

## PEMBUATAN ELEKTRODA SELEKTIF ION TIMBAL (II) BERBASIS *S-METHYL-N(METHYLCARBAMOYLOXY) THIOACETIMIDATE*

Linda Noviana, Qonitah Fardiyah\*, Atikah

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

Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan Elektroda Selektif Ion timbal (II) berbasis *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* tipe kawat terlapis. Membran dilapiskan pada kawat Platina yang terbuat dari *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* sebagai ionofor, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai pemlastis dalam pelarut THF 1:1,5 (%<sup>b</sup>/<sub>v</sub>). Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan komposisi membran dan waktu perendaman membran yang optimum sehingga menghasilkan ESI yang bersifat *Nernstian*. Variasi komposisi membran yang digunakan tersusun dari *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* : PVC: DOP (%<sup>b</sup>/<sub>b</sub>) = 17: 17: 66 (komposisi I), 19: 27: 54 (komposisi II), dan 20: 26: 52 (komposisi III) dilarutkan dalam pelarut THF dengan perbandingan 1:1,5 (%<sup>b</sup>/<sub>v</sub>). Variasi waktu perendaman membran yang digunakan adalah 10, 30, 50, 60, 80, dan 120 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi membran yang bersifat *Nernstian* dihasilkan pada komposisi membran (I) dengan perbandingan *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* : PVC : DOP = 17 :17 :66 (%<sup>b</sup>/<sub>b</sub>) yang menghasilkan harga faktor Nernst sebesar 29,26 (mV dekade/konsentrasi) dalam rentang konsentrasi timbal (II)  $10^{-5}$ - $10^{-1}$  M dengan waktu perendaman membran ESI timbal (II) yang optimum adalah 60 menit.

**Kata kunci:** komposisi membran optimum, *Nernstian*, waktu perendaman optimum.

### ABSTRACT

The research of preparation of ISE lead (II) *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* membrane coated wire type has been carried out. The membrane which coated on Platine wire was made from *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* as a ionophore, polyvinylchloride (PVC) as a matriks of polimer, dioctylphatale as a plasticizer was dissolved in tetrahydrofuran 1:1,5 (%<sup>w</sup>/<sub>v</sub>). Preparation of ISE lead (II) to determine composition of membrane optimum and soaking time which result of ISE lead (II) *Nernstian*. Varied of composition membrane consist of *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* : PVC : DOP (%<sup>w</sup>/<sub>w</sub>) = 17 : 17 : 66 (composition I), 19: 27: 54 (composition II), and 20: 26: 52 (composition III) was dissolved in THF with ratio 1:1,5 (%<sup>b</sup>/<sub>v</sub>). Variation of the soaking time membrane were 10, 30, 50, 60, 80, and 120 minutes. The result shows that composition of membrane which the most *Nernstian* is composition membrane (I) with ratio *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* : PVC : DOP = 17 :17 :66 (%<sup>b</sup>/<sub>b</sub>) with result factor Nernst price is 29,26 (mV/ decade consentrasi) in range of concentration of lead (II)  $10^{-5}$ - $10^{-1}$  M with the soaking time optimum for membrane ESI lead (II) is 60 minutes.

**Keywords:** Composition of membrane optimum, *Nernstian*, Soaking time optimum.

## **Pendahuluan**

Timbal (Pb) memiliki nomor atom 82 dan berat molekul 207,21 (g/mol). Timbal dapat bereaksi dengan senyawa-senyawa lain membentuk berbagai senyawa timbal baik senyawa organik seperti timbal oksida (PbO), timbal klorida (PbCl<sub>2</sub>), dan lain-lain. Timbal dapat masuk dalam tubuh melalui pernafasan dan makanan. Konsumsi timbal dalam jumlah banyak secara langsung dapat menyebabkan kerusakan jaringan. Paparan timbal pada bayi dan anak-anak dapat menyebabkan kerusakan otak, penghambatan pertumbuhan, kerusakan ginjal dan gangguan pendengaran, sedangkan paparan timbal yang berlebihan pada orang dewasa menyebabkan peningkatan tekanan darah dan gangguan pencernaan [1].

