

**ANALISIS ION Hg (II) MENGGUNAKAN
SENSOR KIMIA MEMBRAN SOL-GEL PAR
(4-(2-pyridylazo) resorcinol)
BERBASIS SERAT OPTIK**

SKRIPSI



Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Oleh : Neny Novita Yuliany

Asal : Hadiah
Pembelian
Terima : Tgl. 12 MAR 2003

Klass

540
744
a

C.1

Neny Novita Yuliany

NIM. 981810301106

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2003

MOTTO

Tak ada resep untuk membuka sebuah hati yang tertutup, kecuali seorang teman sejati (NN)

Teman adalah seseorang dimana kita bisa bersungguh-sungguh kepadanya (Emerson)

Kamu boleh mengganti kesenangan kamu, tapi jangan mengganti teman-teman kamu (NN)

Teman-teman lama merupakan yang terbaik (NN)

Lebih baik mengetahui sesuatu daripada cuma sekedar mendengar (NN)

Jika anda tidak memiliki apa yang anda inginkan, anda harus menyukai apa yang anda miliki. (Peribahasa Perancis).

Hati yang bahagia lebih baik daripada kantung yang penuh uang (Peribahasa Jerman) karena kebahagiaan hati akan tercermin pada wajah.

Janganlah dengan entengnya melepaskan kesempatan yang sulit didapatkan selama hidup... atau bila tidak, kau terpaksa harus memiliki keberanian untuk menanggung akibat dari penyesalannya.

PERSEMBAHAN

Terima kasih yang tak terhingga untuk :

Allah S.W.T atas Rahmat dan Hidayahnya yang tiada terkira, **Nabi Muhammad S.A.W** atas bimbingannya.

Ayah dan Ibuku tercinta atas segala dukungan moril dan materinya yang sangat besar. Terima kasih telah mendidik dan membesarkan aku dengan segala kasih sayang yang diberikan. Do'a, nasehat, dan motivasi Ayah dan Ibu sangat membantu aku sehingga bisa kuraih gelar sarjana. Adik-adikku tercinta, **Rika, Didit, dan Intan**, terima kasih telah menjadi adik-adikku yang baik, meskipun terkadang menjengkelkan.

"Ay-ku", yang selalu memberi motivasi dan sudah membuat "hidup lebih hidup"

Pak Bambang K. Terima kasih atas segala diskusi, buku-buku dan juga "OSB" nya. Terima kasih juga telah menjadi dosen pembimbing "tim analitik" yang baik sekali dan banyak membantu kelancaran studi kami.

Pak Gani. Saran, kritik, diskusi, dan perhatian Bapak kepada kami "tim analitik" telah memacu kami untuk bisa menjadi lebih baik dan lebih baik lagi.

Yanti, dukungan, motivasi, dan nasehatmu akan selalu kuingat. Terima kasih telah menjadi sahabatku yang baik sekali dan bisa memahami sifat-sifatku yang terkadang bisa membuat kamu kecewa atau marah. **Remi,** komentar, saran, dan motivasimu telah memacu aku untuk bisa lebih giat lagi. Terima kasih telah menganggap aku sebagai sahabatmu " dijaga ya gelas-gelas kecil-nya jangan sampai retak". **Diana,** kamu sudah menjadi teman dan tim SG yang baik dan kompak. Diskusi, kritik, dan saranmu menjadi masukan buat aku. **Ros,** kekompakan yang kita jalin selama menjadi tim SG akan selalu kuingat. Terima kasih telah menjadi temanku yang lucu dan menggemaskan.

Ika, Tci, Tanti, Handoko, Hendrik, Dayat. Karena kalian semua suasana di lab menjadi cerah dan tidak membosankan. Terima kasih telah memberi aku semangat selama penelitian.

Yulia, yang telah menjadi teman yang baik selama magang di PT. SJAP. Kenangan dan pengalaman bersamamu sangat asyik.

Teman-teman mainku, **Petti, Thia, Ratna, Ita, Erika, Ivin, Vira, Nununk, Leli,** yang sudah membuat "hidup lebih menyenangkan". Berteman dengan kalian sangat menghebohkan.

Teman-teman Kimia'98. Kekompakan dan kenangan yang kita jalin benar-benar mengesankan.

Mas Budi, terima kasih atas bantuannya selama di lab, dan terima kasih juga buat "penunggu lab" yang sudah sudi untuk tidak menyapa dan mengganguku selama aku penelitian.

DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan April sampai dengan November 2002 di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Februari 2003

Neny Novita Yuliany



ABSTRAK

Analisis Ion Hg(II) Menggunakan Sensor Kimia Membran Sol-Gel PAR [4-(2-pyridylazo)resorcinol] Berbasis Serat Optik, Neny Novita Yuliany, NIM. 981810301106, Skripsi, Februari 2003, Jurusan kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Analisis ion Hg(II) berbasis pada imobilisasi reagen PAR [4-(2-pyridylazo)resorcinol] merupakan salah satu obyek pengembangan sensor kimia serat optik. Imobilisasi PAR dalam membran sol-gel menggunakan teknik *encapsulasi* dan membran yang dihasilkan selanjutnya digunakan sebagai reagen kering. Secara fisik membran yang dihasilkan transparan dan berwarna kuning, memiliki permukaan yang halus dengan tingkat ketebalan rata-rata 0,71 mm. Membran sol-gel PAR sebagai sensor kimia optik untuk analisis ion Hg(II) merupakan perbandingan dari metode reagen larutan. Data karakteristik analitis yang dihasilkan adalah sebagai berikut. Membran sol-gel PAR sebagai reagen kering mempunyai panjang gelombang maksimum 585 nm dengan pH optimumnya 4, sedangkan untuk reagen larutan mempunyai panjang gelombang maksimum 558 nm dengan pH optimumnya 6. Range linier untuk kedua metode adalah 0-1 ppm. Reprodusibilitas, batas deteksi, dan sensitivitas untuk reagen kering berturut-turut adalah 0,25%, 0,27 ppm ($1,346 \cdot 10^{-6} \text{M}$), dan 0,015, dan waktu respon yang dimiliki membran adalah 9 menit. Nilai reprodusibilitas, batas deteksi, dan sensitivitas untuk reagen larutan berturut-turut adalah 6,13%; 0,178 ppm ($8,87 \cdot 10^{-7} \text{M}$), dan 0,0207. Dari data yang diperoleh untuk kedua metode tersebut menunjukkan bahwa sensor kimia berbasis serat optik dapat digunakan sebagai alternatif dari penggunaan metode reagen larutan.

Kata kunci : ion Hg(II), sensor kimia, membran sol-gel, PAR [4-(2-pyridylazo)resorcinol]

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember pada :

Hari : Kamis

Tanggal :

27 FEB 2003

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember

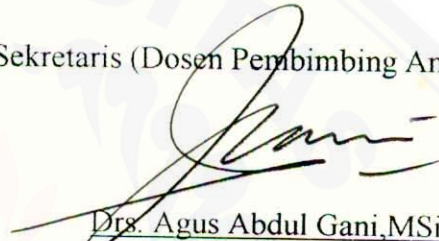
Tim Penguji

Ketua (Dosen Pembimbing Utama)

Sekretaris (Dosen Pembimbing Anggota)



Drs. Bambang Kuswandi, MSc. PhD
NIP. 132 094 129



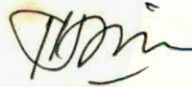
Drs. Agus Abdul Gani, MSi.
NIP. 131 412 918

Anggota I



Drs. Mukh. Mintadi, MSc
NIP. 131 945 804

Anggota II



Drs. Busroni, MSi
NIP. 131 945 805

Mengesahkan,
Dekan Fakultas MIPA
Universitas Jember



Ir. Sumadi, MS
NIP. 130 368 784

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil aalamin, puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT karena hanya dengan rahmat dan hidayahNya-lah penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul “ *Analisis Ion Hg(II) Menggunakan Sensor Kimia Membran Sol-Gel PAR [4-(2-pyridylazo)resorcinol] Berbasis Serat Optik*”.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, untuk itu saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan untuk langkah perbaikan.

Tak lupa penulis ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
3. Dosen Pembimbing Utama.
4. Dosen Pembimbing Anggota
5. Dosen Penguji
6. Seluruh Staf Dosen dan Administrasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
7. Ketua Laboratorium Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
8. Seluruh Keluargaku tercinta yang telah memberikan kasih sayang, perhatian, dan motivasinya.
9. Seluruh teman-teman seperjuangan angkatan '98
10. Semua pihak yang telah membantu terselesaikannya penulisan skripsi ini.

Semoga amal baik yang telah diberikan kepada penulis mendapat pahala yang setimpal dari Allah SWT. Akhirnya penulis berharap semoga karya ini bermanfaat bagi penulis dan pembaca. Amin.

Jember, Februari 2003.

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN MOTTO	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN DEKLARASI	iv
ABSTRAK	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Logam Berat	4
2.2 Logam Merkuri (Hg)	4
2.3 Reagen Penentuan Ion Logam Merkuri (II)	6
2.4 Teknik Immobilisasi Enkapsulasi	7
2.5 Teknik Sol-gel	8
2.6 Sistem Pengukuran	12
2.6.1 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik	12
2.6.2 Spektrometri	14
2.7 Mekanisme Sensor Kimia	15

III. METODOLOGI PENELITIAN	16
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	16
3.2 Diagram Alir Penelitian.....	16
3.2.1 Pembuatan Membran.....	16
3.2.2 Pengukuran Ion Hg(II).....	17
3.3 Alat dan Bahan.....	18
3.3.1 Alat.....	18
3.3.2 Bahan.....	18
3.4 Prosedur Kerja.....	18
3.4.1 Preparasi Larutan.....	18
3.4.1.1 Larutan PAR.....	18
3.4.1.2 Larutan Standar Hg(II) 100 ppm.....	19
3.4.1.3 Larutan Buffer.....	19
3.4.2 Pembuatan Membran Sol-gel PAR.....	19
3.4.3 Pencetakan Membran Sol-gel PAR.....	20
3.4.4 Teknik Pengukuran Membran Sol-gel PAR Menggunakan Spektrometer <i>USB 2000 "Ocean Optics"</i>	20
3.4.5 Parameter yang Ditentukan.....	21
3.4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}).....	21
3.4.5.2 Optimasi pH.....	21
3.4.5.3 Penentuan Waktu Respon.....	21
3.5 Karakteristik Membran Sol-gel PAR dan Reagen Larutan.....	22
3.5.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Hg(II).....	22
3.5.2 Penentuan Batas Deteksi.....	22
3.5.3 Penentuan Sensitivitas.....	23
3.5.4 Penentuan Selektivitas.....	23
3.6 Analisis Data.....	24
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Kualitas Fisik Sensor Kimia Membran Sol-Gel PAR.....	26
4.1.1 Fabrikasi Membran.....	26

4.1.1.1	Proses Pembuatan Membran Sol-Gel PAR.....	26
4.1.1.2	Pencetakan Membran Sol-gel PAR	26
4.2	Kemampuan Membran Sol-Gel PAR dalam Pengukuran Ion Hg(II) secara Spektroskopi dibandingkan dengan Reagen Larutan.....	28
4.2.1	Penggunaan Sol-Gel PAR Berbasis Serat Optik dalam Pengukuran Ion Hg (II)	29
4.2.2	Karakteristik Membran Sol-gel PAR dan Metode Reagen Larutan dalam Analisis Ion Hg(II).....	29
4.2.2.1	Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}).....	29
4.2.2.2	pH Optimum	31
4.2.2.3	Kurva Kalibrasi.....	32
4.2.2.4	Batas Deteksi	35
4.2.2.5	Sensitivitas.....	36
4.2.2.6	Selektivitas.....	37
4.2.2.7	Waktu Respon (t_{respon}) Membran Sol-gel PAR.....	39
4.3	Analisis Data Regresi untuk Perbandingan Dua Metode dalam Pengukuran ion Hg(II).....	40
V.	KESIMPULAN DAN SARAN	42
5.1	Kesimpulan	42
5.2	Saran	43
	DAFTAR PUSTAKA	44
	LAMPIRAN	47

