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (Merck)(Jerman),  $\text{NaOH}$  p.a,  $\text{HNO}_3$  p.a. (Merck)(Jerman), ditizon (Merck)(Jerman), kloroform (Merck)(Jerman), akuadem (Hydrobatt), dan akuades.

#### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahap pelaksanaan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pengumpulan alat dan bahan
2. Pembuatan Larutan
  - a. Pembuatan larutan stok  $\text{Pb}(\text{II})$  100 ppm
  - b. Pembuatan larutan dithizon 40 ppm
  - c. Pembuatan larutan larutan basa
  - d. Pembuatan larutan asam
3. Optimasi metode
  - a. Penentuan konsentrasi ditizon optimum
  - b. Penentuan pH optimum
  - c. Pembuatan komparator warna

### 3.4 Prosedur Kerja

#### a. Pembuatan Larutan Induk Pb(II) 100 ppm

Larutan induk Pb(II) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,01599 gram  $\text{PbNO}_3$  dalam labu takar 100 mL menggunakan akuadem hingga tanda batas. Larutan Pb(II) dengan konsentrasi yang lebih rendah dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk ke dalam volume yang sesuai.

#### b. Pembuatan Larutan Stok Ditizon 100 ppm

Larutan dithizon 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,0100 g dalam 100 mL kloroform. Larutan ditizon dengan konsentrasi yang lebih tinggi atau lebih rendah dibuat dengan cara melarutkan ditizon dengan perbandingan massa sesuai konsentrasi yang diinginkan. Larutan ditizon yang lebih rendah dapat dibuat dengan cara mengencerkan larutan stok 100 ppm.

#### c. Pembuatan Larutan Basa

Larutan NaOH 0,1 M dibuat dengan melarutkan 0,4000 g kristal NaOH dalam 100 mL akuadem.

#### d. Pembuatan Larutan Asam

Larutan  $\text{HNO}_3$  1 M dibuat dengan mengencerkan 7 mL larutan asam nitrat pekat (65%) 14,4 M. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi aquadem kemudian diencerkan hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan  $\text{HNO}_3$  1 M.

### 4.1. Optimasi Metode

#### a. Penentuan Konsentrasi Ditizon Optimum

Penentuan konsentrasi ditizon dilakukan dengan cara mereaksikan 1 mL larutan Pb(II) 6 ppm, 0,2 mL larutan ditizon 40 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya ditambahkan kloroform sebanyak 7,8 mL. Fasa organik dipisahkan menggunakan corong pisah. Kemudian larutan diukur absorbansinya menggunakan spektrometri pada panjang gelombang maksimum 515 nm dan waktu 5 menit. Blanko yang digunakan adalah pelarut yang sesuai dengan diberikan perlakuan yang sama. Konsentrasi ditizon divariasikan dari 20 ppm; 25 ppm; 30 ppm dan 40 ppm. Konsentrasi ditizon optimum adalah konsentrasi yang

memberikan nilai absorbansi tertinggi dan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

### **b. Penentuan Derajat Keasaman (pH) Optimum**

Penentuan pH optimum senyawa timbal dilakukan dengan cara mengondisikan timbal nitrat 1-10 ppm pada pH 7, 8 dan 9 menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{NaOH}$ . Kemudian mereaksikan larutan timbal nitrat 1-10 ppm sebanyak 1,0 mL dan 0,2 mL larutan ditizon optimum. Selanjutnya ditambahkan kloroform sebanyak 7,8 mL. Fasa organik dipisahkan menggunakan corong pisah. Kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrometri 20 pada panjang gelombang maksimum 515 nm dan waktu 5 menit. pH optimum merupakan pH yang memberikan intensitas warna tinggi dan absorbansi optimum.

### **c. Pembuatan Komparator Warna *Test Kit* Timbal**

Pembuatan komparator warna *test kit* dilakukan pada kondisi optimum sebelumnya yaitu panjang gelombang, waktu pengukuran dan pelarut ditizon yang digunakan sebelumnya. Konsentrasi larutan timbal 1-10 ppm dengan interval 1 ppm. Kisaran konsentrasi timbal yang dapat diukur adalah larutan yang memberikan perbedaan warna atas konsentrasi timbal yang berbeda. Hasil deret warna yang diperoleh segera difoto untuk dijadikan komparator warna.



