

## KARAKTERISASI ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) KADMIUM TIPE KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN D2EHPA

Endah Kusriani, Atikah\*, Hermin Sulistyarti

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: atikah\_chem@ub.ac.id

### ABSTRAK

Penentuan karakter dasar elektroda selektif ion (ESI) kadmium tipe kawat terlapis bermembran D2EHPA yang dilakukan meliputi faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon dan usia pakai. Pengukuran potensial dilakukan dengan menggunakan komposisi membran optimum yang terdiri dari bahan aktif *Di(2-Ethyl Hexyl)Phosphoric Acid* (D2EHPA) : Polivinilklorida(PVC) : Dibutilftalat(DBP) dengan perbandingan 16:28:56 yang dilarutkan ke dalam tetrahidrofuran (THF) pada perbandingan 1:3 (b/v). Larutan uji  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-8}$  –  $1 \times 10^{-1}$  M pada pH 5 dan waktu perendaman optimum 20 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI yang dibuat bersifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst sebesar  $27,7 \pm 0,264$  mV/dekade konsentrasi dan koefisien regresinya ( $R^2$ ) sebesar 0,9998. Kisaran konsentrasi ESI kadmium adalah  $1 \times 10^{-5}$ - $1 \times 10^{-1}$  M atau 1,46 – 14600 ppm. Batas deteksi ESI kadmium sebesar  $6,607 \times 10^{-6}$  M atau 0,317 ppm. Sedangkan waktu respon dari ESI kadmium adalah 40 detik dan usia pemakaiannya mencapai 42 hari. Reprodusibilitas pembuatan 3 buah ESI ditunjukkan oleh deviasi standar (SD) dan koefisien variasi (CV) berturut-turut adalah 0,264 dan 0,953%.

**Kata kunci** : D2EHPA, elektroda kawat terlapis, ESI kadmium, karakterisasi

### ABSTRACT

Determination of the basic characters of coated wire cadmium ion selective electrode (Cd CWE) which have performed include Nernst factor, linear concentration range, limit of detection, response time and life time. Potential measurements were performed using optimum membrane composition comprising active ingredients of *Di(2-Ethyl Hexyl)Phosphoric Acid* (D2EHPA) : *Polyvinylchloride* (PVC) : *Di-butyl Phthalate* (DBP) with % w/w ratio 16:28:56 dissolved in tetrahydrofuran (THF) at ratio of 1:3 (w / v) in the test solution of  $\text{CdCl}_2$   $1 \times 10^{-8}$  -  $1 \times 10^{-1}$  M at pH 5 and optimum soaking time of 20 minutes. The result showed that Cd(II) CWE is being made demonstrated Nernstian with Nernts factor of  $27.7 \pm 0.267$  mV / decade of cadmium(II) at linear concentration range from  $1 \times 10^{-5}$  to  $1 \times 10^{-1}$  M or 1.46 to 14600 ppm, detection limit of  $6.607 \times 10^{-6}$  M or 0.317 ppm, response time of 40 seconds and life time of 42 days. Reproducibility production of 3 Cd(II) CWE is well shown by the price of a standard deviation (SD) and coefficient of variation (CV) were respectively 0.264 and 0.953%.

**Keywords**: characterization, D2EHPA, ESI cadmium, membrane coated wire

### PENDAHULUAN

Adanya industri akan dapat menghasilkan limbah yang dapat mencemari perairan seperti adanya logam berat, salah satunya adalah kadmium (Cd) dari pembuatan *alloy* dan industri keramik. Kadmium mempunyai sifat karsinogenik dalam tubuh manusia, apabila kadarnya melebihi batas maksimum yang dipersyaratkan [1].