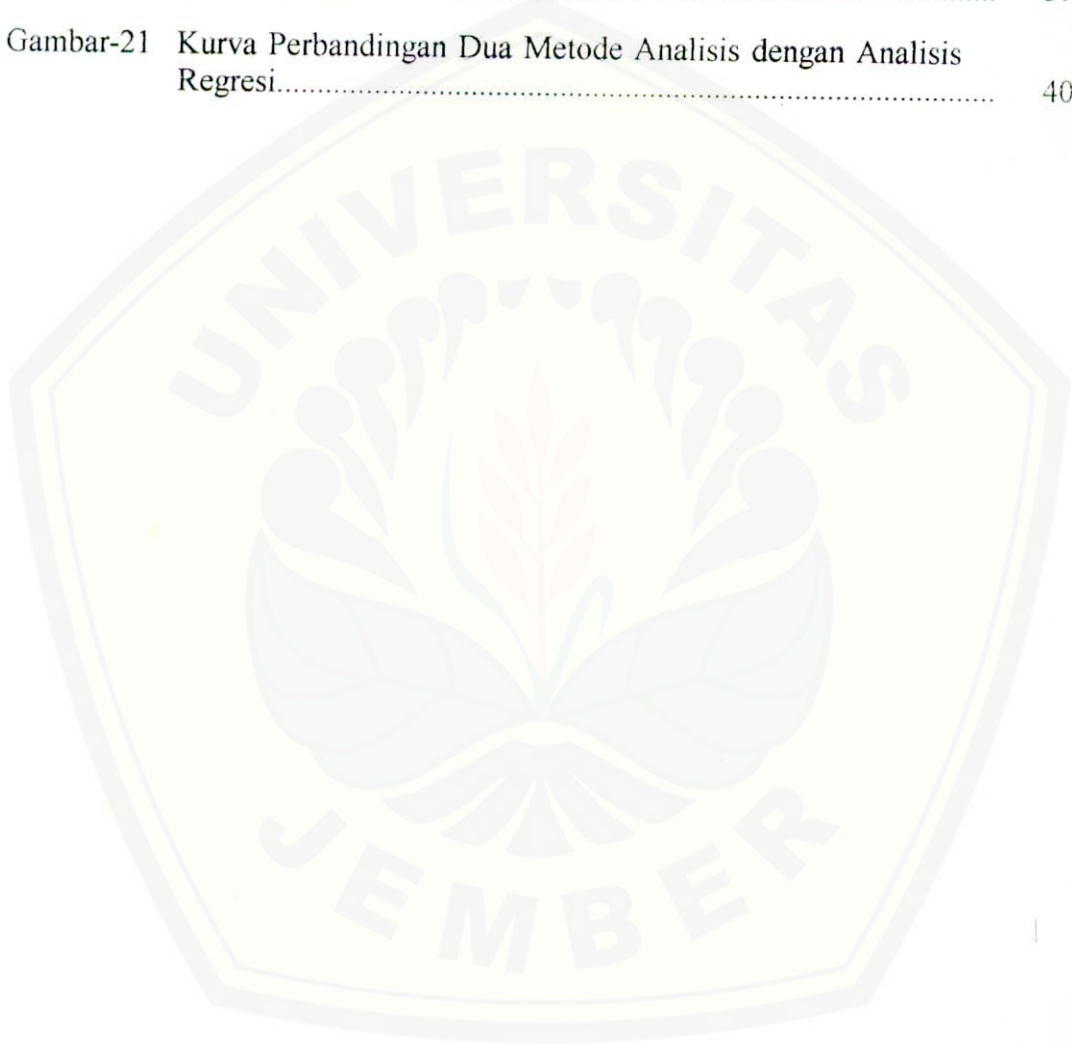
DAFTAR TABEL

Tabel -1	Daerah Panjang Gelombang UV-Vis.....	14
Tabel -2	Data Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi untuk Metode Reagen Larutan dan Reagen Kering.....	34
Tabel -3	Data Hasil Analisis RSD (%).....	35
Tabel -4	Data Penentuan Batas Deteksi.....	36
Tabel -5	Data Sensitivitas Kurva Kedua Metode (Abs/ppm).....	37
Tabel -6	Data Perbedaan Intensitas antara ion Hg(II) dengan ion Hg(II) ditambah ion Logam Lain pada λ_{maks} 585 nm.....	38
Tabel -7	Data Jari-jari Ion Logam.....	38
Tabel -8	Data Waktu Tunggu dan Respon.....	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar-1	Reagen PAR	7
Gambar-2	Reaksi Hidrolisis	10
Gambar-3	Reaksi Kondensasi Keadaan Asam	11
Gambar-4	Polimer Organosilan	12
Gambar-5	Konsep Dasar Sensor Kimia Serat Optik	13
Gambar-6	Posisi Kuvet dalam Pencetakan Membran	20
Gambar-7	Skema Alat Untuk Mengukur Membran Sol-gel dengan Spektrometer <i>USB 2000 "Ocean Optics"</i>	20
Gambar-8	Membran Sol-gel PAR Sebelum Bereaksi dengan Ion Hg(II)	27
Gambar-9	Membran Sol-gel PAR Setelah Bereaksi dengan Ion Hg(II)	27
Gambar-10	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada Larutan Standar Hg(II) 10 ppm dengan Metode Reagen Larutan	30
Gambar-11	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada Larutan Standar Hg(II) 10 ppm dengan Metode Reagen Kering	30
Gambar-12	Kurva Penentuan pH Optimum pada Larutan Standar Hg(II) 10 ppm dengan Metode Reagen Larutan (λ_{maks} 558 nm)	31
Gambar-13	Kurva Penentuan pH Optimum pada Larutan Standar Hg(II) 10 ppm dengan Metode Reagen Kering (λ_{maks} 585 nm)	32
Gambar-14	Kurva Kalibrasi Metode Reagen Larutan pada λ_{maks} 558 nm, pH 6, dan Range Konsentrasi 0-10 ppm	33
Gambar-15	Kurva Kalibrasi Metode Reagen kering pada λ_{maks} 585 nm, pH 4, dan Range Konsentrasi 0-10 ppm	33
Gambar-16	Kurva Kalibrasi Metode Reagen Larutan pada λ_{maks} 558 nm, pH 6, dan Range Konsentrasi 0-1 ppm	34
Gambar-17	Kurva Kalibrasi Metode Reagen kering pada λ_{maks} 585 nm, pH 4, dan Range Konsentrasi 0-1 ppm	34

Gambar-18	Kurva Range Linier 0-1 ppm untuk Reagen Larutan (λ_{maks} 558 nm, pH 6) dan Reagen Kering (λ_{maks} 585 nm, pH 4)	36
Gambar-19	Kurva Tingkat Interferensi suatu Logam dalam Analisis Ion Hg(II) (λ_{maks} 585 nm, pH 4).....	37
Gambar-20	Grafik Waktu Respon Membran Sol-gel PAR pada Konsentrasi Larutan Standar Hg(II) 10 ppm, pH 4 (λ_{maks} 585 nm).....	39
Gambar-21	Kurva Perbandingan Dua Metode Analisis dengan Analisis Regresi.....	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran-1	Data Absorbansi Larutan Blanko dan Kompleks Hg(II)-PAR (Reagen Larutan) dalam Penentuan λ_{maks}	47
Lampiran-2	Data Intensitas Blanko dan Kompleks Hg(II)-PAR (Membran Sol-gel PAR) dalam Penentuan λ_{maks}	48
Lampiran-3	Data Optimasi pH Reagen Larutan Dan Reagen Kering pada masing-masing λ_{maks}	50
Lampiran-4	Data Kalibrasi Metode Reagen Larutan (pH 6) dan Reagen Kering (pH 4).....	51
Lampiran-5	Data Penentuan Selektivitas Hg(II) terhadap Logam Lain dengan Perbandingan 1 : 10 ppm (Reagen Kering).....	52
Lampiran-6	Data Penentuan Waktu Respon Membran Sol-gel PAR.....	54
Lampiran-7	Perhitungan Batas Deteksi.....	55
Lampiran-8	Data Karakteristik Membran Sol-gel PAR (Reagen Kering) dan Metode Reagen Larutan.....	57
Lampiran-9	Gambar Membran Sol-Gel PAR.....	58



I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam Hg dikenal sebagai salah satu logam yang menyebabkan terjadinya pencemaran dalam lingkungan karena bersifat toksik. Logam Hg juga dapat menyebabkan kematian atau penyebab kerusakan pada otak manusia dan hewan. Di alam atau lingkungan, logam Hg umumnya berada dalam bentuk senyawa sebagai Hg^{2+} . Terdapat beberapa metoda umum atau biasa dilakukan untuk menentukan keberadaan logam Hg(II), namun metode-metode tersebut cenderung rumit, memerlukan banyak waktu dan biasanya melibatkan instrumen yang besar (Ahmad, M, *et al.*, 1998). Oleh karena itu perlu dikembangkan suatu metode baru, salah satunya dengan cara optik

Cara optik merupakan suatu identifikasi dan determinasi analit melalui sinyal gelombang elektromagnetik. Fenomena yang banyak terjadi, analit bereaksi dengan reagen sehingga membentuk senyawa tertentu, biasanya senyawa kompleks. Senyawa tersebut menghasilkan sinyal bila berinteraksi dengan gelombang elektromagnetik. Dalam prakteknya telah banyak dikembangkan penggunaan cara optik dengan sistem membran optode/optrode. Dalam sistem ini, reagen diimobilisasi ke dalam matrik tertentu, sehingga bila membran direaksikan dengan larutan analit, maka akan memberikan sinyal yang berupa perubahan warna.

Fokus utama dari penelitian ini adalah menjadikan reagen yang biasanya dalam bentuk larutan diubah menjadi dalam bentuk kering, artinya reagen yang spesifik untuk analit tertentu diperangkap dalam suatu matrik/material pendukung dan digunakan sebagai sensor. Matrik atau material pendukung yang dapat disebut sebagai membran telah banyak dipakai untuk sensor. Salah satu jenis material pendukung yang digunakan sebagai sensor optik untuk menentukan ion Hg(II) adalah XAD-7, dimana kompleks seng dithizonat diimobilisasi pada XAD-7 yang kemudian diukur secara spektrofotometri reflektansi (Ahmad, M, *et al.*, 1998).

Dengan semakin pesatnya kemajuan dalam bidang ilmu pengetahuan dan teknologi, tidak menutup kemungkinan untuk mengembangkan suatu membran

dengan material pendukung lain yang lebih mudah untuk membuatnya. Salah satunya adalah membuat suatu membran dengan menggunakan teknik sol-gel.

Teknik sol-gel merupakan metode yang sering dipakai untuk memerangkap reagen ke dalam pori-pori material anorganik, dimana dengan teknik ini memungkinkan terjadinya difusi analit ke dalam suatu matrik (Costa-Fernandez, J.M, *et al.*, 1998). Teknik sol-gel relatif lebih mudah untuk mengimmobilisasi reagen secara *encapsulasi* dalam matrik yang stabil dan merupakan material yang transparan secara optik, stabil, bersifat permeabel dibandingkan polimer organik (Collinson, M.M, *et al.*, 2000).

Melihat adanya teknik analisis konvensional untuk menentukan kandungan Hg(II) kurang efektif dan efisien, maka dalam penelitian ini dicoba untuk mengembangkan suatu alat, sederhana dalam membuat dan mengoperasikannya yaitu dengan suatu teknik sol-gel untuk memerangkap reagen yaitu PAR yang kemudian dihubungkan dengan spektrometer *USB 2000 "Ocean Optics"*.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan beberapa masalah sebagai berikut :

- 1) bagaimanakah kualitas fisik sensor kimia membran sol-gel PAR ?
- 2) bagaimanakah kemampuan membran sol-gel PAR dalam pengukuran ion Hg(II) secara spektroskopi dibanding reagen larutan ?
- 3) adakah perbedaan yang signifikan kemampuan pengukuran ion Hg(II) antara membran sol-gel PAR dengan cara reagen larutan ?

1.3 Batasan Masalah

- 1) teknik sol-gel yang dipakai terbatas pada metode pencampuran semua bahan yang telah ditetapkan dalam penelitian.
- 2) penelitian ini hanya terbatas untuk membuat sensor menggunakan membran sol-gel PAR.
- 3) prekursor utama untuk immobilisasi reagen PAR adalah TEOS.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- 1) untuk mengetahui kualitas fisik sensor membran sol-gel PAR.
- 2) untuk mengetahui kemampuan membran sol-gel PAR dalam pengukuran ion Hg(II) secara spektroskopi dibanding reagen larutan.
- 3) untuk mengetahui perbedaan kemampuan pengukuran ion Hg(II) antara membran sol-gel PAR dan cara reagen larutan.

1.5 Manfaat Penelitian

- 1) mengembangkan teknik sol-gel sebagai sensor kimia optik untuk penentuan ion Hg(II) dalam sampel air.
- 2) dapat memberikan suatu alternatif penyelesaian secara langsung terhadap masalah-masalah dalam monitoring lingkungan dan kontrol polusi atau proses-proses industri dengan suatu teknik analisa yang cepat, sederhana, dan mudah.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam Berat

Logam berat biasanya menimbulkan efek-efek khusus pada makhluk hidup. Semua logam berat dapat dikatakan meracuni tubuh makhluk hidup, logam-logam berat tersebut antara lain logam air raksa (Hg), cadmium (Cd), timah hitam (Pb), dan khrom (Cr). Namun demikian, ada beberapa logam berat tersebut tetap dibutuhkan oleh makhluk hidup walaupun dalam jumlah sedikit. Bila kebutuhan dalam jumlah yang sangat kecil itu tidak terpenuhi, maka dapat berakibat fatal terhadap kelangsungan hidup dari makhluk hidup. Sedangkan jika logam berat tersebut terdapat dalam jumlah yang banyak maka akibatnya akan beracun (Palar, 1994).

Suatu logam dikatakan sebagai logam berat bila memiliki salah satu atau lebih karakteristik sebagai berikut.

- 1) memiliki gravitasi spesifik yang sangat besar (lebih dari 4),
- 2) mempunyai nomor atom antara 22-34 dan 40-50 serta unsur-unsur lantanida dan aktinida,
- 3) mempunyai respon biokimia khas (spesifik) pada organisme hidup (Palar, 1994).

2.2 Logam Merkuri (Hg)

Logam merkuri mempunyai simbol Hg yang diturunkan dari bahasa latin *Hydrargyrum* yang mempunyai arti cairan perak (Baird, 1995). Kebanyakan merkuri yang ditemukan di alam terdapat dalam bentuk gabungan dengan elemen lainnya, dan jarang ditemukan dalam bentuk elemen terpisah.

Sifat-sifat yang dimiliki oleh merkuri adalah sebagai berikut :

- 1) merkuri merupakan satu-satunya logam yang berwujud cair pada suhu kamar (25°C) , mempunyai titik beku terendah dari semua logam, yaitu -39°C , mempunyai jari-jari ion Hg^{2+} 1.1 \AA ,
- 2) larut dalam pelarut polar dan non polar,



- 3) merkuri dan semua senyawanya bersifat racun terhadap semua makhluk hidup (Fardiaz, 1992).

