

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ELEKTRODA SELEKTIF ION Pb^{2+} JENIS KAWAT PERAK TERLAPIS DENGAN IONOFOR *1,10-DIBENZYL-1,10-DIAZA-18-CROWN-6*

Anton Yuntarso¹, Muji Harsini², Dheasy Herawati³, Khoirul Ngibad⁴
^{1),3),4)}Dosen Fakultas Ilmu Kesehatan, UMAHA Sidoarjo, ²⁾Dosen FMIPA UNAIR Surabaya

Email : anto_yuntarso@dosen.umaha.ac.id

ABSTRACT

Lead concentration greater than 10 $\mu\text{g/L}$ make health problem among other thing decrease in intelligence, nervous system disorders, so lead rapid analysis with high accuracy and precision is needed. The aim of this research are to know the composition of ESI- Pb^{2+} membrane silver wire coated type PVC/*1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6*, optimum pH condition and to study the characteristic electrode, such as Factor Nernst, range measurement, limit detection, accuracy and precision, selectivity, and blood serum sample accuracy. The result has shown that potensial measurement with Ag/AgCl reference electrode give the best membrane composition of 45 mg PVC, 90 mg NPOE, 10 mg KTCPB, 5 mg *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* in 0,5 ml THF solution. The optimum pH is 3-7 and gave 29,64 mV as Factor Nernst with range measurement 10^{-1} – 10^{-6} M, limit detection was noted at $1,28 \cdot 10^{-6}$ M, and accuracy is 73% - 157% in 10^{-6} – 10^{-1} M Pb^{2+} solution with variation coefficient 0,70–1,2. The selectivity constant is $K_{i,j}^{Pot} < 1$ toward K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Cu^{2+} dan Fe^{3+} as interfering ions. Recovery percentage of Ion Selective Electrode Pb^{2+} silver wire coated type with PVC *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* to blood serum sample has shown 95% - 143% and 110%-117% compare with AAS.

Keywords : *ion selective electrode Pb^{2+} , lead, wire coated, 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6*

PENDAHULUAN

Keberadaan timbal (Pb) di lingkungan semakin meningkat dengan meningkatnya aktivitas penambangan, peleburan baja, berbagai aplikasi di bidang perindustrian dan penggunaan pestisida. Semakin banyaknya timbal di lingkungan, kadar timbal dalam rantai makanan juga semakin meningkat dan dapat meracuni otak, darah, organ hati dan ginjal. Timbal juga dapat merusak sistem syaraf pusat dengan mekanisme mengikat gugus thiol (-SH) dan atau mengikat gugus karboksilat pada enzim sehingga membuat inaktivasi pada enzim. Akumulasi logam Pb pada darah seseorang $\geq 10 \mu\text{g/L}$, mempunyai resiko tinggi pada kerusakan sistem syaraf, penurunan kecerdasan, dan autisme. (Matta dkk, 1996). Autisme merupakan bentuk gangguan

perkembangan anak yang salah satunya disebabkan oleh logam berat, diantaranya timbal. Kanada dan Jepang mengalami peningkatan mencapai 40 % sejak 1980. Kasus autisme di California mencapai 9 (sembilan) kasus per hari pada tahun 2002. Beberapa rumah sakit di Jakarta mengalami peningkatan tajam hingga mencapai 400 % pada tahun 2002 dibandingkan dengan tahun sebelumnya. Perkembangan analisis logam Pb memungkinkan diagnosa terhadap seseorang yang terpapar Pb lebih cepat dan lebih akurat. (Heryando, 1994). Beberapa teknik pengukuran logam timbal telah banyak dikembangkan, diantaranya menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer serapan atom (AAS), *inductive coupled plasma-mass spectrophotometer* (ICP-MS), *inductive coupled plasma-atomic*

emission spectrophotometer (ICP-AES). Metode dikembangkan oleh Hynek dkk (2011).

Pada penelitian tersebut sampel yang digunakan massanya sangat kecil yaitu 5–20 mg yang didigesti dengan kombinasi senyawa HNO₃ (65%^{w/w}) + H₂O₂ (30%^{w/w}), kombinasi tersebut merupakan kombinasi yang menguntungkan untuk menghasilkan respon elektrokimia. Dalam metode ini digunakan tiga macam elektroda yaitu elektroda tetes merkuri, elektroda pasta karbon dan elektroda screen printed yang terbuat dari multi-walled nanotubes (MWNT).

Talebi dan Safigholi (2006), mengembangkan metode *flame atomic absorption spectrometry* (FAAS) untuk menentukan kandungan timbal dalam jumlah *trace* pada sampel air. Teknik-teknik pengukuran tersebut dibutuhkan pereaksi serta peralatan yang relatif mahal, oleh karena itu diperlukan metode pemeriksaan logam timbal yang mudah, murah dengan tetap mempunyai nilai akurasi, presisi, dan linieritas yang tinggi yaitu potensiometri dengan elektroda selektif ion (ESI). (Evan, 1991).