Spektrofotometer Serapan Atom merupakan salah satu metoda yang pernah dikembangkan untuk analisis timbal. Metode Spektrofotometer Serapan atom merupakan metoda standar untuk penentuan logam-logam yang memiliki kelebihan antara lain memiliki sensitifitas yang tinggi terhadap sampel yang dianalisis dan penggunaan untuk analisis sampel relatif cepat. Namun, metode ini memiliki kelemahan untuk analisis sampel diantaranya tidak bisa digunakan untuk analisa lapang dan memerlukan lampu katoda yang berbeda untuk jenis logam yang berbeda. Oleh karena itu metode analisis yang cepat dan akurat dibutuhkan untuk analisis timbal (II). Salah satu metode analisis timbal (II) yang cepat dan akurat adalah metode Potensiometri Elektroda Selektif Ion.

Elektroda Selektif Ion merupakan suatu elektroda kerja yang mampu mengukur secara selektif terhadap ion tertentu. Potensial yang terukur akan berubah secara reversibel terhadap kereaktifan dari ion yang ditentukan [2]. Elektroda Selektif Ion merupakan bagian yang sangat penting dalam sistem sensor elektrokimia, hal ini karena dalam ujung sensor mengandung bahan aktif yang mana terjadi peristiwa termodinamik dan kinetik [3].

Elektroda tipe kawat terlapis merupakan sebuah tipe Elektroda Selektif Ion dengan bahan elektroaktif yang digabungkan dalam membran polimer tipis berpendukung, kemudian dilapiskan secara langsung pada konduktor logam. Konduktor logam yang digunakan bisa berupa kawat tembaga, perak, platina, dan grafit. Elektroda Selektif Ion tipe kawat terlapis mengganti sistem elektroda pembanding dalam menggunakan konduktor elektronik berupa kawat logam [4].

Salah satu Elektroda Selektif Ion (ESI) timbal (II) yang pernah dikembangkan sebelumnya adalah ESI timbal (II) dengan ionofor 1-((3-((2-Hydroxynaphthalen-1-yl)Methyleneamino)-

2,2Dimethylpropylimino)Methyl)Naphtalen 2-ol. Bahan pendukung yang digunakan yaitu polivinilklorida (PVC) dan Dibutilftalat (DBP). Dari hasil penelitian tersebut, harga faktor Nernst yang dihasilkan sebesar 25,79 mV/ dekade konsentrasi. Harga faktor Nernst yang dihasilkan belum mendekati nilai teoritis untuk ion valensi dua sebesar 29,56 mV/ dekade konsentrasi [5].

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, perlu dikembangkan lebih lanjut Elektroda Selektif Ion timbal (II) dengan modifikasi ionofor. Dalam penelitian ini, ionofor yang digunakan adalah *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate*. Pemilihan senyawa *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* sebagai ionofor karena interaksinya sangat kuat terhadap ion logam dan memiliki kecenderungan untuk membentuk khelat yang stabil dengan logam berat [6].

Membran yang dilapiskan sangat berperan penting dalam mempertahankan potensial pembanding dalam. Elektroda selektif ion tipe kawat terlapis ini umumnya memberikan respon potensial yang optimal setelah melalui perendaman larutan ion yang disensornya [7]. Dalam pembuatan Elektroda Selektif Ion timbal (II) berbasis *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* harus diketahui perbandingan komposisi membran dan waktu perendaman yang optimum sehingga diperoleh suatu Elektroda Selektif Ion timbal (II) yang *Nernstian*. Komposisi membran yang optimum dapat menghasilkan membran selektif ion yang berfungsi sebagai sensor ion sehingga mempengaruhi kinerja Elektroda Selektif Ion timbal (II) dan akan menghasilkan faktor Nernst yang mendekati teoritis. Waktu perendaman membran diperlukan untuk menjenuhkan ESI dengan ion timbal dimana dengan diketahui waktu perendaman optimum dapat menghasilkan kinerja ESI yang optimal.

## **METODE PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: *S-Methyl-N(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate* (hasil isolasi dari insektisida DuPont Lannate® 40 SP), dioktilftalat (DOP) (sigma), polivinilklorida (PVC) (sigma), tetrahidrofurant (THF) (E.merck), batang plastik polietilen, kawat Pt, kabel *NYAF*,  $\text{HNO}_3$  65% ( $\text{v/v}$ ) p.a, padatan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  p.a (E.merck), alkohol 96 % teknis ( $\text{v/v}$ ) (brastachem), dan akuades.