## BAB IV

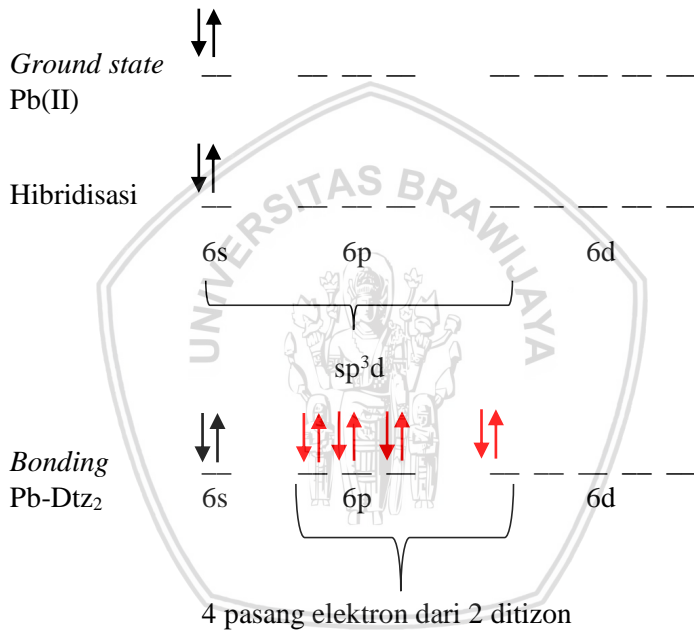
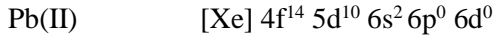
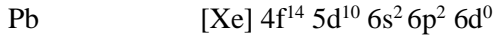
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk menentukan konsentrasi optimum ditizon dan pH optimum pada pembuatan *test kit* timbal yang bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif kandungan timbal dalam sampel biologi maupun limbah industri. Analisis timbal didasarkan pada pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah pada suasana basa, dimana intensitas warna proporsional terhadap konsentrasi timbal.

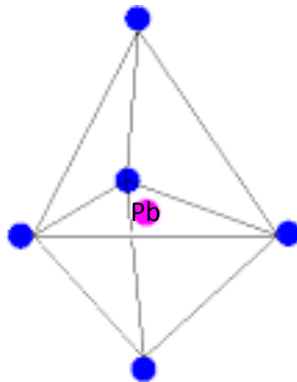
Pada penelitian sebelumnya menyatakan bahwa panjang gelombang ditizon dalam kloroform 606 nm. Sedangkan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat mempunyai panjang gelombang 515 nm dan terbentuk pada waktu optimum 5 menit [35]. Panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran absorbansi senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat merupakan panjang gelombang dari warna komplementer senyawa Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah yaitu hijau yang mempunyai panjang gelombang kisaran 490-550 nm. Pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah sesuai dengan reaksi yang terjadi seperti pada Gambar 2.4 dimana ditizon di dalam kloroform yang berwarna hijau jika direaksikan dengan timbal(II) maka akan membentuk senyawa kompleks berwarna merah [30].

Pembentukan kompleks Pb(II)-ditizonat (Gambar 2.4) dapat dijelaskan melalui Teori ikatan Valensi. Pada keadaan dasar logam Pb memiliki konfigurasi  $[Xe] 4f^{14} 5d^{10} 6s^2 6p^2 6d^0$ . Pada ion Pb(II) terdapat dua elektron subkulit p yang terlepas, sehingga ion Pb(II) memiliki konfigurasi  $[Xe] 4f^{14} 5d^{10} 6s^2 6p^0 6d^0$  sehingga terdapat orbital kosong  $6p^0$  dan  $6d^0$  pada ion Pb(II) yang dapat diisi oleh pasangan elektron ligan ditizon sehingga membentuk ikatan kovalen koordinasi. Dua mol ligan ditizon akan menyumbangkan empat pasang elektron yang masing-masing mengisi tiga orbital sub kulit p dan satu orbital subkulit d. Atom yang berfungsi sebagai donor elektron pada ion Pb(II)-ditizonat adalah atom sulfur dan atom nitrogen dari ditizon. Dengan demikian, terjadi hibridisasi tipe  $sp^3d$  pada senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat. Pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat berdasarkan Teori Ikatan Valensi dapat dilihat dalam Gambar 4.1. Kondisi Pb(II)-ditizonat menurut model VSEPR (*Valence Shell Electron-pair Repulsion*)

dideskripsikan sebagai konfigurasi dengan bentuk geometri trigonal bipiramidal (Gambar 4.2).



