

ISBN: 978-979-16240-2-2

KIMIA ANALITIK LANJUT DAN INSTRUMENTASI

Manihar Situmorang



FMIPA UNIMED

KIMIA ANALITIK LANJUT DAN INSTRUMENTASI

Manihar Situmorang

Penerbit:

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI MEDAN

Jln. Willem Iskandar, Psr V Medan 20222; Telp (061)

6625970; Fax. (061) 6613319-6614002



Manihar Situmorang

KIMIA ANALITIK LANJUT DAN INSTRUMENTASI –
Cetakan I, Medan: Penerbit Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Alam Universitas Negeri Medan 2010

xvi, 228 hlm, 21 cm

ISBN: 978-979-16240-2-2

Bibliografi: hal 228

KIMIA ANALITIK LANJUT DAN INSTRUMENTASI

Manihar Situmorang

Diterbitkan:

Penerbit Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Negeri Medan, Jln. Willem Iskandar, Psr V Medan 20222;
Telp (061) 6625970; Fax. (061) 6613319-6614002

Hak cipta dilindungi undang-undang

**Dilarang mengutip atau memperbanyak dalam bentuk apa pun
tanpa izin tertulis dari Penerbit**

Cetakan I: 2010

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Kuasa atas segala penyertaan dan kasihNya yang sudah memberikan kesehatan, berkat dan hikmat kepada penulis sehingga penulisan Buku Ajar Kimia Analitik Lanjut dan Instrumentasi ini dapat dilakukan untuk memenuhi materi bahan kuliah kepada mahasiswa. Pengetahuan terhadap kimia analitik lanjut dan instrumentasinya sangat diperlukan oleh mahasiswa, karena menyangkut penguasaan teori dan instrumentasi yang dapat dipergunakan untuk praktikum dan penelitian di laboratorium. Kimia Analitik lanjut dan Instrumentasi ini merupakan mata kuliah wajib bagi Jurusan Kimia. Berdasarkan Garis-Garis Besar Program Pengajaran (GBPP) mata kuliah Kimia Analitik Lanjut dan Instrumentasi memuat pokok bahasan seperti pengantar kimia analitik lanjut dan instrumen analisis, spektroskopi absorpsi, dasar elektroanalisis, metoda elektroanalisis potensiometri, elektroanalisis voltametri, metode elektroanalisis konduksimetri, dan aplikasi metode analitik menggunakan metode spektroskopi absorpsi untuk penentuan asam urat, pembuatan ion selektif elektroda dalam sensor potensiometri untuk penentuan timbal, dan pembuatan biosensor untuk penentuan glukosa.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada DP2M Dikti Depdiknas yang sudah memberikan dana penelitian melalui Proyek Hibah Bersaing Tahun 2003, Hibah Bersaing Tahun 2007, dan Hibah Kompetitif Penelitian Sesuai Prioritas Nasional Tahun Anggaran 2009. Sebagian dari hasil penelitian tersebut dijadikan sebagai contoh aplikasi metode analisis sebagai bagian dari pengembangan instrumen analisis yang disajikan sebagai Bab tersendiri di dalam buku ini.

Isi buku ini masih jauh dari sempurna karena keterbatasan waktu penyusunannya. Saran dan kritik yang membangun dari pembaca diharapkan sehingga dalam edisi berikutnya akan mempunyai banyak perubahan dalam isi maupun aplikasi metode analisis. Kiranya buku ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan bagi mahasiswa yang mengikuti perkuliahan Kimia Analitik lanjut dan Instrumentasi.

