

**Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI)
Timbal(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy)*
*Thioacetimidate***

Ilham Krisdarmawan Putra, Qonitah Fardiyah (*), 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: fardiyah@ub.ac.id

ABSTRAK

Elektroda selektif ion (ESI) timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* sebagai bahan aktif, polivinilklorida (PVC) sebagai matriks polimer dan dioktilftalat (DOP) sebagai zat pemlatis telah berhasil dibuat. ESI timbal(II) tipe kawat terlapis yang telah dibuat menunjukkan slope Nernstian sebesar 29,26 mV/dekade konsentrasi, rentang konsentrasi linier $10^{-5} - 10^{-1}$ M, dengan limit deteksi $1,185 \times 10^{-5}$ M atau setara dengan 2,453 ppm timbal, dan waktu respon 60 detik. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja (ESI) timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*. Pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja ESI timbal(II) ditentukan dengan pengukuran respon potensial larutan timbal(II) dengan menggunakan buffer asetat pada pH 2 - 8 dan temperatur pada suhu 20 - 50 °C. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kinerja ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* optimum pada pH 7 dan tidak dipengaruhi oleh temperatur 20 - 50 °C.

Kata kunci : faktor Nernst, pH, temperatur, potensiometri

ABSTRACT

Ion selective electrode (ISE) lead(II) based coated wire type with *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* as the ionofor, polyvinylchloride (PVC) as the polymer matrix and dioktilftalat (DOP) as plasticizer has been developed. The ISE lead(II) showed Nernstian slope of 29,26 mV/decade of concentration, linear concentration range of $10^{-5} - 10^{-1}$ M, detection limit of $1,185 \times 10^{-5}$ M or equal to 2,453 ppm of lead, and response time of 60 seconds. The purpose of this research is to study the effect of pH and temperature on the performance (ISE) lead(II) based coated wire type *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*. Effect of pH and temperature on the performance of ISE lead(II) was determined by measuring the potential response of lead(II) solution using acetate buffer at pH 2-8 and temperature of 20-50 °C. The results showed that the performance of ISE lead(II) based coated wire type *S-methyl N-(methlcarbamoyloxy) thioacetimidate* was optimum at pH 7 and was not influenced by the temperature from 20-50 °C.

Keywords : Nernst factor, pH, temperature, potentiometric

PENDAHULUAN

Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang sangat beracun, yang masih banyak digunakan dalam aktivitas manusia yaitu pada proses pertambangan, peleburan dan pemurnian logam, hasil limbah industri serta asap kendaraan bermotor. Sehingga polusi timbal menjadi meningkat dan menyebabkan kerusakan lingkungan serta paparan yang berlebihan pada manusia akan mengakibatkan gangguan pendengaran, gangguan sistem syaraf, anemia dan kematian. Sehingga diperlukan pemantauan terhadap kadar timbal untuk mencegah bahaya keracunan dan kerusakan lingkungan.

Metode analisis kuantitatif yang selama ini digunakan untuk mendeteksi kadar timbal dalam larutan sampel adalah metode spektrofotometri serapan atom (SSA), spektrofotometri massa plasma induktif, spektrofotometri impedansi elektrokimia, voltametri dan polarografi. Akan tetapi metode tersebut hanya bisa dilakukan di laboratorium sehingga tidak cocok untuk analisis timbal di lapang. Metode sederhana yang dapat digunakan untuk analisis timbal di lapang adalah metode ESI tipe kawat terlapis, sehingga pada penelitian ini dibuat ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*.

ESI berlapis membran penukar ion tipe kawat terlapis memiliki beberapa karakteristik yaitu faktor Nernst, limit deteksi, waktu respon, usia pemakaian, sensitivitas serta selektivitas yang ditentukan oleh sifat hidrofobitas membran. Pembuatan ESI timbal(II) tipe kawat terlapis ini digunakan bahan aktif *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate*. Pemilihan bahan aktif ini karena kecenderungan untuk membentuk kelat yang stabil dengan ion logam berat yang ada di alam dan memiliki afinitas yang kecil bila berikatan dengan ion-ion logam alkali. Kelat terbentuk karena kecenderungan senyawa untuk mengalami keto-imin tautomerisasi. Hasil dari tautomerisasi dan karbon imin akan membentuk enam cincin hidroksil oksigen kelat yang stabil.

Pada penelitian ini dilakukan optimasi pH untuk mengetahui kondisi optimum yang dapat digunakan untuk mendeteksi timbal secara maksimal. Range pH yang digunakan adalah 2-8 dengan menggunakan penambahan buffer asetat. Perubahan temperatur dapat menyebabkan perubahan pada harga faktor Nernst. Temperatur larutan yang semakin meningkat menyebabkan perubahan harga faktor Nernst akibat berkurangnya migrasi ion-ion pada reaksi antar muka sehingga hantaran listrik yang terjadi tidak maksimal dan dapat juga menyebabkan membran yang digunakan mengalami perubahan komposisi. Pemilihan temperatur pengujian ini didasarkan pada kemampuan membran berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate* yang berkisar antara 20-50 °C.

