

PENENTUAN ION $Ag(I)$ MELALUI SENSOR KIMIA OPTIK
MENGUNAKAN 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol [PAN]
DENGAN TEKNIK SOL-GEL

SKRIPSI



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

Oleh : ROSMA LIA
: Hadiah
: Tgl, 27 FEB 2003
: No. Induk

§
Klass
541.372 3
ROS
P
c-1

ROSMA LIA
NIM. 981810301061

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2003

MOTTO

Bukanlah suatu aib jika anda gagal dalam suatu usaha, yang merupakan aib ialah jika anda tidak berusaha bangkit dari kegagalan itu.

(Ali bin Abi Tholib ra.)

Gapailah langit, karena jika melesetpun kau akan tetap berada diantara bintang-bintang.

(Rossa Torcasio)

Orang-orang yang berhasil di dunia ini adalah orang-orang yang bangkit dan mencari keadaan yang mereka inginkan serta jika tidak menemukannya mereka akan membuatnya sendiri

(George Bernard Shaw)

Mencintai kehidupan dengan bekerja adalah menyelami rahasia hidup yang paling dalam.

(Kahlil Gibran)

PERSEMBAHAN

Ayahanda dan Ibunda tercinta, terima kasih atas nasehat, cinta dan kasih sayang yang tulus, kesabaran serta motivasi kalian untuk memperoleh apa yang aku cita-citakan dalam hidupku.

Dian adikku tersayang, terima kasih telah mendengarkan keluh kesahku sehingga aku dapat bangkit kembali.

Keluarga besar Semarang, terima kasih atas motivasi yang telah kalian berikan selama ini, sehingga aku dapat menyelesaikan tugasku.

Pak Bambang K, terima kasih telah atas diskusi-diskusi sehingga dapat memberikan wawasan tentang sensor.

Pak Gani, terima kasih atas motivasi dan nasehat bapak untuk masa depan saya dan akan saya ingat seumur hidup.

Tim sol-gelku, Neny, Yanti, Diana, ide-ide kalian memberiku inspirasi, bersama kalian aku mengenal apa arti persahabatan sebenarnya

Teman-teman di Laboratorium Kimia Analitik, *Ika, Handoko, Ananto, Tanti, Heru, Hendri* terima kasih atas kerjasamanya.

Ewa, Jacky, Remy, Dayat terima kasih telah menjadi pelindungku di PT. Kertas Leces, Probolinggo.

Arfie, terimakasih telah memberi semangat, dan menemani perjalanan hidupku dalam suka dan duka, serta memberikan hari-hari indah kepadaku.

Nurul, Yulia, Prima, Tri, terima kasih telah mengajakku mengenal Jember.

Linda, Een, Nova, Dyah, dan Dwi' terima kasih telah menyadarkanku dari mimpi-mimpi semu dan membangkitkan jiwaku yang rapuh.

Warga Danau Toba 4 (Maria, M.ayu, Icha, Ninip), terimakasih telah memberiku keceriaan selama di Jember.

Almamaterku tercinta.

DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan Maret sampai dengan bulan 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

Rosmalia

ABSTRAK

Penentuan Ion Ag(I) Melalui Sensor Kimia Optik Menggunakan 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol [PAN] Dengan Teknik Sol-Gel, Rosmalia, 981810301061, Skripsi, Februari, 2003, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Penentuan ion Ag(I) melalui sensor kimia optik menggunakan reagen 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol [PAN] dengan teknik sol-gel telah dilakukan. Imobilisasi PAN dalam membran sol-gel menggunakan teknik *encapsulasi*. Sensor kimia yang dihasilkan, secara fisik berupa membran yang transparan dan berwarna kuning. Kualitas hasil pengukuran ion Ag(I) menggunakan sensor kimia kemudian dibandingkan dengan pengukuran menggunakan reagen larutan melalui spektroskopi. Hasil pengukuran diperoleh karakteristik sebagai berikut: λ_{maks} (panjang gelombang) 432 nm, derajat keasaman optimal pada pH 4, daerah konsentrasi 0-1,0 ppm, batas deteksi 0,157 ppm ($1,146 \times 10^{-6}$ M), koefisien variasi 1,271%, sensitifitas 0,082 abs/ppm dan selektif pada ion Hg(II). Karakteristik menggunakan reagen larutan adalah sebagai berikut: λ_{maks} (panjang gelombang) 472 nm derajat keasaman optimal pada pH 4, daerah konsentrasi 0-1,0 ppm, batas deteksi 0,166 ppm ($1,219 \times 10^{-6}$ M), koefisien variasi 0,179%, sensitifitas 0,067 abs/ppm, dan selektif pada ion Hg(II). Dapat disimpulkan bahwa sensor kimia dapat digunakan sebagai alternatif penggunaan reagen larutan dalam metode spektroskopi.