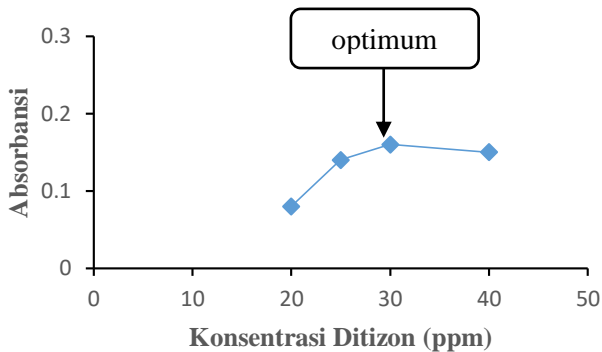
**Gambar 4.1** Pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat berdasarkan Teori Ikatan Valensi



**Gambar 4.2** Model VSEPR senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat

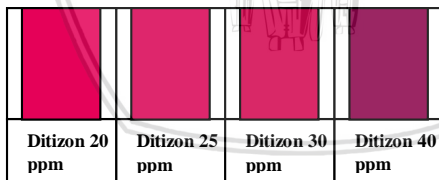
#### 4.1. Penentuan Konsentrasi Ditizon Optimum

Penentuan konsentrasi optimum ditizon dilakukan untuk memastikan bahwa semua ion Pb(II) telah bereaksi dengan ditizon membentuk kompleks senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang sempurna. Khan, dkk [10] menyatakan bahwa perbandingan mol timbal dan ditizon adalah 1 : 2. Perbandingan mol tersebut menunjukkan bahwa satu mol ion Pb(II) dapat mengikat dua mol ligan ditizon. Akan tetapi, menurut reaksi kesetimbangan jumlah ditizon yang ditambahkan harus berlebih untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk dan memastikan ion timbal telah bereaksi seluruhnya. Pengukuran secara spektrofotometri dilakukan pada panjang gelombang maksimum 515 nm dan waktu optimum 5 menit dengan konsentrasi timbal 6 ppm dan variasi konsentrasi ditizon 20, 25, 30, dan 40 ppm, sehingga diperoleh hasil pada Gambar 4.3. Hasil penelitian diketahui terjadi peningkatan nilai absorbansi pada konsentrasi ditizon 20, 25, dengan absorbansi maksimum pada 30 ppm dan absorbansi relatif konstan pada konsentrasi 40 ppm. Dari Gambar 4.3 ditizon dengan konsentrasi 20 ppm belum mencukupi untuk ion timbal bereaksi seluruhnya membentuk senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat, hal ini menyebabkan nilai absorbansinya lebih rendah daripada 25 dan 30 ppm. Sedangkan ditizon dengan konsentrasi 40 ppm terjadi penurunan absorbansi hanya 0,01 Au (6,25 %) sehingga absorbansi relatif konstan.



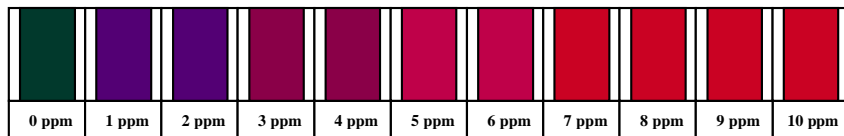
**Gambar 4.3** Grafik hubungan antara konsentrasi ditizon dengan absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat

Selain dari absorbansi, konsentrasi ditizon juga dapat ditentukan melalui intensitas warna senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah. Intensitas warna yang diperoleh dengan penambahan ditizon 20, 25, 30 dan 40 ppm yaitu seperti pada Gambar 4.4. Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diamati warna merah dari kompleks Pb(II)-ditizonat semakin meningkat pada ditizon dengan konsentrasi 20-30 ppm. Sedangkan pada ditizon konsentrasi 40 ppm warna merah memudar yang dapat dipastikan ditizon yang ditambahkan terlalu banyak sehingga menghasilkan warna ungu kemerahan.