Untuk pemeriksaan logam kadmium secara kuantitatif dilakukan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) karena metode ini tidak memerlukan pemisahan unsur-unsur logam dalam cuplikan dan cocok untuk pengukuran sampel dengan konsentrasi yang rendah. Namun metode ini memiliki kekurangan yaitu peralatan yang mahal dan tidak dapat digunakan untuk analisis di lapangan. Dengan demikian maka dapat digunakan metode yang lebih sederhana yaitu metode potensiometri menggunakan Elektroda Selektif Ion (ESI) [2]. Analisis dengan menggunakan sensor potensiometrik dapat menentukan beragam aktifitas ion-ion dalam larutan melalui potensial yang ditimbulkan. ESI memiliki keunggulan antara lain [3]: (1) analisis dengan ESI cepat dan akurat, (2) ESI dapat mengukur aktivitas suatu spesies secara langsung dan memiliki selektivitas yang tinggi sehingga tidak memerlukan pemisahan, (3) jangkauan pengukuran luas, dan (4) biaya analisis murah.

Sifat dasar dari ESI meliputi faktor Nernst, rentang konsentrasi, limit deteksi, stabilitas potensial baku kondisional ( $E^\circ$ ) terhadap waktu, reproduibilitas pembuatannya, waktu respon yang cepat (orde detik), selektif terhadap ion asing serta usia pemakaian yang lama [4]. ESI kadmium yang dibuat dapat digunakan untuk menganalisis adanya ion kadmium di dalam sampel air, tetapi ESI tersebut masih belum diketahui kinerjanya sehingga perlu dilakukan karakterisasi. Karakterisasi ESI kadmium meliputi faktor Nernst, kisaran konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon, dan usia pemakaian. Dengan demikian, akan diketahui kualitas ESI yang dibuat.

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $CdCl_2$  (fluka), D2EHPA, polimer polivinilklorida (PVC) (sigma), pemlastis dibutilftalat (DBP) (sigma), pelarut tetrahidrofuran (THF) (e-merck),  $CH_3COONa$ , larutan  $CH_3COOH$  100 % (v/v),  $HNO_3$  36 % (v/v), etanol 96 % (v/v), kabel koaksial RG-58, kawat platina (Pt) dengan panjang 5 cm dan diameter 0,5 mm, plastik polietilen (PE) dan akuades. Sedangkan peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pH dan potensiometer merk Schott Gerate CG-820, elektroda pembanding Ag/AgCl, pengaduk magnet, batang magnet (stirer), statif, neraca analitik merk adventurer model AR 2130, botol semprot, botol sampel, bola hisap, oven serta seperangkat peralatan gelas dan plastik yang lazim digunakan di laboratorium kimia.

## **Prosedur**

### **Pembuatan ESI kadmium tipe kawat terlapis**

Kawat platina dibersihkan dengan amplas, kemudian dicuci dengan menggunakan ( $\text{HNO}_3$ ) 1:1, akuades, dan etanol 96%. Selanjutnya, kawat platina dikeringkan dalam oven dengan temperatur  $\pm 50$  °C selama 30 menit. Kemudian kawat platina dilapisi dengan campuran membran yang terdiri dari D2EHPA, PVC, dan DBP dengan perbandingan 16:28:56 yang dilarutkan dengan THF sebanyak 3 mL, lalu dilakukan pengeringan pada suhu ruang selama 30 menit yang dilanjutkan dengan pemanasan dalam oven pada temperatur  $\pm 50$  °C selama 12 jam.

### **Karakterisasi sifat dasar ESI kadmium tipe kawat terlapis**

#### **Faktor Nernst dan kisaran konsentrasi pengukuran**

Faktor Nernst ditentukan dengan menyiapkan sederet variasi konsentrasi larutan  $\text{CdCl}_2$   $10^{-1}$ - $10^{-8}$ M dan dikondisikan pada pH 5 menggunakan bufer asetat, kemudian dilakukan pengukuran potensial dengan ESI kadmium sebagai elektroda indikator dan elektroda  $\text{Ag}/\text{AgCl}$  sebagai elektroda pembanding. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara  $E(\text{mV})$  terhadap  $\log[\text{CdCl}_2]$ . Kurva yang diperoleh merupakan garis lurus pada kisaran konsentrasi tertentu dengan kemiringan  $-2,303 \text{ RT}/nF$  yang merupakan faktor Nernst. Sedangkan, kisaran konsentrasi linier ditunjukkan oleh garis lurus pada kurva hubungan  $E(\text{mV})$  terhadap  $\log[\text{CdCl}_2]$ .