Medan, 3 Januari 2010

Penyusun,

Manihar Situmorang

DAFTAR ISI

	Halaman
Kata Pengantar	i
Daftar Isi	ii
Daftar Tabel	vii
Daftar Gambar	x
Bab I Pengantar Kimia Analitik Lanjut Dan Instrumen Analisis	1
1.1. Pendahuluan	1
1.2. Jenis Metode Analisis	3
1.3. Instrumen Untuk Analisis Kimia	4
1.4. Metode Analisis Instrumen	6
1.5. Komponen Instrumen Analitik	6
1.6. Ketidakpastian Dalam Pengukuran Analitik	9
1.6.1. Presisi dan Akurasi Pengukuran	12
1.6.2. Jenis-jenis kesalahan pengukuran	13
1.6.3. Hubungan kesalahan dengan presisi dan akurasi	15
1.6.4. Contoh Kesalahan pengukuran yang sering terjadi	16
1.6.5. Menangani kesalahan	18
1.6.6. Penyajian kesalahan dalam data analisis	18
1.6.7. Pemilihan data	20
1.7. Sensitivitas dan Batas Deteksi	21
1.7.1. Sensitivitas Pengukuran	21
1.7.2. Deteksi batas (limit deteksi)	22
Bab II Spektroskopi Absorpsi	24
2.1. Pendahuluan	24
2.2. Spektroskopi Absorpsi	26
2.3. Spektrofotometri Pada Daerah Sinar Tampak	31
2.4. Pengoperasian dan Respon Spektrofotometer	35
2.4.1. Pengukuran respon spektrofotometri	36
2.4.2. Pengukuran Spektrum Sinar Tampak	36
2.5. Hukum Beer	37
2.6. Analisis Campuran Dua Komponen Sekaligus	38
2.7. Penentuan k dari Plot Hukum Beer	40

2.8. Presisi Spektrofotometri	41
2.9. Koreksi Sel	44
Bab III Spektrofotometri Penentuan Asam Urat	46
3.1. Pendahuluan	46
3.2. Analisis Penentuan Asam Urat	48
3.3. Metode Penelitian	49
3.3.1. Zat, Bahan dan Peralatan	50
3.3.2. Prosedur Penelitian	50
3.4. Hasil dan Pembahasan	51
3.4.1. Optimasi Spektrofotometri Penentuan Asam Urat	52
3.4.2. Analisis Penentuan Asam Urat di Dalam Sampel	53
3.4.2.1. Asam urat dalam daging segar	53
3.4.2.2. Asam urat dalam makanan kaleng	55
3.5. Kesimpulan	57
Bab IV Dasar Elektroanalisis	59
4.1. Pendahuluan	59
4.2. Dasar Elektroanalisis	60
4.2.1. Muatan listrik	62
4.2.2. Arus listrik	62
4.2.3. Voltase, Usaha dan Energi bebas	62
4.2.4. Hukum Ohm	63
4.2.5. Daya	63
4.3. Sel Galvanik	64
4.4. Anoda dan Katoda	65
4.5. Reaksi di dalam sel	66
4.6. Penulisan Notasi sel elektrokimia	70
4.7. Reaksi oksidasi dan Reduksi	71
4.8. Hubungan konsentrasi dengan potensial elektroda	75
4.9. Kegunaan Potensial Elektroda	77
4.10. Menghitung Voltase sel	77
4.11. Menghitung Konstanta Keseimbangan Reaksi	81
4.12. Menghitung Konstanta Keseimbangan Reaksi Bukan Redoks	83

Bab V Metoda Elektroanalisis Potensiometri	85
5.1. Pendahuluan	85
5.2. Komponen Potensiometri	87
5.2.1. Elektroda Referensi	87
5.2.1.1. Elektroda Referensi Kalomel	88
5.2.1.2. Elektroda Referensi Ag/AgCl	89
5.2.2. Elektroda Indikator	89
5.2.2.1. Elektroda Redoks	89
5.2.2.2. Elektroda Tingkat-pertama	90
5.2.2.3. Elektroda tingkat-dua	90
5.2.2.4. Elektroda Ion Selektif (ISE)	91
5.2.2.5. Elektroda Membran Cairan	91
5.2.2.6. Elektroda Solid State atau Elektroda Presipitasi	91
5.2.2.7. Elektroda Gas Sensing	92
5.2.2.8. Elektroda Enzim	92
5.3. Jenis-Jenis Pengukuran Potensiometri	92
5.3.1. Potensiometri Langsung	92
5.3.2. Titrasi Potensiometri	93
5.3.3. Pengukuran pH	93
5.4. Prosedur Umum Pengukuran pH Dengan pH-Meter	97
5.5. Prosedur Umum Pengukuran Potensiometri	99
5.6. Petunjuk Untuk Titrasi Potensiometri	100
5.7. Penentuan Titik Ekuivalen Titrasi Potensiometri	101
5.7.1. Metode Dua Arah (Bisection)	102
5.7.2. Metode Konstruksi	102
5.7.3. Metode Tangensial	103
5.7.4. Metode Melingkar (Circle-Fit)	104
5.7.5. Metode Turunan (Derivatif)	104
5.7.6. Metode Gran Plot	106
Bab VI Potensiometri Penentuan Timbal Menggunakan Elektroda Ion Selektif	108
6.1. Pendahuluan	108
6.2. Metode Penelitian	111
6.2.1. Zat Kimia dan Bahan	111