Pembuatan elektroda selektif ion (ESI) diperlukan ionofor yang selektif, bersifat lipofil sehingga larut dalam membran dan memberikan reaksi yang reversibel dengan ion target. Penentuan timbal secara potensiometri menggunakan elektroda selektif ion terdapat dua jenis, diantaranya jenis tabung bermembran polimer dengan menggunakan larutan pembanding dalam (*inner solution*) yang telah banyak diteliti. Metode ini menggunakan berbagai variasi membran dan ionofor, diantaranya membran polimer selulosa dengan ionofor fosfat organik 2-*ethylhexyl phosphoric acid* (D2EHPA) (Arous, 2011), membran PVC dengan ionofor *dimetylen bis (4-methylpiperidine dithiocarbamat)* (Isildak, 2000), membran PVC dengan masing-masing ionofor *8-crown-6 ether*, *dibenzo-18-crown-6-ether*, *4',4''(5'')-di-tert-butyl-dibenzo-18-crown-6-ether* (dbdb-18-6) (Huang dkk., 2008). Pembuatan ESI-Pb²⁺ bermembran PVC tipe tabung dengan variasi *anionic site* telah dilakukan oleh Mousavi dkk (2000). Elektroda jenis tabung ini memiliki kekurangan, yaitu rawan terjadi kebocoran pada

analisis timbal secara voltametri juga membrannya dan memerlukan larutan pembanding dalam yang relatif lebih sulit dalam pembuatannya. Ionofor ini juga telah digunakan untuk sensor ion Hg²⁺ secara voltametri (Harsini, 2006).

Elektroda jenis kedua adalah elektroda selektif ion jenis kawat perak terlapis. Elektroda jenis kedua ini yang dikerjakan dalam penelitian dikarenakan mempunyai kelebihan, pembuatannya mudah dan tidak memerlukan larutan pembanding dalam. Pada penelitian ini dibuat sensor Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis menggunakan ionofor senyawa *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* yang merupakan ligan untuk penentuan logam timbal. Beberapa hal yang berpengaruh terhadap kinerja elektroda antara lain, komposisi membran dan pH larutan, pengaruh parameter pengukuran serta kinerja sensor dipelajari.

METODOLOGI PENELITIAN

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga Surabaya pada bulan Januari – April 2015.

Variabel Penelitian

Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang besarnya diubah-ubah. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah komposisi membran, konsentrasi larutan Pb²⁺ dan pH larutan.

Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang tergantung pada besarnya variabel bebas. Dalam penelitian ini variabel terikatnya adalah potensial sel.

Variabel terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang nilainya diupayakan tetap. Adapun variabel terkontrolnya adalah tebal membran, waktu dan temperatur, pengukuran membran, serta waktu perendaman membran.

Bahan dan sampel penelitian

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain senyawa *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* (Fluka), *pottasium tetrakis(4-chlorophenyl) borate* (KTCPB) (Fluka), *polyvinyl chloride* (PVC) (Fluka), *2-nitrophenyl octyl ether* (1-nitro-02-oktylobenzene) (NPOE) (Fluka), tetrahydrofuran (THF), kawat perak diameter 0,5 mm dengan panjang 10 cm, buffer asetat 0,5 M, senyawa NaCl, KCl, MgCl₂.6H₂O, CaCl₂.2H₂O, Pb(NO₃)₂, CuSO₄.5H₂O, FeCl₃, Aquadest. Sedangkan sampel untuk uji kinerja ISE digunakan Pb (II) dalam bentuk larutan Pb(NO₃)₂ dan sampel serum darah digunakan untuk mengetahui keterpakaian ESI-Pb²⁺ pada pengukuran ion Pb²⁺.

Alat-alat penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat peralatan potensiometer merk Cyberscan 510 yang terdiri dari elektroda pembanding Ag/AgCl, pengaduk magnetik, pH meter merk Metrohm, kabel RG-58 koaksial dan alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium kimia analitik.

Cara Kerja

Pembuatan membran

Membran dibuat dengan mencampur matriks dasar PVC, plasticizer NPOE dengan perbandingan yang sama, bahan aktif ionofor *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* dan *anionic site* KTCPB dengan komposisi berbeda-beda yang dilarutkan dalam pelarut THF. Adapun komposisi membran yang dibuat terlihat pada Tabel 1. Penimbangan dilakukan secara berurutan mulai dari NPOE, PVC, KTCPB dan *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6*. Kemudian dilakukan pencampuran dan pengadukan terhadap PVC, NPOE, KTCPB dan *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* dengan penambahan THF sampai homogen. Membran ini siap dilapiskan pada elektroda kawat perak.

Tabel 1. Komposisi bahan membran

Membran	Elektroda	Komposisi			
		PVC (mg)	NPOE (mg)	KTCPB (mg)	1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 (mg)
1	E-1	45	90	-	-
2	E-2	45	90	5	-
3	E-3	45	90	-	5
4	E-4	45	90	5	5
5	E-5	45	90	10	5
6	E-6	45	90	5	10