#### **Limit deteksi**

Penentuan limit deteksi ESI kadmium dilakukan dengan membuat garis singgung pada fungsi garis linier dan non linier kurva hubungan antara potensial  $E$  (mV) dengan  $-\log$  konsentrasi  $\text{Cd}(\text{II})$  (M), perpotongan garis singgung ini diekstrapolarisasikan terhadap sumbu  $x$  ( $-\log$  konsentrasi  $\text{Cd}(\text{II})$ ), sehingga dapat diketahui konsentrasi batas deteksi dari ESI kadmium yang telah dibuat.

#### **Waktu respon**

Penentuan waktu respon dilakukan dengan pengukuran potensial larutan  $\text{CdCl}_2$   $10^{-5}$ - $10^{-1}$ M yang dikondisikan pada pH 5 menggunakan bufer asetat pada selang waktu 10-180 detik interval 10 detik, kemudian dibuat kurva hubungan antara waktu (sumbu  $x$ ) dan potensial (sumbu  $y$ ), waktu respon ditunjukkan oleh waktu respon pada konsentrasi terkecil saat ESI menunjukkan respon linier.

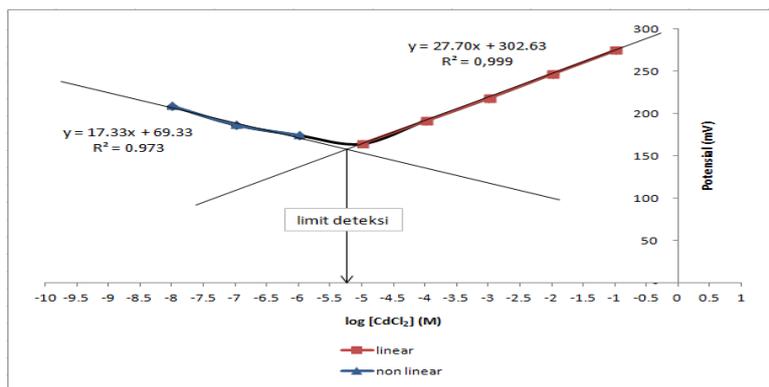
### Usia pemakaian (*life time*)

Penentuan usia pakai dilakukan dengan pengukuran konsentrasi larutan  $\text{CdCl}_2$   $10^{-5}$ - $10^{-1}$  M yang dikondisikan pada pH 5 diukur pada selang waktu tertentu yaitu dengan cara dilakukan pengukuran setiap hari pada 7 hari pertama dan setiap 5 hari pada hari-hari berikutnya selama 52 hari.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi Linier dan Batas Deteksi

