

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Merkuri merupakan logam berat dengan efek toksisitas sangat berbahaya bagi makhluk hidup. Diantara semua unsur logam berat merkuri (Hg) menduduki urutan pertama dalam hal sifat racunnya dibandingkan dengan logam berat lainnya kemudian diikuti oleh logam berat Cd, Ag, Ni, Pb, As, Cr, Sn, dan Zn (Bernhoft, R.A 2012). Semua spesies merkuri beracun, dengan senyawa organik merkuri umumnya menjadi lebih beracun dari spesies anorganik (Azimi, S, *dkk.*, 2013). Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi, beragam kosmetik muncul di pasaran. Namun tidak semua kosmetika itu memenuhi aturan farmasetika yaitu aman, berkhasiat, dan berkualitas (Wasitaatmadja, 1997 di dalam Fithriani A, *dkk.*, 2013). Merkuri pada kosmetika yang sudah umum digunakan ialah merkuri klorida, dan merkuri amido klorida (Ralph, 1982).

Produk pemutih wajah saat ini ramai diperbincangkan, bukan hanya produknya yang membanjiri pasaran, tetapi juga karena dampak dari pemakaian produk tersebut. Konsumen harus berhati-hati dalam memilih kosmetik pemutih wajah, karena tidak semua produk pemutih wajah beredar di masyarakat aman untuk digunakan. Berdasarkan PERMENKES RI No.445/MENKES/PER/V/1998 Indonesia melarang penggunaan merkuri dalam sediaan kosmetik, namun penggunaan krim pemutih yang mengandung merkuri ini masih terus digunakan (Fina, 2005).

Kemudian, banyak metode analisa kimia yang telah dikembangkan dalam penentuan logam merkuri secara kuantitatif. Beberapa metode analisis tersebut adalah metode spektrometri UV-Vis (Gurkan dan Kir, 2014; Nashukha, *dkk.*, 2014), metode spektrometri serapan atom (Syafnir, *dkk.*, 2011; Gao, *dkk.*, 2012), metode spektro-fluorimetri (Andac, *dkk.*, 2007; Vasimalai, *dkk.*, 2012) dan berdasarkan studi literatur diketahui bahwa metode umum yang masih mendominasi dalam penentuan merkuri secara kuantitatif adalah metode spektrometri serapan atom khusus atau CV- AAS (Cold Vapor-Atomic

Absorption Spectrometry) (Mousavi, *dkk.*, 2010; Ghaedi, *dkk.*, 2011; Turker, *dkk.*, 2013; Claudia P.Peregrino, *dkk.*, 2011). Namun pada penentuan merkuri di lapangan, beberapa metode analisis di atas sulit dilakukakan karena tingginya biaya analisis yang dibutuhkan, dan instrument yang tidak dapat dibawa kemana-mana serta selalu dibutuhkan metode pendahuluan yang sesuai sebelum pengujian. Penentuan merkuri menggunakan spektrofotometri sinar tampak ataupun UV-VIS kurang selektif disebabkan oleh kehadiran senyawa yang mengganggu pengukuran optik (*interferen*) sehingga hasil analisis juga kurang akurat. Disamping itu metode spektrofotometri sinar tampak membutuhkan suatu zat kimia pengabsorpsi yang harganya mahal, dan kebanyakan senyawa kimia pengabsorpsi ini bersifat karsinogenik juga sehingga tidak aman bagi pengguna (tenaga analis) sedangkan metode CV-AAS selain mahal, metode ini membutuhkan keahlian khusus dalam hal analisis dan pengoperasian instrumentasinya. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu metode alternatif yang lebih praktis, murah, lebih cepat dengan peralatan yang sederhana namun tetap memiliki selektivitas analisis yang tinggi.

Teknik analisis yang sedang dan terus berkembang akhir – akhir ini adalah teknik analisis sensor elektrokimia yang berupa ion selektif elektroda (ISE). ISE merupakan sensor elektrokimia (elektroda) yang menggunakan membran selektif ion sebagai elemen pengenal (sensor) yang bersifat potensiometrik. Pada dasarnya pengukuran ESI dapat bekerja ketika timbul beda potensial yang mendekati membran yang merupakan antarmuka dari membran dan larutan analit yang berprinsip dari sel galvanik. Potensial tersebut berupa listrik, fungsi dari timbulnya potensial tersebut dapat memisahkan dua larutan yang bersifat elektrolit yang terjadi pada antarmuka membran. Pada saat kontak dengan larutan analit, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran dengan larutan. Jika anion atau kation yang berada dalam larutan dapat menembus batas antarmuka membran dengan larutan yang tidak saling campur, maka akan terjadi reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif membran sampai mencapai kesetimbangan elektrokimia (Atikah, *dkk.*, 2013). Beberapa keunggulan elektroda selektif ion (ISE) dari