Sumber: Amron, 2011

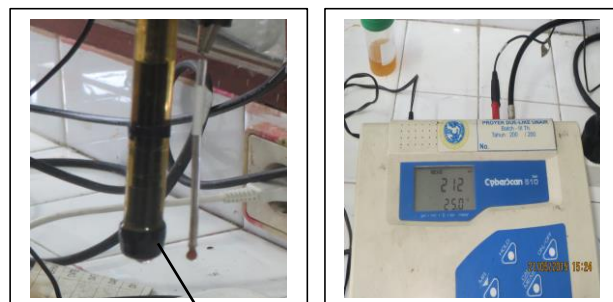
Pembuatan elektroda

Badan elektroda dibuat dari kawat perak dengan diameter 1 mm sepanjang 10 cm. Pada salah satu ujung dibuat berbentuk bola dengan diameter 4 mm. Pada ujung ini yang dilapisi membran, sedang pada ujung yang lain dibiarkan terbuka. Badan elektroda dilapisi dengan plastik polietilen atau kaca. Konstruksi badan elektroda dapat digambarkan seperti Gambar 1. Bagian ujung perak berbentuk bola kemudian dicelupkan pada membran yang telah dibuat. Membran yang telah menempel pada elektroda tersebut selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 12 jam dan kemudian direndam dalam larutan Pb²⁺ 0,1 M selama 12 jam agar ion Pb²⁺ dapat ter-*khelasi* secara tetap dalam komponen membran. dalam larutan Pb²⁺ 0,1 M selama 1 jam.

Optimasi elektroda

Komposisi membran

Untuk mengetahui kondisi optimum tersebut dapat dilakukan optimasi terhadap komposisi membran. ESI-Pb²⁺ dapat dikatakan baik jika memberikan hubungan antara potensial dan log konsentrasi Pb²⁺ yang linier dan memiliki harga faktor *Nerst* 29,57 mV/dekade.



ESI kawat perak terlapis Potensiometer

Gambar 1. Rangkaian alat pengukuran potensial ESI

Optimasi pH

Pengaruh pH larutan terhadap potensial ESI Pb^{2+} dapat diketahui dengan mengukur potensial Pb^{2+} 10^{-1} M pada pH 1,2,3,4,5,6 dan 7. Optimasi pH ini dilakukan setelah diperoleh elektroda hasil optimasi. Elektroda terbaik dan konsentrasi larutan Pb^{2+} yang memberikan respon *Nernstian* digunakan pada optimasi pH ini. Untuk mengkondisikan larutan Pb^{2+} dalam deret pH tersebut, ditambahkan larutan buffer asetat yaitu dengan menambahkan 1 ml larutan buffer asetat pH 1-7 pada 50 ml seri larutan Pb^{2+} yang memenuhi persamaan *Nernst*, sehingga setiap konsentrasi larutan Pb^{2+} mempunyai nilai pH 1-7.

Uji kinerja elektroda selektif ion Pb^{2+}

Larutan Pb^{2+} dengan konsentrasi 10^{-8} , 10^{-7} , 10^{-6} , 10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} , 10^{-2} dan 10^{-1} M diukur potensialnya dengan ESI- Pb^{2+} . Kemudian hasil pengukuran dibuat kurva standar E (mV) terhadap $\log [Pb^{2+}]$ dan ditentukan persamaan garis regresi linier untuk sejumlah data sehingga akan didapat beberapa nilai faktor *Nernst*, yaitu nilai kemiringan konsentrasi yang memberikan nilai kemiringan linier mendekati 29,57 mV dianggap sebagai jangkauan pengukuran.

Batas deteksi

Batas deteksi (LOD) Pb^{2+} dapat diperoleh dengan membuat 2 (dua) fungsi garis, yaitu garis linier dan fungsi garis non linier pada kurva E (mV) terhadap $\log [Pb^{2+}]$ dari elektroda yang terbaik. Kedua fungsi garis tersebut kemudian ditentukan titik potongnya. Jika titik potong kedua fungsi diekstrapolasi ke absis, maka akan diperoleh \log konsentrasi LOD dari ESI.

Akurasi

Akurasi dapat ditentukan dengan melakukan pengukuran potensial sel larutan Pb^{2+} dengan konsentrasi yang memenuhi Faktor *Nernst* dengan elektroda ESI- Pb^{2+} hasil optimasi. Hasil pengukuran digunakan untuk membuat kurva standar sehingga dapat ditentukan persamaan regresi liniernya. Dengan menganalogkan Y sebagai potensial sel larutan Pb^{2+} , Nilai X sebagai konsentrasi Pb^{2+} yang terukur akan didapatkan.

Persen perolehan kembali dapat dituliskan dengan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ akurasi} = \frac{\text{konsentrasi terukur}}{\text{konsentrasi sesungguhnya}} \times 100\%$$

Presisi

Untuk mengetahui apakah kedapatulangan ESI Pb^{2+} baik, maka dilakukan pengukuran potensial sel larutan Pb^{2+} dengan konsentrasi yang berada dalam jangkauan pengukuran menggunakan ESI Pb^{2+} hasil optimasi secara berulang. Pengulangan dilakukan sebanyak 9 (sembilan) kali. Presisi ditentukan dengan koefisien variasi (KV), yaitu dengan persamaan berikut :

$$KV = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

Dimana SD merupakan standar deviasi yang dapat ditentukan dengan

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

Selektivitas

Selektivitas elektroda ditentukan dengan membandingkan harga potensial ion timbal (Pb^{2+}) dengan harga nilai potensial ion matriks, sehingga dilakukan pengukuran potensial larutan Pb^{2+} hasil optimasi. Kemudian larutan Na^+ pada konsentrasi yang sama dengan ion utama (Pb^{2+}) hasil optimasi diukur potensialnya menggunakan ESI- Pb^{2+} . Dengan cara yang sama diukur potensial larutan K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} Dari masing-masing pengukuran potensial ion utama dan pengganggu dapat dibuat kurva hubungan antara potensial dan konsentrasi ion yang diukur untuk semua jenis ion.