Kata kunci : Sensor Kimia, Teknik Sol-gel, encapsulasi, Ion Ag(I)

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

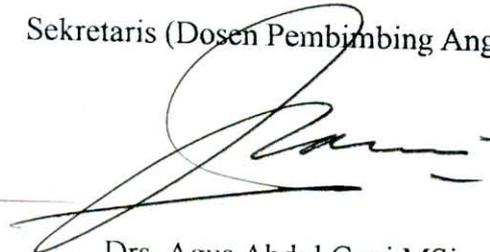
Tim Penguji

Ketua (Dosen Pembimbing Utama)



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

Sekretaris (Dosen Pembimbing Anggota)



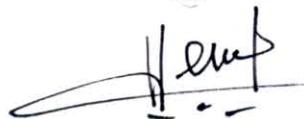
Drs. Agus Abdul Gani MSi
NIP. 131 412 918

Anggota 1



Drs. Busroni.MSi
NIP. 131 945 805

Anggota 2



Asnawati.SSi.MSi
NIP 132 240 146

Mengesahkan



Dekan F. MIPA
UNEJ


Ir. Sumadi. MS
NIP 130 368 784

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan hidayah dan karunia-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Skripsi ini ditulis untuk melengkapi salah satu syarat untuk mencapai derajat kesarjanaan pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Pada kesempatan ini dengan setulus hati penulis mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
3. Dosen Pembimbing Utama terima kasih atas ide, bantuan dan bimbingan selama penelitian dan penulisan skripsi ini.
4. Dosen Pembimbing Anggota atas motivasi dan bimbingannya selama ini.
5. Dosen Penguji yang telah memberikan saran dan kritik yang sangat bermanfaat.
6. Ketua Laboratorium Kimia Analitik yang telah memberi izin dan semangat untuk bekerja di Laboratorium Kimia Analitik.
7. Seluruh Dosen dan Staf serta administrasi jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
8. Teman-teman angkatan '98 yang telah membantu dan memberikan dorongan kepada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari skripsi ini jauh dari sempurna sehingga saran dan kritik sangat penulis harapkan. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberi manfaat dan sumbangan bagi ilmu pengetahuan.

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	xiii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Perak (Ag) Sebagai Salah Satu Logam Berat	4
2.1.1 Kegunaan Ag.....	5
2.1.2 Toksisitas Ag	5
2.2 Reagen Ag.....	6
2.3 Mekanisme Sensor Kimia Optik.....	6
2.4 Sol-Gel	9
2.5 Teknik Immobilisasi	12
2.6 Spektrofotometri UV-Vis	13
2.6.1 Interaksi Radiasi Elektromagnetik Dengan Bahan.....	14
2.6.2 Hasil Pengukuran/Pembacaan.....	15

III. METODOLOGI

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian.....	16
3.2	Skema Kerja.....	16
3.2.1	Diagram Alir Penelitian.....	16
3.2.2	Prosedur Teknik Imobilisasi Reagen PAN dengan Sol-Gel.....	17
3.2.3	Penentuan Konsentrasi Sampel.....	17
3.3	Alat dan Bahan.....	17
3.3.1	Alat.....	17
3.3.2	Bahan.....	18
3.4	Prosedur Kerja.....	18
3.4.1	Preparasi Bahan.....	18
3.4.1.1	Larutan Standar Ag(I).....	18
3.4.1.2	Preparasi Reagen.....	18
3.4.1.3	Preparasi Larutan Buffer.....	18
3.4.2	Pengukuran Kondisi Optimum.....	19
3.4.2.1	Pengukuran λ_{maks}	19
3.4.2.2	Pengukuran pH optimum.....	19
3.4.2.3	Penentuan Waktu Respon.....	19
3.4.2.4	Kemampuan Regenerasi.....	20
3.4.2.5	Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	20
3.5	Karakterisasi.....	20
3.5.1	Daerah Konsentrasi.....	20
3.5.2	Batas Deteksi.....	20
3.5.3	Sensitifitas.....	21
3.5.4	Reproduksibilitas.....	21
3.5.5	Interferensi.....	22
3.6	Analisis Data.....	22