Dari berbagai macam unsur yang digolongkan sebagai logam berat, merkuri merupakan salah satu jenis logam berat yang mempunyai tingkat toksisitas yang paling membahayakan. Keracunan merkuri adalah keracunan logam pertama yang pernah dilaporkan daripada logam lainnya dan merupakan kasus pertama penyakit keracunan yang masuk dalam daftar undang-undang kesehatan industri (Darmono, 1995). Ion logam ini dapat menyebabkan kerusakan selaput dinding (membran) sel dan menghalangi kinerja dari enzim. Hal ini disebabkan karena logam ini dapat membentuk ikatan kuat dengan gugus yang mengandung sulfur yang terdapat pada enzim serta dinding sel. Kerusakan yang disebabkan oleh merkuri sifatnya adalah permanen. Oleh karena itulah keberadaan logam ini dalam lingkungan perairan yang diperbolehkan sangatlah kecil. Ambang batas yang diperkenankan oleh WHO hanyalah 0,0001 ppm dan oleh FDA adalah 0,005 ppm (Fardiaz, 1992). Berbagai jenis aktivitas manusia dapat meningkatkan kadar merkuri di lingkungan. Aktivitas ini antara lain penambangan, peleburan, pembakaran bahan bakar fosil dan produksi baja, semen, serta fosfat. Pemakai utamanya antara lain adalah pabrik alkali, klor, industri bubur kayu, dan pabrik perlengkapan listrik (C.Lu Frank, 1995). Logam ini mempunyai penyebaran yang sangat meluas karena banyak digunakan dalam industri dan pertanian. Dunia industri juga sering menggunakan logam merkuri, dalam bentuk fenil merkuri dan merkuri anorganik seperti HgS dan HgO. Dalam aktivitas pertanian logam ini biasa berupa $\text{CH}_3\text{-Hg-NH}_2\text{CN-HNCN}$ (metil mercury disiano amida) dan $\text{CH}_3\text{-Hg-CN}$ (metil mercury sianida) yang merupakan senyawa-senyawa yang digunakan untuk pestisida. Dalam lingkungan perairan logam merkuri biasa dalam bentuk ion Hg^{2+} . Ion logam ini berikatan dengan senyawa-senyawa organik membentuk senyawa organologam seperti CH_3HgCl , $\text{C}_2\text{H}_5\text{HgCl}$, dan garam-garam anorganik seperti HgCl_2 dan HgO yang merupakan senyawa-senyawa toksik yang terbanyak meracuni makhluk hidup (Palar, 1994).

2.3 Reagen Penentuan Ion Logam Merkuri (II)

Ion logam dengan agen pewarna tertentu yang biasanya disebut reagen, dapat membentuk warna tertentu. Berdasarkan warna yang terbentuk, maka keberadaan ion logam tersebut dapat diidentifikasi dan dideterminasi secara spektroskopi pada daerah visibel.

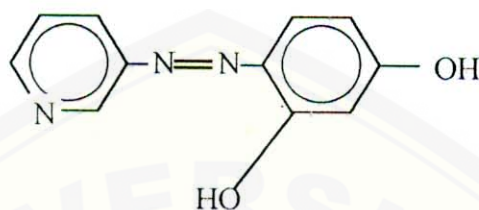
Reagen-reagen yang memberikan warna dari hasil reaksi disebut sebagai reagen spektrofotometri. Reagen spektrofotometri dikelompokkan dalam dua kategori yaitu reagen organik dan anorganik. Salah satu contoh reagen spektrofotometri yang termasuk dalam reagen organik adalah senyawa PAR [*4-(2-pyridylazo)resorcinol*], sedangkan untuk reagen anorganik adalah tiosianat. (Marzenko, 1986).

Reagen-reagen mempunyai sifat sebagai reagen yang selektif /spesifik apabila reagen tersebut dapat bereaksi dengan sejumlah kecil (terbatas) ion atau senyawa (Maludzinska, 1990). Salah satu reagen yang digunakan untuk pembentukan senyawa kompleks Hg(II) adalah senyawa PAR [*4-(2-pyridylazo)resorcinol*], yaitu suatu senyawa azo. Senyawa azo merupakan suatu kelompok senyawa yang memiliki gugus -N=N- (gugus azo) yang mengikat dua gugus aromatik. Senyawa ini umumnya berwarna cerah dan menjadi dasar dari golongan warna tertentu yaitu warna azo, biasanya mengandung sebuah gugus asam sulfonik yang terikat pada salah satu cincin (HAM Mulyono, 2001).

PAR [*4-(2-pyridylazo)resorcinol*], berwarna oranye kecoklatan dan bersifat larut dalam air dan membentuk kompleks dengan logam yang larut dalam air. Konformasi molekul PAR terdiri dari (a) nitrogen piridin, (b) gugus azo, dan (c) gugus fenolik. PAR memberikan kompleks yang berwarna dengan ion-ion logam polivalen. Penentuan logam dengan PAR dilakukan dalam larutan cair. Pada medium asetat (pH 3-6) PAR memberikan reaksi warna dengan Zn, Cd, Co, Ni, Mn, U, Pb, La, dan dengan logam-logam yang lain. Larutan kompleks PAR memberikan warna merah atau violet (Marzenko, 1986).

Pembentukan senyawa kompleks antara logam-logam bermuatan +2 dengan reagen PAR membentuk perbandingan tertentu. Dalam larutan air, dengan media asam dan basa, kompleks PAR dengan banyak logam membentuk

perbandingan 1:1 dan 1:2 untuk logam dan reagen PAR dengan struktur oktahedral. Dengan logam Zn(II) dan Cd(II), terbentuk kompleks dengan perbandingan 1:2. Kompleks yang terbentuk antara logam Zn(II) atau Cd(II) adalah ML_2^{2-} dimana M adalah Zn(II) atau Cd(II) dan L^{2-} adalah PAR dianion (Molina, M, F, *et al.*, 1999).



Gambar-1. Reagen PAR

2.4 Teknik Imobilisasi *Encapsulasi*

Teknik imobilisasi reagen merupakan suatu teknik memasukkan reagen yang spesifik untuk analit tertentu pada suatu matrik pendukung, sehingga terbentuk *transduser kimiawi* (Eggins, 1997). Teknik imobilisasi reagen ini biasanya dalam bentuk kering karena lebih mudah ditangani.

Berbagai macam teknik telah tersedia untuk imobilisasi reagen tersebut. Secara garis besar adalah adsorpsi, ikatan kovalen, entrapment, dan *encapsulasi*. Dalam teknik adsorpsi, reagen tersebut diadsorpsi diatas resin polimer khusus (misalnya XAD series, resin penukar ion) atau secara langsung pada permukaan serat optik. Teknik ikatan kovalen (*covalent bonding*) secara praktis adalah mengikat reagen tersebut dengan ikatan kovalen baik secara langsung pada serat optik atau matrik pendukung. Sedangkan untuk entrapment, reagen ditrap dalam struktur polimer permeabel terhadap parameter yang diselidiki. Untuk teknik sol-gel proses imobilisasinya secara *encapsulasi*.

Imobilisasi secara *encapsulasi* merupakan suatu teknik dimana kromofor / reagen yang spesifik untuk analit tertentu diperangkap dalam membran yang inert dan kemudian dilekatkan pada *transduser kimiawi* dalam bentuk kering. Membran

dapat berperan sebagai pelindung kromofor sehingga menghasilkan teknik sensor yang cukup baik.

Manfaat dari penggunaan teknik imobilisasi secara *encapsulasi* adalah :

- 1) kromofor yang terperangkap dalam membran dalam keadaan terkontak langsung dengan transdusernya,
- 2) sangat mudah dipreparasi,
- 3) sangat reliable, mudah dirawat, tidak mudah terdegradasi, serta mudah dikembangkan (Eggins, 1997).

Transduser ini nantinya akan dapat memberikan sinyal pada saat dilakukan pengukuran yang berupa absorbansi ataupun intensitas.

2.5 Teknik Sol-gel

Sol adalah suatu sistem koloid, dimana suatu cairan merupakan medium dispersinya. Sedangkan gel adalah zat padat yang dihasilkan pada koagulasi atau flokulasi suatu sol. Gel umumnya terbatas untuk kasus dimana seluruh sistem mengeras menjadi suatu keadaan semi-padat (Svehla, 1990).

Menurut Perry, C.C (1996), sol adalah sistem koloid, dimana partikel molekul yang besar terdispersi pada fase larutan, sedangkan definisi gel adalah sistem koloid yang bersifat padatan yang terdispersi dalam fase larutan. Teknologi sol-gel digunakan untuk membuat senyawa campuran organik dan anorganik melalui reaksi kimia yang dilakukan pada temperatur kamar. Proses pembuatan sol-gel seperti di atas akan diperoleh suatu sifat yang baru dan biasanya dimanfaatkan untuk membuat bahan-bahan seperti gelas dan keramik.

Proses sol-gel relatif sederhana, yaitu dengan cara mengimobilisasi reagen secara *encapsulasi* kedalam matrik yang stabil, dimana reagen yang digunakan adalah reagen yang spesifik dan selektif terhadap respon analit. Prekursor yang umum untuk digunakan memulai proses tersebut adalah tetrametilortosilikat (TMOS) dan *tetraetilortosilikat* (TEOS). Senyawa ini dapat mengalami hidrolisis dan kondensasi pada kondisi yang rendah (seperti pada temperatur ruang dan tekanan) (Collinson, M.M., 2000).

Reaksi kimia yang terjadi pada awal proses sol-gel untuk menjelaskan adanya reaksi hidrolisis, kondensasi alkohol, dan kondensasi air, dapat dilihat pada mekanisme reaksi dibawah ini (Perry,C.C., 1996).

Keterangan :

M adalah unsur elektropositif

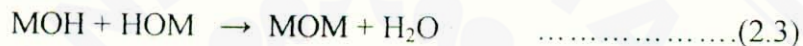
R adalah gugus organik



Reaksi Hidrolisis



Reaksi Kondensasi Alkohol



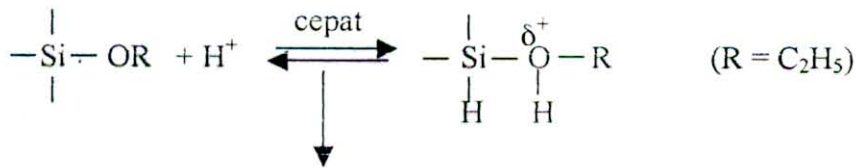
Reaksi Kondensasi Air

Menurut K.D.Keefer (1990), secara umum reaksi hidrolisis merupakan reaksi penambahan air, dan terjadinya penggantian gugus alkoksida (OR) dengan gugus hidroksil (OH). Reaksi hidrolisis terjadi karena ada serangan nukleofil dari atom O yang berasal dari air. Meskipun hidrolisis dapat terjadi tanpa adanya katalis, tetapi prosesnya akan lebih cepat dan sempurna jika ditambahkan suatu katalis (Brinker and Scherer, 1990).

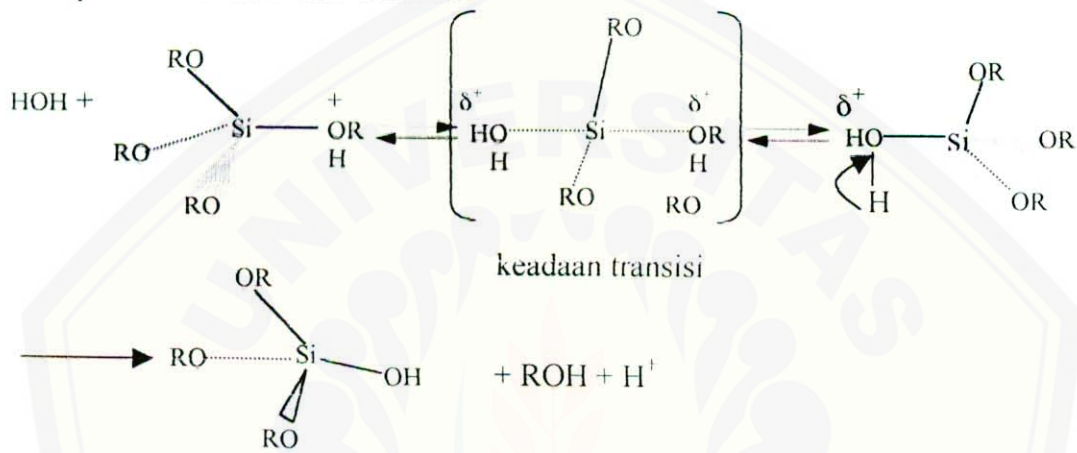
Reaksi yang terjadi dalam hidrolisis selengkapnya tertera pada halaman 10.

Tahapan-tahapan reaksi hidrolisis TEOS, sebagai berikut.

Tahap 1. Protonasi



Tahap 2. Reaksi adisi dan eliminasi



Gambar-2. Reaksi Hidrolisis

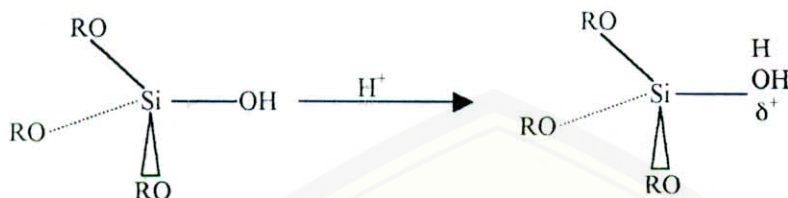
Dibawah kondisi katalis asam maka alkoksida akan terprotonasi dengan tahap yang cepat. Adanya atom Si yang bermuatan positif sebagian menyebabkan mudahnya diserang oleh molekul air. Pada reaksi ini melibatkan reaksi $\text{S}_\text{N}2$ yaitu suatu reaksi bimolekuler karena dipengaruhi molekul pereaksi dan nukleofil (Fessenden & Fessenden, 1990). Prosesnya terjadi secara serempak. Ketika terjadi peristiwa protonasi, maka H_2O sebagai nukleofil akan menyerang Si yang bermuatan positif sebagian, dan ikatan ROH akan lepas/putus. Sehingga dari proses hidrolisis ini terjadi dua peristiwa sekaligus yaitu terjadinya suatu ikatan baru yaitu $(\text{RO})_3\text{SiOH}$ dan putusnya ikatan ROH (lihat gambar 2).