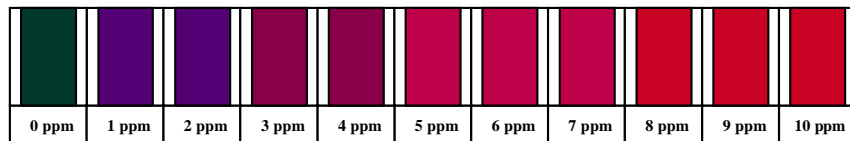


**Gambar 4.4** Perbedaan intensitas warna optimasi konsentrasi ditizon menggunakan Pb(II) 6 ppm

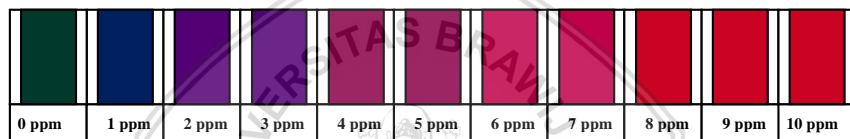
Tahap selanjutnya yaitu mereaksikan ditizon yang konsentrasinya telah divariasi dengan Pb(II) konsentrasi 1-10 ppm untuk mengetahui konsentrasi ditizon yang memberikan komparator warna cocok untuk pembuatan *test kit*. Hasil deret komparator warna kompleks Pb(II)-ditizonat dengan variasi ditizon konsentrasi 20-40 ppm seperti Gambar 4.5; 4.6; 4.7; dan 4.8.



**Gambar 4.5** Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 20 ppm



**Gambar 4.6** Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 25 ppm



**Gambar 4.7** Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 30 ppm



**Gambar 4.8** Deret warna kompleks Pb(II)-ditizonat menggunakan ditizon 40 ppm

Berdasarkan Gambar 4.6 yang menggunakan ditizon konsentrasi 30 ppm menghasilkan perbedaan intensitas warna yang lebih cocok dijadikan komparator warna dibandingkan intensitas warna yang dihasilkan ditizon dengan konsentrasi 20, 25, dan 40 ppm. Berdasarkan hasil perbedaan intensitas warna menggunakan ditizon dengan konsentrasi 30 ppm sesuai dengan hasil pengukuran absorbansi. Sehingga konsentrasi 30 ppm merupakan konsentrasi ditizon optimum yaitu konsentrasi ditizon terkecil (minimum) yang menghasilkan produk kompleks Pb(II)-ditizonat terbesar (maksimum), dan digunakan untuk

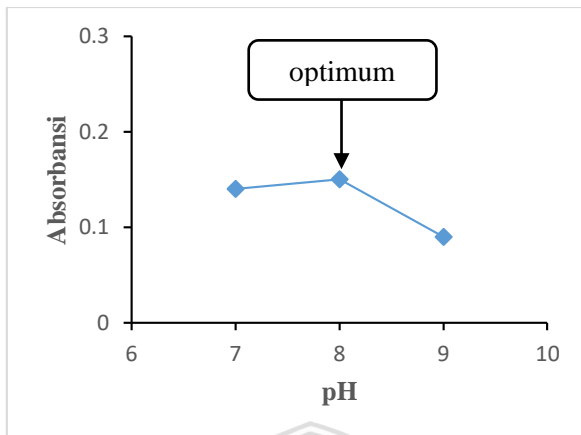
penelitian parameter selanjutnya. Konsentrasi optimum ditizon merupakan konsentrasi ditizon yang dibutuhkan untuk bereaksi dengan timbal mencapai kesetimbangan. Saat kesetimbangan tercapai konsentrasi zat-zat tidak lagi mengalami perubahan.