Metode Penelitian

Bahan

Bahan yang digunakan antara lain methomyl hasil isolasi, padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pa (EMerck), HNO_3 55 % (v/v) p.a (EMerck), polivinilklorida (PVC), dioktilftalat (DOP), pelarut tetrahidrofuran (THF) (E-Merck), natrium asetat (CH_3COONa), asam asetat (CH_3COOH), asam klorida (HCL), natrium hidroksida (NaOH) alkohol 96 % (b/v) teknis (bra stachem), kloroform p.a, aseton p.a, methanol p.a, kawat Pt, kabel NYAF, jek banana , batang plastik polietilen, dan akuades.

Peralatan

Peralatan yang digunakan antara lain elektroda selektif ion timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy)thioacetimidate* yang telah dikarakterisasi, elektrode pembanding Ag/AgCl, potensiometer merek Schott Geratte CG 820, pH meter (Merek Hanna), neraca analitik merek adventure model AR 2130, rotary evaporator vakum, gas N_2 , spektrofotometri serapan atom, sentrifuge, kertas saring whatman no 40, oven, desikator, botol sampel, hot plate pengaduk magnet, pipa kapiler, labu alas bulat, batang magnet (stirer), dan peralatan gelas.

Prosedur Kerja

Pembuatan Larutan Induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dibuat dengan cara melarutkan padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam gelas kimia, kemudian dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 25 ml.

Pembuatan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan Variasi Konsentrasi

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dipipet dan dilarutkan hingga 25 mL dengan akuades.

Pembuatan Larutan Buffer Asetat

Pembuatan buffer asetat dimulai dengan menambahkan CH_3COOH terhadap larutan garam CH_3COONa hingga pengukuran pH meter menunjukkan nilai pH yang diinginkan.

Pengukuran Potensial ESI Timbal(II) pada pH

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ diambil sebanyak 25 mL, pH diukur potensialnya setelah 30 detik. Pengukuran potensial ESI terhadap pengaruh pH dilakukan 3 kali pengulangan. Penyimpangan harga faktor Nersnt yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap kinerja ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate*.

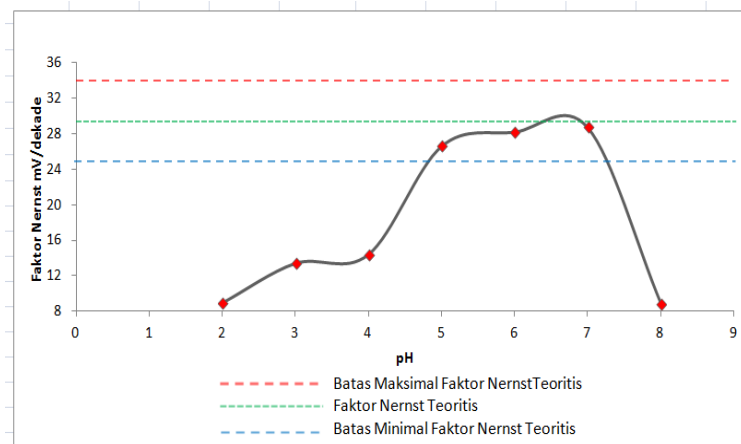
Pengukuran Temperatur

Pengukuran dilakukan terhadap ESI $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan pengaturan variasi suhu. Penurunan suhu menggunakan pendinginan larutan pada baskom berisi es batu dan peningkatan suhu menggunakan pemanas listrik dan pengaturan kenaikan suhu menggunakan termostat. Temperatur larutan diamati dengan menggunakan termometer. Dicatat respon potensial yang dihasilkan. Adanya penyimpangan harga faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh pH Terhadap Kinerja ESI Timbal(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoxyloxy) Thioacetimidate*

Pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pH terhadap kinerja ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate*, dilakukan pengukuran dengan konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Berikut gambar 4.1 menunjukkan grafik hubungan pH dengan faktor Nernst.



Grafik hubungan pH dengan faktor Nernst

Grafik diatas menunjukkan bahwa pH berpengaruh terhadap kinerja ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoxyloxy) thioacetimidate* dengan pengukuran larutan timbal nitrat dengan 10^{-5} - 10^{-1} M pada pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 berdasarkan potensial yang terukur yakni dengan diketahui harga faktor Nernst. Kemudian dibuat kurva hubungan antara pH (sumbu x) dengan faktor Nernst. Harga faktor Nernst teoritis untuk ion divalen adalah 29,7 mV/dekade

konsentrasi, dengan batas minimal dan maksimal rentang $29,7 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi. Bila harga faktor Nernst berada di bawah batas minimal atau di atas harga maksimal maka ESI tidak bersifat *Nernstian*.

