

ISBN: 978-602-98559-2-0

Manihar Situmorang

PROSIDING SEMINAR

Bidang Kimia

SEMINAR DAN RAPAT TAHUNAN

BIDANG ILMU MIPA 2013

BKS PTN BARAT

Universitas Lampung, 10-12 Mei 2013



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG**

Universitas Lampung, 10-12 Mei 2013

Didukung oleh:



Mamihar Situmoray

PROSIDING SEMINAR

Bidang Kimia

**SEMINAR DAN RAPAT TAHUNAN
BIDANG ILMU MIPA 2013
BKS PTN BARAT**

Universitas Lampung, 10-12 Mei 2013

PROSIDING

SEMINAR DAN RAPAT TAHUNAN

Bidang MIPA BKS PTN Wilayah Barat Tahun 2013
Bandar Lampung, 10 - 12 Mei 2013

ISBN 978-602-98559-2-0

Dewan Penyunting

Warsito
Sutopo Hadi
Tati Suhartati
Simon Sembiring
Mulyono
Muslim Ansori
Mustofa Usman
Kurnia Muludi
Endang Linirin W
Sumardi
Buhani
Suripto Dwi Yuwono
Jani Master
Sugeng Sutiarto
Abdurrahman
Nismah Nukmal

Penyunting Pelaksana

Heri Satria
Kamisah D Pandiangan
Elly Lestari
Febriandi Hasibuan
Rifqi Almusawi R



Diterbitkan oleh FMIPA Universitas lampung
Bandar Lampung

Penyunting: Warsito dkk.
ISBN 978-602-98559-2-0
Cetakan Pertama, Tahun 2013
©copyright FMIPA Unila

SINTESIS MIKRO PARTIKEL ZNO TERDOPING SULFUR ALAM (ZNO:S) MELALUI METODE MECHANOCHEMICAL <i>Evi Maryanti, Sal Prima Yudha S, Fadli</i>	137-142
STUDI KONDUKTIVITAS IONIK POLIMER ELEKTROLIT PEO - BENTONIT - LICLO4 DAN PEO – GETAH DAMAR - LICLO4 <i>Ghufira*, Sal Prima Yudha, Eka Angasa, Febdani TRIYOGO, Endang Fitrianiingsih</i>	143-148
EFEKTIVITAS MEMBRAN HIBRID NILON6,6-KAOLIN PADA PENYARINGAN ZAT WARNA BATIK PROCION <i>G. Yosephani , A. Linggawati, Muhdarina, P. Helzayanti, H. Sophia, T. Ariful Amri</i>	149-154
DYE SENSITIZED SOLAR CELLS (DSSC) BERBASIS NANOPORI TIO ₂ MENGGUNAKAN ANTOSIANIN DARI BERBAGAI SUMBER ALAMI <i>Hardeli, Suwardani, Riky, Fernando T, Maulidis, Silvia Ridwan</i>	155-162
PENGARUH Penggunaan LABORATORIUM VIRTUAL TERHADAP PSIKOMOTOR SISWA PADA PRAKTIKUM LAJU REAKSI KELAS XI IPA SMAN 7 SAROLANGUN <i>Haryanto</i>	163-166
ISOLASI DAN KARAKTERISASI FLAVONOID PADA FRAKSI AKTIF ANTIOKSIDAN DARI DAGING BUAH MAHKOTA DEWA (<i>PHALERIA MACROCARPA</i> (SCHEFF) BOERL) <i>Hasnirwan¹, Samusi Ibrahim², dan Melida Yanti³</i>	167-172
THE ISOLATION OF CAROTENOIDS FROM GREEN LEAFY VEGETABLES <i>Hazli Nurdin, Sri Benti Etika, Ikhlas Armin</i>	173-178
PENGGUNAAN BIJI ASAM JAWA (<i>TAMARINDUS INDICA</i> L.) DAN BIJI KECIPIR (<i>PSOPHOCARPUS TETRAGONOLOBUS</i> L.) SEBAGAI KOAGULAN ALAMI DALAM PERBAIKAN KUALITAS AIR TANAH <i>Hendrawati¹, Delsy Syamsumarsih¹, Nurhasni¹</i>	179-192
STUDI HIDROGENASI SENYAWA HIDROKARBON GOLONGAN ALKENA DAN ALKUNA SECARA KOMPUTASI <i>Nyoman Candra</i>	193-198
KARAKTERISASI KINERJA MEMBRAN SELULOSA BAKTERI MENGGUNAKAN <i>IN TAKE</i> PDAM KOTA BENGKULU SEBAGAI MODEL <i>Irfan Gustian^a, Morina Adfa^a, Yosie Andriani^a, Elya Roza^b</i>	199-206
PEMBUATAN ION SELEKTIF ELEKTRODA MENGGUNAKAN IONOFOR DTODC UNTUK PENENTUAN MERKURI (ISE-HG)	207-212