Penentuan nilai tetapan selektivitas dihitung berdasarkan rekomendasi IUPAC menggunakan metode MPM (*Match Potential Methods*). Besarnya tetapan selektivitas ditentukan berdasarkan rasio dari selisih antara aktivitas ion utama dan ion matriks dari pengukuran yang terpisah. Secara matematis dirumuskan dengan persamaan :

$$K_{ij}^{Pat} = \frac{\Delta a_i}{\Delta a_j}$$

Jika $K_{ij}^{Pat} < 1$, maka Elektrode lebih selektif

terhadap ion utama (i), sedangkan jika $K_{ij}^{Pat} > 1$, maka elektrode lebih selektif terhadap ion

matriks (j)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan dan Optimasi Elektroda

Elektroda selektif ion Pb^{2+} jenis kawat terlapis (Gambar 2) dibuat variasi komposisi membran sesuai dengan Tabel 1, bertujuan memperoleh komposisi membran terbaik dengan nilai potensial yang memenuhi Faktor *Nernst*. Masing-masing larutan diukur menggunakan elektroda dengan 9 (sembilan) kali pengukuran. Hasil rata-rata pengukuran beda potensial dari masing-masing elektroda pada masing-masing konsentrasi larutan Pb^{2+} dilihat pada Tabel 2.



Gambar 2. Konstruksi elektroda selektif ion Pb^{2+} tipe kawat terlapis

Tabel 2. Data hasil pengukuran beda potensial (mV) elektroda E-1 s.d E-6

Konsentrasi (M)	Potensial rata-rata (mV)					
	E-1	E-2	E-3	E-4	E-5	E-6
10^{-8}	144,2	61,2	91,3	142,7	104,8	123,3
10^{-7}	91,1	16,8	80,4	130,1	113,4	110,6
10^{-6}	62,9	-41,4	80,0	140,8	124,6	105,3
10^{-5}	94,0	-47,0	103,3	158,4	151,2	146,1
10^{-4}	122,8	-47,4	117,1	188,7	180,5	165,7
10^{-3}	141,7	-35,7	120,9	220,1	211,9	205,4
10^{-2}	122,1	-21,5	120,8	256,2	241,2	225,7
10^{-1}	112,3	-14,4	121,8	278,5	271,8	260,3

Dari Tabel 3 dapat diketahui bahwa elektroda yang mempunyai Faktor *Nernst* yang paling mendekati dengan teoritis (29,57) adalah elektroda E-5 dengan komposisi membran pada perbandingan antara *anionic site* dan ionofor adalah 2:1 pada konsentrasi Pb^{2+} 10^{-6} - 10^{-1} M dengan Faktor *Nernst* sebesar 29,64 dengan faktor korelasi (R^2) sebesar 0,999.

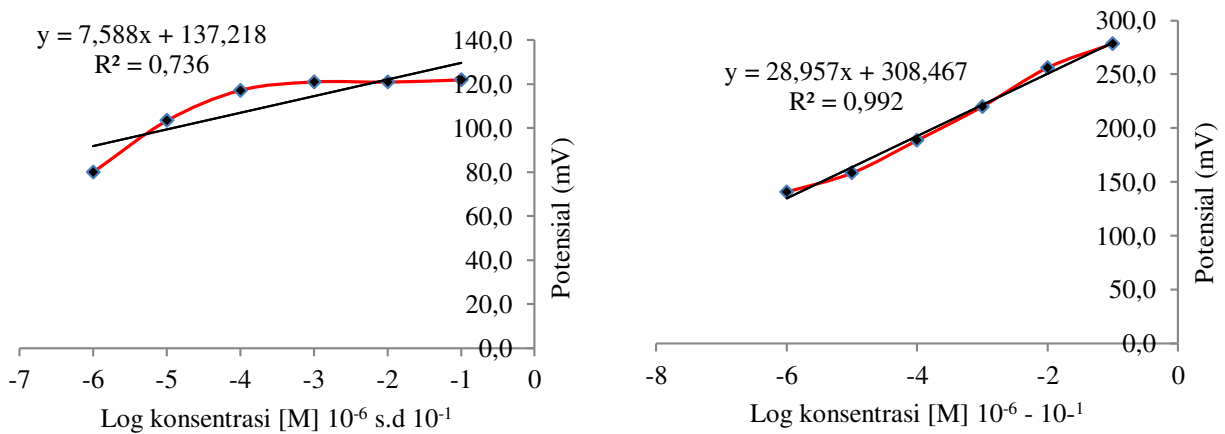
Faktor *Nernst* untuk elektroda E-1, E-2, E-3, pada semua rentang konsentrasi larutan Pb^{2+} kurang memenuhi Faktor *Nernst* secara teoritis. Elektroda E-4, E-5 dan E-6 masih memenuhi Faktor *Nernst* secara teoritis pada konsentrasi larutan Pb^{2+} 10^{-6} -