6.2.2. Peralatan	111
6.2.3. Prosedur penelitian	112
6.3. Hasil Penelitian	114
6.3.1. Sintesis Ionofor Sebagai Komponen ISE	114
6.3.2. Disain Potensiometri Penentuan Timbal	115
6.3.3. Penentuan Timbal Secara Potensiometri	116
6.3.4. Selektifitas Elektroda Terhadap Timbal	118
6.3.5. Keterulangan Elektroda Ion Selektif	121
6.3.6. Stabilitas Membran Elektroda Ion Selektif	122
6.4. Analisis Timbal Dalam Sampel Limbah	123
6.5. Sensor Potensiometri dalam Sistem FIA	126
6.6. Respon elektroda ISE dalam sistem FIA terhadap timbal	128
6.6.1. Pengaruh plastisiser dan matriks di dalam membran ISE	231
6.5.2. Pengaruh Volume injeksi	132
6.5.3. Pengaruh panjang pipa pengaduk	133
6.6.4. Respon ISE terhadap ion pengganggu	135
6.7. Kesimpulan	137
6.8. Daftar Pustaka	138
Bab VII Elektroanalisis Voltametri	141
7.1. Pendahuluan	141
7.2. Polarografi	142
7.2.1. Potensial setengah	151
7.2.2. Peralatan Polarografi	152
7.3. Siklik Voltametri	154
Bab VIII Amperometri Penentuan Glukosa Dalam Makanan Dan Minuman	159
8.1. Pendahuluan	159
8.2. Analisis Kualitas Makanan dan Minuman	161
8.2.1. Analisis Secara Biosensor	163
8.2.2. Miniaturasi Instrumentasi	165
8.3. Metode Penelitian	167
8.3.1. Zat Kimia dan Larutan	168
8.3.2. Instrumentasi Laboratorium	169

8.3.3. Penyediaan dan Perlakuan Sampel Untuk Analisis	170
8.3.5. Prosedur dan Tahapan Penelitian	171
8.3.6. Analisis Sampel Secara Biosensor dan Spektrofotometri	175
8.4. Hasil Penelitian dan Pembahasan	177
8.4.1. Matriks Politiramin Sebagai Komponen Biosensor	178
8.4.2. Respon Biosensor Terhadap Glukosa Standar	181
8.4.3. Optimasi Biosensor Glukosa	184
8.4.3.1. Optimasi Ketebalan Matriks Polityramin	184
8.4.3.2. Pengaruh pH terhadap sensitivitas biosensor	187
8.4.4. Keterulangan Biosensor Glukosa	189
8.4.5. Stabilitas Biosensor Glukosa Berdasarkan Penyimpanan	191
8.4.6. Respon Biosensor Glukosa Terhadap Senyawa Pengganggu	193
8.4.7. Akurasi Biosensor Pada Penentuan Glukosa	195
8.4.8. Aplikasi Biosensor untuk Penentuan Glukosa Dalam Sampel	196
8.4.8.1. Glukosa dalam buah-buahan dan sayuran	201
8.5.8.2. Glukosa dalam daging dan ikan	201
8.5.8.3. Glukosa dalam Minuman	203
8.6. Kesimpulan	203
8.7. Daftar Pustaka	204
Bab IX Metode Elektroanalisis Konduksimetri	209
9.1. Pendahuluan	209
9.2. Resistivitas dan konduktivitas	209
9.3. Konduktas Listrik Larutan Elektrolit	211
9.4. Pengukuran Konduktans	215
9.5. Elektroda	217
9.6. Aplikasi Kodusimetri	219
9.6.1. Penentuan batas konduktivitas molar	219
9.6.2. Penentuan kelarutan garam yang mudah melarut	220
9.6.3. Penentuan konstanta dissosiasi	220
9.6.4. Titrasi kmonduksimetri	222
Daftar Pustaka	228