Jamalum Purba, Zainiati, Eko Ahmad Samosir, dan Manihar Situmorang

- PENYELIDIKAN HEAD HYDROLIK SISTIM AKUIFER BEBAS
UNTUK KONDISI ALIRAN STEADY STATE 213-218
Juandi M.¹, Adrianto Ahmad², Muhammad Edisar¹, Syamsuduha³
- PERANAN SACRIFICIAL AGENTS UNTUK MENINGKATKAN
PRODUKSI HIDROGEN MELALUI TEKNOLOGI FOTOKATALISIS
DENGAN TIO₂ 219-226
Lenny Marlinda⁽¹⁾
- KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KEMATANGAN MINYAK
MENTAH (CRUDE OIL) LANGGAK, RIAU 227-232
M.Hatta I¹, Emrizal. M.T², S.Anita³
- AKTIVITAS ANTIOKSIDAN EKSTRAK METANOL BEBERAPA
BAGIAN TANAMAN KAYU MANIS (CINNAMOMUM BURMANI)
ASAL KABUPATEN KERINCI PROVINSI JAMBI 233-236
Imadyawati Latief, ²Fitry Tafzi, dan ³Andriyanto Saputra
- PENGEMBANGAN BUKU AJAR KIMIA SMA MELALUI INOVASI
PEMBELAJARAN DAN INTEGRASI PENDIDIKAN KARAKTER
UNTUK MENINGKATKAN HASIL BELAJAR SISWA 237-246
Manihar Situmorang
- PENGARUH BERAT MOLEKUL ALPHA SELULOSA TERHADAP
SIFAT MEKANIK KOMPOSIT POLIMER DARI MATRIKS
POLIPROPILENA-POLIPROPILENA TERGRAFTING MALEAT
ANHIDRIDA DAN DIVINIL BENZENA 247-250
Marpongahtun, Reni Silvia Nasution, Darwin Yunus Nasution, Yugia Muis
- RANCANG BANGUN SENSOR KIMIA DALAM DETEKSI
SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENENTUAN PENGAWET NITRIT 251-258
Marudut Sinaga, Ribka Tiwa Naibaho, dan Manihar Situmorang
- FERMENTASI HIDROLISAT ONGGOK DENGAN
MENGUNAKAN MIKROBA ENDOFITIK 257-264
Muhamad Amin⁽¹⁾, Nurul Utami⁽²⁾, Heri Satria⁽³⁾, Wasinton Simanjuntak⁽⁴⁾
- AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA (+) MORELLOFLAVON
DARI KULIT BATANG TUMBUHAN GAMBOGE (GARCINIA
XANTHOCHYMUS) 265-268
Muharni^{}, Elfita, Amanda*
- SINTESIS KOAGULAN CAIR BERBASIS LEMPUNG ALAM
CENGAR 269-274
Muhdarina^{1}, S.Bahri², Nurhayati¹, T.A.Amri¹, A.Hamid¹*
- SINTESIS SILIKA TERMODIFIKASI AMIN DAN APLIKASINYA
SEBAGAI ADSORBEN ION TEMBAGA (II) 275-280

Pembuatan Ion Selektif Elektroda Menggunakan Ionofor Dtodc Untuk Penentuan Merkuri (ISE-Hg)

Jamalum Purba, Zainiati, Eko Ahmad Samosir, dan Manihar Situmorang

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Medan, Medan, Sumatera Utara,
E-mail: jp.jamalum@gmail.com

