

## PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) TIMBAL (II) TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT

Mahani Daninda, Qonita Fardiyah\*, Akhmad Sabarudin.

*Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan  
Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

*\*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835  
Email: fardiyah@ub.ac.id*

### ABSTRAK

Piropilit sebagai material anorganik mempunyai situs aktif yang dapat berfungsi sebagai penukar ion, sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai bahan aktif (ionofor) membran selektif ion. Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) berbasis piropilit sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matrik polimer, karbon aktif dan dioktilftalat (DOP) sebagai zat pemlastis dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) telah dikembangkan. Variabel yang digunakan pada penelitian ini yaitu waktu perendaman dilakukan pada 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 menit dan komposisi membran. Karakterisasi dasar ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang diteliti yaitu Faktor Nernst, batas deteksi, rentang konsentrasi linier, waktu respon, dan usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan waktu perendaman optimum membran diperoleh pada menit ke 50, dengan komposisi membran optimum yaitu piropilit : PVC : karbon aktif : DOP sebesar 49 : 16 : 3 : 32 (% b/b). Karakterisasi ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang dihasilkan rentang konsentrasi linier timbal (II)  $10^{-5} - 10^{-1}$  M dengan harga Faktor Nernst 29,33 mV/dekade konsentrasi. Batas deteksi yang dihasilkan sebesar  $8,054 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 1,669 ppm timbal, waktu respon yang dihasilkan 30 detik dan usia pemakaian selama 45 hari.

**Kata kunci:** Elektroda Selektif Ion (ESI), piropilit, timbal, tipe kawat terlapis.

### ABSTRACT

Pyrophyllite as an inorganic material having an active site that can serve as an ion exchanger, so that potentially to be used as ionophore ion selective membrane. Ion Selective Electrode (ISE) lead (II)-based on pyrophyllite as an ionophore, Polyvinylchloride (PVC) as the matrix polymer, activated carbon and dioktilftalat (DOP) as a plasticizer in tetrahydrofuran solven has been developed. Variables of this research consist of immersion time doing at 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 minutes and composition of the membrane. Basic characterization of ion ISE Lead (II) coated wire based on pyrophyllite were examined Nernst Factor, limit of detection, linear concentration range, response time, and life time. The results of research showed that, the optimum immersion time to 50 minutes, with the optimum membrane composition consist of Pyrophyllite : PVC : activated carbon : DOP is 49 : 16 : 3 : 32 (% b/b). Characterization of Lead (II)-based coated wire type pyrophyllite produced include: linear concentration range of lead  $10^{-5} - 10^{-1}$  M at a price of 29.33 Nernst Factor mV/decade of concentration. The resulting detection limit is  $8.054 \times 10^{-6}$  M or equal to 1,669 ppm of lead, the resulting response time of 30 seconds and a life time of 45 days.

**Keywords :** coated wire type, Ion Selective Electrode (ISE), lead, pyrophyllite

### PENDAHULUAN

Timbal merupakan salah satu unsur kimia dengan lambang “Pb” yang sering disebut “Plumb” dan tergolong dalam logam berat [1]. Timbal terakumulasi tidak hanya di udara, air, dan tanah bahkan pada produk makanan dan kosmetik ditemukan adanya kandungan timbal.

Menurut WHO [2] ambang batas timbal yang diperbolehkan di air sebesar 0,1 mg/L, di udara >1 $\mu$ m sedangkan pada kosmetik dan makanan tidak diperbolehkan mengandung timbal. Timbal yang terakumulasi dalam tubuh cukup berbahaya karena tidak dapat dicerna dalam sistem ekskresi akibatnya dapat tertimbun dalam tubuh dapat pula menyebabkan gangguan pada susunan syaraf pusat, fungsi ginjal, menghambat pembentukan hemoglobin, dan mempengaruhi tingkat kecerdasan (IQ) pada anak [3].