IV. PEMBAHASAN	
4.1 Kualitas Fisik Reagen Kering Sol-Gel-PAN.....	23
4.1.1 Imobilisasi Sol-Gel dengan PAN.....	23
4.1.2 Teknik Pencetakan Sol-Gel dengan PAN.....	25
4.1.3 Penggunaan Reagen Kering dalam Sistem Pengukuran.....	25
4.2 Karakteristik Reagen Kering dan Reagen Larutan.....	26
4.2.1 Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}).....	26
4.2.2 pH Optimum Kompleks PAN - Ag(I).....	28
4.2.3 Waktu Respon.....	30
4.2.4 Regenerasi Membran Optode.....	30
4.2.5 Kurva Kalibrasi.....	31
4.2.6 Batas Deteksi (LOD).....	35
4.2.7 Sensitifitas.....	36
4.2.8 Selektifitas.....	36
4.2 Analisis Data Penentuan Logam Ag(I) Menggunakan Reagen Larutan Dan Reagen Kering.....	37
4.3 Kompleks PAN-Ag(I).....	38
V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan.....	40
5.2 Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	44

DAFTAR TABEL

Tabel -1 Daerah Panjang Gelombang UV-Vis.....	13
Tabel -2 Data Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Konsentrasi 0 - 10 ppm.....	32
Tabel -3 Data Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Konsentrasi 0 - 1.0 ppm.....	34
Tabel -4 Data Koefisien Variasi Reagen Larutan dan Reagen Kering.....	34
Tabel-5 Data Jari-Jari ion Pengganggu	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar –1 Kompleks Ag(I) dengan PAN.....	6
Gambar –2 Hidolisis Pada Keadaan Asam.....	10
Gambar –3 Kondensasi Keadaan Asam	11
Gambar –4 Polimerisasi Sol-Gel.....	12
Gambar –5 Sol-gel Sebelum Bereaksi (pembesaran 200 X).....	23
Gambar –6 Sol gel Setelah Bereaksi (pembesaran 200 X)	23
Gambar –7 Proses Terjadinya <i>Leaching</i>	25
Gambar –8 Sol-Gel Sebelum Regenerasi (pembesaran 200 X).....	26
Gambar –9 Sol-Gel Setelah Regenerasi (pembesaran 200 X)	26
Gambar –10 Panjang Gelombang Maksimum Reagen Basah.....	27
Gambar –11 Panjang Gelombang Maksimum Reagen Kering	27
Gambar –12 Grafik Optimasi pH Optimal Reagen Larutan Pada λ_{maks} 472 nm dan Konsentrasi Larutan Standar 1,0 ppm	29
Gambar –13 Grafik Optimasi pH Optimal Reagen Kering Pada λ_{maks} 432 nm dan Konsentrasi Larutan Standar 1,0 ppm	29
Gambar –14 Grafik Waktu Respon Ag(I) Selama 30 Menit.....	30
Gambar –15 Grafik Pemakaian Membran Optode Sol-Gel-PAN dengan HCl 0,1 M.....	31
Gambar –16 Kurva Kalibrasi Reagen Larutan Pada Daerah Konsentrasi 0-10 ppm Pada λ_{maks} 472 nm dan Buffer 4.....	32
Gambar –17 Kurva Kalibrasi Reagen Kering Pada Daerah Konsentrasi linier 0-10 ppm Pada λ_{maks} 432 nm dan Buffer 4.....	32
Gambar –18 Kurva Kalibrasi Reagen Larutan Pada Daerah Konsentrasi 0-1.0 ppm Pada λ_{maks} 472 nm dan Buffer 4.....	33
Gambar –19 Kurva Kalibrasi Reagen Kering Pada Daerah Konsentrasi 0-1.0 ppm Pada λ_{maks} 432 nm dan Buffer 4.....	33
Gambar –20 Kurva Regresi Linier Reagen Larutan (472 nm) dan Reagen Kering (432 nm) Pada pH 4 dan Waktu Respon 9 menit.....	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran-1 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) Blanko Menggunakan Reagen Larutan	44
Lampiran-2 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) Kompleks Ag-PAN Menggunakan Reagen Larutan	45
Lampiran-3 Data Absorbansi Penentuan pH Optimum Pada λ_{maks} (472) nm Ion Logam Ag(I) Menggunakan Reagen Larutan.....	46
Lampiran-4 Data Absorbansi Kurva Penentuan Ion Logam Ag(I) Melalui Kompleks Ag-PAN Pada λ_{maks} (472) nm Menggunakan Reagen Larutan.....	47
Lampiran-5 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) Blanko Menggunakan Reagen Kering (Sol-Gel- PAN).....	48
Lampiran-6 Data Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) Kompleks Ag-PAN Menggunakan Reagen Kering (Sol- Gel-PAN).....	49
Lampiran-7 Data Absorbansi Penentuan pH Optimum Pada λ_{maks} (432) nm Ion Logam Ag(I) Menggunakan Reagen Kering (Sol- Gel-PAN).....	50
Lampiran-8 Data Absorbansi Kurva Penentuan Ion Logam Ag(I) Melalui Kompleks Ag-PAN Pada λ_{maks} (432) nm Menggunakan Reagen Kering (Sol-Gel-PAN).....	51
Lampiran-9 Data Waktu Respon Reagen PAN Terhadap Ag(I) Pada λ_{maks} (432) nm Menggunakan Reagen Kering (sol gel-PAN).....	52
Lampiran-10 Data Kemampuan Regenerasi Membran Optode Sol-Gel dan PAN.....	53
Lampiran- 11 Data Perhitungan Batas Deteksi	54
Lampiran-12 Data Interferensi Logam-Logam Lain Yang Dapat Bereaksi Dengan Sol-Gel - PAN Terhadap Ion Logam Ag(I) Pada Reagen Larutan dan Reagen Kering.....	55