## 4.2. Penentuan Derajat Keasaman (pH) Optimum

Penentuan pH optimum senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat dilakukan untuk mengetahui intensitas warna merah yang paling tinggi. Reaksi pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat dipengaruhi oleh pH, dimana senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat terbentuk dalam suasana basa pada pelarut kloroform. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Cornish (1954), kompleks Pb(II)-ditizonat terbentuk secara sempurna pada pH 9,0 [36]. Sedangkan pada penelitian sebelumnya menggunakan pH 7,0 dalam pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat [35]. Sehingga dalam penelitian ini dilakukan optimasi pada tiga rentang pH yaitu 7,8 dan 9.

Pengukuran pH optimum sampel dilakukan dengan cara mereaksikan 1,0 mL timbal (II) nitrat 6 ppm dengan 0,2 mL ditizon 30 ppm dalam pelarut kloroform. Timbal nitrat yang digunakan telah dikondisikan pada pH 7, 8 dan 9. pH dikondisikan dengan cara penambahan NaOH 0,1 M dan HNO<sub>3</sub> 0,1 M hingga tercapai pH yang diinginkan. Hasil optimasi pH senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat dilakukan pada panjang gelombang maksimum 515 nm dengan menggunakan spektrometri UV-Vis dan didapatkan kurva hubungan pH terhadap absorbansi seperti ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Grafik pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa absorbansi tertinggi dari senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat (Gambar 2.4) diperoleh pada pH 7 dan 8, karena terjadi peningkatan absorbansi 0,01 dari pH 7-8, sehingga absorbansi pada pH 7 dan 8 relatif konstan. Pada pH 9 terjadi penurunan absorbansi. Penambahan gugus hidroksil menyebabkan sebagian ion Pb<sup>2+</sup> terhidrolisis menjadi hidroksidanya. Hal ini menyebabkan hanya sebagian ion Pb<sup>2+</sup> yang bereaksi sempurna membentuk kompleks Pb(II)-ditizonat. Selain dari absorbansi, pH optimum juga dapat ditentukan melalui intensitas warna senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang berwarna merah.



**Gambar 4.9** Grafik hubungan antara pH terhadap absorbansi kompleks Pb(II)-ditizonat



**Gambar 4.10** Perbedaan intensitas warna optimasi pH

Berdasarkan Gambar 4.10 dapat diamati bahwa warna larutan meningkat pada pH 8 dan kembali menurun pada pH 9. Pada pH 8 warna yang terbentuk yaitu merah yang menunjukkan warna kompleks Pb(II)-ditizonat. Sedangkan pada pH 9 karena sebagian ion  $Pb^{2+}$  terhidrolisis menjadi hidroksidanya, maka dapat dipastikan hanya sedikit kompleks Pb(II)-ditizonat yang terbentuk pada pH 9 sehingga menghasilkan warna biru. Dimana warna ditizon (hijau) lebih mendominasi dibanding warna kompleks Pb(II)-ditizonat (merah) yang terbentuk. Sesuai dengan absorbansi yang didapatkan dari hasil pengukuran dari Gambar 4.10 dapat dilihat bahwa pada pH 8 memberikan intensitas warna merah yang paling tinggi, sehingga pada penelitian ini pH optimum senyawa Pb(II)-ditizonat adalah pH 8.

### 4.3. Pembuatan Komparator Warna untuk *Tes Kit* Timbal

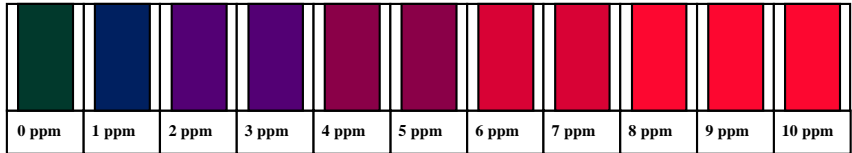
Pembuatan komparator warna bertujuan untuk mengetahui intensitas warna dari senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat yang terbentuk pada setiap konsentrasi timbal. Komparator warna merupakan bagian penting dari *test kit* timbal yang digunakan untuk mengetahui konsentrasi timbal yang ada dalam sampel dengan cara membandingkan warna yang terbentuk dengan komparator warna yang telah dibuat, dimana intensitas warna proporsional terhadap konsentrasi timbal. Pembuatan komparator warna *test kit* timbal dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi timbal 0-10 ppm terhadap pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat. Pada kondisi optimum telah diperoleh dari percobaan yaitu panjang gelombang maksimum 515 nm, waktu pengukuran 5 menit, konsentrasi ditizon 30 ppm dan pH 8.