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1. Beberapa signal analitik yang dipergunakan dalam analisis penentuan	5
Tabel 1.2. Beberapa contoh komponen instrumen analitik yang menggambarkan signal analitik, transduser yang dipergunakan dan pencacah signal yang dipergunakan di dalam instrumen	8
Tabel 1.3. Deskripsi hasil pengukuran Pb dalam sampel secara spektrofotometri dan ilustrasi keberadaan data terhadap presisi dan akurasi	12
Tabel 1.4. Contoh toleransi timbangan dan gelas ukur	
Tabel 1.5. Pengukuran glukosa standard baku secara elektrokimia dengan menggunakan dua jenis elektroda enzim	19
Tabel 1.6. Critical values of Q ($P=0,05$) (Diambil dari Miller dan Miller, 1986)	
Tabel 2.1. Simbol-simbol dan sinonimnya dalam spektroskopi absorpsi	31
Tabel 2.2. Respon relatif dari fototube terhadap cahaya monokromatik pada intensitas konstan	35
Tabel 2.3. Klasifikasi pengukuran spektrofotometri berdasarkan standar pembuatan skala "0"%T dan "100"%T	43
Tabel 3.1. Penentuan asam urat di dalam berbagai jenis daging segar secara spektrofotometri (angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran)	54
Tabel 3.2. Penentuan asam urat dalam berbagai jenis makanan kaleng menggunakan metode spektrofotometri (Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran)	56
Tabel 4.1. Potensial elektroda standar untuk reaksi setengah sel beberapa senyawa/logam	75

Tabel 5.1. Data titrasi potensiometri sampel: Metode turunan pertama dan turunan kedua	105
Tabel 6.1. Respon elektroda ion selektif terhadap $0,05 \text{ M Pb}^{2+}$ dengan kehadiran $0,1 \text{ mM}$ kation lain yang dianggap sebagai interferen	119
Tabel 6.2. Hasil analisis timbal dalam limbah cair menggunakan ISE-Pb dan AAS	124
Tabel 6.3. Pengaruh plastisiser NPOE di dalam membran elektroda terhadap sensitifitas ISE pada penentuan Pb secara flow injeksi potensiometri (FIP). Komposisi membran elektroda terdiri atas $3\% \text{ DBODC}$, $50\% \text{ aditif KTpCIPB}$ di dalam matriks $10\% \text{ PVC}$ yang mengandung plastisiser NPOE.	132
Tabel 6.4. Respon elektroda ion selektif terhadap 1 mM Pb^{2+} dengan kehadiran $0,1 \text{ mM}$ kation lain yang dianggap sebagai interferen	136
Tabel 8.1. Penyediaan larutan buffer pada skala pH yang bervariasi. Senyawa utama pembuat buffer pada konsentrasi tertentu dilarutkan di dalam air, kemudian pH diatur dengan menggunakan larutan penstandar $0,1 \text{ M}$.	169
Tabel 8.2. Jumlah mol polityramin terdeposit pada permukaan elektroda disk dengan bertambahnya jumlah elektropolimerisasi (sweep cycle) dan sensitivitas biosensor terhadap glukosa standar berdasarkan slop ($\mu\text{A}/\text{mM}$). Kondisi percobaan untuk elektropolimerisasi sama seperti pada Gambar 8.5.	185
Tabel 8.3. Hasil pengukuran respon biosensor glukosa (GC/Pt/PTy/GOx) terhadap larutan standar 1 mM glukosa dengan kehadiran 1 mM berbagai jenis senyawa pengganggu dan anion yang dianggap sebagai interferen	194

Tabel 8.4. Penentuan glukosa dalam berbagai jenis sampel buah-buahan menggunakan metode standar (spektrofotometri) dan menggunakan biosensor. Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran.	198
Tabel 8.5. Penentuan glukosa dalam berbagai jenis sampel sayuran menggunakan metode standar (spektrofotometri) dan menggunakan biosensor. Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran.	199
Tabel 8.6. Penentuan glukosa dalam berbagai jenis daging menggunakan metode standar (spektrofotometri) dan menggunakan biosensor. Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran.	200
Tabel 8.7. Penentuan glukosa dalam berbagai jenis ikan segar menggunakan metode standar (spektrofotometri) dan menggunakan biosensor. Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran.	202
Tabel 8.8. Penentuan glukosa dalam berbagai jenis minuman menggunakan metode standar (spektrofotometri) dan menggunakan biosensor. Angka adalah hasil rata-rata 3 kali pengukuran.	203
Tabel 9.1. Konduktan ekuivalen ionik pada 25 °C.	212