Abstrak. Penelitian bertujuan mendisain ion selektif elektroda penentuan merkuri (ISE-Hg) dengan menggunakan ionofor 7,16-Dibenzoyl-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane (DTODC) sebagai komponen aktif yang memberikan respon terhadap ion merkuri. ISE-Hg dibuat dengan cara mensintesis senyawa ionofor turunan azacrown DTODC dan diimmobilasi pada matriks polyvinyl klorida (PVC) di dalam membran ISE-Hg sebagai bagian dari elektroda kerja dalam instrumen analisis potensiometri untuk penentuan ion merkuri. ISE-Hg vs Ag/AgCl memberikan respon terhadap ion merkuri. Optimasi ISE-Hg sedang dilakukan menggunakan larutan standar merkuri untuk mendapatkan respon yang baik terhadap ion merkuri. Studi lebih lanjut masih dilakukan untuk meningkatkan sensitifitas dan selektifitas ISE-Hg terhadap ion merkuri.

Kata Kunci. ISE-Hg, ionofor DTODC, merkuri, analisis, potensiometri.

PENDAHULUAN

Pencarian instrumen analisis yang memiliki daya analisis akurat, cepat, selektif, sederhana dan dengan biaya relatif murah untuk penentuan merkuri sangat perlu dilakukan karena penentuan merkuri masih di dominasi *atomic absorption spectroscopy* (AAS) yang mahal dan sulit dijangkau laboratorium kecil. Beberapa metode analisis yang telah dikembangkan untuk penentuan merkuri secara kuantitatif adalah metode spektrometri dengan menggunakan senyawa kompleks *o*-carboxy phenyl diazoamino *p*-azobenzene atau 4-(2-pyridylazo)-resorcinol metode fluoresen, metode phosphorimetry dan phosphorescence energy transfer, metode elektroanalisa amperometri, metode electrothermal atomic absorption spectrometry (E-AAS), dan metode *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry* (AAS). Salah satu metode analisa yang cukup luas adalah elektroanalisa menggunakan elektroda selektif ion (ISE). Elektroda selektif ion memiliki keunggulan dalam hal selektifitas

dan skala linieritas deteksi. Permasalahan yang dihadapi dalam ISE adalah sulitnya mendapatkan komponen aktif yang memberikan respon selektif terhadap ion target seperti ion merkuri.

Pencarian senyawa aktif yang memberikan respon sensitif dan selektif terhadap ion logam berat masih diperlukan sebagai komponen membran ISE terutama rangka pembuatan sensor elektrokimia. Salah satu ionofor yang dapat dimodifikasi dan memberikan respon terhadap ion logam adalah senyawa azocrown dan turunannya karena memiliki gugus fungsi yang dapat memberikan peluang dalam penggerakkan elektron dalam membran elektroda. Eter mahkota dapat digunakan sebagai pereaksi pengompleks suatu kation yang bersifat selektif. Kemampuan eter mahkota sebagai agen pengompleks salah satu faktor penting adalah kesesuaian ukuran antara kation dan jari-jari kavitas.

Usaha pencarian dan sintesis senyawa ionofor untuk penentuan merkuri perlu mendapat perhatian karena aplikasinya sebagai komponen sensor. Pengembangan ISE telah dilaporkan oleh Yang



menggunakan turunan diazokrown eter seperti 7,16-dithinil-1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazosiklooktadecana (DTDC) dan 7,16-di(2-metilquinoli)-1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazosiklo-oktadecana (DQDC) yang digunakan sebagai komponen ionofor dalam membran polivinilklorida. Penelitian lain yang dilakukan menggunakan ionofor juga dilaporkan oleh oleh Situmorang. Akan tetapi, sensitifitas sensor masih sangat rendah sehingga perlu dikembangkan. Hal inilah yang mendorong peneliti mensintesis senyawa ionofor 7,16-Dibenzoyl-1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazacycloocta-decane (DTODC) dan pada tahap ini dipergunakan sebagai komponen ISE yang memberikan respon selektif terhadap merkuri.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa proanalisis diantaranya 1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazacyclooctadecane (DC), 2-tiofenilkarbonil klorida, Piridin, HCl, Chloroform, Na₂SO₄, Tetrahidrofuran (THF), Kalium tetrakis p-clorophenyl borate (KTPCIPB), etanol 99,8 %, PVC, Ditizon, H₂SO₄(p), KMnO₄, H₂SO₄ 0,18 M, HCl 0,01 M, 0,01 M HgNO₃, 0,01 M NaCl dan Aquades. Peralatan-peralatan yang dipakai dalam penelitian ini adalah alat refluks, hot plate lengkap dengan magnetic stirer, seperangkat evaporator, desinkator, pH meter (Keithley 177-Mikrovolt), Powerlab 2/20 (ADI Instrument), dan Spektroskopi UV-VIS (Perkin Elmer).