Hasil penelitian berdasarkan intensitas warna (Gambar 4.11) yang diamati dengan mata telanjang menunjukkan bahwa tidak setiap konsentrasi menunjukkan warna yang berbeda. Pada komparator warna *test kit* timbal 0-10 ppm memberikan perbedaan intensitas warna yang jelas ada pada konsentrasi 0 ppm dengan 1 ppm, 2-3 ppm, 4-5 ppm, 6-7 ppm dan 8-10 ppm seperti pada Gambar 4.11. Sedangkan berdasarkan pembacaan absorbansi secara spektrofotometri dari warna larutan pada gambar 4.11 menunjukkan bahwa absorbansi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi ion timbal (Lampiran E.1). Data absorbansi menunjukkan hubungan linieritas pada ion timbal konsentrasi 1-5 ppm yang memiliki persamaan  $y = 0.018x + 0.054$ , koefisien determinasi ( $R^2$ ) = 0.9878, dan koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9938, hal ini menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang kuat antara konsentrasi timbal dengan absorbansi dan 98,78 % perubahan absorbansi dipengaruhi oleh konsentrasi timbal. Kisaran konsentrasi 1-5 ppm mempunyai nilai absorptivitas molar rata-rata adalah  $8,79 \times 10^3 \text{ mol L}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Meskipun demikian, mengingat *test kit* timbal ini hanya didasarkan pada warna yang dapat dilihat oleh mata maka *test kit* timbal dibuat berdasarkan deret warna yang terbentuk. Oleh karena itu, komparator warna *test kit* timbal konsentrasi 0-10 ppm dapat dibuat dengan kisaran seperti Gambar 4.12.

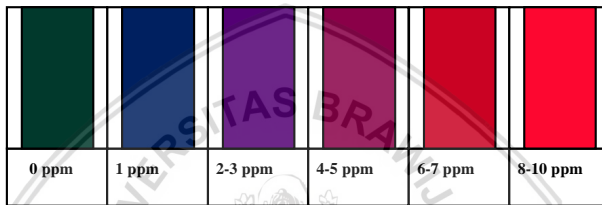
Pada Gambar 4.11 menunjukkan perbedaan intensitas warna senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat berdasarkan nilai absorbansi pada setiap konsentrasi timbal. Warna senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat berbanding lurus dengan konsentrasi timbal, dimana semakin tinggi



konsentrasi timbal warna kompleks Pb(II)-ditizonat yang terbentuk semakin jelas berwarna merah. Melalui pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat, ditizon dapat mendeteksi timbal dari konsentrasi terendah timbal 1 ppm hingga 10 ppm dengan cara membandingkan warna hasil analisis sampel dengan komparator warna pada Gambar 4.12.



**Gambar 4.11** Komparator warna test kit timbal konsentrasi 0-10 ppm



**Gambar 4.12** Komparator warna test kit timbal konsentrasi 0-10 ppm

Berdasarkan hasil penelitian, *test kit* timbal mempunyai kesensitifan deteksi yang baik untuk menentukan konsentrasi timbal 1 ppm. Metode ini bisa digunakan sebagai dasar untuk merancang *test kit* timbal kisaran konsentrasi 0; 1; 2-3; 4-5; 6-7; dan 8-10 ppm yang sesuai dengan Gambar 4.12.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

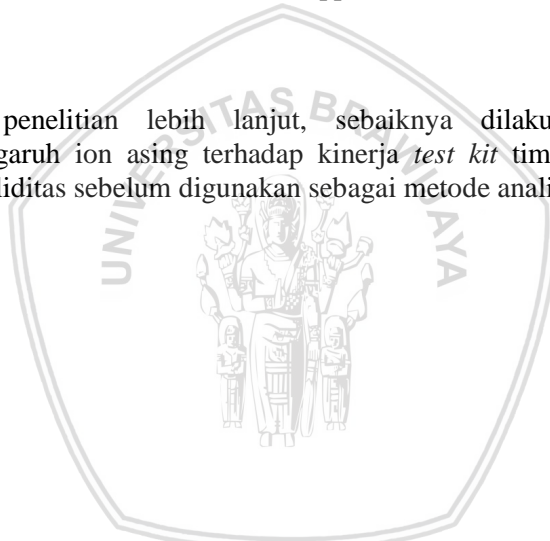
#### 5.1. Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Konsentrasi ditizon optimum adalah 30 ppm
2. pH optimum pembentukan senyawa kompleks Pb(II)-ditizonat adalah 8.
3. Metode *test kit* timbal dapat digunakan pada kisaran konsentrasi timbal 0; 1; 2-3; 4-5; 6-7; dan 8-10 ppm