DAFTAR GAMBAR

- Gambar 1.1. Komponen dasar instrumen analitik yang dipergunakan untuk penanda signal menjadi besaran analitik di dalam instrumen 6
- Gambar 1.2. Kurva kalibrasi larutan standar glukosa diukur secara elektrokimia menggunakan dua jenis elektroda enzim yang dibuat dengan prosedur berbeda (n=6). 20
- Gambar 2.1. Komponen dasar instrumentasi spektroskopi optik: (a) spektroskopi absorpsi, (b) spektroskopi emisi, (c) spektroskopi fluoresens, fosforesens dan scattering. 25
- Gambar 2.3. Absorpsi energi radiasi 28
- Gambar 2.4. Absorpsi cahaya sebagai fungsi panjang gelombang 30
- Gambar 2.5. Diagram single beam UV-Vis spektrofotometers (Spectronic 20) 32
- Gambar 2.6. Foto dari single beam UV-Vis spektrofotometers Spectronic 20 33
- Gambar 2.7. Contoh presisi spektrofotometer: (a) Metode absorban tinggi, (b) Metode absorban rendah, dan (c) Metode presisi pergantian. 43
- Gambar 3.1. (a) Optimasi absorpsi 1 mM asam urat pada panjang gelombang 470-550 nm, dan, (b) Kurva kalibrasi larutan standar asam urat pada λ 520 nm. Reaksi enzimasi menggunakan urikase (UOx), peroksidase (POx), dan pengabsorpsi 5 mM *o*-dianisidin diinkubasi selama 5 menit. 52
- Gambar 4.1. Sel Galvanik dengan jembatan garam. Tanda panah menunjukkan arah pergerakan elektron bila tombol 'S' dibuka. 65
- Gambar 4.2. Sel galvanik dengan elektroda logam inert (Pt). 66
- Gambar 4.3. Sel Galvanik sederhana yang dilengkapi dengan potensiometer untuk mengukur voltase. 67

Gambar 4.4.	Sel elektrokimia yang mengandung larutan CdCl_2 dan AgNO_3 (sel tidak bekerja).	68
Gambar 4.5.	Sel elektrokimia lain yang mengandung CdCl_2 dan AgNO_3 tanpa jembatan garam (tidak akan berlangsung).	69
Gambar 4.6.	Sel elektrokimia dengan jembatan garam yang mengandung CdCl_2 dan AgNO_3 (sel dapat bekerja).	70
Gambar 4.7.	Standar elektroda hidrogen standar.	72
Gambar 4.8.	Sel galvanik untuk mengukur potensial elektroda standar.	73
Gambar 5.1.	Skema peralatan percobaan untuk metode potensiometri.	85
Gambar 5.2.	Bentuk-bentuk referens elektroda (<i>saturated calomel electrode</i> , SCE)	88
Gambar 5.3.	Skematik menunjukkan bentuk indikator gelas elektroda.	94
Gambar 5.4.	Plot dari persamaan (5), persamaan dasar untuk pH meter. Kalibrasi nol menaikkan atau menurunkan garis respon. Pengatur temperatur atau slop akan mengubah garis respon.	95
Gambar 5.5.	Penentuan titik akhir titrasi dengan menggunakan metode dua arah (bisection)	101
Gambar 5.6.	Penentuan titik akhir titrasi dengan menggunakan metode konstruksi.	102
Gambar 5.7.	Penentuan titik akhir titrasi dengan menggunakan metode tangensial	103
Gambar 5.8.	Penentuan titik akhir titrasi dengan menggunakan metode lingkaran tepat	104
Gambar 5.9.	Kurva titrasi potensiometri. Kurva A: kurva titrasi normal, menunjukkan daerah dekat titik akhir. Kurva B: Kurva titrasi turunan pertama. Kurva C: Kurva titrasi turunan kedua.	106
Gambar 6.1.	Skema elektroda kerja penentuan timbal, terdiri atas membran ISE yang mengandung ionofor DBODC , elektrolit, dan logam platina.	113