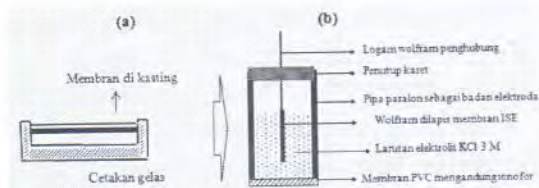
Sintesis ionofor turunan azocrown dilakukan dengan mengikuti prosedur yang dilakukan Yang, dkk (1980), Situmorang (2005), dan Situmorang dkk (2006). Langkah sintesis dilakukan melalui reaksi substitusi senyawa 1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazosiklooktadecana (DC) dengan 2-tiofenilkarbonil klorida dilarutkan dalam pyridin dan tetrahidrofuran lalu direfluks. Hasil refluks diekstrak dengan kloroform dan dicuci dengan HCl dan

aquades. Hasil ekstrak ditambahkan Na₂SO₄, kemudian disaring diuapkan dan dimurnikan secara rekristalisasi. Membran dibentuk sesuai dengan ukuran elektroda menghasilkan ISE-Hg dan dirangkai dengan deteksi potensiometri (ISE-Hg versus elektroda referensi Ag/AgCl). Uji respon ISE-merkuri terhadap merkuri dilakukan dengan membuat larutan buffer fosfat 0,01 M, pH 5,0 menggunakan larutan standar Hg²⁺.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa 7,16-dithenoyl-1,4,10,13-tetraoksa-7,16 diazacyclooctadecane (DTODC) telah disintesis melalui reaksi substitusi senyawa 1,4,10,13-tetraoksa-7,16 diazosiklooktadecana (DC) dengan pereaksi 2-thiophenecarbonyl klorida. Senyawa hasil sintesis berbentuk cair seperti minyak berwarna kuning muda. Selanjutnya senyawa hasil sintesis dimurnikan, diperoleh senyawa sebanyak 0,45 gram DTODC dari 0,24 gram DC dan 0,32 gram 2-thiophenecarbonyl klorida, sehingga randemen adalah 93,6%. Selanjutnya senyawa DTODC yang diperoleh dipergunakan sebagai komponen elektroda ion selektif penentuan merkuri. Senyawa hasil sintesis berupa 7,16-dithenoyl-1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazacyclooctadecane (DTODC) dipergunakan sebagai komponen ISE-Hg. Pembuatan ISE-Hg dilakukan dengan cara mencampurkan ionofor DTODC, PVC, KTPCIPB dengan berat total 200 mg. Kemudian dilarutkan dengan tetrahidrofuran (THF) sampai homogen dan dicetak menjadi membran ISE melalui penguapan pada suhu kamar selama 12 jam (Gambar 1b). Membran yang dihasilkan bersifat kenyal, dengan ketebalan 2 mm, stabil dan berwarna putih. Membran ditempelkan pada ujung pipa paralon menggunakan THF sebagai lem. Kemudian setelah membrane menyatu (menempel) pada ujung pipa dengan larutan internal



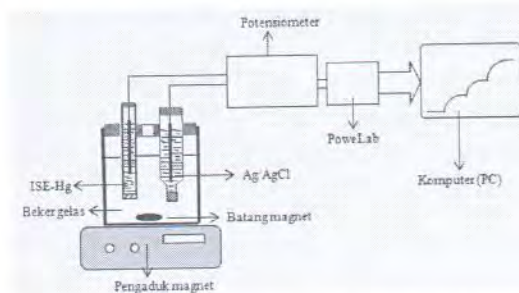


GAMBAR 1. (a) Pembuatan membran ISE yang mengandung ionofor DTODC dengan cara mencetak di dalam PVC, (b) Skema elektroda kerja (ISE-Hg) penentuan merkuri.

campuran antara 0,01 M HgNO_3 dalam 0,01 M NaCl dan tidak ada kebocoran pada membrane. Selanjutnya elektroda kerja wolfram yang sudah dilapisi membrane dimasukkan kedalam larutan internal dan ditutup dengan penutup karet (Gambar 1b).