Reaksi yang terjadi selanjutnya adalah reaksi kondensasi. Reaksi kondensasi ini meliputi reaksi gugus silanol (Si-OH) yang akan menghasilkan ikatan siloksana (Si-O-Si) dan produk sampingan yaitu air dan alkohol (Keefer,

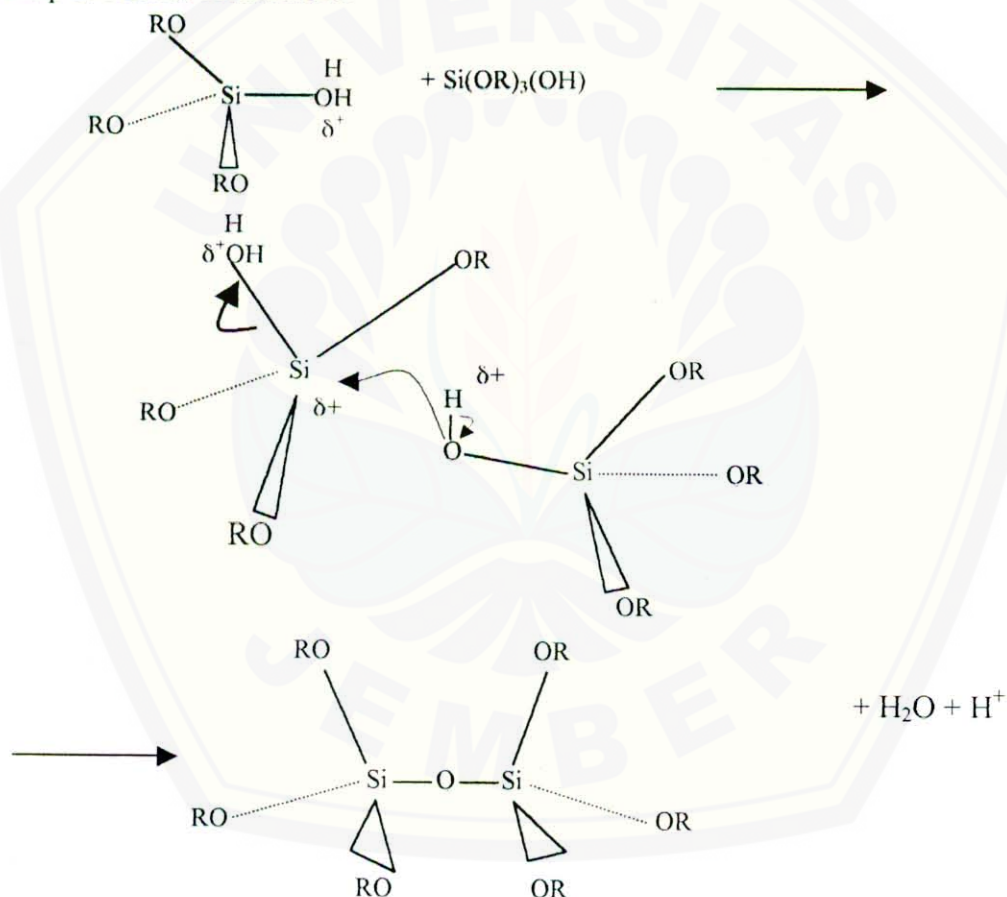
1990). Seperti halnya reaksi hidrolisis, reaksi kondensasi ini juga melibatkan peranan katalis (HCl).

Reaksi yang terjadi untuk kondensasi dalam keadaan asam, sebagai berikut .

Tahap 1. Protonasi



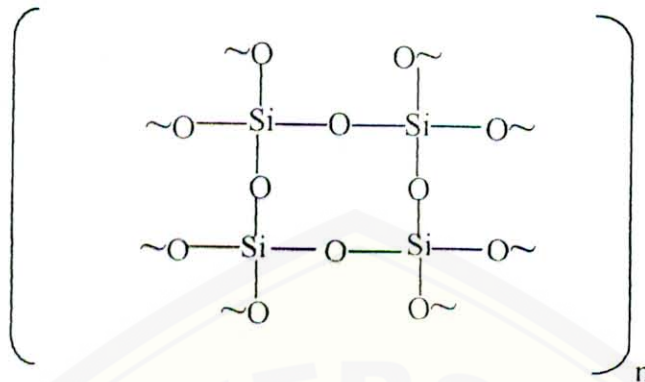
Tahap 2. Reaksi Kondensasi



Gambar-3. Reaksi Kondensasi Keadaan Asam

Adanya protonasi membuat Si lebih elektrofilik dan ini menyebabkan akan semakin mudahnya diserang oleh nukleofil (OH) yang berasal dari $\text{Si}(\text{OR})_3(\text{OH})$

sehingga terjadilah reaksi kondensasi. Hasil akhir yang diperoleh dari proses sol-gel adalah polimer organosilan.



Gambar-4. Polimer Organosilan

2.6 Sistem Pengukuran

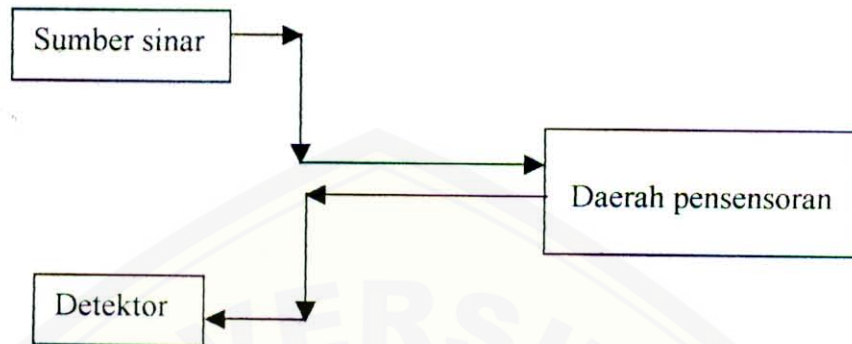
2.6.1 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik

Istilah sensor kimia optik didefinisikan sebagai suatu perangkat / alat yang mempunyai kemampuan untuk mendeteksi / menentukan konsentrasi spesi-spesi kimia dalam cairan ataupun gas secara kontinyu dan merubah informasi ini menjadi sinyal optik/listrik (Kellner, R, *et al.*, 1998).

Secara umum, sensor kimia berbasis serat optik untuk spesies kimia dapat dibagi menjadi dua jenis. Jenis pertama, dapat disebut spektroskopik atau plain-fibre sensor (Kuswandi B, 2001), sensor ini mendeteksi analit secara langsung melalui karakteristik spektral yang dihasilkan. Dalam sistem ini, serat optik berfungsi sebagai pengarah sinar (*light-guide*), yang mengirimkan sinar dari sumbernya ke daerah sensoran dan mengirimkannya kembali ke detektor. Dalam sampel, sinar berinteraksi dengan spesies kimiawi yang dimonitor, dimana serat optik hanya sebagai penghantar sinyal optik. Jenis kedua, "transduser kimiawi" dipasangkan dengan serat optik, sehingga analit berinteraksi dengan transduser dan modulasi optik yang dihasilkan dimonitor melalui serat optik.

Konsep dasar dari sensor berbasis serat optik adalah sinar dari sumber sinar yang sesuai dipancarkan melalui serat optik dan diarahkan pada daerah dimana terjadi interaksi antara sistem pengukur dengan transduksi kimiawi.

Interaksi ini menghasilkan sebuah modulasi sinyal optik (yang berhubungan dengan informasi kimiawi), yang selanjutnya ditangkap dengan serat optik lainnya dan dikirim ke sistem pengukuran sinyal optik.



Gambar 5. Konsep Dasar Sensor Kimia Serat Optik

Instrumentasi yang digunakan dalam sensor kimia serat optik, secara umum terdiri dari 5 bagian utama yaitu:

- 1) sumber sinar,
- 2) satu atau lebih serat optik sebagai penghantar signal optik,
- 3) *transduser* (fase reagen) untuk menerjemahkan konsentrasi dari spesies kimiawi kedalam komponen modulasi sinar yang dapat diukur,
- 4) detektor dan unit pemrosesan signal,
- 5) display atau unit tampilan.

Proses sensoran yang terjadi dalam menggunakan serat optik yaitu sinar dari sumbernya (bisa berupa lampu halogen, laser, dan *light emitting diode* (LED) diarahkan kedalam daerah sensoran melalau serat optik, dimana sifat optik dari reagen dapat dimodulasi. Sinar modulasi melau serat optik diarahkan ke sebuah detektor (detektor yang digunakan dapat berupa photodetektor misalnya, photomultiplier tube dan photodiode yang dipasangkan terintegrasi dengan instrumen yang sesuai untuk pemrosesan sinyal) yang selanjutnya diproses dalam unit pemrosesan sinyal dan kemudian dimunculkan dalam tampilan (Kuswandi, B, 2001).

2.6.2 Spektrometri

Spektrometri adalah suatu teknik pengukuran keberadaan analit melalui sinyal yang dikeluarkan oleh analit berupa spektrum. Teknik spektrofotometri merupakan bagian dari analisis spektroskopi yang meliputi daerah ultraviolet dekat sampai dengan inframerah jauh dinamakan spektrofotometri (Ingle, dalam Gani, 2000). Pengukuran absorbansi atau transmitansi dalam spektroskopi ultraviolet dan daerah tampak digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif spesies kimia (Khopkar, 1990). Teknik analisis spektrofotometri ada dua macam yaitu spektrofotometri atom dan spektrofotometri molekul. Spektrofotometri atom digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan suatu atom dalam suatu senyawaan. Spektrofotometri molekul digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan gugus-gugus fungsi atau ikatan-ikatan kovalen antar atom dalam suatu senyawaan (Gani, 2000). Salah satu spektrofotometri molekul yang sering digunakan adalah UV-Vis.

Metode spektrofotometri digunakan untuk penentuan unsur bisa dilakukan dengan pengukuran absorbansi pada daerah panjang gelombang UV-Vis. Spektrofotometri mempunyai hubungan dengan absorpsi kompleks berwarna pada konsentrasi tertentu. Larutan tidak berwarna dapat juga terdeteksi karena dimungkinkan terletak pada daerah ultraviolet (UV). Metode spektrofotometri dapat digunakan untuk analisis semua unsur, kecuali dalam bentuk gas. Teknik ini dapat mengukur sampai pada ukuran renik ($10^{-8}\%$ - $10^{-6}\%$) dengan makrokuantitas (Marczenko, 1986).

Tabel-1. Daerah panjang gelombang UV-Vis

Daerah	Panjang gelombang (nm)
Visibel	400-700
UV dekat	400-190
UV jauh	190-100

Absorpsi cahaya ultraviolet atau cahaya tampak mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi. Transisi ini memerlukan 0-300 kkal/mol. Energi yang terserap selanjutnya terbuang sebagai

kalor, cahaya, atau reaksi-reaksi radikal bebas (Fessenden & Fessenden, 1999).

2.7 Mekanisme Sensor Kimia

Respon sensor dalam sensor optik tergantung dari analit yang berinteraksi dengan fase reagen yang sudah diimobilisasi. Reagen (R) bereaksi dengan sebuah spesies analit (A) membentuk produk (AR), maka reaksi yang terjadi :



Baik R atau AR biasanya mengabsorpsi gelombang elektromagnetik atau mengalami luminesensi, sehingga bisa diukur secara optik. Reagen yang digunakan biasanya selektif, yang menghasilkan perubahan optik yang kuat dengan analit tertentu. Transduksi kimiawi biasanya didasarkan pada kesetimbangan yang terjadi selama reaksi kimia antara A dan R, dan kesetimbangan ini dapat dinyatakan dengan :

$$K = \frac{[AR]}{[A][R]} \quad \dots\dots\dots (2.5)$$

Dengan K sebagai konstanta kesetimbangan. Selama reaksi kimiawi, reagen R berkurang, sehingga setiap perubahan absorbansi atau luminesensi disebabkan oleh berkurangnya R atau bertambahnya AR. Setiap perubahan optik dari R atau AR dapat dihubungkan dengan konsentrasinya (Kuswandi, 2001).

Sehingga :

$$[AR] = K [A] [R] \quad \dots\dots\dots (2.6)$$

Dalam hal ini dianggap bahwa kesetimbangan konsentrasi A sama dengan konsentrasi total analit pada larutan, $[A] = C_A$, dan dari konsentrasi reagen yang diimobilisasi sama dengan selisih konsentrasi total reagen dan konsentrasi produk ($[R] = C_R - AR$), persamaan 2.13 dapat ditulis kembali dalam hubungannya dengan konstanta kesetimbangan K :

$$[AR] = \frac{K \cdot C_A \cdot C_R}{1 + K \cdot C_A} \quad \dots\dots\dots (2.7)$$

(Kellner, R, *et al.*, 1998).