- Gambar 6.2. Skema disain instrumentasi potensiometri penentuan timbal dengan menggunakan ISE. Bagian sel elektrokimia terdiri atas elektroda kerja (elektroda ion selektif untuk timbal) dan elektroda referensi. 116
- Gambar 6.3. Bentuk signal potensiometri penentuan timbal, berturut-turut konsentrasi: (a) 0,0 mM, (b) 1 μ M, (c) 5 μ M, (d) 10 μ M, (e) 50 μ M, (f) 80 μ M (g) 0,1 mM (h) 0,3 mM (i) 0,5 mM and (j) 1,0 mM timbal disuntikkan ke dalam larutan elektrolit 0,001 M KNO_3 . 117
- Gambar 6.4. Kurva kalibrasi larutan standar timbal menggunakan membran ISE, sebagai rata-rata dari 3 pengukuran. Kondisi percobaan sama seperti pada Gambar 6.3. 118
- Gambar 6.5. Stabilitas elektroda ISE-Pb untuk pemakaian berulang selama 60 hari kerja untuk penentuan 0,1 mM Pb^{2+} . Stabilitas dihitung sebagai persentase dibandingkan terhadap respon ISE-Pb pada hari pertama. 122
- Gambar 6.6. Penentuan timbal di dalam sampel limbah cair menggunakan metode analisis standar atomic absorption spectrophotometry (AAS) dan metode analisis potensiometri menggunakan ISE-Pb. Plot adalah koefisien korelasi dua jenis metode analisis. 125
- Gambar 6.7. Langkah (1) pembentukan membran dengan metode kasting, (2) pembuatan elektroda kerja ion selektif elektroda (ISE), dan (3) penempatan elektroda di dalam flow sel. 126
- Gambar 6.8. Skematik disain sensor potensiometri tunggal dalam sistem FIA yang terdiri atas (1) larutan pembawa analit (*carrier*), (2) pompa peristaltik, (3) injeksi sampel, (4) pipa pengaduk, (5) flow sel terdiri atas sel elektrokimia yang mengandung elektroda ISE dan elektroda referensi, dan (6) potensiometer dan mikrokomputer yang dilengkapi dengan PowerLab 2/20 dan *software Scope*. 127
- Gambar 6.9. Bentuk kromatogram flow injeksi analisis potensiometri (FIAP) penentuan timbal dengan menggunakan ionofor **DBODC**, Masing-masing 100 μ l Pb^{2+} disuntikkan ke dalam sistem FIA berturut-turut 4 kali dengan

konsentrasi: (a) 0.01 mM; (b) 0.05 mM; (c) 0.1 mM; (d) 0.5 mM; (e) 1 mM; dan (f) 5 mM. 129

Gambar 6.10. Kurva kalibrasi larutan standar timbal menggunakan elektroda ion selektif dengan menggunakan ionofor **DBODC** dalam membran ISE. Plot adalah merupakan hasil rata-rata dari 4 pengukuran. 129

Gambar 6.11. Pengaruh perbandingan plastisiser NPOE dengan matriks PVC di dalam membran ISE yang mengandung ionofor DBODC terhadap respon elektroda ISE pada penentuan timbal: (a) PVC: NPOE adalah 1:1; (b) PVC: NPOE adalah 1:2; (c) PVC: NPOE adalah 1. Kondisi percobaan: 100 μl 0.1 mM Pb^{2+} , laju alir 3 ml min^{-1} , pH 5.0. Komposisi membran elektroda terdiri atas 3% DBODC, 29% PVC, 10% aditif KTpCIPB dan NPOE. 131

Gambar 6.12. (A) Respon ISE dengan ionofor DBODC pada penentuan timbal dengan penyuntikan 0.1 mM Pb^{2+} pada volume injeksi bervariasi: (a) 10 μl ; (b) 30 μl ; (c) 50; (d) 75; (e) 100; dan (f) 150 μl ; (B) Plot antara volume injeksi terhadap potensial respon dari gambar pada penyuntikan 10 – 200 μl . Kondisi percobaan: menggunakan air sebagai larutan carrier pada pH 4,0, laju alir 3 ml per menit. 133