Elektroda ISE-Hg yang telah dibuat kemudian dirangkai dengan potensiometer sehingga diperoleh disain metode potensiometri penentuan merkuri menggunakan ISE-Hg sebagai elektroda kerja dan Ag/AgCl sebagai elektroda referensi. Rangkaian instrumentasi metode potensiometri dengan merangkai potensiometer, powerlab, dan mikrokomputer yang dilengkapi dengan *Scope software* diperlihatkan pada Gambar 2.

Pada saat ini studi untuk melihat respon elektroda ISE-Hg terhadap ion merkuri masih sedang dilakukan. Dari data awal yang diperoleh diketahui bahwa ISE-Hg memberikan respon terhadap ion merkuri yang ditunjukkan dari meningkatnya potensial dengan meningkatnya konsentrasi

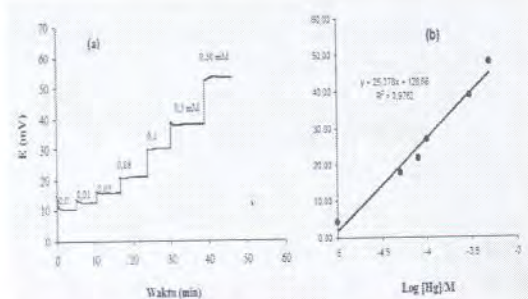


GAMBAR 2. Skema sistem potensiometri penentuan merkuri dengan ISE-Hg yang terdiri atas sel elektrokimia (ISE-Hg vs Ag/AgCl), voltmeter dan mikrokomputer.

ion merkuri yang ditambahkan ke dalam sel elektrokimia. Akan tetapi, respon ISE-Hg masih kurang sensitif sehingga pengembangan ISE-Hg masih dilakukan secara intensif untuk meningkatkan sensitifitas deteksi dan mengurangi noise pada pengukuran.

Respon elektroda ISE-Hg terhadap Merkuri

Senyawa DTODC hasil sintesis dipergunakan sebagai komponen membran elektroda ion selektif ISE-Hg untuk analisis potensiometri penentuan merkuri selanjutnya diuji untuk melihat respon elektroda terhadap ion merkuri. Sensitifitas dan selektifitas elektroda kerja ISE-Hg ini dilakukan secara statik. Dari hasil penelitian diketahui bahwa membran elektroda ion selektif dengan ionofor DTODC memberikan respon terhadap ion merkuri, yaitu besarnya potensial yang dihasilkan di dalam potensiometer adalah setara dengan konsentrasi ion merkuri di dalam larutan. Semakin tinggi kadar merkuri di dalam larutan maka potensial elektroda yang dihasilkan oleh ISE-Hg juga semakin meningkat. Bentuk respon elektroda ISE-Hg terhadap penentuan merkuri dengan konsentrasi bervariasi diperlihatkan pada Gambar 3a dan Kurva kalibrasi untuk larutan standar Hg^{2+} dengan menggunakan elektroda ISE-Hg diperlihatkan pada Gambar 2b.



GAMBAR 3(a). Bentuk signal ISE-Hg dengan ionofor DTODC dalam membran PVC terhadap larutan merkuri, dan (b). Kurva kalibrasi larutan standar merkuri menggunakan ISE-Hg.