10^{-1} M. Elektroda E-4 dan E-6 dengan komposisi perbandingan *anionic site* dan ionofor 1:1 dan 1:2 merespon ion Pb^{2+} dalam larutan tidak sebaik elektroda E-5, hal ini dikarenakan jumlah *anionic site* yang tidak berlebih pada E-4 menyebabkan respon membran terhadap kation Pb^{2+} masih dipengaruhi oleh adanya anion dalam larutan, begitu juga dengan kekurangan *anionic site* terhadap ionofor pada E-6 menyebabkan jumlah kation Pb^{2+} yang terikat pada ionofor lebih banyak sehingga keseimbangan anion dan kation dalam membran dan luar membran tidak terjadi. Elektroda E-4 dan E-6 meskipun masih memenuhi Faktor

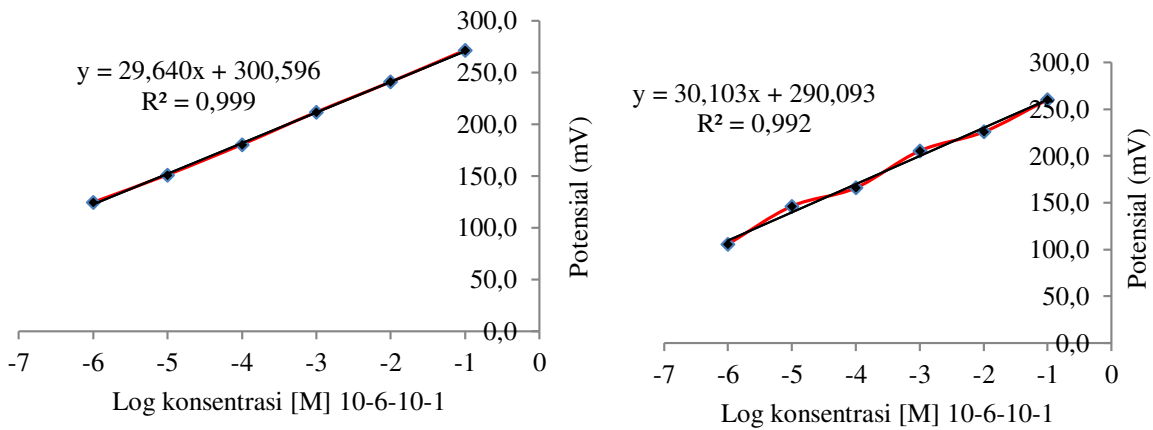
Nernst secara teoritis tetapi dengan faktor korelasi (R^2) yang lebih kecil dari elektoda E-5.

Tabel 3. Faktor *Nernst* dan koefisien korelasi (R^2) elektroda E-1 s.d E-6

Membran	Elektroda	Rentang Konsentrasi (M)	Faktor Nernst	R^2
1	E-1	$10^{-8} - 10^{-1}$	2,344	0,043
		$10^{-7} - 10^{-1}$	8,200	0,462
		$10^{-6} - 10^{-1}$	9,995	0,461
		$10^{-5} - 10^{-1}$	3,583	0,106
2	E-2	$10^{-8} - 10^{-1}$	-8,383	0,293
		$10^{-7} - 10^{-1}$	-1,519	0,020
		$10^{-6} - 10^{-1}$	6,392	0,750
		$10^{-5} - 10^{-1}$	9,147	0,931
3	E-3	$10^{-8} - 10^{-1}$	6,578	0,772
		$10^{-7} - 10^{-1}$	7,988	0,829
		$10^{-6} - 10^{-1}$	7,588	0,736
		$10^{-5} - 10^{-1}$	4,080	0,691
4	E-4	$10^{-8} - 10^{-1}$	22,016	0,910
		$10^{-7} - 10^{-1}$	26,346	0,978
		$10^{-6} - 10^{-1}$	28,957	0,992
		$10^{-5} - 10^{-1}$	30,780	0,996
5	E-5	$10^{-8} - 10^{-1}$	24,990	0,972
		$10^{-7} - 10^{-1}$	27,463	0,989
		$10^{-6} - 10^{-1}$	29,640	0,999
		$10^{-5} - 10^{-1}$	30,183	1,000
6	E-6	$10^{-8} - 10^{-1}$	22,073	0,892
		$10^{-7} - 10^{-1}$	26,754	0,969
		$10^{-6} - 10^{-1}$	30,103	0,992
		$10^{-5} - 10^{-1}$	28,840	0,990



Gambar 3. Kurva log konsentrasi vs potensial elektroda E-3 dan E-4

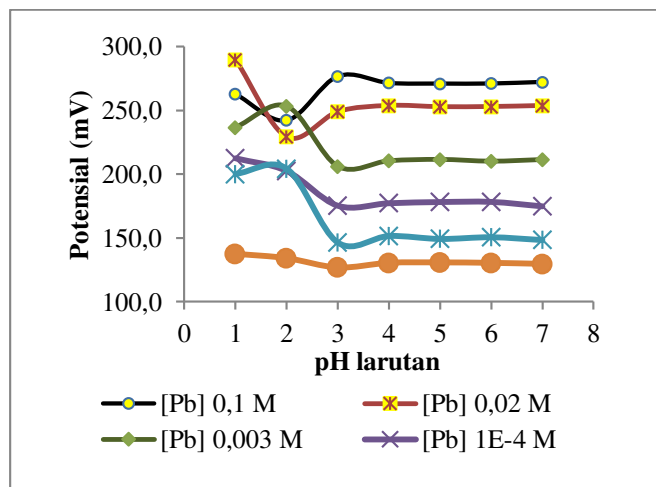


Gambar 4. Kurva log konsentrasi vs potensial

Optimasi pH

Pada percobaan ini dilakukan pengukuran beda potensial terhadap larutan Pb²⁺ pada konsentrasi 10⁻⁶-10⁻¹ M menggunakan elektroda hasil optimasi. Masing-masing konsentrasi larutan tersebut dikondisikan pada pH 1–7 menggunakan