#### 5.2. Saran

Untuk penelitian lebih lanjut, sebaiknya dilakukan uji selektivitas pengaruh ion asing terhadap kinerja *test kit* timbal serta dilakukan uji validitas sebelum digunakan sebagai metode analisis.



## DAFTAR PUSTAKA

1. Sanders ,Talia, Yiming L., Virginia B., and Paul B., (2009), Neurotoxic Effects and Biomarkers of Lead Exposure: A Review, *Reviews On Environmental Health, Freund Publishing House Limited*, 24(1), 15-45.
2. Naria, E., (2005), Mewaspadai Dampak Bahan Pencemar Timbal (Pb) di Lingkungan Terhadap Kesehatan, *Jurnal Komunikasi Penelitian Sumatra Utara*, 17( 4), 66-68
3. Kriswedhani, (2015), Lead Poisoning in Children. *Journal Majority*, 4(2), 18-24.
4. Sahetapy, J. M., (2011), *Toksisitas Logam Berat Timbal (Pb) dan Pengaruhnya pada Konsumsi Oksigen dan Respon Hematologi Juvenil Ikan Kerapu Macan*, Thesis, Pasca Sarjana IPB, Bogor
5. Palar, H., (1994), *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Jakarta: Rineka Cipta.
6. Cleveland, L.M., Minter M.L., Cobb K.A., Scott A.A., German V.F., (2008), Lead Hazards For Pregnant Women And Children: Part 1: Immigrants And The Poor Shoulder Most Of The Burden Of Lead Exposure In This Country, Part 1 Of A Two-Part Article Details How Exposure Happens, Whom It Aff Ects, And The Harm It Can Do. *American Journal of Nursing*, 108(11), 40–49.
7. Belay, K., and Tadesse, A., (2014), Comparison of Digestion Methods for Determination of Pb (II), Cr (VI) and Cd (II) Contents In Some Ethiopia Spices Using Atomic Absorption Spectroscopy, *International Journal of Academic Scientific Research*, 2(3), 42-53.
8. Tai, C.Y., Jiang, S.J., and Sahayam, A.C., (2016), Determination of As, Hg and Pb in Herbs using Slurry Sampling Flow Injection Chemical Vapor Generation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, *Food Chem.*, 192, 274–279.
9. Carlini, R., Carnasciali M.M., Soggia F., Shen Y., and Zanicchi G., (2016), ICPAES and MicroRaman Corrosion Behaviour Investigation on Pb, Sb, Bi Tellurides in Sodium Chloride Solution, *Journal of Alloys and Compound.*, 654, 593-598.