metode analisis yang lainnya adalah sederhana dan mudah digunakan (dioperasikan), mudah dibawa, dapat mengukur aktivitas suatu analit secara langsung, memiliki sensitivitas di berbagai jarak konsentrasi yang lebar (skala linieritas deteksi), selektivitas yang tinggi sehingga tidak memerlukan pemisahan, biaya analisis yang murah, dan analisis dengan ISE dilakukan dengan cepat dan akurat (Kim, *dkk.*, 2007; Atikah, *dkk.*, 2013). Atikah, *dkk.*, (2013) menjelaskan bahwa sifat dasar dari ion selektif elektroda meliputi faktor Nernst, rentang konsentrasi, limit deteksi, stabilitas potensial baku kondisional (E^0) terhadap waktu, reproduksibilitas pembuatannya, waktu respon yang cepat (orde detik, selektif terhadap ion asing serta usia pemakaian yang lama. Berdasarkan sifat dasar ISE tersebut maka metode ISE perlu dilakukan karakterisasi meliputi faktor nernst, kisaran konsentrasi linear, batas deteksi, waktu respon, dan usia pemakaian untuk mengetahui tingkat kinerjanya dalam sensor kimia.

Komponen terpenting dalam metode elektroda selektif ion ini adalah membran ion selektif. Membran ion selektif ini dibuat dari komponen aktif yang mampu memberikan respon selektif terhadap ion target seperti ion merkuri. Dan hal ini yang menjadi salah satu permasalahan yang dihadapi dalam penggunaan metode elektroda selektif ion. Pencarian senyawa aktif yang memberikan respon sensitif dan selektif terhadap ion logam berat masih diperlukan sebagai komponen membran ISE terutama rangka pembuatan dan pengembangan instrumen analisa yang sensitif, selektif, cepat, akurat, sederhana, mudah dioperasikan dengan biaya analisa yang relatif murah. Salah satu ionofor yang dapat dimodifikasi dan memberikan respon terhadap ion logam adalah senyawa *azacrown* dan turunannya. Senyawa ini memiliki gugus fungsi yang dapat memberikan peluang dalam penggerakkan elektron dalam membran elektroda (Situmorang, 2005).

Mengingat aplikasinya sangat berpengaruh besar sebagai komponen sensor dalam kimia analisis penentuan logam berat maka banyak penelitian telah dilakukan untuk mencari dan mensintesis senyawa ionofor sebagai komponen aktif ISE. Beberapa penelitian untuk pengembangan komponen ISE yang telah dilaporkan oleh (Yang, *dkk.*, 1998) telah berhasil mensintesis turunan diazacrown eter *7,16-dithenyl-1,4,10,13-tetraoxa-7,16,-diazacyclooctadecane* (DTDC) dan

senyawa *7,16-di-(2-metilquinolyl)-1,4,10,13,-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DQDC) yang digunakan sebagai komponen ionofor dalam membran polivinilklorida (PVC) dapat memberikan respon yang selektif terhadap logam berat, namun bahan ini sangat sulit untuk dicari dan harganya sangat mahal di Indonesia.

Untuk itu diperlukan senyawa kimia yang tepat sebagai komponen dasar sintesis ionofor yang akan memberikan respon yang baik terhadap ion target. Situmorang, *dkk.*, (2005) telah berhasil mensintesis ionofor *7,16-dithenoyl-1,4,10,13-tetraoksa-7,16-diazacyclooctadecane* (DTODC) dengan komponen dasar senyawa yang digunakan adalah senyawa *1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DC) dan memberikan selektivitas yang cukup baik dan memberikan respon yang konstan selama lebih 19 hari, setelah itu mengalami sedikit penurunan apabila elektroda ISE-Hg tidak disimpan dalam keadaan baru dan kondisi kering di dalam kulkas. Pemilihan membran PVC ini diharapkan memiliki ketahanan yang cukup lama untuk waktu hidup (*life time*) dengan stabilitas pengukuran yang tinggi agar dapat menjadi sensor kimia dalam penentuan ion logam merkuri yang lebih selektif dengan akurasi yang tinggi. Oleh karena itu diperlukan pencarian senyawa ionofor lain yang memberi respon sensitif, linieritas yang tinggi dan memiliki respon cepat serta waktu hidup yang lebih lama dari ionofor DTODC dalam penentuan merkuri (Hg). Penelitian sebelumnya juga telah mensintesis ionofor *7-16-Di-(2-methylquinolyl)-1,4,10,13-tetraoxa - 7,16 - diazacyclooctadecane* (DQDC) dari *1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DC) yang digunakan dalam penentuan merkuri dengan menggabungkan antara ion selektif elektroda merkuri (ISE-Hg) potensiometri dalam sistem *flow injection analysis* (FIA). Ionofor DQDC tersebut memberi respon sensitif terhadap penentuan merkuri namun kurang memberi respon linieritas (Situmorang, *dkk.*, 2011). Sihombing, *dkk.*, (2015) juga telah melakukan penelitian tentang pengembangan ion selektif elektroda merkuri (ISE-Hg) dari ionofor *7-16 - Di - (2-methylquinolyl) - 1,4,10,13-tetraoxa - 7,16 - diazacyclooctadecane* (DQDC) dan mendapatkan komposisi membran elektroda dengan kualitas yang baik (40% PVC, 57% NPOE, 3% DQDC, 50% KTp-CIPB)