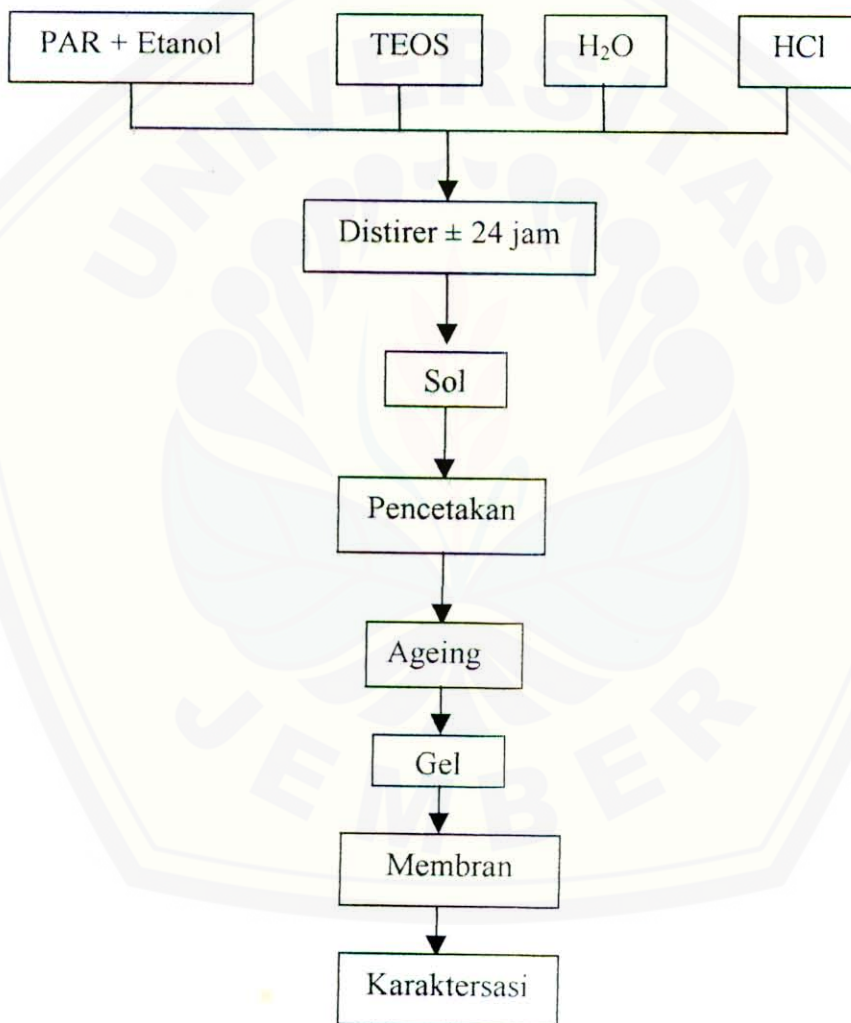
III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

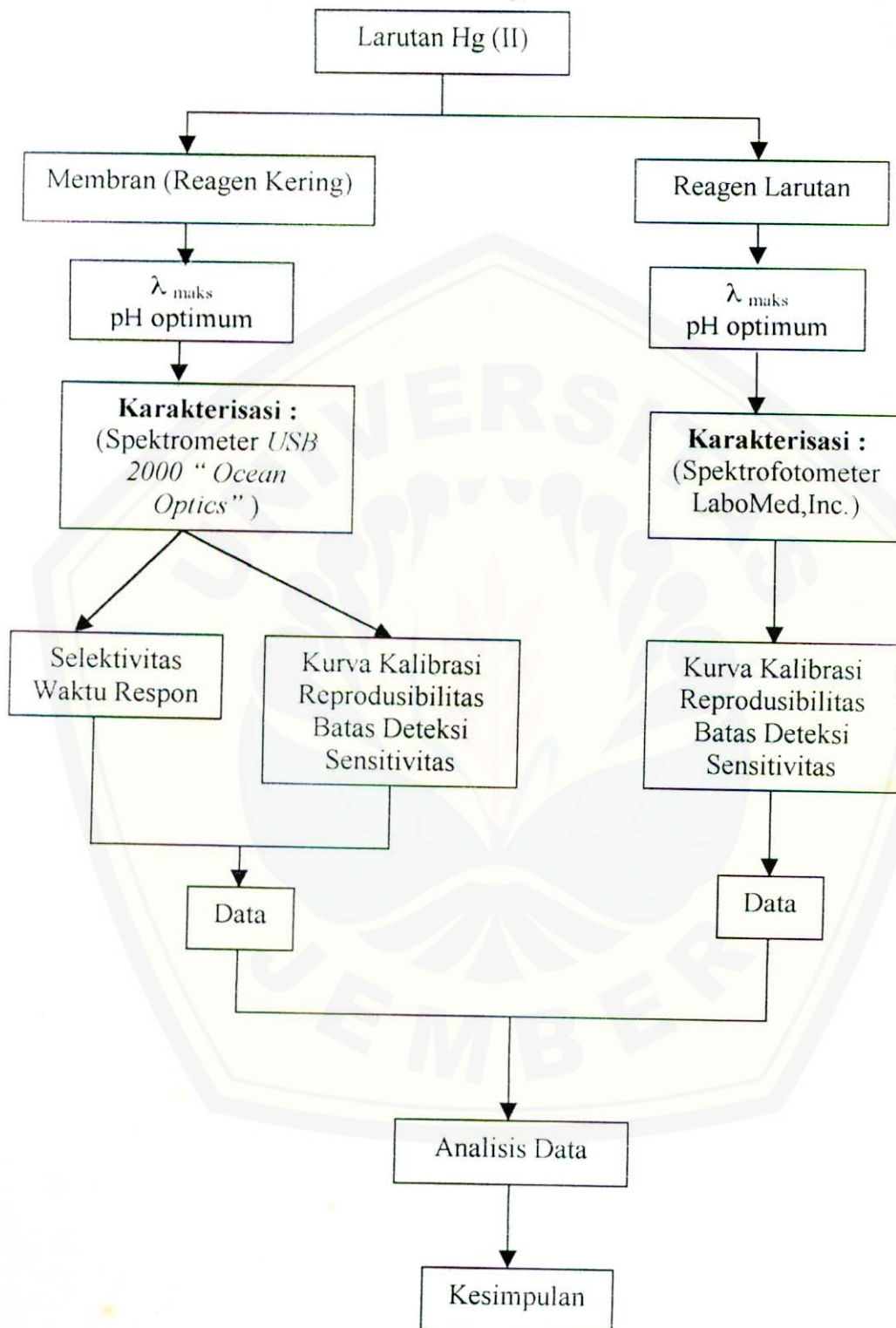
Penelitian ini dilakukan dari bulan April sampai dengan November 2002, di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Universitas Jember.

3.2 Diagram Alir Penelitian

3.2.1 Pembuatan Membran



3.2.2 Pengukuran Ion Hg(II)



3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat-alat yang dipakai dalam penelitian ini dibagi menjadi dua yaitu alat untuk pembuatan dan pencetakan sol-gel dan alat untuk preparasi dan pengukuran larutan ion Hg(II). Alat-alat yang dipakai dalam pembuatan dan pencetakan sol-gel diantaranya beaker glass (pyrex) 50 mL, stirer magnetik dan anak stirernya, cawan petri, kuvet plastik, gunting, karet, pinset, pipet tetes, pipet mohr (pyrex) 1 mL, 5 mL, 10 mL, desikator, mikrometer. Sedangkan alat-alat yang dipakai untuk preparasi dan pengukuran ion Hg(II) antara lain adalah labu ukur (pyrex) 10 mL, 50 mL, 100 mL, beaker glass (pyrex) 50 mL, 150 mL, stop watch, pipet mohr (pyrex) 1 mL, 5 mL, 10 mL, oven, pH meter digital, neraca analitis, spektrofotometer UV-Vis LaboMed, Inc, spektrometer *USB 2000 "Ocean Optics"*.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang dipakai dalam penelitian ini dibagi menjadi tiga yaitu bahan dalam pembuatan sol-gel, pembuatan pH buffer, dan pembuatan larutan ion logam. Bahan-bahan yang diperlukan dalam pembuatan sol-gel antara lain, TEOS dari Merck-Schuchardt 98% pa, akuabides, HCl 37% (pa, Merck) C₂H₅OH 0,1 M 98%(pa, Merck), serbuk PAR (Mr=237,2, pa, Merck). Sedangkan untuk pembuatan pH buffer, bahan-bahan yang diperlukan antara lain adalah CH₃COOH (Mr=60, 96%, pa, Merck), CH₃COONa_(padat) (Mr=82,03, pa, Merck), NH₃ (Mr=17,03, 25%, pa, Merck), NH₄Cl_(padat) (Mr=53,49, pa, Merck), dan untuk pembuatan larutan standar dari ion Hg(II) adalah HgCl₂ (Mr =271,496, pa, Merck).

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Larutan

3.4.1.1 Larutan PAR

Membuat larutan PAR dengan konsentrasi 400 ppm dengan melarutkan serbuk reagent PAR sebanyak 0,04 gram dengan akuabides sampai dengan volume 100 mL.

3.4.1.2 Larutan Standar Hg(II) 100 ppm

Larutan standar Hg(II) 100 ppm dibuat dengan melarutkan 0,0135 g HgCl₂ dengan akuabides sampai dengan volume 100 mL. Selanjutnya dari larutan standar Hg(II) 100 ppm dibuat berbagai variasi konsentrasi. Larutan standar Hg(II) untuk metode reagen larutan dan reagen kering dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,1;0,2;0,4;0,6;0,8;1;2;4;6;8;10 ppm, disiapkan dengan mengambil sejumlah volume tertentu larutan Hg(II) 100 ppm. Volume larutan standar Hg(II) 100 ppm yang harus diambil untuk setiap konsentrasi di atas berturut-turut adalah 0,1;0,2;0,4;0,6;0,8;1;2;4;6;8;10 mL, dan mengencerkannya sampai dengan volume 100 mL dengan pH buffer 7.

3.4.1.3 Larutan Buffer

Larutan buffer dengan berbagai variasi pH yaitu 3,4,5,6,7 disiapkan dengan mengambil 0,1 M CH₃COONa dengan volume berturut-turut 0,15;1,49;6,4;9,46; 9,94 mL dan masing-masing ditambahkan 10 mL CH₃COOH 0,1 M, sedangkan larutan buffer dengan pH 8 dan 9, disiapkan dengan mengambil 0,1 M NH₄Cl dengan volume berturut-turut 9,45 dan 6,31 mL dan menambahkan masing-masing 10 mL NH₄OH 0,1 M. Kemudian masing-masing penambahan volume larutan di atas, diencerkan dengan akuabides dalam labu ukur 100 mL. Semua larutan pH (3-9) diukur menggunakan pH meter, yang dikalibrasi pada temperatur ruangan dengan standar pH 4,7 dan 9.

3.4.2 Pembuatan Membran Sol-gel PAR

Pembuatan sol-gel dalam penelitian ini adalah sebagai berikut sebanyak 0,0016 g PAR dilarutkan dalam 4 mL etanol hingga homogen, kemudian ditambahkan komposisi sol-gel yaitu 10 mL etanol ; 10 mL TEOS ; 9,2 mL H₂O ; dan 2 mL HCl. Campuran larutan tersebut distirer hingga homogen selama ± 24 jam.

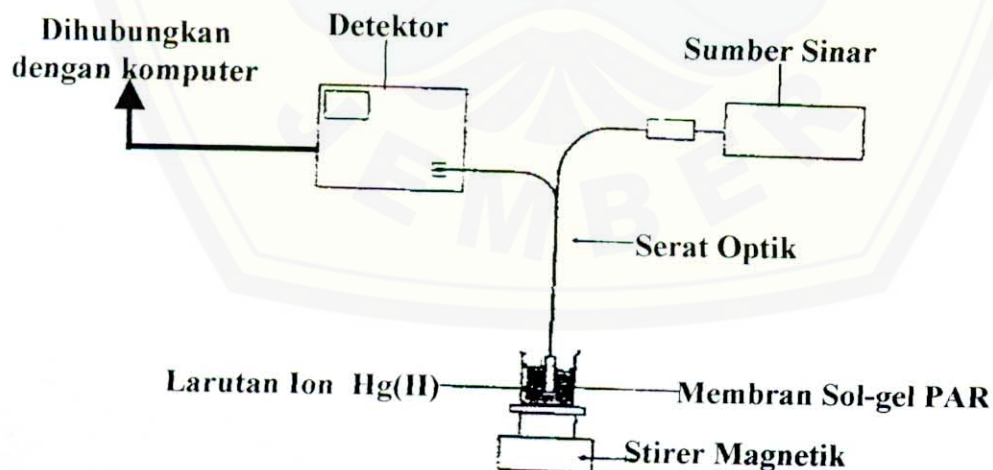
3.4.3 Pencetakan Membran Sol-gel PAR

Membran dicetak dalam kuvet (lihat gambar 6) dengan jumlah tetesan yang sama setiap kuvetnya. Pada saat meneteskan larutan sol, posisi kuvet tegak vertikal kemudian saat pencetakan kuvet dimiringkan horisontal secara hati-hati dan dijaga agar posisi kuvet rata. Proses pencetakan ini berlangsung bertahap, dimana untuk pencetakan pertama, untuk setiap kuvetnya terdapat 30 tetesan, kemudian dibiarkan selama satu hari. Selanjutnya untuk hari kedua ditambah 10 tetes lagi, dan pada hari ketiga juga ditambah 10 tetes. Sehingga untuk setiap kuvet dalam satu kali mencetak terdapat 50 tetes sol-gel. Kemudian diletakkan dalam cawan petri yang ditutup dengan plastik dan selanjutnya mengalami *ageing* dalam desikator selama satu minggu.



Gambar-6. Posisi Kuvet dalam Pencetakan Membran

3.4.4 Teknik Pengukuran Membran Sol-gel PAR Menggunakan Spektrometer USB 2000 "Ocean Optics"



Gambar-7. Skema Alat Untuk Mengukur Membran Sol-gel PAR dengan Spektrometer USB 2000 "Ocean Optics"

3.4.5 Parameter yang Ditentukan

3.4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks})

Penentuan panjang gelombang maksimum untuk ion Hg(II) dalam air ada dua sistim pengukuran, yaitu untuk reagen larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, sedangkan untuk reagen kering menggunakan spektrometer *USB 2000 "Ocean Optics"*.

Prosedur kerja untuk reagen larutan adalah mengukur absorban dari larutan yang diperoleh dari hasil kompleks berwarna pada konsentrasi 10 ppm yang ditambah 1 tetes larutan PAR 400 ppm, pada daerah visibel (400-700 nm) dengan interval 10 nm. Pengulangan pengukuran dilakukan dengan interval 5 nm pada daerah yang mendekati serapan maksimum. Kemudian dicari panjang gelombang spesifik (λ_{maks}). Penentuan panjang gelombang maksimum untuk reagen kering disiapkan dengan cara yang sama seperti reagen larutan tetapi larutan PAR diganti dengan membran sol-gel PAR, dengan merunut mulai panjang gelombang gelombang 400-700 nm.