Pada pH 2, 3, dan 4 memberikan harga faktor Nernst 8,93 mV/dekade konsentrasi, 13,4 mV/dekade konsentrasi, 14,4 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 2, 3, dan 4 tidak bersifat *Nernstian*. Hal ini dikarenakan banyaknya aktivitas pada ion H^+ dari pada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga potensial yang dihasilkan akan terganggu dengan adanya aktivitas ion H^+ yang semakin banyak dan membuat ion Pb^{2+} tidak dapat berkontak dengan baik pada permukaan membran.

Kemudian pH 5 memberikan harga faktor Nernst 26,6 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 5 masih bersifat *Nernstian*. Hal ini dikarenakan ion H^+ masih cukup banyak untuk berkompetisi dengan ion dari pada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga potensial yang dihasilkan akan terganggu dengan adanya aktivitas ion H^+ dan membuat ion Pb^{2+} tidak dapat kontak dengan baik pada permukaan membran.

Selanjutnya dalam pH 6 memberikan harga faktor Nernst 28,26 mV/dekade konsentrasi. Ini menunjukkan bahwa pH 6 sudah mulai bersifat *Nernstian* dikarenakan masih di atas batas minimal faktor Nernst teoritis serta mendekati kondisi optimum. Hal ini dikarenakan aktivitas ion H^+ yang bereaksi dengan methomyl hanya sedikit daripada aktivitas dari Pb^{2+} . Sehingga pengukuran potensial yang dihasilkan tidak terlalu terganggu dan membuat larutan Pb^{2+} dapat kontak dengan baik pada permukaan membran.

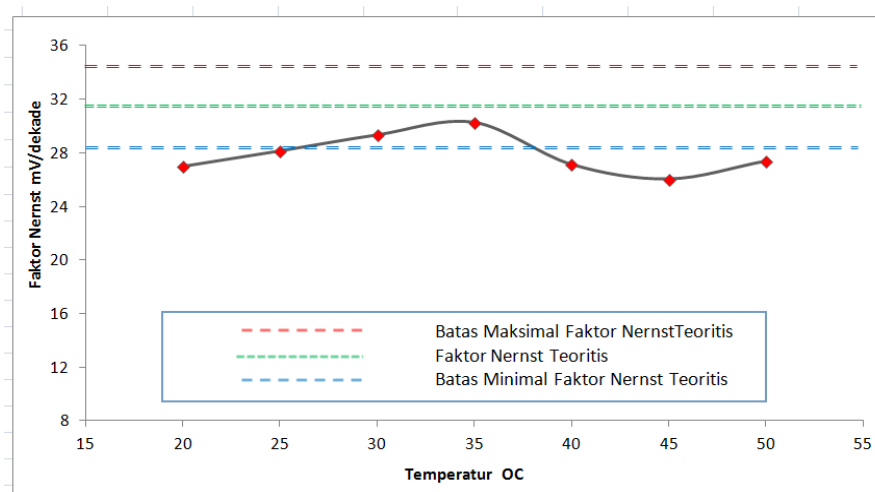
Kondisi optimum ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* dicapai pada pH 7. Karena pada pH 7 ESI timbal(II) memberikan harga faktor Nernst yang mendekati harga faktor Nernst teoritis yaitu 28,73 mV/dekade konsentrasi. Pada bahan aktif yaitu *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* memiliki pH optimum 7. Ini dikarenakan ion H^+ yang berikatan dengan methomyl sedikit sehingga Pb^{2+} akan banyak berikatan dengan methomyl. Maka akan terjadi kesetimbangan reaksi pada pH netral. Dengan demikian akan terjadi kesetimbangan antara timbal(II) dalam membran dan timbal(II) dalam larutan analit sehingga dapat memberikan harga faktor Nernst yang mendekati faktor Nernst teoritis.

Pada pH 8 didapatkan harga faktor Nernst yang menyimpang karena berada di bawah batas minimal faktor Nernst teoritis yaitu sebesar 8,87 mV/dekade konsentrasi. Ini dikarenakan pada pH 8 adalah pH basa yang membentuk endapan $Pb(OH)_2$. Pada pH tersebut banyak ion Pb^{2+} yang membentuk $Pb(OH)_2$ sehingga ion Pb^{2+} dalam larutan berkurang. Maka menyebabkan respon ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* menjadi sangat rendah sehingga pada pH 8 harga faktor Nernst menyimpang jauh dari faktor Nernst teoritis dan tidak bersifat *Nernstian*.

Berdasarkan uraian di atas pada pH 5-7 berada dalam kisaran teoritis meskipun terdapat perubahan pH dan perbedaan potensial namun masih dapat digunakan. pH yang optimum adalah pH 7. pH ini yang akan menjadi pH pengukuran selanjutnya.

Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja ESI Timbal(II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis *S-Methyl N-(Methylcarbamoyloxy)Thioacetimidate*

Pengujian kemampuan ESI timbal(II) dalam merespon ion timbal(II) dalam larutan analit dilakukan dalam kisaran temperatur 20-50 °C dengan variasi selisih pengujian setiap kenaikan 5 °C . Pengukuran ini dilakukan karena secara teoritis perubahan temperatur dapat menyebabkan kesalahan pengukuran yang signifikan. Menurut Rundle (2003), perubahan 10 °C pada temperatur sampel dapat merubah harga faktor Nernst sebesar 1 mV/Dekade konsentrasi. Meningkatnya temperatur menyebabkan mobilitas ion- ion juga semakin meningkat karena ion-ion dalam larutan akan menyerap energi panas dari kenaikan temperatur dan mengubahnya menjadi energi kinetik atau gerak. Dengan bertambahnya energi kinetik maka reaksi pertukaran ion akan semakin meningkat. Berikut grafik hubungan temperatur dengan faktor Nernst yang disajikan dalam gambar.



Grafik hubungan temperatur dengan faktor Nernst

Berdasarkan data yang diperoleh dari pengukuran potensial dan perhitungan harga bilangan Nernst melalui kurva perbandingan antara temperatur dan potensial terukur diperoleh hasil yaitu pada rentang temperatur yang diujikan ESI timbal(II) masih memberikan harga faktor Nernst yang diperbolehkan yaitu rentang $29,7 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi. Hal ini dikarenakan umumnya rentang temperatur yang diuji ion Pb^{2+} stabil sehingga terjadi kesetimbangan ion Pb^{2+} yang baik di dalam larutan maupun pada membran. Harga faktor Nernst yang optimum diperoleh pada pengukuran potensial temperatur 30 °C. Ini dikarenakan bahwa mobilitas ion-ion dalam larutan uji

semakin meningkat sehingga respon potensial yang dihasilkan semakin baik. Kenaikan temperatur di atas 30 °C memberikan perubahan harga potensial yang menyebabkan nilai faktor Nernst yang lebih rendah meskipun masih dalam rentang faktor Nernst yang diperbolehkan. Dikarenakan sedikit menurunnya kualitas fleksibilitas membran methomyl oleh adanya perubahan temperatur. Karena fleksibilitas merupakan salah satu karakteristik yang penting bagi suatu membran selama perubahannya dari fasa padat ke cair. Membran methomyl yang digunakan telah ditambah dengan polimer PVC sehingga memiliki ketahanan terhadap pengaruh temperatur. Oleh karena itu, membran yang dihasilkan tetap stabil hingga temperatur 50 °C dengan nilai faktor Nernst masih berada dalam kisaran yang diperbolehkan.

KESIMPULAN

Hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa ESI timbal(II) tipe kawat terlapis berbasis *S-methyl N-(methylcarbamoyloxy) thioacetimidate* memiliki nilai faktor Nernst optimum pada pH 7 dengan harga faktor Nernst sebesar 28,73 mV/Dekade Konsentrasi dan stabil terhadap suhu 20-50 °C.

DAFTAR PUSTAKA

1. Fardiaz, S., 1992, **Polusi Air dan Udara**, Penerbit Kanisius, Jakarta
2. Bailey, P.L, 1976, **Analysis with Ions-Selective Electrode**, Heyden and Sons, New York
3. Rosemiyani, I., 2013, **Pengaruh pH dan Ion Asing terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis untuk Menentukan Kandungan Timbal dalam Kosmeik**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang
4. Karya, Tias., 2010, **Pengaruh pH dan Temperatur Terhadap Kinerja ESI Timbal (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis Zeolit**, *Skripsi*, Universitas Brawijaya, Malang
5. N, Upadhyay and R, Bala, **Metalassisted decomposition of S- Methyl N- (Methylcarbamoyloxy) Thioacetimidate (Communicated)**.
6. Fardiyah Q., 2003, **Aplikasi Elektrode Selektif Ion Nitrat Tipe Kawat Terlapis untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas NO**, *Tesis*, Bandung, Program Pascasarjana, Institut Teknologi Bandung.
7. Rundle, C.C., 2003, **Glossary of Terms Used in Ion Selective Electrode Measurments (with Mathematical Formulae)**, Nico2000 Ltd., London, UK
8. Evans, A., 1991, **Potentiometric and Ion Selective Electrodes**, John Willey & Sons, New York, 51
9. V.K. Gupta, B. Sethi, N. Upadhyay, S. Kumar, R. Singh, 2011, **Iron (III) selective electrode based on S-methyl N- (methylcarbamoyloxy) thioacetimidate as a sensing material**, *International Journal of Electrochemical Science*, 6, 650-663.