(Sihombing, *dkk.*, 2015). Penelitian tersebut belum mendapatkan hasil yang maksimal dan hanya dicobakan untuk pengujian merkuri divalen (Hg^{2+}) sehingga perlu melakukan penelitian lanjutan kinerja ESI-Hg dengan konsentrasi merkuri yang lebih rendah untuk mengetahui batas deteksi minimum penentuan merkuri.

Oleh karena itu, peneliti akan melakukan penelitian lebih lanjut terkait senyawa ionofor tersebut melalui **PEMBUATAN SENSOR MERKURI MENGGUNAKAN BAHAN AKTIF DQDC (7,16-Di-(2-Methylquinolyl)-1,4,10,13-Tetraoxa-7,16-Diazacyclooctadecane)**.

1.2. Batasan Masalah

Penelitian ini di batasi pada :

1. Karakterisasi ionofor *7,16-Di-(2-methylquinolyl)-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DQDC) pada bahan yang sudah tersedia meliputi uji *melting point* dan uji FTIR.
2. Pembuatan membran Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) dengan senyawa ionofor DQDC sebagai komponen ISE-Hg.
3. Pembuatan desain elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) yang mengandung senyawa ionofor DQDC dalam metode potensiometri untuk penentuan ion merkuri (Hg).
4. Pengujian respon elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) terhadap ion merkuri (Hg) dalam metode potensiometri.

1.3. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana karakterisasi ionofor *7,16-Di-(2-methylquinolyl)-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DQDC) pada bahan yang sudah yang meliputi uji *melting point* dan uji FTIR.
2. Bagaimana cara pembuatan membran Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) dengan senyawa ionofor DQDC sebagai komponen ISE-Hg.

3. Bagaimana desain elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) yang mengandung ionofor DQDC sebagai senyawa aktif dalam metode potensiometri untuk penentuan ion merkuri (Hg).
4. Bagaimana cara uji respon elektroda ISE-Hg untuk penentuan ion merkuri (Hg).

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui hasil uji dari ionofor *7,16-Di-(2-methylquinolyl)-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DQDC) pada bahan yang sudah tersedia dengan uji *melting point* dan uji FTIR.
2. Membuat membran ISE-Hg dengan mengaduk komponen ionofor DQDC sebagai komponen elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg).
3. Membuat desain elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) yang mengandung ionofor DQDC sebagai senyawa aktif dalam metode potensiometri untuk penentuan ion merkuri (Hg).
4. Mengetahui respon dan tingkat kinerja Ion Selektif Elektroda Merkuri (Hg) untuk penentuan ion merkuri (Hg).

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adaah sebagai berikut :

1. Memperoleh hasil uji dari ionofor *7,16-Di-(2-methylquinolyl)-1,4,10,13-tetraoxa-7,16-diazacyclooctadecane* (DQDC) dengan mengetahui kemurniannya dan gugus fungsi yang spesifik
2. Memperoleh membran ISE-Hg dengan senyawa ionofor DQDC sebagai komponen elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg).
3. Memperoleh desain instrumen analisis berupa elektroda ISE-Hg yang mengandung ionofor DQDC sebagai senyawa aktif dalam metode potensiometri untuk penentuan ion merkuri (Hg).
4. Mendoroleh hasil uji respon dan kinerja dari elektroda Ion Selektif Elektroda Merkuri (ISE-Hg) terhadap ion merkuri (Hg).