buffer asetat. Sedangkan pada pH > 7 tidak dilakukan dikarenakan ion Pb²⁺ telah mengendap yang ditunjukkan dengan timbulnya kekeruhan pada larutan.



Gambar 5. Hasil optimasi pH elektroda E-5 pada larutan Pb²⁺ 10⁻⁶-10⁻¹ M

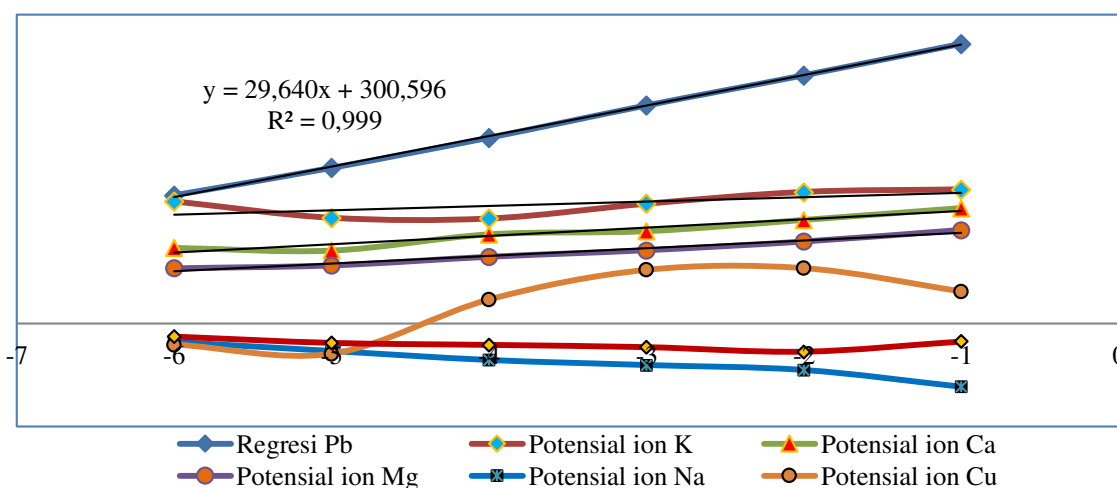
Selektivitas

Selektivitas merupakan salah satu metode pengujian yang sangat penting bagi elektroda yang telah dibuat dan dioptimasi. Nilai selektivitas ini dapat digunakan Menurut IUPAC, dengan menggunakan metoda MPM data

selektivitas diperoleh dengan mengukur potensial larutan ion utama (Pb²⁺) dan ion matriks K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, Cu²⁺ dan Fe³⁺ pada konsentrasi 10⁻⁶ M sampai 10⁻¹ M secara terpisah, dan hasilnya dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Uji Selektivitas elektroda E-5

No.	Ion	Tetapan Selektivitas $K_{i,j}^{Pot}$					
		10^{-6} M	10^{-5} M	10^{-4} M	10^{-3} M	10^{-2} M	10^{-1} M
1.	K^+	$7,30 \times 10^{-1}$	$2,13 \times 10^{-2}$	$2,02 \times 10^{-3}$	$6,13 \times 10^{-4}$	$1,48 \times 10^{-4}$	$1,80 \times 10^{-5}$
2.	Ca^{+2}	$2,22 \times 10^{-2}$	$1,82 \times 10^{-3}$	$6,12 \times 10^{-4}$	$7,75 \times 10^{-5}$	$1,81 \times 10^{-5}$	$4,38 \times 10^{-6}$
3.	Mg^{+2}	$4,72 \times 10^{-3}$	$5,88 \times 10^{-4}$	$1,13 \times 10^{-4}$	$1,85 \times 10^{-5}$	$3,56 \times 10^{-6}$	$8,53 \times 10^{-7}$
4.	Na^+	$1,80 \times 10^{-5}$	$9,12 \times 10^{-7}$	$4,64 \times 10^{-8}$	$3,17 \times 10^{-9}$	$2,18 \times 10^{-10}$	$6,17 \times 10^{-12}$
5.	Cu^{+2}	$1,48 \times 10^{-5}$	$7,37 \times 10^{-7}$	$4,47 \times 10^{-6}$	$4,21 \times 10^{-6}$	$4,78 \times 10^{-7}$	$8,25 \times 10^{-9}$
6.	Fe^{+3}	$2,76 \times 10^{-5}$	$1,71 \times 10^{-6}$	$1,46 \times 10^{-7}$	$1,23 \times 10^{-8}$	$8,72 \times 10^{-10}$	$1,89 \times 10^{-10}$