Lampiran-13	Data perhitungan Batas Deteksi Pengukuran Ag(I)	56
Lampiran-14	Data perhitungan Reprodusibilitas Pengukuran Ag(I)	58
Lampiran-15	Data Karakterisasi Reagen Larutan dan Reagen Kering	59
Lampiran-16	Analisis Data Pengukuran Ag(I) Menggunakan <i>Regresi Linier</i> dan Uji-t Menggunakan <i>Windows SPSS</i>	60



I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam berat yang mencemari lingkungan perlu mendapatkan perhatian dan penanganan khusus, karena dapat menimbulkan toksisitas pada makhluk hidup. Akan tetapi ada logam berat tertentu dalam jumlah sedikit diperlukan untuk pertumbuhan jaringan tubuh manusia, dan juga untuk kebutuhan makhluk hidup lain. Perak (Ag) adalah salah satu logam berat yang mencemari lingkungan. Pencemaran Ag mengakibatkan penyakit radang kulit pada manusia atau biasa disebut *Argyria*, oleh karena itu diperlukan metode untuk mendeteksi kandungan ion logam berat dalam suatu analit (Joeli, 2001).

Analisis menggunakan reagen larutan dalam spektrofotometri memerlukan memerlukan preparasi yang cukup rumit dan waktu relatif lama, sehingga diperlukan teknik yang lebih sederhana untuk menganalisis kandungan logam berat. Salah satu solusi untuk analisis kandungan ion logam berat tersebut adalah penggunaan teknologi sensor kimia optik atau yang umumnya disebut *membran optode* (Kuswandi, 2000).

Teknologi sensor kimia optik saat ini dikembangkan melalui penelitian-penelitian. Pengembangan tersebut untuk menjawab kebutuhan guna mendeteksi kandungan analit dalam sampel berupa larutan ataupun gas secara mudah, murah, akurat, dan cepat. Sensor kimia optik diharapkan mampu meningkatkan selektivitas dan sensitivitas dari sistem transduksi kimiawi yang ada di dalamnya, sehingga dilakukan usaha untuk mendesain sistem transduksi kimiawi tersebut. Sensor kimia optik diperoleh dengan mengimmobilisasi reagen menggunakan teknik yang sesuai sehingga reagen terikat kuat dalam matrik pendukung. (Kuswandi, *et al.*, 2001).