Metode analisis timbal yang sering digunakan adalah metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Metode SSA ini memiliki kelebihan dapat menganalisis sampel pada konsentrasi yang rendah. Kelemahan pada metode ini terdapat beberapa gangguan, antara lain gangguan fisika, kimia dan ionisasi [4]. Selain itu metode SSA kurang praktis digunakan untuk analisa di lapangan. Oleh sebab itu kendala ini dapat diatasi menggunakan metode lain yang lebih sederhana seperti potensiometri. Metode potensiometri yang umum digunakan adalah sensor potensiometri berupa Elektroda Selektif Ion (ESI). ESI adalah elektroda bermembran yang dapat merespon anion maupun kation secara selektif.

ESI Timbal (II) pernah dikembangkan oleh M. Ghaedi et al, 2011 [6] dengan menggunakan material organik sebagai ionofor. Bahan pendukung membran lain yang digunakan yaitu polivinilklorida (PVC), dibutilftalat (DBP). Dari hasil penelitian yang didapat, harga Faktor Nernst yang dihasilkan sebesar 25,79 mV/dekade, rentang konsentrasi  $10^{-6} - 10^{-1}$  M, batas deteksi  $4,0 \times 10^{-7}$  M. Faktor Nernst yang dihasilkan dari penelitian tersebut masih belum mendekati harga teoritis (untuk ion divalen yaitu sebesar 29,58 mv/dekade konsentrasi) sehingga perlu dilakukan modifikasi ESI Timbal (II) agar menghasilkan ESI yang *Nernstian*.

Oleh sebab itu pada penelitian ini dikembangkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis dengan modifikasi bahan aktif (ionofor) membran menggunakan material anorganik yakni piropilit. Berdasarkan penelitian Pribadi, 2008 [7] piropilit memiliki kemampuan sebagai bahan penukar kation karena mineral jenis clays seperti piropilit memiliki situs aktif pada permukaannya. Oleh sebab itu berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan aktif (ionofor) membran pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis. Bahan pendukung membran yang digunakan pada pembuatan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini yaitu PVC sebagai matriks polimer, pemlastis dioktilftalat (DOP), karbon aktif dalam pelarut tetrahidrofur (THF).

## METODA PENELITIAN

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : piropilit, dioktilftalat (DOP) (sigma), karbon aktif, polivinilklorida (PVC) (sigma), tetrahidrofuran (THF), batang plastic polietilen, kawat Pt, kabel NYAF, jek banana, HNO<sub>3</sub> 65%(v/v) p.a, padatan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> p.a (E.merck), larutan HCl p.a (E.merck), alkohol 96 % teknis (brastachem), AgNO<sub>3</sub> p.a (E.merck), dan akuades. Peralatan yang digunakan antara lain neraca analitik merek Adventurer model AR 2130, oven Memmert U30, potensiometer Schottt Gerate model CG 820, elektroda Ag/AgCl Hanna type HI5313, tanur Nabertherm model N-31, pengaduk magnet, kertas saring whatman no 40

### Prosedur

#### Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

Piropilit (bahan aktif membran) diaktivasi terlebih dahulu secara kimia dan fisika. Aktivasi kimia dilakukan dengan ditambahkan HCl 2 M. Aktivasi fisika dilakukan dengan pemanasan pada suhu tinggi (ditanur) dengan suhu 550°C selama 4 jam. Pembuatan membran dilakukan dengan cara mencampurkan bahan penyusun membran. Membran yang sudah tercampur dilekatkan pada kawat Pt kemudian dikeringkan di udara terbuka lalu dilakukan pemanasan pada suhu 50°C selama 12 jam.

#### Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat terlapis Berbasis piropilit

ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit dibuat dengan beberapa variasi komposisi. Variasi komposisi ini dilakukan untuk menentukan komposisi optimum pada membran. Berikut merupakan tabel 1 yang menunjukkan variasi komposisi membran

**Tabel 1** : Variasi komposisi membran

Komposisi Membran	Komposisi Membran			
	Piropilit (% b/b)	Karbon Aktif (% b/b)	PVC (% b/b)	DOP (% b/b)
1	49	3	16	32
2	32	3	16	49
3	16	3	16	65

#### Optimasi waktu perendaman membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang telah terlapis pada kawat Pt direndam dalam larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> jenuh dengan variasi waktu perendaman 0, 10, 20, 30, 40,