Gambar 6. Grafik selektivitas ion matriks terhadap ion utama

Tabel 5. Hasil pengukuran ion Pb^{2+} dalam serum

Kode Sampel	Konsentrasi Pb^{2+} (M)			Akurasi (%)	
	Sebenarnya	ESI- Pb^{2+}	AAS	ESI Pb^{2+}	Pb^{2+} terhadap AAS
A (30 ml)	$3,22 \cdot 10^{-3}$	$4,60 \cdot 10^{-3}$	$3,94 \cdot 10^{-3}$	142,9%	116,8%
B (20 ml)	$4,76 \cdot 10^{-4}$	$4,50 \cdot 10^{-4}$	$4,10 \cdot 10^{-4}$	94,5%	109,8%

Pada Gambar 6 terlihat bahwa posisi kurva ion-ion K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Cu^{2+} dan Fe^{3+} sebagai ion matriks menyimpang atau di bawah posisi kurva ion utama (Pb^{2+}). Hal ini berarti keberadaan ion-ion K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Cu^{2+} dan Fe^{3+} tidak memberikan respon yang cukup berarti terhadap ion utama. Secara keseluruhan dapat

disimpulkan, bahwa ESI- Pb^{2+} dengan komposisi penyusun membran PVC : NPOE : KTCBP : DBzDA = 45 : 90 : 10 : 5 dapat digunakan untuk mengukur ion Pb^{2+} tanpa diganggu cukup berarti oleh ion matriks K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Cu^{2+} maupun Fe^{3+} . Keterpakaian ESI- Pb^{2+} dapat dilihat pada Tabel 5.

Hasil pengukuran menggunakan ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 terhadap sampel serum dengan matriks pengganggu memberikan nilai akurasi 143% untuk sampel serum dengan konsentrasi 10⁻³ M dan 95% untuk sampel serum dengan konsentrasi 10⁻⁴ M, sedangkan akurasi ESI-Pb²⁺ terhadap AAS adalah sebesar 110% - 117%.

Kesimpulan

Kesimpulan penelitian sebagai berikut.

1. Komposisi membran ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis yang memberikan hasil terbaik adalah 45 mg PVC, 90 mg NPOE, 10 mg KTCPB, 5 mg 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-

crown-6 dengan pelarut 0,5 ml THF dan bekerja optimal pada pH 3–7. adalah 45 mg PVC, 90 mg NPOE, 10 mg KTCPB, 5 mg 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 dengan pelarut 0,5 ml THF dan bekerja optimal pada pH 3–7

2. Elektroda ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 memiliki Tetapan Selektivitas $K_{i,j}^{Pot} < 1$ terhadap ion matriks K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, Cu²⁺ dan Fe³⁺.
3. Akurasi elektroda ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 dibandingkan dengan nilai sebenarnya terhadap sampel serum adalah dengan perolehan kembali sebesar 95% - 143% dan akurasi ESI-Pb²⁺ terhadap AAS adalah sebesar 110%-117%.

DAFTAR PUSTAKA

- Ali Amron, 2011, *Elektroda Selektif Ion La³⁺ tipe Kawat Terlapis dengan Ionofor Senyawa Karboksimetoksi Tersier Butil Kalik[6] Arena*, Tesis, Universitas Airlangga Surabaya
- Anonim, 2013, Senyawa Timbal, <http://asslita.blogspot.com/2013/09/v-behaviorurldefaultvml.html>, diakses tanggal 7 September 2014.
- Arous, O., Soud,S.F., Amara,M., Kerdjoudj,H., 2011, Efficient Facilitated Transport of Lead and Cadmium across a Plasticized Membrane Mediated by D2EHPA and TOPO, *Materials Science and Application*, 2, 612-623.
- Atikah, 1994, *Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion tipe Kawat Terlapis*, Tesis, Institut Teknologi Bandung, 196p.
- Bakirdere, S., Yaroğlu, T., Tırık, N., Demiröz, M., Fidan, A. K., Maruldaı, O., dan Karaca, A., 2013, Determination of As, Cd, and Pb in Tap Water and Bottled Water Samples by Using Optimized GFAAS System with Pd-Mg and Ni as Matrix Modifiers, *Journal of Spectroscopy*, 2013, 1–7.
- Bakker, E., Buhlman, Pretsch, E., 1997, Carrier-Based Ion- Selective Electrode and Bulk Optodes, General Characteristic, *Chem.Rev.*, 97, 3083-3132.
- Carrijo, J. F. N., Luciano, C., Brasil, dan Coelho, N. M. M., 2005, Determination of Trace Lead in Waters by Flow Injection Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry, *J. Braz. Chem. Soc.*, 16, 520-525.
- Comeau, B., 2008, Plasticizer Alternatives for Use in Polymer Membrane Ion Selektive Electrodes, *Disertation*, Department of Chemistry, USA.
- Diaz, M.T., dan Bakker, E., 2001, Effect of lipophilic Ion Exchanger Leaching on the Detection limit of Carrier Based Ion-Selective Electrode, *Anal.Chem.*,73, 5582-5589.
- Darmono, 2001, *Lingkungan Hidup dan Pencemaran*, UI Press, Jakarta.
- Eggins, B. R., 2002, *Chemical Sensors and Biosensors*, John Wiley & Sons Ltd, England.
- Evan, A., 1991, *Potensiometry and ion Selective Electrode*, John Wiley & Son, Chichester, 304p.
- Greenwood, N. N., dan Earnshaw, A., 1984, *Chemistry of the Elements*, Reed Educational and Professional Publishing, England.
- Gupta, V. K., 2010, Potentiometric Sensors for Inorganic Anions Based on Neutral Carriers—An Invited Review Article, *The*