Hasil pengukuran potensial 3 buah elektroda ESI Cd(II) tipe kawat terlapis yang dibuat dalam larutan  $\text{CdCl}_2$   $10^{-8}$ - $10^{-1}$ M disajikan dalam Gambar 1. Data dalam Gambar 1 menunjukkan bahwa respon ESI adalah *Nernstian*, dengan harga faktor Nernst sebesar  $27,7 \pm 0,264$  mV/dekade konsentrasi ion Cd(II) pada rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$ - $1 \times 10^{-1}$ M atau 1,46-14600ppm, batas deteksi mencapai  $6,592 \times 10^{-6}$ M atau 0,316ppm. Bilangan Nernst dapat dijadikan parameter sensitifitas suatu elektroda selektif ion (ESI), yang harganya dipengaruhi oleh waktu perendaman, jumlah air yang terjebak di dalam membran dan komposisi membran yang digunakan harus bersifat hidrofobitas dan homogenitas agar elektroda selektif ion tersebut dapat bersifat *Nernstian*. Hidrofobitas *plasticizer* dapat menyebabkan sebagian bahan aktif terpartisi ke dalam fasa air dan mengadakan asosiasi ion dengan analit sehingga sangat mempengaruhi karakter dari suatu membran. Membran yang kurang hidrofob akan dapat menyebabkan lepasnya bahan aktif ke dalam larutan analit sehingga proses mobilitas ion antar muka membran terhambat yang diakibatkan oleh kapasitas tukar ion yang menurun. Selain itu, membran yang kurang hidrofob juga dapat menyebabkan masuknya ion-ion pengganggu ke dalam membran. Sehingga, ion-ion pengganggu tersebut ikut mengalami reaksi pertukaran ion di fasa antar muka membran. Rentang konsentrasi linier ditentukan oleh kapasitas tukar ion bahan aktif membran, dimana pada konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$ - $1 \times 10^{-1}$ M masih memberikan kapasitas tukar ion yang optimum. Respon potensial yang terjadi pada konsentrasi  $1 \times 10^{-8}$ - $1 \times 10^{-6}$ M disebabkan oleh sifat permeabilitas membran terhadap kation Cd(II) berkurang karena kapasitas tukar ion antar membran dengan larutan analit yang kurang sempurna akibat konsentrasi analit yang terlalu rendah, sehingga membran kurang mampu menolak koion (anion klorida) dalam larutan.



**Gambar 1.** Kurva hubungan  $E_{sel}$  dan  $\log [Cd^{2+}]$  ESI kadmium

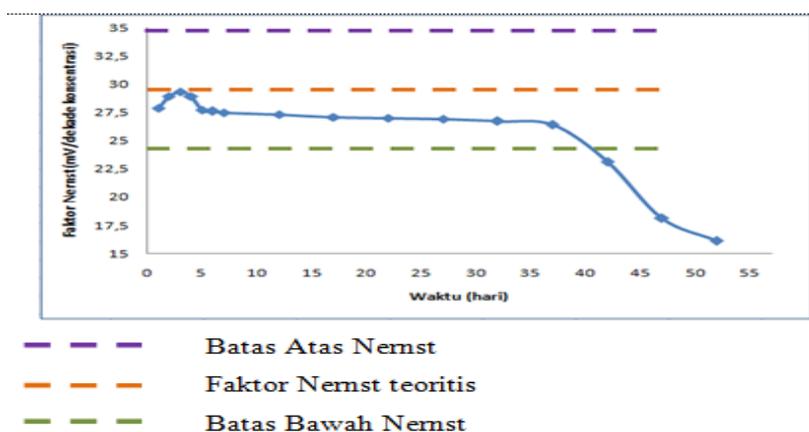
### Waktu Respon

Waktu respon merupakan waktu yang dibutuhkan ESI untuk mencapai kesetimbangan pada setiap pengukuran larutan hingga didapatkan harga potensial sel yang konstan. Dalam hal tersebut terjadi pertukaran ion  $[Cd^{2+}]$  dalam larutan analit dengan ion  $[Cd^{2+}]$  yang berada pada antarmuka membran D2EHPA sampai jumlah ion  $[Cd^{2+}]$  pada antarmuka membran sama dengan ion  $[Cd^{2+}]$  pada larutan analit. Pada saat terjadi pertukaran ion, akan didapatkan harga potensial yang konstan. Waktu respon berhubungan dengan kinetika reaksi pertukaran ion. Konsentrasi berbanding lurus dengan kecepatan reaksi. Jadi, semakin besar konsentrasi dari suatu larutan analit, maka semakin cepat reaksi kesetimbangan yang terbentuk.

Berdasarkan data yang didapatkan untuk rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-1} - 1 \times 10^{-5}$  M memberikan waktu respon 40 detik. Hal ini menunjukkan bahwa ESI yang dibuat cukup baik karena kecepatan asosiasi ion setelah terjadi reaksi pertukaran ion dapat berlangsung cepat.