50, 60, 70, 80 menit. Kemudian digunakan untuk mengukur potensial larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan konsentrasi larutan  $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M

### **Karakterisasi dasar ESI Timbal(II) Tipe Kawat terlapis Berbasis Piropilit**

Penentuan Faktor Nernst dilakukan dengan mengukur potensial ESI Timbal (II) pada variasi konsentrasi larutan uji dan menggunakan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Data hasil pengukuran diolah dan diekstrapolasikan ke dalam grafik hubungan antara  $\log a_{\text{timbal}}$  dengan potensial yang terukur (mV) sehingga didapatkan Faktor Nernst, kisaran konsentrasi linier, dan batas deteksi. Penentuan waktu respon dilakukan dengan cara mengukur potensial larutan uji dengan selang waktu 10 – 180 detik. Penentuan lama usia pakai dilakukan untuk menentukan seberapa lama ESI Timbal (II) dapat digunakan yang ditunjukkan dari harga Faktor Nernst yang diperoleh persatuan waktu.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

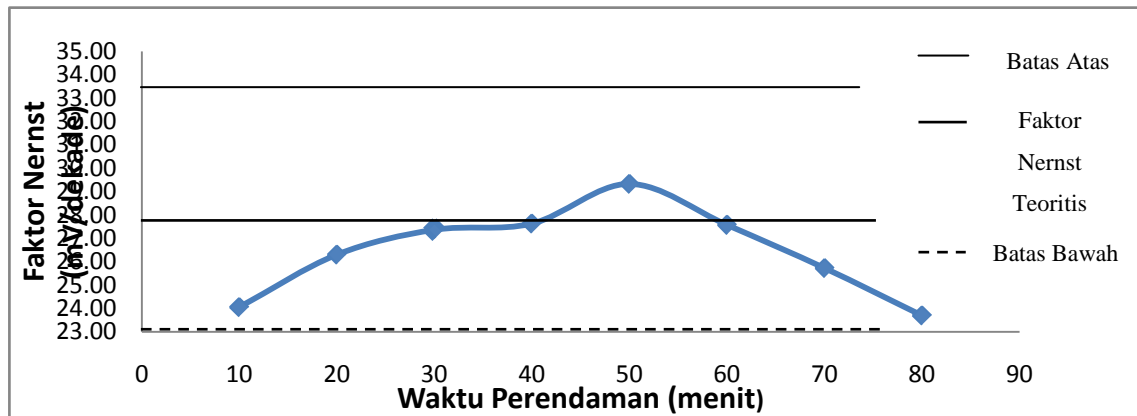
Pada penelitian ini digunakan piropilit sebagai bahan aktif membran dan beberapa bahan pendukung membran yakni karbon aktif, pemlastis DOP, dan PVC yang dilarutkan dalam pelarut THF. Piropilit dipilih sebagai bahan aktif membran karena piropilit merupakan material anorganik yang dapat berlaku sebagai penukar kation. Situs aktif pada piropilit dapat bekerja secara maksimal ketika diaktivasi[8]. Oleh sebab itu dilakukan aktivasi secara kimia dan fisika. Aktivasi kimia dilakukan dengan penambahan asam ke dalam piropilit. Penambahan asam ini akan memberikan atau mendonorkan ion  $\text{H}^+$  yang kemudian berikatan dengan atom  $-\text{O}-$  membentuk situs aktif asam lewis [5]. Aktivasi secara fisika yang dilakukan berfungsi menghilangkan pengotor dan memperlebar pori-pori serta menghilangkan kristal  $\text{H}_2\text{O}$  yang tertinggal dalam pori.

### **Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat terlapis Berbasis piropilit**

Pada penentuan komposisi optimum bahan penyusun membran didapatkan komposisi yang paling optimum pada komposisi pertama. Faktor Nernst yang dihasilkan mendekati nilai teoritis (29,58 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen) yaitu 29,33 mV/dekade konsentrasi. Komposisi tersebut memiliki jumlah bahan aktif yang lebih banyak dibanding yang lain, semakin banyak bahan aktif pada ESI Timbal (II) maka makin banyak timbal yang terikat di dalam membran sehingga ketika dilakukan pengukuran dihasilkan Faktor Nernst yang lebih mendekati teoritis.