Peralatan yang digunakan antara lain potensiometer Schott Gerate model CG 820, elektroda pembanding Ag/AgCl Hanna type HI5313, neraca analitik merek Adventurer

model AR 2130, oven Memmert U30, pengaduk magnet, motor *rotary*, seperangkat alat gelas Pyrex.

## **Prosedur**

### **Pembuatan ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate***

Pembuatan membran dilakukan dengan cara mencampurkan bahan penyusun membran yang diantaranya *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*, PVC dan DOP . Setelah itu dilarutkan dengan THF dengan perbandingan 1:1,5 (%  $b/v$ ). Membran dilapiskan pada kawat Pt dengan ketebalan 0,3-0,5 mm dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 50°C selama 12 jam. Kawat platina yang telah terlapis membran didinginkan dan direndam dengan larutan  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M.

### **Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat terlapis Berbasis *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate***

Elektroda Selektif Ion timbal (II) dengan komposisi tertentu digunakan untuk mengukur potensial larutan  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-8}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-1}$  M.

### **Optimasi waktu perendaman membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate***

ESI timbal (II) dengan komposisi membran yang optimum dilakukan variasi waktu perendaman dalam larutan pekat  $Pb(NO_3)_2$  1,5 M dengan variasi waktu perendaman yang digunakan adalah 10, 30, 50, 60, 80, dan 120 menit. Kemudian digunakan untuk mengukur larutan  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-8}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-1}$  M.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat terlapis Berbasis *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

Optimasi komposisi membran bertujuan untuk mendapatkan komposisi membran yang optimum, sehingga menghasilkan harga faktor Nernst yang bersifat *Nernstian*. Tabel 1. Pengaruh komposisi membran terhadap harga faktor Nernst.

**Tabel 1.** Pengaruh komposisi membran terhadap faktor Nernst yang dihasilkan.

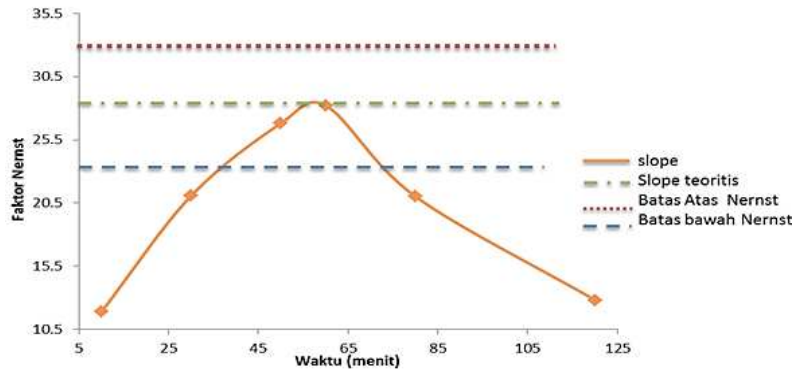
Membran	Komposisi Bahan (% <sup>b</sup> / <sub>b</sub> )			Faktor Nernst (mV/dekade konsentrasi)	R <sup>2</sup>
	Methomyl	PVC	DOP		
1	17	17	66	29,26±0,172	0,9980
2	19	27	54	27,5±0,234	0,9965
3	22	26	52	26,5±0,173	0,9969

Hasil penentuan komposisi membran optimum diperoleh pada perbandingan komposisi membran *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate* : PVC : DOP = 17:17: 66 (%<sup>b</sup>/<sub>b</sub>) dengan harga faktor Nernst yang mendekati teoritis (29,56 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen) yaitu 29,26 mV/dekade konsentrasi dengan rentang konsentrasi 10<sup>-5</sup>-10<sup>-1</sup> M. Harga faktor Nernst yang mendekati teoritis, disebabkan oleh membran ESI yang hidrofob dan homogen, sehingga ionofor membran dapat terdisosiasi dan melakukan pertukaran dengan ion timbal (II) akibatnya selektivitas membran dapat meningkat. Penambahan jumlah ionofor yang terlalu banyak menyebabkan ion timbal (II) akan sulit mengalami disosiasi, sehingga menyebabkan membran kurang selektif.