Gambar 6.13. Respon ISE dengan ionofor DBODC pada penentuan timbal dengan penyuntikan 0.1 mM Pb^{2+} pada volume injeksi 100 μl dengan variasi panjang pipa pengaduk: (a) 10 cm, (b) 20 cm; (c) 30 cm; (d) 50 cm; dan (e) 100 cm. Kondisi percobaan: menggunakan air sebagai larutan carrier pada pH 4,0, laju alir 3 ml per menit. 134

Gambar 6.14. Respon ISE dengan ionofor DBODC terhadap beberapa kation pada penentuan timbal, masing-masing dengan penyuntikan 100 μl , 0.1 mM Pb^{2+} untuk kation: (a) Pb^{2+} ; (b) Mg^{2+} ; (c) Ca^{2+} ; dan (d) Ba^{2+} , (e) Zn^{2+} ; (f) Cu^{2+} ; (g) Cd^{2+} ; (h) Ni^{2+} ; (i) K^{+} ; (j) Na^{+} ; (k) Li^{+} ; (l) Ag^{+} ; (m) Al^{3+} ; (n) Fe^{2+} ; (o) Fe^{3+} ; (p) Sn^{3+} ; (q) Campuran kation (b) sampai (h); (r) campuran kation (i) sampai (p); (a+q) Campuran kation dengan timbal. 135

- Gambar 7.1. Beberapa jenis metode elektroanalisis yang dapat dipergunakan untuk penentuan secara kualitatif dan kuantitatif dalam Kimia analisis 141
- Gambar 7.2. Pengaruh pembentukan elektroda (air raksa) terhadap arus yang terbentuk. 143
- Gambar 7.3. Polarogram untuk (a) larutan 5×10^{-4} M kadmium di dalam 0,1 M HCl dan (b) larutan blangko (0,1 M HCl). 144
- Gambar 7.4. Bentuk difusi pada permukaan elektroda pada waktu yang berbeda 147
- Gambar 7.5. Hubungan arus dan waktu pada permukaan elektroda 148
- Gambar 7.6. Arus residu untuk 0,1 M HCl pada pengukuran polarografi. 151
- Gambar 7.7. Komponen sel elektrokimia *dropping mercury electrode* (DME) 152
- Gambar 7.8. Skema komponen polarografi modern dengan 3 elektroda di dalam sel. 153
- Gambar 7.9. Bentuk signal eksitasi untuk siklik voltametri 155
- Gambar 7.10. Voltamogram CV untuk 10 mM $K_3Fe(CN)_6$ dalam 50 mM larutan buffer fosfat yang mengandung 50 mM KCl (pH 6,0) pada kecepatan scan 100 mV/det menggunakan elektroda platina vs Ag/AgCl. 155
- Gambar 8.1. Skema perlakuan sampel untuk analisis glukosa di dalam sample secara biosensor dan spektrofotometri untuk: (A) bahan makanan dan minuman dalam bentuk bahan padatan, dan (B) bahan makanan dan minuman dalam bentuk bahan cair. 171
- Gambar 8.2. Rancang bangun biosensor dalam sistem statik yang terdiri atas: (1) analit, (2) enzim terimobilisasi, (3) transduser terdiri atas komponen elektroda dalam sel elektrokimia, (4) amplifikasi signal, dan (5) mikrokomputer. 175