10. Khan, H., Ahmed, M.J., and Bhangar, M.I., (2006), A Simple Spectrophotometric Method for the Determination of Trace Level Lead in Biological Samples in the Presence of Aqueous Micellar Solutions, *Spectroscopy*, 20(5-6), 285– 297.
11. Sulistyarti, H., Atikah dan Novy L., (2015), Pengaruh Waktu Pembentukan Dan Kestabilan Hidrindantin Serta Konsentrasi Ninhidrin Pada Pembuatan Tes Kit Sianida, *Universitas Brawijaya Malang, Kimia.Studentjournal* 1(1), 704 – 710.
12. Budavari, S., (1996), *The Merck Index. An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals* 12<sup>th</sup> Edition, New Jersey: Merck & Co., Inc.
13. Fardiaz, S., (1992), *Polusi Air dan Udara*, Yogyakarta: Kanisius.
14. Mitsui, T., (1997), New Cosmetic Science Edisi Kesatu, *Elsevier Science B.*, 13,19-21.
15. Erickson, T.B., Ahrens W.R., Steven E., Baum C.R., Ling L.J., (2005), *Pediatric Toxicology*, New York: McGrawHill.
16. Needleman, H.L., (1979), Defisit in Psychologic and Classroom Performance of Children with Elevated Dentine Lead Levels, *New England Journal of Medicine*, 300, 689–695.
17. Pocock S.J., Smith M., Baghurst P., (1994), Environmental Lead and Children's Intelligence: A Systematic Review of The Epidemiological Evidence, *British Medical Journal*, 309(6963),1189–1197.
18. Schwartz J., (1994), Low-level Lead Exposure and Children's IQ: A Metaanalysis and Search for A Threshold, *Environmental Research*, 65(1), 42–55.
19. WHO, (1989), *Lead. Environmental Aspects*, Geneva: Environmental Health Criteria.
20. Marczenko and Maria B., (2000), *Separation, Preconcentration and Spectrophotometry in Inorganic Analysis*, Amsterdam: Elsevier.



21. Albanese A., (1970), *Newer Methods of Nutritional Biochemistry V4: With Applications and Interpretations*, New York: Academic Press.
22. Nezio, M.S.D., Palomeque M., Band B.S.F., (2005), Automated Flow Injection Method for Cadmium Determination with Preconcentration and Reagent Preparation, *J.Quim. Nova*, 28(1), 145-148.
23. Woźnica E, Wójcik MM, Wojciechowski M, Mieczkowski J, Bulska E, Maksymiuk K, and Michalska A, (2010), Ditzone Modified Gold Nanoparticles Films for Potentiometric Sensing, *Analytical Chemistry*, 84(10), 4437-4442.
24. Connell, D.W., G.J., (1953), *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, Jakarta: UI Press.
25. Cristian, G. D., Reilley, J. E. O., (1986), *Instrumental Analysis*, New York: Boston Allyn and Baton.
26. Antonio C.S.C., Leila L, Maria D.G., Jicarla G., (2002), Separation and Preconcentration of Cadmium, Copper, Lead, Nickel and Zinc by Solid-Liquid Extraction of their Cocrystallized Naphthalene Dithizone Chelate in Saline Matrices, *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 13(5), 674-678.
27. Marczenko, Z., (1986), *Separation and Spectrophotometric Determination of Elements*, Toronto: John Wiley and Sons.
28. Jeffery G.H., Bassett J., Mendham J., Denney R.C., (1989), *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis 5th ed*, New York: John Wiley & Sons Inc.
29. Lang L., Chiu K., Lang Q., (2008), Spectrometric Determination of Lead in Agricultural, Food, Dietary Supplement, and Pharmaceutical Samples, *Pharmaceutical Technology*, 32, 74-83.
30. Rajesh N., Manikandan S., (2008), Spectrophotometric Determination of Lead After Preconcentration of Its Diphenylthiocarbazone Complex on An Amberlite XAD-1180 Column, *Spectrochim Acta A* , 70(4), 754-757.

31. Harris D.C., (2010), *Quantitative Chemical Analysis 8th ed.*, New York: W.H. Fewwman and Company.
32. Anastaria, E., (2016), *Penetapan Logam Timbal Dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak*, Skripsi thesis, UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta, Yogyakarta.
33. Underwood, A.L. and R.A Day, (1986), *Analisa Kimia Kuantitatif*, Jakarta: Erlangga.
34. Sharda, S.S., Laljee, Y., Preyas A., and Mahesh, C.C., (2010), Simultaneous Determination of Stability Constant and Molar Absorptivity Coefficient of the Charge-Transfer Complexes of Metal- Alizarin Red S, *Journal Der Pharma Chemical*, 2 (3), 114-121.
35. Hidayati, Elmia, (2018), Pengaruh Jenis Pelarut dan Waktu Kestabilan sebagai Dasar Pembuatan *Test Kit* Timbal, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
36. Cornish, P.E., Shiel, D.O., (1954), A Simple Micromethod for The Determination of Lead in Small Amounts of Blood, *British Journal of Industrial Medicine*, 11(2), 156-158