## Optimasi waktu perendaman membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

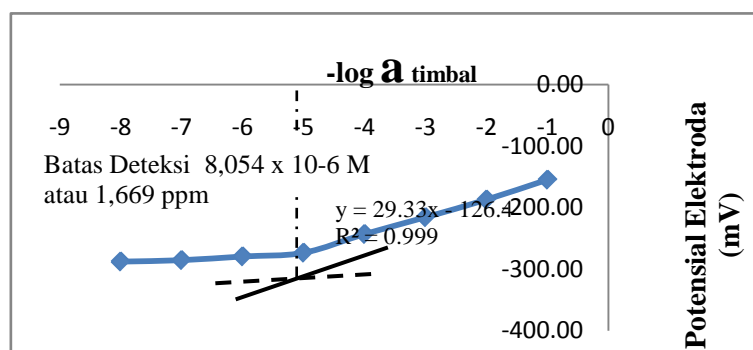
Waktu perendaman optimum dilakukan untuk mengkontakkan membran dengan timbal sebagai kation yang akan diukur potensialnya dan menghasilkan ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang selektif.



**Gambar 1.** Penentuan optimasi waktu perendaman membran

Hasil penelitian didapatkan pada menit ke 50 memiliki nilai Faktor Nernst yang mendekati nilai Faktor Nernst teoritis. Pada menit ke 50 tersebut menunjukkan waktu perendaman membran yang optimum. Penentuan waktu perendaman optimum ini dapat dilihat dari Faktor Nernst yang dihasilkan pada menit ke 10-20 membran belum berdisosiasi secara sempurna sehingga Faktor Nernst yang dihasilkan belum mendekati nilai Faktor Nernst teoritisnya. Pada menit ke 60-80 nilai Faktor Nernst yang dihasilkan menurun, hal ini terjadi karena membran telah jenuh.

## Karakterisasi dasar ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit

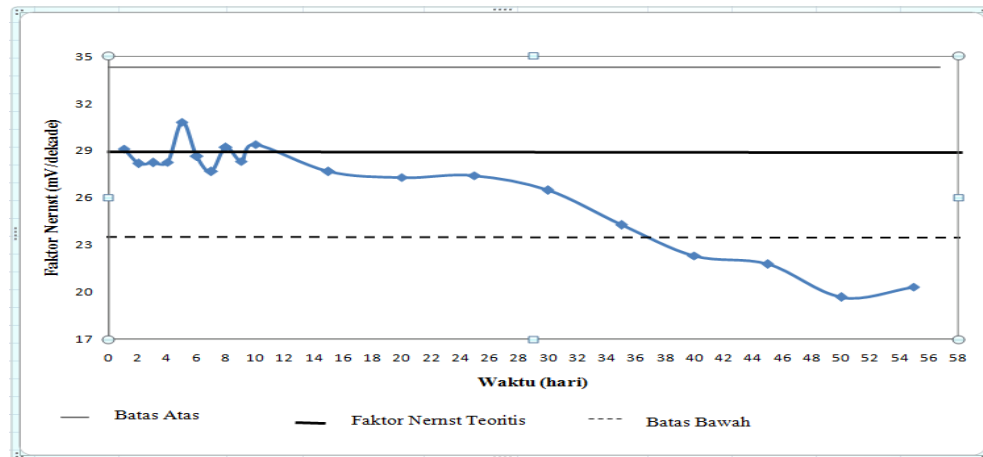


**Gambar 2 :** Kurva hubungan potensial (mV/dekade) terhadap  $a_{\text{Timbal}}$  dalam penentuan kisaran konsentrasi dan batas deteksi

Karakterisasi dasar ESI Timbal(II) tipe kawat terlapis yang dihasilkan adalah harga Faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis 29,33 mV/dekade konsentrasi. Konsentrasi linier

pada penelitian ini yakni  $10^{-5} - 10^{-1}$  M dengan batas deteksi sebesar  $8,054 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 1,669 ppm timbal.