### Optimasi waktu perendaman membran ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*

Optimasi waktu perendaman bertujuan untuk mendapatkan waktu penjenjuran membran ESI timbal (II) yang optimum, sehingga ESI timbal tipe kawat terlapis yang dibuat dapat

merespon ion timbal dalam larutan analit. Gambar 1 menunjukkan pengaruh waktu perendaman dengan harga faktor Nernst.



**Gambar 1.** Grafik pengaruh harga faktor Nernst terhadap variasi waktu

Dari data Gambar 1 dapat diketahui bahwa pada waktu perendaman optimum diperoleh pada lama perendaman 60 menit dengan menghasilkan harga faktor Nernst sebesar 28,2 (mV/dekade konsentrasi). Pada waktu 10 dan 30 menit harga faktor Nernst yang dihasilkan yakni 11,8 dan 21 (mV/dekade konsentrasi), harga faktor Nernst yang dihasilkan belum mendekati nilai faktor Nernst teoritis, hal ini disebabkan oleh jumlah H<sub>2</sub>O yang dibutuhkan membran untuk melakukan disosiasi belum mencukupi, sehingga membran belum mampu mengadakan kontak dengan ion timbal (II), sehingga belum mencapai kesetimbangan. Waktu perendaman optimum diperoleh pada waktu perendaman 60 dan 50 respon ESI timbal (II) mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 26,8 dan 28,2 (mV/dekade konsentrasi). Hal ini menunjukkan bahwa membran ESI dapat menyerap H<sub>2</sub>O yang mencukupi sehingga bahan aktif terdisosiasi dan mengadakan reaksi pertukaran ion dengan timbal (II) yang disensornya sampai mencapai kesetimbangan. Waktu perendaman 80 dan 120 menit mengalami penyimpangan harga faktor Nernst yang diperbolehkan yakni 20,9 dan 10,1 (mV/dekade konsentrasi). Hal ini dikarenakan membran terlalu lama kontak dengan larutan analit terjadi pengembangan membran (*swelling*) menyebabkan penurunan harga faktor Nernst.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan diperoleh komposisi optimum ESI timbal (II) tipe kawat terlapis yang bersifat *Nernstian* dihasilkan pada komposisi membran dengan perbandingan *S-Methyl-N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*: PVC: DOP = 17 :17 :66

(%/b) yang menghasilkan harga faktor Nernst 29,2 (mV /dekade konsentrasi) dengan rentang konsentrasi  $10^{-5}$ - $10^{-1}$  M. Waktu perendaman untuk menjenuhkan membran ESI timbal (II) adalah 60 menit.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Standar Nasional Indonesia. 2009. *Batas Cemaran Logam Berat*. Badan Standatrisasi Nasional Indonesia.
2. Fardiyah Q., 2003, *Aplikasi Elektroda Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Terlapis Untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas NO*, Tesis, Program Studi Kimia, Program Pascasarjana ITB, Bandung.
3. Suyanta, 2004, *Penentuan Tetapan Selektivitas Elektroda Selektif Ion Sistem Potensiometri Dengan Metode MPM*, Jurusan Pendidikan Kimia, Universitas Negri Yogyakarta.
4. Wygladacz. K., 2006, *Solid-State Sensors*, Warsaw University Of Technology, Departement of Analytical Chemistry, Poland
5. Ghaedi. M., M. Montazerozohori, Z. Andikaey, A. Shokrollahi, S. Khodadoust, M. Behfar, S. Sharifi, 2011, *Fabrication of Pb<sup>2+</sup> Ion Selective Electrode Based on 1-((3-((2-Hydroxynaphthalen-1-yl)Methyleneamino)-2,2-Dimethylpropylimino) Methyl) Naphthalen-2-ol as New Neutral Ionophore*, Int. J. Electrochem. Sci., 6, pp. 4127 – 4140.
6. Guptha, Vinod Kumar, Bhavana Sethi, Niraj Upadhyay, Sunita Kumar, Rakesh Singh, Lok Pratap Singh, 2011, *Iron (III) Selective Electrode Based on S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate as a Sensing Material*, Int. J. Electrochem. Sci., 6, pp. 650 – 663.
7. Patnai. P., 2004, *Dean's Analytical Chemistry Handbook Second Edition*, McGraw-Hill Companies Inc, New York.