3.4.5.2 Optimasi pH

Optimasi pH dilakukan untuk memperoleh pH kerja dimana ion Hg(II) dengan PAR bereaksi dengan baik. Untuk metode reagen larutan, optimasi pH dilakukan pada konsentrasi 10 ppm yaitu dengan mengambil 1 mL larutan ion Hg(II) 100 ppm yang ditambah dengan 1 tetes larutan PAR 400 ppm dan diencerkan dalam labu ukur 10 mL dengan larutan pH buffer bervariasi (pH 3-9). Campuran larutan yang telah terbentuk diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Optimasi pH untuk reagen kering disiapkan dengan cara yang sama seperti reagen larutan tetapi larutan PAR diganti dengan membran sol-gel PAR dan diukur intensitasnya pada panjang gelombang maksimum.

3.4.5.3 Penentuan Waktu Respon

Penentuan waktu respon dari membran sol-gel PAR saat larutan dan membran berkesetimbangan membentuk warna dilakukan dengan menggunakan spektrometer *USB 2000 "Ocean Optics"* dengan merunut mulai 0 detik pada

panjang gelombang maksimum, kemudian dicatat intensitas yang dihasilkan dan dibuat grafik waktu (detik) terhadap intensitas. Dari grafik yang dihasilkan, waktu respon diperoleh dari intensitas yang konstan untuk setiap membran yang dipakai saat pengukuran.

3.5 Karakterisasi Membran Sol-Gel PAR dan Reagen Larutan

3.5.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Hg(II)

Mengukur absorbansi larutan standar 0-10 ppm kemudian ditambah PAR 1 tetes, dan diencerkan dengan buffer optimum. Larutan standar Hg(II) yang dihasilkan didiamkan selama ± 10 menit, kemudian diukur absorbannya pada λ_{maks} . Sedangkan untuk pembuatan kurva kalibrasi reagen kering, disiapkan dengan cara yang sama seperti reagen larutan tetapi larutan PAR diganti dengan membran sol-gel PAR, dan juga diukur pada waktu responnya.

Kurva kalibrasi disusun dari absorbansi larutan standar yang diplot terhadap konsentrasi. Dari data yang dihasilkan dalam tiga kali pengulangan, dicari reproduibilitas metode reagen larutan dan reagen kering.

Reproduibilitas menggambarkan ketelitian hasil analisis dari metode yang digunakan (Khasanah, dkk,1998). Hasil pengulangan yang reproduibel disebut presisi yaitu derajat pengulangan yang dinyatakan sebagai koefisien variasi dari simpangan baku. Semakin besar nilai koefisien variasinya, maka nilai reproduibilitasnya semakin kecil.

$$Kv = \left[\frac{S_B}{X} \right] \cdot 100\% \quad \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan : S_B = simpangan baku

X = absorbansi rata-rata

Kv = koefisien variasi

3.5.2 Penentuan Batas Deteksi

Penentuan batas deteksi dari suatu range konsentrasi yang dikehendaki, menggunakan persamaan sebagai berikut : (Miller and Miller, 1992).

$$y - y_B = 3 S_B$$

$$y = Y_B + 3 S_B \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan :

$Y_B = a$
= intersep persamaan kurva kalibrasi

$$S_B = S_{y/x}$$

$$= \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \bar{y})^2}{n - 2} \right\}^{1/2} \dots\dots\dots(3.3)$$

Dari nilai yang diperoleh kemudian dimasukkan kedalam persamaan kurva kalibrasi , yaitu :

$$y = ax + b$$

$$y - b = ax$$

$$x = \frac{y - b}{a} \dots\dots\dots(3.4)$$

3.5.3 Penentuan Sensitivitas

Nilai sensitivitas ditentukan berdasarkan slope (m) kurva kalibrasi dari range konsentrasi yang dikehendaki. Hal ini sesuai dengan aturan IUPAC, bahwa sensitivitas yang dinyatakan dengan slope merupakan sensitivitas kurva. Harga sensitivitas yang besar artinya perubahan konsentrasi yang kecil dapat memberikan respon / sinyal analitis yang besar (James, and Crouch, 1998).

3.5.4 Penentuan Selektivitas

Penentuan selektivitas metode reagen kering diukur dari intensitas yang dihasilkan oleh ion Hg(II) yang ditambah dengan ion logam berat lain yaitu Pb(II), Ni(II), Co(II), dan Mn(II) dengan perbandingan 1:10 artinya dimasukkan 5 mL Hg(II) 1 ppm dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan 5 mL larutan logam-logam tersebut dengan konsentrasi 10 ppm, dan diencerkan dengan pH optimum kemudian diukur pada panjang gelombang maksimum.

3.6 Analisis Data

Analisis suatu analit dengan menggunakan dua metode yang berbeda dapat dibandingkan yaitu dengan memotongkan suatu sumbu untuk hasil yang diperoleh dengan cara yang baku, dan sumbu yang lainnya untuk hasil yang diperoleh dengan menggunakan cara yang baru, yang memanfaatkan garis regresi dari kurva perbandingan dua metode. Metode statistika yang digunakan yaitu uji-t (Miller dan Miller,1992). Persamaan yang digunakan untuk analisis data regresi adalah sebagai berikut :

$$S_{y/x} = \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \hat{y})^2}{n - 2} \right\}^{1/2} \dots\dots\dots(3.5)$$

$$S_b = \frac{S_{y/x}}{\left\{ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right\}^{1/2}} \dots\dots\dots(3.6)$$

$$S_a = S_{y/x} \left\{ \frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^{1/2} \dots\dots\dots(3.7)$$

Keterangan :

S_b = Simpangan baku untuk lereng garis regresi (b)

S_a = Simpangan baku untuk titik potong garis regresi (a)

Batas kepercayaan untuk lereng = $b \pm t$ tabel . S_b

Batas kepercayaan untuk titik potong = $a \pm t$ tabel . S_a

Nilai t tabel sesuai batas kepercayaan yang diinginkan dan (n-2) derajat kebebasan.

Uji-t untuk membandingkan dua metode yang berbeda ini dengan memanfaatkan koefisien korelasinya adalah sebagai berikut :

$$t = \frac{r \sqrt{n - 2}}{\sqrt{1 - r^2}} \dots\dots\dots(3.8)$$

Dengan r adalah koefisien korelasi dari persamaan kurva kalibrasi perbandingan dua metode.

Kesimpulan yang dapat diambil dengan menggunakan uji-t ini adalah apakah ada korelasi antara reagen larutan dan reagen kering. Jika $t\text{-hitung} > t\text{-tabel}$, maka H_0 ditolak, dan H_1 diterima, berarti ada korelasi yang signifikan antara kedua metode.





V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian “Analisis Ion Hg(II) Menggunakan Sensor Kimia Membran Sol-Gel PAR [*4-(2-pyridylazo)resorcinol*] Berbasis Serat Optik”, maka dapat disimpulkan bahwa :

- 1) Kualitas fisik sensor kimia membran sol-gel PAR adalah transparan dan berwarna kuning, memiliki permukaan yang halus dengan tingkat ketebalan rata-rata 0,71 mm dan waktu *ageing* sol yang baik adalah satu minggu sehingga tidak akan terjadi *leaching*.
- 2) Kemampuan membran sol-gel PAR dalam pengukuran ion Hg(II) secara spektroskopi menghasilkan data karakteristik reagen kering (membran sol-gel PAR) yang dibandingkan terhadap metode reagen larutan dalam analisis ion Hg(II) adalah sebagai berikut :
 - a. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh untuk analisis menggunakan dengan reagen kering sebesar 585 nm sedangkan reagen larutan adalah 558 nm,
 - b. pH optimum sebagai pH kerja Hg(II) untuk analisis menggunakan metode reagen kering adalah pada pH 4, untuk reagen larutan pada pH 6,
 - c. Tingkat reproduibilitas yang dimiliki oleh reagen kering sebesar 0,25 % sedangkan untuk metode reagen larutan sebesar 6,13 %,
 - d. Nilai batas deteksi dengan range konsentrasi 0-1 ppm untuk reagen kering dan reagen larutan, berturut-turut adalah 0,27 ppm ($1,346 \cdot 10^{-6}$ M) dan 0,178 ppm ($8,87 \cdot 10^{-7}$ M)
 - e. Sensitivitas untuk metode reagen reagen kering sebesar 0,015 Abs/ppm sedangkan metode larutan mempunyai nilai sensitivitas sebesar 0,0207 Abs/ppm,
 - f. Logam interferen utama dalam analisis menggunakan reagen kering adalah ion Pb(II).
 - g. Membran sol-gel PAR sebagai reagen kering mempunyai waktu respon 9 menit.

- 3) Tidak ada perbedaan yang signifikan pada pengukuran ion Hg(II) antara membran sol-gel PAR dengan cara reagen larutan.

5.2 Saran

Penelitian tentang “Analisis Ion Hg(II) Menggunakan Sensor Kimia Membran Sol-Gel PAR [4-(2-pyridylazo)resorcinol]”, masih diperlukan studi lebih lanjut yaitu antara lain :

- 1) Modifikasi teknik pencetakan sehingga benar-benar dihasilkan membran sol-gel PAR yang mempunyai ketebalan yang rata.
- 2) Penggunaan komponen dalam pembuatan sol-gel yang lain selain TEOS, misalnya TMOS.
- 3) Pembuatan sol-gel PAR yang mempunyai daya tahan yang kuat sehingga tidak akan mudah rapuh atau retak.
- 4) Pembuatan membran sol-gel PAR untuk skala industri sehingga bisa mempunyai nilai jual.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M., H. Hamzah., E.S.Marsom. 1998. Development of an Hg(II) Fibre-Optic Sensor for Aqueous Environmental Monitoring. *Talanta* 47. hal. 275-283.
- Baird, C. 1995. *Environmental Chemistry*. New York : W.H. Freeman & Company.
- C.J.Brinker, G.W.Scherer. 1990. *Sol-Gel Science : The Physic and Chemsitry of Sol-Gel Processing*. New York : Academic Press Inc.
- C.Lu Frank. 1995. *Toksikologi Dasar : Asas, Organ, Sasaran, dan Penilaian Resiko*. Terjemahan. Edi Nugroho dari Chemistry and Ecotoxicology of Pollution. Edisi 2. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Collinson, M.M., Annette R.Howells. 2000. Sol-Gel and Electrochemistry, *Analytical Chemistry*. hal.702-709.
- Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Day, M.C. 1993. *Kimia Anorganik Teori*. Terjemahan J.Selbir, Yogyakarta : Gajah Mada University Press.
- Eggins, B.R. 1997. *Biosensor an Introduction*. England : John Willey and Sons. Inc. A Wiley-Interscience Publication.
- Fardiaz, S. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta : Kanisius.
- Fernandez-Costa, J.M., M.E.Diaz-Garcia, A.Sanz-Medel. 1998. Sol-Gel Immobilized Room Temperature Phosphorescent Metal-Chelate as Luminescent Oxigen Sensing Material. *Analytica Chimica Acta* 360. hal. 17-26
- Fessenden dan Fessenden. 1999. *Kimia Organik Teori II*. Edisi 3. Jakarta : Erlangga.

- Gani, A.A. 2000. *Karakterisasi Spektra Infra Merah Senyawa P₂O₅*. Jurnal Ilmu Dasar. Vol.I.No.1. Jember: Universitas Jember.
- Gojon, C., B. Dureault, *et al.* 1997. A Comparison of Immobilization Sol-Gel Methods for an Optical Chemical Hydrazine Sensor. *Sensors and Actuators B* (38-39). Hal.154-162.
- HAM Mulyono. 2001. *Kamus Kimia Untuk Siswa dan Mahasiswa Sains dan Teknologi*. Bandung: PT. Genesindo.
- James, and Crouch.1998. *Spectrochemical Analysis*. USA : Prentice-Hall International. Inc.
- K.D.Keefe. 1990. Silicon Based Polymer Science : A Comprehensive Resource. *American Chemical Society*. Hal. 227-240.
- Kellner, R., J.M.Marmet, M.Otto. 1998. *Analytical Chemistry*. Germany : John Wiley and Sons. Inc. A wiley-Interscience Publication.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan A. Saptoraharjo dan A.Nurhadi. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Kuswandi, B. 2001. *Sensor Kimia Serat Optik : Konsep, Disain, dan Instrumentasi*. Jember : Universitas Jember.
- _____. 2001. *Prospek Pengembangan Sensor Kimia dan Biosensor Berbasis Serat Optik di Indonesia*. Jember : Universitas Indonesia.
- Maludzinska, G. 1990. *Dictionary of Analytical Chemistry*. New York : Elsevier Science Publishing Company. Inc.
- Marczenko, Z. 1996. *Separation and Spectrometric Determination of Element*. New York : Ellis Harwood Series in Analytical Chemistry. John Wiley and Sons. Inc. Ellis Harwood Limited-Publisier Chemistry.
- Miller, J.C., and J.N. Miller. 1992. *Statistic for Analytical Chemistry*. England : Ellis Horwood. Trentice.Hall.

- Molina, M.F., J.M. Bosque-Sendra, *et al.* 1999. Complexes of Zn(II) and Cd(II) with 4-(2-pyridylazo)resorcinol Sorbed on Sephadex QAE : Characterization and Theoretical Study. *Analytica Chimica Acta*. Elsevier. hal 281-290.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Perry, C.C. 1996. *Sol-Gel Technology "The Way Forward for Tommorrow's Materials*. Nottingham-Trent University.
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Spektroskopi*. Yogyakarta : Liberty.
- Sukardjo, K.J. 1992. *Kimia Koordinasi*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Kualitatif Makro dan Semimikro*. Terjemahan L.A. Setiono dan A. Hadyana P. Jakarta : Kalman Media Pustaka.