Dalam penelitian ini dicoba mendeteksi kandungan logam berat Ag(I) dengan mengembangkan metode baru, yaitu sensor kimia optik dengan teknologi sol-gel menggunakan reagen PAN secara spektrofotometri. Reagen kering diperoleh melalui teknik immobilisasi reagen PAN dengan sol-gel menggunakan

teknik *encapsulasi*. Sensor kimia optik, dengan teknologi sol-gel diharapkan menghasilkan fleksibilitas tinggi dari komposit material yang dibuat, dapat diregenerasi serta diperoleh sensitivitas tinggi apabila dibandingkan menggunakan polimer organik pada umumnya, karena hasilnya lebih transparan (Collinson and Howells, 2001).

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan-permasalahan yang terdapat pada penelitian ini meliputi:

- 1) bagaimanakah kualitas secara fisik imobilisasi reagen PAN melalui teknik sol-gel?
- 2) bagaimanakah karakteristik membran sol-gel-PAN yang meliputi λ (panjang gelombang) dan pH optimum, waktu respon, kemampuan regenerasi, daerah konsentrasi, reproduibilitas, batas deteksi, sensitivitas, dan selektivitas pengukuran Ag(I) dibandingkan reagen larutan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini dijabarkan sebagai berikut :

- 1) untuk memperoleh hasil optimum pembuatan reagen kering dengan imobilisasi sol-gel;
- 2) untuk memperoleh λ (panjang gelombang) dan pH optimum, waktu respon, kemampuan regenerasi, daerah konsentrasi, reproduibilitas, batas deteksi, sensitivitas, dan selektivitas reagen kering dan reagen larutan .

teknik *encapsulasi*. Sensor kimia optik, dengan teknologi sol-gel diharapkan menghasilkan fleksibilitas tinggi dari komposit material yang dibuat, dapat diregenerasi serta diperoleh sensitivitas tinggi apabila dibandingkan menggunakan polimer organik pada umumnya, karena hasilnya lebih transparan (Collinson and Howells, 2001).

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan-permasalahan yang terdapat pada penelitian ini meliputi:

- 1) bagaimanakah kualitas secara fisik imobilisasi reagen PAN melalui teknik sol-gel?
- 2) bagaimanakah karakteristik membran sol-gel-PAN yang meliputi λ (panjang gelombang) dan pH optimum, waktu respon, kemampuan regenerasi, daerah konsentrasi, reproduibilitas, batas deteksi, sensitivitas, dan selektivitas pengukuran Ag(I) dibandingkan reagen larutan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini dijabarkan sebagai berikut :

- 1) untuk memperoleh hasil optimum pembuatan reagen kering dengan imobilisasi sol-gel;
- 2) untuk memperoleh λ (panjang gelombang) dan pH optimum, waktu respon, kemampuan regenerasi, daerah konsentrasi, reproduibilitas, batas deteksi, sensitivitas, dan selektivitas reagen kering dan reagen larutan .

1.4 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diperoleh manfaat sebagai berikut:

- 1) mengidentifikasi kandungan logam berat menggunakan metode analisis yang akurat, sederhana serta biaya yang murah;
- 2) mampu mengembangkan sensor kimia berbasis teknologi sol-gel dengan sensitifitas tinggi dan waktu yang relatif singkat;
- 3) dapat menerapkan secara aman, sederhana dan efisien dalam analisis sampel cair yang mengandung Ag(I) dalam jumlah sedikit ataupun banyak dalam lingkungan.