Waktu respon yang dihasilkan sebesar 30 detik. Hal ini menunjukkan bahwa ESI Timbal(II) memiliki waktu respon yang relatif cepat.



**Gambar 3 :** Grafik hubungan Faktor Nernst (mV/dekade) dengan waktu (hari)

Grafik yang dihasilkan dapat dilihat bahwa pada 0-10 hari pertama Faktor Nernst yang dihasilkan masih stabil mendekati nilai teoritis (29,58 mV/dekade konsentrasi) namun ketika hari ke 45 menunjukkan harga Faktor Nernst yang mulai turun dari ambang batas yang diperbolehkan, namun ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit masih dapat digunakan karena harga  $R^2$  masih mendekati 1. Hal ini berarti korelasi data satu dengan yang lain tidak ditemukan penyimpangan, namun pada hari ke 50-55 nilai Faktor Nernst sudah tidak lagi *Nernstian*, Hal ini dapat terjadi karena ESI Timbal (II) terlalu lama kontak dengan air yang bertindak sebagai pelarut pada larutan uji.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa komposisi optimum ESI Timbal (II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit diperoleh dengan perbandingan piropilit 49% : karbon aktif 3% : PVC 16% : DOP 32% (b/b). Waktu perendaman optimum membran untuk ESI Timbal(II) berbasis piropilit ini yakni 50 menit. Sedangkan untuk karakterisasi dasar ESI Timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini menghasilkan Faktor Nernst sebesar 29,33 mV/dekade konsentrasi, dengan kisaran konsentrasi linier  $10^{-5} - 10^{-1}$  M dan mampu mendeteksi kation timbal hingga  $8,054 \times 10^{-6}$  mol/L atau setara dengan 1,669 ppm timbal. Waktu respon yang dihasilkan selama 30 detik dengan lama usia pemakaian ini selama 45 hari

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memberikan kesempatan untuk melakukan penelitian Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Piropilit.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wood, O.W. , m.s.c. m.e.d, LL.B,F.R.I.C , 1967. *Inorganic Chemistry An Intermediate Text Third Edition*. Butter Worth & co Publisher limited. London
- [2] WHO Region Publication European Series, 1999.*Baku Mutu Kualitas Udara Ambien PP no 41 Tahun 1999*, Serpong
- [3] Heldhi Broto, Aprilia R, Nur Haeni, Hartono, Nur wahyu, 2006. *Survei Timbal Pada Rambut dan Dampaknya Terhadap Kesehatan PKL dan Warga Malioboro Kota Yogyakarta*, btkljogja. Yogyakarta
- [4] Septiyani Aris, S. Husna, S. Zakiah, S. Norhasanah, T. Agustina, W. I. Trimurni, W. Jennah, Y. Susanti, 2013. *Spektrofotometri Serapan Atom*. Makalah SSA. Politeknik Kesehatan, Banjarmasin
- [5] Doftner. K., 1991, *Ion Exchanger*, Walter de Gruyter & Co., Berlin
- [6] M. Ghaedi, M. Montazerzohori, Z. Andikaey, A. Shokrollahi, S. Khodadoust, M. Behfar, S. Sharifi, 2011. Fabrication of  $Pb^{2+}$  Ion Selective Electrode Based on 1-((3-((2-Hydroxynaphthalen-1-yl)Methyleneamino)-2,2-Dimethylpropylimino) Methyl) Naphthalen-2-ol as New Neutral Ionophore, *International Journal Of Electrochemical Science*, Department of Chemistry, University of Yasouj, Iran, SCi, Vol. 6 pp. 4127-4140
- [7] Pribadi. A., 2008.*Pengaruh Ukuran Partikel dan Lama Kalsinasi Terhadap Kapasitas Tukar Kation (KTK) Piropilit-H Nawangan Pacitan Menggunakan Ion  $Mg^{2+}$* . Skripsi . Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- [8] Keren, R. and Spaks, D.L., 1995.*The Role of Edge Surfaces in Flocculation of 2:1 Clay Minerals*, *Soil. Science Soc. Am.J.*, 59 pp. 430-435