- Arabian Journal for Science and Engineering*, 35, 7–25.
- Harsini, M., 2008, Pembuatan Elektroda Komposit Polipirol/1,10-Dibenzyl-1,10-Diaza-18-Crown-6 Secara Elektropolimerisasi Sebagai Sensor Voltametri Ion Hg^{2+} pada Orde Konsentrasi Pikomolar, *Disertasi*, Departemen Kimia, Bandung.
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan validasi Metode dan Cara perhitungannya, *Majelis Ilmu Kefarmasian*, Vol.I, No.3, UI Jakarta.
- Huang, M., Ma, X., Li, X., 2009, Lead (II) ion-selective Electrode Based on Polyaminoanthraquinone Particles with intrinsic Conductivity, *Talanta*, 498-505.
- Hynek, D., Prasek, J., Pikula, J., Adam, V., Hajkova, P., Krejcová, L., Trnkova, L., Sochor, J., Pohanka, M., Hubalek, J., Beklova, M., Vrba, R., dan Kizek, R., 2011, Electrochemical Analysis of Lead Toxicosis in Vultures, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6, 5980 – 6010.
- Janata, J, 2009, Principles of Chemical Sensors; second edition, *Springer Science + Business Media*, London.
- Kricheldorf, H. R., Nuyken, O., dan Swift, G., 2005, Handbook of Polymer Synthesis; Second Edition, *Marcel Dekker*, New York.
- Khopkar, S. M., 1998, *Basic Concept of Analytical Chemistry*, New Age International Ltd, New Delhi.
- Mousavi, M.F., Sahari, S., Alizadeh, A., Shamsipur, M., 2000, Lead Ion-Selective Membrane Electrode Based on 1,10-Dibenzyl-1,10-Diaza-18-Crown-6, *Analytica Chimica Acta* 414, 189-194.
- Masadome, T., Wakida, S., Kawabata, Y., Imato, T., dan Ishibashi, N., 1992, Contribution of Plasticizer to Response of Surfactant-Selective Plasticized Polyvinyl chloride) Membrane Electrode by Using Ion-Sensitive Field-Effect Transistor, *Analytical Sciences*, 8, 89–91.
- Matta, Wilbraham, Staley, 1996, *General, Organic, and Biological chemistry*, Health and Company, Toronto.
- Mhammedi, M. A. E., Achak, M., dan Bakasse, M., 2013, Evaluation of A Platinum Electrode Modified with Hydroxyapatite in the Lead(II) Determination in A Square Wave Voltammetric Procedure, *Arabian Journal of Chemistry*, 6, 299–305.
- Meyerhoff, M. E., dan Opdycke, W. N., 1986, *Advances in Clinical Chemistry*, Academic Press INC, London.
- Neira, Maria, 2010, *Childhood Lead Poisoning*, World Health Organization (WHO).
- Palar Heryando, 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta
- Parveen, N., dan Rohan, Y., 2011, *Spectrophotometric Determination of Some Environmental Samples*, *Journal of Environmental Research And Development*, 6, 57–62.
- Patrick, S. G., 2005, *Practical Guide to Polyvinyl Chloride*, Rapra Technology Limited, Shawbury.
- Rounaghi, G. H., Mohajeri, M., Ashrafi, S., Ghasemi, H., Sedaghat, S., dan Tavakoli, M., 2007, Complex Formation of 1,10-Dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 with Ni^{2+} , Cu^{2+} , Ag^{+} and Cd^{2+} Metal Cations in Acetonitrile–dimethylformamide Binary Solutions, *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry*, 58, 1-6.
- Shemirani, F., Abkenar, S. D., dan Khatouni, A., 2004, Determination of Trace Amounts of Lead and Copper in Water Samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry after Cloud Point Extraction, *Bull. Korean Chem. Soc.*, 25, 1133–1136.
- Suyanta, 2013, *Potensiometri*, UNY Press, Yogyakarta.
- Talebi, S. M., dan Safigholi, H., 2006, Determination of Lead in Water Resources by Flame Atomic Absorption Spectrometry After Pre-concentration with Ammonium Pyrrolidinedithiocarbamate Immobilized on Surfactant-Coated Alumina, *J. Serb. Chem. Soc.*, 72, 585–590.
- Ginnynorman, 2010, *Polyvinyl Chloride*, <http://ginnynorman.wordpress.com/>, diakses tanggal 15 September 2014.
- Wang, N., Raza, A., Si, Y., Yu, J., Sun, G., dan Ding, B., 2013, Tortuously Structured Polyvinyl Chloride/Poly Urethane Fibrous Membranes for High-Efficiency Fine Particulate Filtration, *Journal of Colloid and Interface Science*, 398, 240–246.
- Zolotov, Y.A., 1997, *Macrocyclic Compounds in Analytical Chemistry*, John Wiley and Sons, Inc, New York.