Lampiran-1
Data Absorbansi Larutan Blanko dan Kompleks Hg(II) - PAR (Reagen Larutan) dalam Penentuan λ_{maks}

λ (nm)	Blanko			Rata-rata	Analit			Rata-rata	A-B
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
400	0.104	0.109	0.105	0.106	0.034	0.034	0.034	0.034	0.072
410	0.110	0.107	0.116	0.111	0.039	0.031	0.038	0.036	0.075
420	0.109	0.111	0.115	0.112	0.041	0.033	0.039	0.038	0.074
430	0.092	0.099	0.104	0.098	0.039	0.033	0.040	0.037	0.061
440	0.070	0.067	0.082	0.073	0.039	0.035	0.039	0.038	0.035
450	0.061	0.061	0.061	0.061	0.041	0.036	0.040	0.039	0.022
460	0.047	0.047	0.046	0.047	0.043	0.038	0.043	0.041	0.005
470	0.042	0.040	0.036	0.039	0.046	0.043	0.046	0.045	-0.006
480	0.038	0.038	0.034	0.037	0.053	0.046	0.049	0.049	-0.013
490	0.037	0.035	0.032	0.035	0.057	0.050	0.053	0.053	-0.019
500	0.035	0.033	0.030	0.033	0.060	0.051	0.056	0.056	-0.023
510	0.032	0.030	0.027	0.030	0.062	0.053	0.058	0.058	-0.028
520	0.034	0.027	0.024	0.028	0.061	0.052	0.058	0.057	-0.029
530	0.025	0.021	0.019	0.022	0.060	0.048	0.056	0.055	-0.033
540	0.017	0.015	0.014	0.015	0.057	0.043	0.051	0.050	-0.035
550	0.013	0.013	0.011	0.012	0.055	0.043	0.050	0.049	-0.037
552	0.012	0.012	0.009	0.011	0.050	0.042	0.050	0.047	-0.036
554	0.012	0.010	0.011	0.011	0.050	0.042	0.050	0.047	-0.036
556	0.011	0.009	0.009	0.010	0.050	0.042	0.050	0.047	-0.038
558	0.012	0.009	0.009	0.010	0.050	0.043	0.050	0.048	-0.038
560	0.012	0.009	0.009	0.010	0.049	0.043	0.046	0.046	-0.036
562	0.010	0.009	0.007	0.009	0.048	0.041	0.045	0.045	-0.036
564	0.010	0.008	0.007	0.008	0.047	0.040	0.045	0.044	-0.036
566	0.010	0.008	0.007	0.008	0.045	0.039	0.044	0.043	-0.034
568	0.007	0.007	0.007	0.007	0.045	0.037	0.040	0.041	-0.034
570	0.008	0.006	0.006	0.007	0.043	0.036	0.040	0.040	-0.033
580	0.005	0.005	0.005	0.005	0.036	0.026	0.033	0.032	-0.027
590	0.002	0.003	0.003	0.003	0.020	0.018	0.029	0.022	-0.020
600	0.001	0.003	0.002	0.002	0.017	0.016	0.025	0.019	-0.017
610	0.004	0.004	0.003	0.004	0.012	0.011	0.025	0.016	-0.012
620	0.004	0.003	0.004	0.004	0.010	0.009	0.017	0.012	-0.008
630	0.003	0.003	0.004	0.003	0.008	0.007	0.014	0.010	-0.006
640	0.003	0.003	0.004	0.003	0.006	0.007	0.010	0.008	-0.004
650	0.003	0.002	0.003	0.003	0.005	0.005	0.008	0.006	-0.003
660	0.002	0.001	0.002	0.002	0.004	0.004	0.008	0.005	-0.004
670	0.001	0.001	0.002	0.001	0.004	0.004	0.006	0.005	-0.003
680	0.001	0.001	0.002	0.001	0.004	0.004	0.005	0.004	-0.003
690	0.002	0.002	0.002	0.002	0.005	0.003	0.005	0.004	-0.002
700	0.002	0.002	0.002	0.002	0.005	0.003	0.005	0.004	-0.002

Lampiran-2

Data Intensitas Blanko dan Kompleks Hg(II) - PAR (Membran Sol-gel PAR)
dalam Penentuan λ_{maks}

λ (nm)	Intensitas Blanko			Rata-rata	Intensitas Kompleks Hg(II)			Rata-rata	A-B
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
400.55	92.53	92.65	93.18	92.79	95.31	94.77	94.09	94.73	-1.94
405.34	92.61	92.77	93.25	92.87	95.37	94.88	94.16	94.80	-1.93
410.47	92.70	92.80	93.29	92.93	95.40	94.96	94.27	94.88	-1.95
415.59	92.66	92.80	93.26	92.91	95.36	94.93	94.27	94.86	-1.95
420.36	92.77	92.96	93.38	93.03	95.50	95.09	94.40	94.99	-1.96
425.46	92.72	93.00	93.38	93.03	95.48	95.07	94.40	94.98	-1.95
430.56	92.60	92.95	93.22	92.92	95.38	95.02	94.30	94.90	-1.98
435.65	92.69	93.05	93.30	93.01	95.37	95.15	94.31	94.94	-1.93
440.39	92.75	93.18	93.37	93.10	95.44	95.26	94.38	95.03	-1.93
445.46	92.83	93.41	93.47	93.24	95.52	95.46	94.47	95.15	-1.91
450.53	92.96	93.59	93.51	93.35	95.56	95.66	94.60	95.28	-1.92
455.59	93.17	93.89	93.67	93.57	95.70	95.92	94.74	95.45	-1.88
460.64	93.33	94.19	93.79	93.77	95.80	96.18	94.90	95.62	-1.86
465.34	93.59	94.58	93.99	94.05	95.92	96.54	95.13	95.86	-1.81
470.38	93.95	95.07	94.26	94.42	96.12	96.96	95.42	96.17	-1.74
475.40	94.36	95.63	94.61	94.87	96.31	97.40	95.72	96.48	-1.61
480.42	94.94	96.44	95.16	95.51	96.66	98.00	96.09	96.92	-1.40
485.43	95.65	97.32	95.91	96.29	97.06	98.63	96.58	97.43	-1.13
490.43	96.36	98.21	96.69	97.08	97.42	99.27	97.07	97.92	-0.83
495.42	97.20	99.26	97.73	98.06	97.88	100.00	97.64	98.51	-0.45
500.40	98.09	100.41	99.01	99.17	98.38	100.73	98.31	99.14	0.03
505.37	99.00	101.61	100.37	100.32	98.91	101.61	99.03	99.85	0.47
510.34	100.09	102.90	101.90	101.63	99.56	102.55	99.88	100.66	0.97
515.62	101.34	104.37	103.75	103.15	100.29	103.62	100.80	101.57	1.58
520.57	102.47	105.65	105.47	104.53	100.97	104.63	101.64	102.41	2.12
525.50	103.75	107.17	107.36	106.09	101.73	105.77	102.64	103.38	2.71
530.43	104.90	108.54	109.25	107.56	102.43	106.83	103.52	104.26	3.30
535.35	106.05	109.89	111.16	109.04	103.12	107.87	104.36	105.12	3.92

Lanjutan lampiran-2

λ (nm)	Intensitas Blanko			Rata-rata	Intens Kompleks Hg(II)			Rata-rata	A-B
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
540.59	107.21	111.23	113.18	110.54	103.82	108.99	105.29	106.03	4.51
545.48	108.16	112.39	114.96	111.84	104.39	109.94	106.09	106.81	5.03
550.37	109.03	113.40	116.58	113.00	104.84	110.86	106.75	107.48	5.52
555.58	109.87	114.44	118.25	114.19	105.38	111.88	107.53	108.26	5.92
560.44	110.57	115.26	119.57	115.13	105.72	112.74	108.14	108.87	6.26
565.63	111.19	116.05	120.79	116.01	106.09	113.64	108.73	109.49	6.52
570.47	111.69	116.72	121.79	116.73	106.42	114.39	109.17	109.99	6.74
575.63	112.06	117.24	122.60	117.30	106.61	115.03	109.52	110.39	6.91
580.46	112.22	117.49	123.00	117.57	106.67	115.39	109.69	110.58	6.98
585.28	112.31	117.64	123.25	117.74	106.66	115.67	109.76	110.70	7.04
590.41	112.13	117.48	123.25	117.62	106.55	115.78	109.73	110.69	6.94
595.52	111.98	117.30	123.15	117.48	106.46	115.87	109.70	110.68	6.80
600.62	111.78	117.05	122.90	117.24	106.35	115.87	109.72	110.65	6.59
605.40	111.47	116.70	122.50	116.89	106.19	115.81	109.58	110.52	6.37
610.48	111.31	116.48	122.25	116.68	106.10	115.87	109.57	110.52	6.16
615.54	111.13	116.29	122.06	116.50	106.02	115.96	109.58	110.52	5.98
620.60	111.11	116.19	121.92	116.40	105.99	116.08	109.65	110.57	5.83
625.33	111.02	116.03	121.72	116.26	106.01	116.12	109.68	110.60	5.65
630.36	110.80	115.70	121.25	115.92	105.95	116.02	109.61	110.53	5.39
635.38	110.57	115.23	120.68	115.49	105.78	115.82	109.48	110.36	5.13
640.38	110.33	114.75	120.08	115.06	105.69	115.62	109.40	110.24	4.82
645.37	109.98	114.28	119.53	114.60	105.51	115.39	109.28	110.06	4.54
650.35	109.69	113.85	119.01	114.18	105.37	115.15	109.16	109.89	4.29
655.32	109.42	113.45	118.48	113.78	105.22	114.91	109.00	109.71	4.07
660.58	109.03	112.96	117.84	113.28	104.97	114.57	108.74	109.43	3.85
665.52	108.62	112.42	117.22	112.76	104.72	114.14	108.38	109.08	3.68
670.45	108.09	111.70	116.31	112.04	104.35	113.48	107.90	108.58	3.46
675.36	107.44	110.79	115.22	111.15	103.99	112.69	107.36	108.01	3.13
680.57	106.45	109.51	113.69	109.88	103.41	111.52	106.54	107.16	2.72
685.45	105.39	108.18	112.04	108.54	102.81	110.38	105.65	106.28	2.26
690.33	104.24	106.73	110.37	107.11	102.11	109.03	104.70	105.28	1.83
695.49	103.00	105.23	108.49	105.58	101.38	107.58	103.68	104.21	1.36
700.33	101.82	103.84	106.79	104.15	100.71	106.19	102.69	103.20	0.95

Lampiran-3

Data Optimasi pH Reagen Larutan dan Reagen Kering pada masing-masing λ_{maks}

Reagen Larutan

pH	Reagen Larutan			Rata-rata	Stdev
	A1	A2	A3		
3	0.019	0.022	0.022	0.021	0.001
4	0.038	0.037	0.038	0.038	0.000
5	0.047	0.045	0.053	0.048	0.003
6	0.058	0.059	0.059	0.059	0.000
7	0.050	0.050	0.050	0.050	0.000
8	0.040	0.039	0.040	0.040	0.000
9	0.039	0.040	0.035	0.038	0.002

Reagen Kering

pH	Reagen Kering			Rata-rata	Stdev
	I1	I2	I3		
3	113.018	107.215	133.339	117.857	13.718
4	142.91	103.348	121.621	122.626	19.800
5	119.417	103.442	108.731	110.530	8.138
6	118.84	98.968	98.968	105.592	11.473
7	127.299	99.717	103.4	110.139	14.975
8	127.241	97.922	102.97	109.378	15.675
9	115.826	100.605	103.324	106.585	8.118

Lampiran-4

Data Kalibrasi Metode Reagen Larutan (pH 6) dan Reagen Kering (pH 4)

Reagen Larutan

Konsentrasi [C] ppm	Absorban pada λ maks			Rata-rata	Stdev
	A1	A2	A3		
0	0.018	0.019	0.017	0.018	0.001
0.1	0.018	0.017	0.016	0.017	0.001
0.2	0.019	0.022	0.022	0.021	0.002
0.4	0.026	0.024	0.025	0.025	0.001
0.6	0.026	0.031	0.032	0.030	0.003
0.8	0.033	0.031	0.032	0.032	0.001
1	0.036	0.038	0.040	0.038	0.002
2	0.046	0.047	0.046	0.046	0.001
4	0.050	0.055	0.061	0.055	0.006
6	0.054	0.064	0.062	0.060	0.005
8	0.062	0.063	0.059	0.061	0.002
10	0.066	0.067	0.068	0.067	0.001

Reagen Kering (Intensitas)

Konsentrasi [C] ppm	Intensitas pada λ maks			Rata-rata	Stdev
	I 1	I 2	I 3		
0	106.889	106.332	105.566	106.2623333	0.664245687
0.1	106.323	106.221	105.633	106.059	0.372435229
0.2	105.631	105.061	105.012	105.2346667	0.344108026
0.4	104.279	104.274	104.247	104.2666667	0.017214335
0.6	103.299	103.939	103.551	103.5963333	0.322399338
0.8	103.055	102.957	102.945	102.9856667	0.060343461
1	102.73	102.847	102.95	102.8423333	0.110074217
2	102.523	102.487	102.305	102.4383333	0.116864594
4	102.064	102.054	101.839	101.9856667	0.127115433
6	101.687	101.572	101.13	101.463	0.294062918
8	100.687	100.473	100.03	100.3966667	0.335085561
10	99.962	98.572	98.609	99.04766667	0.792051976

Reagen Kering (Absorban)