2.1 Perak (Ag) Sebagai Salah Satu Logam Berat

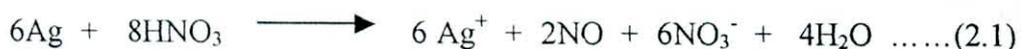
Perak (Ag) mempunyai nomor atom 47, massa molar $107,87 \text{ gram.mol}^{-1}$ dan konfigurasi elektron $(_{36}\text{Kr}) 4d^{10} 5s^1$. Perak adalah logam berwarna putih yang dapat ditempa dan liat. Massa jenis perak sangat besar yaitu $10,5 \text{ g.mL}^{-1}$ dan dapat melebur pada suhu $960,5^{\circ}\text{C}$ dengan entalpi atomisasi 286 kJ.mol^{-1} (Svehla, 1979). Perak tergolong sebagai logam berat. Logam berat dapat diartikan sebagai kandungan suatu zat atau senyawanya yang apabila melebihi batas wajar dapat bersifat racun/toksik pada manusia dan dapat mengganggu berlangsungnya siklus biogeokimia (Alloway, 1995). Suatu logam dikategorikan sebagai logam berat bila memiliki satu atau lebih karakteristik sebagai berikut:

- 1) massa jenis logam lebih besar dari 4 gram/cm^3 ;
- 2) mempunyai nomor atom 22-34 dan 40-50 serta unsur lantanida dan unsur aktinida;
- 3) mempunyai tanggapan spesifik biokimia di dalam organisme hidup (Connel dan Miller, 1995).

Logam dalam air umumnya berada dalam bentuk ion, baik dalam keadaan bebas maupun dalam bentuk ion yang berpasangan. Menurut Leckie dan James (1974) (dalam Connel dan Miller, 1995) kelarutan unsur-unsur logam berat dalam air dikontrol oleh:

- 1) pH badan air;
- 2) jenis dan konsentrasi logam dan khelat atau kompleks;
- 3) keadaan kimia mineral teroksidasi dari sistem yang berlingkungan redoks (Palar, 1994).

Perak tidak larut dalam HCl, H_2SO_4 dan HNO_3 encer. Ag(I) lebih larut dalam larutan halida sehingga membentuk senyawaan garam AgF , AgCl , AgI , AgBr (Marczenko, 1986).



AgNO_3 mudah larut dalam air, AgCH_3COO , AgNO_2 , dan Ag_2SO_4 kurang larut dalam air, sedangkan kompleks perak lainnya larut. Halida-halida Ag peka terhadap cahaya (Svehla, 1979). Dalam senyawaan, perak umumnya berlimpah di alam berada dalam keadaan bilangan oksidasi +1 (Prakash, *et al.*, 1958).

2.1.1 Kegunaan Ag

Sampai saat ini perak banyak digunakan sebagai bahan utama pembuatan perhiasan yang berupa manik-manik, cincin, kalung serta hiasan dan perabotan rumah tangga. Perak juga digunakan sebagai konduktor yang baik untuk penghantar panas ataupun listrik. Pada tahun 1871, Maddox (dalam Prakash, *et al.*, 1958) mencoba membuat bahan campuran film untuk fotografi. Bahan campuran pembuatan lapis tipis film dengan menambahkan AgBr setelah proses selesai dimasukkan dalam *reducing agent*, lalu dikenai cahaya. Maka tercetaklah foto seperti yang sekarang kita lihat. AgI dapat digunakan pula sebagai bahan campuran pembuatan semir dan juga pelitur (Prakash, *et al.*, 1958).

2.1.2 Toksisitas Ag

Toksisitas logam berat menyebabkan rusaknya jaringan tubuh manusia, terutama jaringan detoksikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Selain itu logam berat mempunyai sifat karsinogenik (penyebab kanker) maupun teratogenik (kerusakan salah satu bentuk organ). Logam Ag dapat menyebabkan penyakit *argyria* yaitu sejenis penyakit kulit atau radang kulit sehingga kulit berwarna biru-kelabu (*blue-grey*) pada kulit (Joeli, 2001). Batas ambang konsentrasi Ag yang masih dapat ditolerir adalah 0,4-1,0 mg/L, menyebabkan pathology dalam ginjal dan lever manusia, sedangkan batas ambang Ag dalam perairan berkisar 0,17 $\mu\text{g/L}$. Sejumlah logam ini dapat ditemukan dalam bacteriodal atau bacteriostatic dan sebagai disinfektan air kolam renang, sedangkan batas ambang logam ini dalam air buangan (limbah industri) berkisar 1,0 $\mu\text{g/L}$. Logam Ag dapat tersimpan atau menyumbat pada tempat yang tidak aktif dalam tubuh untuk sementara waktu maupun secara permanen. Penyimpanan itu biasanya terjadi pada jaringan