### Usia Pakai

Berdasarkan pengukuran potensial ESI kadmium tipe kawat berlapis diperoleh kurva hubungan antara faktor Nernst terhadap waktu yang ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Kurva hubungan Faktor Nernst terhadap waktu (hari)

Data dalam Gambar 2 menyatakan bahwa usia pakai dari ESI kadmium adalah 37 hari. Namun, jika dilihat dari harga koefisien regresi ( $R^2$ ) yang dihasilkan dari pengukuran maka dapat diketahui bahwa usia pakai dari ESI kadmium mencapai 42 hari. Hal ini ditunjukkan oleh koefisien regresi ( $R^2$ ) pada pengukuran di hari ke 42 adalah 0,9947 atau mendekati 1 artinya masih terdapat hubungan secara linier antara potensial yang dihasilkan dengan konsentrasi ion kadmium. Jadi pada hari ke 42, ESI kadmium masih dapat digunakan untuk mendeteksi adanya ion kadmium di dalam suatu larutan. Pada hari ke 47 dan 52, harga faktor Nernst sudah terlampaui jauh dari harga faktor Nernst secara teoritis yaitu 18,1 mV/dekade konsentrasi dan 16,1 mV/dekade konsentrasi, sedangkan koefisien regresi ( $R^2$ ) sebesar 0,9676 dan 0,8507. Sehingga ESI kadmium yang dibuat sudah memiliki sensitivitas yang rendah di dalam mendeteksi ion kadmium. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa usia pakai dari ESI kadmium tipe kawat terlapis bermembran D2EHPA adalah 42 hari.

Penurunan nilai faktor Nernst seiring dengan penambahan waktu disebabkan oleh semakin lama membran kontak dengan air, sehingga semakin banyak air yang terjebak ke dalam membran akibatnya proses transpor ion terganggu dan permeabilitas membran meningkat. Hal tersebut memungkinkan ion-ion pengganggu yang berada dalam larutan analit ikut masuk ke dalam membran dan mengakibatkan selektivitas membran terhadap ion target (kadmium) menurun. Akibatnya homogenitas dan hidrofobisitas dari membran akan semakin berkurang.

## **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa ESI kadmium tipe kawat terlapis yang memiliki komposisi membran D2EHPA : PVC : DBP dengan perbandingan berat 16:28:56 dalam pelarut THF memiliki faktor Nernst 27,7 mV/dekade konsentrasi dan koefisien regresinya ( $R^2$ ) sebesar 0,9998. Kisaran konsentrasi ESI kadmium adalah  $1 \times 10^{-5}$ - $1 \times 10^{-1}$  M atau 1,46 – 14600 ppm. Batas deteksi ESI kadmium sebesar  $6,607 \times 10^{-6}$  M atau 0,317 ppm. Sedangkan waktu respon dari ESI kadmium adalah 40 detik dan usia pemakaiannya mencapai 42 hari.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Prawita, A., Dewi, M., dan Asri D., 2008, *Kandungan Logam Berat Timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Tembaga (Cu) dalam air Kali Wonokromo*, Majalah Farmasi Airlangga, Vol.6 No.1.
2. Lubis, H. dan Chalikuddin, A., 2008, *Pemeriksaan Kandungan Logam Merkuri, Timbal, dan Kadmium dalam Daging Rajungan Segar yang Berasal dari TPI Gabion Belawan secara Spektrofotometri Serapan Atom*, Majalah Kedokteran Nusantara, Vol. 41 No. 1.
3. Karim, A., Damma S., dan Nurwahyuni O., 2009, *Pengaruh Asam Amino Glisin dan Histidin Terhadap Nilai Koefisien Selektivitas EKT Polipirol-Glutamat Sebagai Sensor Potensiometrik*, Indonesia Chimica Acta, Vol. 2. No.2.
4. Atikah dan C. Bisri, 2008, *Pengembangan Sensor Kimia Potensiometri Bermembran Polimer Aliquar 336-Pbcl<sub>4</sub>-Pvc Untuk Monitoring Ion Pb (II) Dalam Air Limbah*, Jurnal kimia lingkungan, Vol.10, No. 1.