- Gambar 8.3. Voltammogram CV untuk elektrodeposisi polityramin pada elektroda GC/Pt pada 0.50 V s^{-1} pada $0,1 \text{ M}$ tyramin dilarutkan dalam buffer fosfat yang mengandung enzim. Elektrodeposisi dilakukan pada 0.00 V dan $+1.65 \text{ V}$ versus Ag/AgCl sebanyak 3 sweep cycle. 178
- Gambar 8.4. Respon biosensor GC/Pt/PTy/GOx terhadap larutan standard glukosa, berturut-turut: (a) $1,0 \text{ mM}$, (b) $3,0 \text{ mM}$, (c) $5,0 \text{ mM}$, (d) $8,0 \text{ mM}$, (e) 10 mM , (f) 12 mM , (g) 15 mM , (h) 20 mM glukosa. Analisis dilakukan pada potensial konstan $0,6 \text{ V}$ vs Ag/AgCl di dalam buffer fosfat ($0,01 \text{ M}$, pH $6,0$). Matriks polityramin dibuat dibuat secara CV sebanyak 3 sweep cycle seperti pada prosedur percobaan pada Gambar 8.4. 182
- Gambar 8.5. Kurva kalibrasi larutan standar glukosa yang dianalisis menggunakan biosensor glukosa (GC/Pt/PTy/GOx), yaitu rata-rata dari 3 elektroda kerja seperti pada respon elektroda pada Gambar 8.4. Prosedur pembuatan elektroda dilakukan sama seperti pada Gambar 8.3. 183
- Gambar 8.6. Kurva kalibrasi larutan standar glukosa yang dianalisis menggunakan biosensor glukosa (GC/Pt/PTy/GOx) yang mengandung matriks polityramin dengan mol bervariasi yang dibuat secara CV pada 1-10 kali sweep cycles. Prosedur pembuatan elektroda dijelaskan pada Gambar 8.4. 186
- Gambar 8.7. Respon biosensor terhadap larutan standar glukosa (5 mM) di dalam berbagai jenis larutan buffer pada konsentrasi 10 mM , pH $4,0-8,0$ menggunakan larutan buffer asetat pH $4,0-5,0$, buffer fosfat pH $5,5-6,5$, dan buffer Trisma pH $7,0-8,0$. Biosensor GC/Pt/PTy/GOx dibuat dibuat secara CV sebanyak 3 sweep cycle. 187
- Gambar 8.8. Kurva kalibrasi glukosa standar menggunakan biosensor di dalam berbagai jenis larutan buffer pada konsentrasi 10 mM , pH $6,0$ menggunakan larutan buffer asetat, buffer fosfat, buffer Trisma, dan buffer HEPES. Biosensor GC/Pt/PTy/GOx dibuat dibuat secara CV sebanyak 3 sweep cycle. 188

- Gambar 8.9. Kurva kalibrasi larutan standar glukosa diukur menggunakan 5 buah elektroda yang dibuat dengan prosedur yang sama tetapi pada waktu yang berbeda. Kurva menggambarkan tingkat keterulangan biosensor glukosa. Prosedur pembuatan biosensor glukosa dan analisis glukosa standar dilakukan sama seperti pada Gambar 8.4. 190
- Gambar 8.10. Kurva kalibrasi glukosa standar untuk menguji stabilitas biosensor glukosa berdasarkan penggunaan dalam jangka waktu lama. Prosedur pembuatan biosensor dan analisis sampel dilakukan sama seperti pada Gambar 8.5. 191
- Gambar 8.11. Stabilitas biosensor untuk penggunaan selama 37 hari untuk 3 biosensor yang dibuat pada waktu yang sama dengan variasi penyimpanan setelah dipergunakan setiap hari. Prosedur pembuatan biosensor dan analisis sampel dilakukan sama seperti pada Gambar 8.5. 192
- Gambar 8.12. Penentuan glukosa di dalam larutan standar menggunakan dua metode analisis, biosensor dan metode analisis standar spektrofotometri-UV-Vis. Plot adalah koefisien korelasi dua jenis metode analisis. 195
- Gambar 8.13. Penentuan glukosa di dalam sampel makanan dan minuman menggunakan biosensor dan metode analisis standar spektrofotometri UV-VIS. Plot adalah koefisien korelasi dua jenis metode analisis. Data selengkapnya pada Situmorang, dkk (2009). 197
- Gambar 9.1. Titrasi konduksimetri HCl dengan NaOH (a) bentuk kurva titrasi, dan (b) Kontribusi relatif ion-ion terhadap konduksifitas pada titrasi. 213
- Gambar 9.2. Jembatan Wheatstone 216
- Gambar 9.3. Sistem elektroda konduksimetri 218
- Gambar 9.4. Bentuk kurva titrasi asam kuat dengan basa kuat. 224
- Gambar 9.5. Bentuk kurva titrasi campuran asam kuat dan asam lemah dengan basa kuat: (a) asam kuat, (b) asam lemah, dan (c) basa kuat 225