Konsentrasi [C] ppm	Absorban pada λ maks			Rata-rata	Stdev
	A1	A2	A3		
0	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
0.1	0.00231	0.00045	-0.00028	0.00083	0.00133
0.2	0.00514	0.00522	0.00229	0.00422	0.00167
0.4	0.01074	0.00849	0.00546	0.00823	0.00265
0.6	0.01484	0.00989	0.00837	0.01103	0.00338
0.8	0.01586	0.01401	0.01092	0.01360	0.00250
1	0.01724	0.01447	0.01090	0.01420	0.00318
2	0.01811	0.01600	0.01363	0.01591	0.00224
4	0.02006	0.01783	0.01561	0.01783	0.00223
6	0.02167	0.01989	0.01864	0.02007	0.00152
8	0.02596	0.02461	0.02339	0.02466	0.00128
10	0.02910	0.03291	0.02961	0.03054	0.00207

Lampiran-5

Data Penentuan Selektifitas Hg(II) terhadap Logam Lain dengan Perbandingan 1:10 ppm (Reagen Kering)

λ (nm)	Intensitas Rata-rata Interferensi Logam-Logam				
	Jenis Logam				
	Hg(II)	Hg(II)-Co(II)	Hg(II)-Mn(II)	Hg(II)-Ni(II)	Hg(II)-Pb(II)
400.55	94.73	97.78	94.29	97.56	95.17
405.34	94.80	97.80	94.35	97.58	95.20
410.47	94.88	97.84	94.36	97.59	95.17
415.59	94.86	97.82	94.32	97.56	95.13
420.36	94.99	97.92	94.43	97.66	95.23
425.46	94.98	97.93	94.40	97.63	95.21
430.56	94.90	97.84	94.29	97.52	95.09
435.65	94.94	97.90	94.33	97.54	95.11
440.39	95.03	98.00	94.35	97.59	95.17
445.46	95.15	98.08	94.41	97.68	95.30
450.53	95.28	98.16	94.47	97.72	95.36
455.59	95.45	98.32	94.61	97.86	95.51
460.64	95.62	98.49	94.68	97.98	95.63
465.34	95.86	98.73	94.79	98.15	95.84
470.38	96.17	99.09	94.97	98.43	96.14
475.4	96.48	99.50	95.21	98.82	96.57
480.42	96.92	100.10	95.61	99.39	97.23
485.43	97.43	100.87	96.13	100.13	98.09
490.43	97.92	101.68	96.67	100.98	99.05
495.42	98.51	102.72	97.37	102.04	100.27
500.4	99.14	103.90	98.17	103.29	101.70
505.37	99.85	105.18	99.06	104.66	103.30
510.34	100.66	106.64	100.15	106.23	105.11
515.62	101.57	108.32	101.36	108.01	107.15
520.57	102.41	109.90	102.51	109.74	109.15

Lanjutan lampiran-5

λ (nm)	Intensitas Rata-rata Interferensi Logam-Logam				
	Jenis Logam				
	Hg(II)	Hg(II)-Co(II)	Hg(II)-Mn(II)	Hg(II)-Ni(II)	Hg(II)-Pb(II)
525.5	103.38	111.70	103.87	111.67	111.36
530.43	104.26	113.40	105.20	113.58	113.55
535.35	105.12	115.12	106.54	115.48	115.72
540.59	106.03	116.92	107.95	117.46	117.98
545.48	106.81	118.51	109.16	119.19	119.94
550.37	107.48	119.87	110.24	120.69	121.70
555.58	108.26	121.25	111.38	122.23	123.46
560.44	108.87	122.33	112.26	123.44	124.86
565.63	109.49	123.39	113.12	124.62	126.20
570.47	109.99	124.26	113.81	125.52	127.23
575.63	110.39	124.93	114.33	126.20	128.01
580.46	110.58	125.29	114.67	126.66	128.53
585.28	110.70	125.48	114.85	126.85	128.76
590.41	110.69	125.39	114.78	126.79	128.65
595.52	110.68	125.25	114.67	126.62	128.42
600.62	110.65	124.99	114.48	126.38	128.13
605.4	110.52	124.63	114.20	126.07	127.79
610.48	110.52	124.40	114.05	125.89	127.58
615.54	110.52	124.26	113.90	125.79	127.42
620.6	110.57	124.20	113.86	125.74	127.32
625.33	110.60	124.03	113.75	125.63	127.15
630.36	110.53	123.71	113.48	125.30	126.73
635.38	110.36	123.28	113.14	124.89	126.23
640.38	110.24	122.80	112.80	124.46	125.70
645.37	110.06	122.35	112.43	123.99	125.12
650.35	109.89	121.97	112.10	123.59	124.63
655.32	109.71	121.54	111.81	123.18	124.17
660.58	109.43	121.04	111.42	122.67	123.59
665.52	109.08	120.47	111.00	122.12	122.91
670.45	108.58	119.66	110.40	121.26	121.95
675.36	108.01	118.67	109.67	120.22	120.71
680.57	107.16	117.27	108.62	118.74	118.99
685.45	106.28	115.75	107.50	117.16	117.14
690.33	105.28	114.16	106.28	115.43	115.17
695.49	104.21	112.38	104.99	113.54	112.98
700.33	103.20	110.72	103.77	111.79	110.97

Lampiran-6

Data Penentuan Waktu Respon Membran Sol-gel PAR

Waktu (detik)	Intensitas		
	I1	I2	I3
0,51	103,15	93,11	127,31
60,61	102,29	93,16	111,37
121,16	101,53	92,97	110,81
181,22	100,85	92,81	110,63
241,24	99,47	92,84	109,92
301,79	99,64	92,69	109,14
362,26	98,83	92,61	108,87
422,92	98,39	92,59	108,48
483,42	98,20	92,61	108,00
543,84	98,48	92,71	107,67
604,39	97,74	92,58	107,53
664,76	97,77	92,61	106,89
725,20	97,47	92,31	106,91
785,70	97,00	92,66	106,34
846,12	96,91	92,47	106,12
906,26	96,16	92,54	105,59
966,73	95,66	92,38	105,23
1027,18	95,52	92,42	105,21
1087,66	95,15	92,49	104,77
1148,10	94,93	92,13	104,67
1208,26	95,10	92,08	104,59

Lampiran -7. Perhitungan Batas Deteksi

1. Metode Reagen Larutan PAR

x_i	y_i	\hat{y}_i	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$
0	0.018	0.0167	0.0013	0.00000169
0.1	0.017	0.01877	-0.00177	3.1329E-06
0.2	0.021	0.02084	0.00016	2.56E-08
0.4	0.025	0.02498	2E-05	4E-10
0.6	0.03	0.02912	0.00088	7.744E-07
0.8	0.032	0.03326	-0.00126	1.5876E-06
1	0.038	0.0374	0.0006	3.6E-07

Diketahui data yang diperoleh dari penelitian :

$$S_B (S_{y/x}) : 0.00123$$

$$Y_B (\text{intersep persamaan garis kurva kalibrasi}) : 0.0167$$

$$\begin{aligned} Y_{(LOD)} &= Y_B + 3 S_B \\ &= 0.0167 + 3 (0.00123) \\ &= 0.02039 \end{aligned}$$

$Y_{(LOD)}$ adalah absorbansi (A) maka untuk mendapatkan konsentrasi (C) harga $Y_{(LOD)}$ dapat dimasukkan ke persamaan kurva kalibrasi sehingga diperoleh persamaan dalam menentukan nilai limit deteksi (LOD) :

$$y = mx + c \quad (y = A)$$

$$x = \frac{A - c}{m}$$

Keterangan :

y = absorbansi LOD

m = slope kurva kalibrasi

x = konsentrasi

c = konstanta

Untuk range konsentrasi 0 – 1 ppm

$$y = 0.0207x + 0.0167$$

$$x = \frac{A - 0,0167}{0,0207}$$

$$x = \frac{0,02039 - 0,0167}{0,0207}$$

$$x = 0.178 \text{ ppm}$$

Jadi limit deteksi pada daerah konsentrasi 0-1 ppm adalah sebesar 0.178 ppm

2. Metode Reagen Kering

x_i	y_i	\hat{y}_i	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$
0	0	0,00066	-0,00066	4,356E-07
0,1	0,00083	0,0006727	0,0001573	2,474E-08
0,2	0,00422	0,0007245	0,0034955	1,222E-05
0,4	0,00823	0,0007859	0,0074441	5,541E-05
0,6	0,01103	0,0008287	0,0102013	0,0001041
0,8	0,0136	0,0008608	0,0127392	0,0001623
1	0,0142	0,0008773	0,0133227	0,0001775

Diketahui data yang diperoleh dari penelitian :

$$S_B (S_{y/x}) : 0.0013886$$

$$Y_B (\text{Intersep persamaan kurva kalibrasi}) : 0.00066$$

$$\begin{aligned} Y_{(LOD)} &= Y_B + 3 S_B \\ &= 0.00066 + 3 (0.0013886) \\ &= 0.0048258 \end{aligned}$$

Untuk range konsentrasi 0 – 1 ppm

$$y = 0,0153x + 0,0006$$

$$x = \frac{A - 0,0006}{0,0153}$$

$$x = \frac{0.0048258 - 0,0006}{0,0153}$$

$$x = 0.27 \text{ ppm}$$

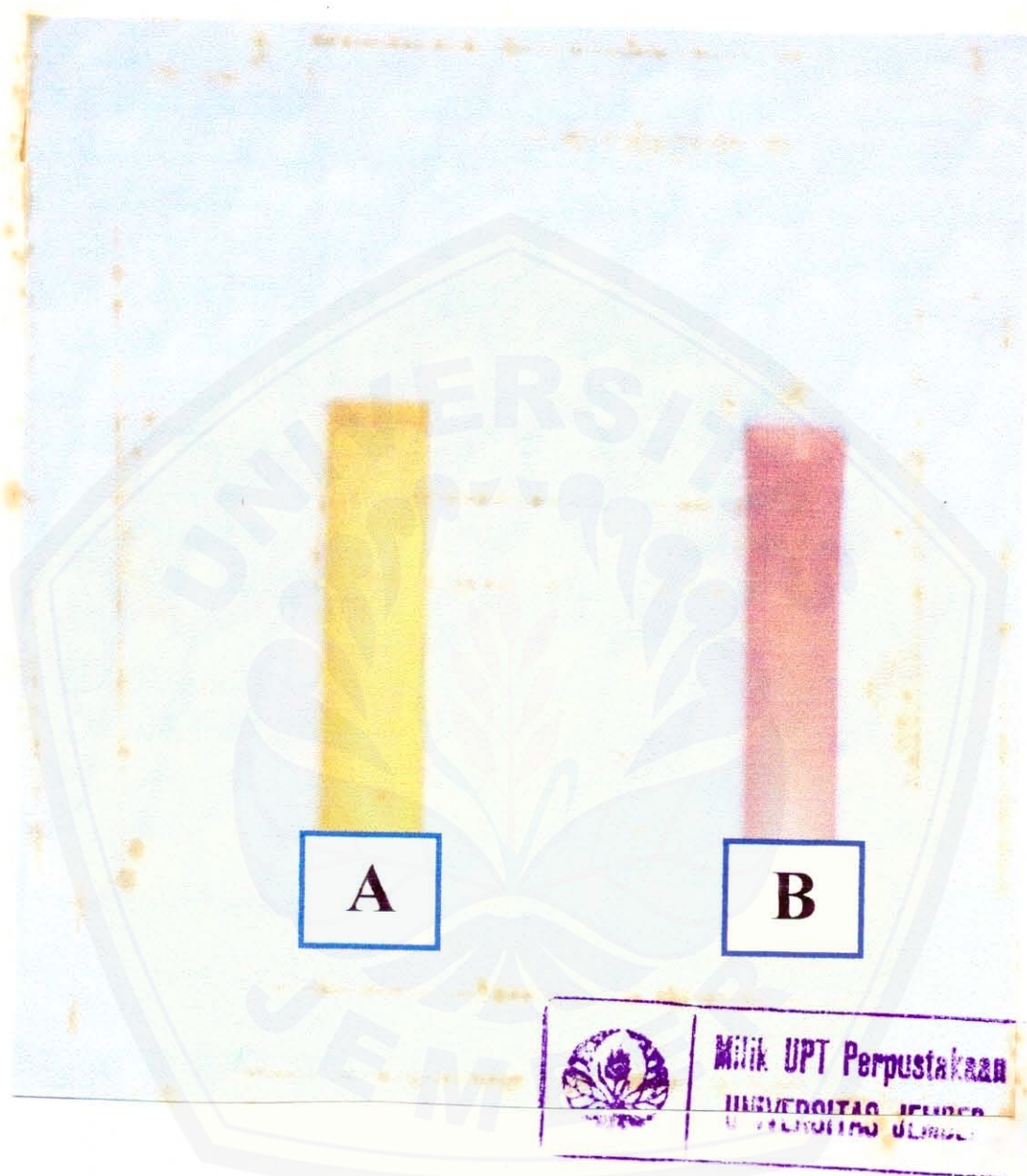
Jadi limit deteksi pada daerah konsentrasi 0-1 ppm adalah sebesar 0.27 ppm

Lampiran-8

Data Karakteristik Sol-Gel PAR (Reagen Kering) dan Metode Reagen Larutan

Karakteristik	Reagen Larutan	Reagen Kering
λ maks (nm)	558	585
pH optimum	pH 6	pH 4
Range Linier (ppm)	0-1	0-1
Koefisien Korelasi (R)	0.99	0.98
Reprodusibilitas (RSD) %	6,13	0.25
Limit Deteksi (ppm)	0,178 ppm ($8,87 \cdot 10^{-7}$ M)	0,27 ppm ($1,346 \cdot 10^{-6}$ M)
Sensitifitas	0,0207	0,015
Selektifitas	-	Pb>Ni>Co>Mn
Waktu respon (menit)		9 menit
Waktu tunggu (menit)	10 menit	

Lampiran-9. Gambar Membran Sol-Gel PAR



Keterangan :

- A. Membran Sol-gel PAR Sebelum Bereaksi dengan Ion Hg(II)
- B. Membran Sol-gel PAR Setelah Bereaksi dengan Ion Hg(II)