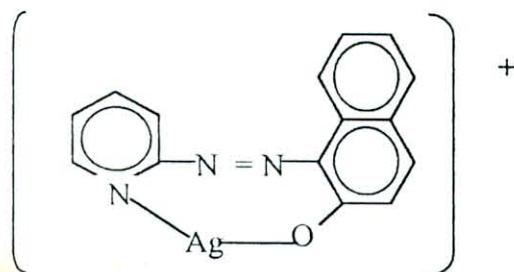
pencernaan, sehingga mengakibatkan toksisitas pada saluran pencernaan (granula) (Greenberg, 1992).

2.2 Reagen Ag

Teknik spektroskopi untuk determinasi logam Ag memerlukan reagen yang memberikan warna spesifik pada reaksi pengomplekan tersebut sehingga diperoleh kesensitifan yang tinggi. Reagen tersebut dapat dikelompokkan dalam 2 kategori yaitu reagen organik dan reagen anorganik (Marczenko, 1986). Salah satu reagen yang digunakan dalam pengomplekan logam Ag(I) adalah PAN [1-(2-piridilazo)-2-naftol]. Senyawa kompleks berwarna $[AgPAN]^+$ yang terbentuk diharapkan dapat terdeteksi oleh spektrofotometer UV-VIS.

PAN terdapat dalam 3 bentuk yaitu :

- 1) pada kondisi larutan asam ($pH \leq 2$), PAN terprotonasi sebagai H_2R^+ berwarna hijau dan kuning,
- 2) pada kondisi larutan antara pH 3 sampai 11, PAN berada dalam bentuk netral sehingga berwarna kuning,
- 4) pada kondisi larutan $pH \geq 11$, PAN berada dalam bentuk anion membentuk warna merah.



Gambar-1. Kompleks Ag(I) dengan PAN

2.3 Mekanisme Sensor Kimia Optik

Definisi sensor kimia secara umum adalah suatu metode analisis kualitatif analit atau spesi kimia berupa larutan ataupun gas yang sensitif dan selektif, menggunakan teknik immobilisasi reagen yang sesuai dengan analit tersebut

sehingga dihasilkan sinyal optik. Sensor logam sendiri diartikan sebagai analisis kualitatif kandungan logam tertentu dalam suatu analit dengan mengimmobilisasi reagen yang sesuai dengan analit tersebut, sehingga diperoleh sinyal optik (Kellner, *et al.*, 1998). Sensor kimia ada bermacam-macam diantaranya sensor elektrokimia, sensor potensiometri, sensor optik dan biosensor. Sensor kimia ini dikembangkan karena adanya kebutuhan akuisisi data beragam komposisi kimia secara cepat dalam sampel di industri, monitoring lingkungan, kesehatan, domestik, bioteknologi, dan biomedis, yang dapat dianalisis diluar laboratorium dan di tempat dimana monitoring ditentukan. Metode ini diharapkan dilakukan dalam sekali jalan, sehingga analisis tersebut otomatis dan memerlukan sedikit perlakuan, minimal dalam perawatan, murah, mudah, berumur panjang serta dapat diregenerasi. Pada sistem sensor optik ini, konsentrasi analit dapat ditentukan melalui pengukuran perubahan sifat optik yang ditentukan oleh reaksi kimia dari analit dengan sensor kimia, oleh karena itulah dikembangkan suatu sensor kimia untuk mengatasi permasalahan tersebut (Kuswandi, *et al.*, 2001).

Sensor kimia optik atau secara umum disebut *membran optode* sedang dikembangkan untuk analisis logam berat ataupun gas beracun dengan penerapan teknologi sol-gel, diharapkan akan diperoleh kesensitifan dan selektivitas lebih bagus dibandingkan bila digunakan polimer-polimer organik pada umumnya. Sensor kimia melibatkan penambahan suatu indikator spesifik (reagen) yang digunakan untuk analisis λ (panjang gelombang) yang spesifik. Selektivitas pengukuran kualitatif suatu logam berat yang dianalisis tergantung dari reagen yang digunakan (Kuswandi, 2000).