Dari hasil yang diperoleh diketahui bahwa respon elektroda ISE-Hg terhadap merkuri adalah 2 menit persampel. Kurva kalibrasi larutan standar merkuri yang diperoleh dengan menggunakan ISE-Hg diperlihatkan pada Gambar 2b. Dari kurva kalibrasi larutan standar ini diketahui bahwa elektroda bekerja dengan efektif untuk penentuan merkuri. Elektroda ISE-Hg yang dipergunakan untuk penentuan merkuri mempunyai skala linieritas pengukuran lebar, yaitu 1×10^{-5} M merkuri sampai 5×10^{-4} M merkuri, dengan slop 25,37 mV perdekade konsentrasi Hg^{2+} ($r^2 = 0,976$).

KESIMPULAN

Elektroda ISE-Hg berhasil dibuat dengan cara mengimobilisasi senyawa aktif azacrown DTODC pada PVC sebagai elektroda kerja dalam deteksi potensiometri untuk penentuan ion merkuri. Elektroda memberikan respon terhadap ion logam merkuri. Akan tetapi, sensitifitas ISE-Hg terhadap merkuri masih rendah sehingga perlu dilakukan pengembangan untuk meningkatkan sensitifitas deteksi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada DP2M Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan yang memberikan dana penelitian Penelitian Hibah Bersaing Tahun 2013

DAFTAR PUSTAKA

Petty, J.D.; Jones, S.B.; Huckins, J.N.; Cranor, W.L.; Parris, J.T.; McTague, T.B. dan Boyle, T.P., (2000), An approach for assessment of water quality using semipermeable membrane devices (SPMDs) and bioindicator tests, *Chemosphere* 41: 311-321.

Neshkova, M.T., Gocheva, I. dan Petrov, V., (2003), Validation of the membrane composition effect on the flow-injection signal profile of chalcogenide-based ion-selective sensors: a model study using electrochemical approach: Hg(II) flow-injection detector case, *Analytica Chimica Acta* 476(1): 55-71.

Sarkar, R.; Mohanakumar, K.P.; Chowdhury, M., (2000), Effects of an organophosphate pesticide, quinalphos, on the hypothalamo-pituitary-gonadal axis in adult male rats, *Journal of Reproduction & Fertility* 118: 29-38.

Hostetler, K.A. dan Thurman, E.M., (2000), Determination of chloroacetanilide herbicide metabolites in water using high-performance liquid chromatography-diode array detection and high-performance liquid chromatography/mass spectrometry, *Science of the Total Environment* 248: 147-515.

Dias, F.N.L., do Carmo, D.R., Caetano, L., dan Rosa, A.H., (2005), Preconcentration and determination of mercury(II) at a chemically modified electrode containing 3-(2-thioimidazolyl)propyl silica gel., *Anal Sci.* 21(11): 1359-1363.

Radiæ, N.; dan Komljenoviæ, J., (1991), Potentiometric Determination of Mercury (II) and Thiourea in Strong Acid Solution Using an Ion-selective Electrode with AgI-Based Membrane Hydrophobised by PTFE, *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry* 341: 592-596.

Oguma, K., dan Yoshioka, O., (2002), Flow-injection simultaneous determination of iron(III) and copper(II) and of iron(III) and palladium(II) based on photochemical reactions of thiocyanato-complexes, *Talanta* 58(6):1077 - 1087.



- Talebi, S.M., (1998), Determination of lead associated with airborne particulate matter by flame atomic absorption and wavelength dispersive x-ray fluorescence spectrometry, *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* **72**: 1-9.
- Situmorang, M.; Simarmata, R., Napitupulu, S. K.; Sitanggang, P., dan Sibarani, O.M., (2005), Pembuatan Elektroda Ion Selektif Untuk Penentuan Merkuri (ISE-Hg), *Jurnal Sain Indonesia* **29**(4): 126-134.
- Yang, X.H.; Hibbert, D.B. and Alexander, P.W., (1998), Flow Injection Potensiometry by PVC – Membrane Electrodes with Substituted Azacrown Ionophore for the Determination of Lead (II) and Mercury (II) Ion, *Analitica Chemica Acta* **372**: 387-398.
- Situmorang, M., (2005), Pembuatan Sensor Potensiometri Dalam Sistem Flow Injeksi Analisis Untuk Penentuan Timbal Menggunakan Ionofor Diazacrown, *Jurnal Sain Indonesia* **29**(2): 55-61.



ISBN 978-602-98559-2-0



9 786029 855920