Komponen yang terlibat dalam instrumentasinya antara lain sumber sinar, membran optode, transduser untuk menerjemahkan konsentrasi dari spesies kimiawi ke dalam komponen modulasi sinar yang dapat diukur, detektor, unit *signal processing*, dan unit tampilan (Kuswandi, 1999).

Prinsip kerja sensor kimia optik ini adalah sangat sederhana yaitu sumber sinar (pada spektrofotometri UV-VIS digunakan lampu halogen) dipancarkan dan diarahkan pada daerah sensoran yaitu sensor optik yang dibuat dari sol-gel

dengan reagen yang diimmobilisasi dengan teknik *encapsulasi* secara spesifik untuk kandungan logam analit tertentu, sebagai pengarah sinar. Sehingga terjadi interaksi antara reagen yang diimmobilisasi dalam sensor kering yang nantinya menghasilkan sinyal optik atau informasi kimia. Sinyal optik tersebut ditangkap transduser dan sistem pengukur sinyal optik akan membaca nilai absorbansi, reflektansi, luminescence, dan scattering (Kellner, *et al.*, 1998).

Respon sensor dalam sensor kimia berbasis serat optik tergantung dari jenis analit yang berinteraksi dengan fasa reagen. Apabila reagen [R], berinteraksi dengan spesies analit [A] membentuk produk [AR], maka respon sensor kimia dapat dinyatakan sebagai berikut :



Transduksi kimiawi biasanya didasarkan pada kesetimbangan yang terjadi selama reaksi kimia antara A dan R yang dinyatakan sebagai berikut:

$$K = \frac{[AR]}{[A][R]} \quad \dots\dots\dots(2.4)$$

Pada saat kesetimbangan terjadi, maka jumlah reagen total adalah:

$$[R]_T = [AR] + [R] \quad \dots\dots\dots(2.5)$$

diperoleh :

$$\frac{1}{[A]} = K \left\{ \frac{[R]_T}{[AR]} - 1 \right\} \quad \dots\dots\dots (2.6)$$

Sehingga dapat disimpulkan bahwa respon sensor (A) juga tergantung dari R total dan juga konstanta kesetimbangan analit sehingga setiap variabel yang tidak termasuk di dalamnya merupakan sumber kesalahan (Kuswandi, *et al.*, 2001).

Kelebihan sensor kimia optik yaitu :

- 1) peralatan konvensional dalam berbagai bidang;
- 2) pasif secara listrik sehingga tidak terganggu oleh medan listrik dan magnet;
- 3) fleksibel karena dapat di miniaturisasi dengan mudah.;
- 4) tidak mahal;
- 5) konstruksinya cukup kuat;
- 6) tahan korosi;
- 7) dapat digunakan untuk penentuan sampel secara langsung;

- 8) alternatif bagi peralatan lain yang kurang cocok atau mungkin tidak tersedia;
- 9) dapat diregenerasi.

Kelemahan sensor kimia optik yaitu :

- 1) respon yang relatif lama;
- 2) reagen yang digunakan umumnya senyawa organik sehingga terjadi *photodekomposisi*, *photobleaching* dan kurang stabil;
- 3) daerah kerja terbatas;
- 4) hilangnya sinyal optik;
- 5) tertekuknya sensor kering (Kuswandi, *et al.*, 2001).

2.4 Sol-Gel

Penggunaan teknik sol-gel sedang dikembangkan untuk pembuatan komposit material organik dan material anorganik. Apabila dibandingkan dengan menggunakan polimer organik, biasanya teknologi sol-gel lebih menghasilkan fleksibilitas tinggi dari material yang disiapkan. (Collinson *and* Howells, 2001).

Sol adalah sistem koloid dimana fasa padat terdispersi dalam suatu cairan. Sedangkan gel adalah suatu sistem koloid dimana fasa cair terdispersi dalam fasa cair, sol-gel akan membentuk jaringan yang agak kaku atau padat dan mengurung cairan pelarut didalamnya. Gel ini biasanya larut dalam air dan alkohol (Johanes, 1974). Jadi sol-gel dapat didefinisikan suatu produk transisi pada sistem partikel koloid berbentuk padat yang terdispersi dalam larutan. Sol-gel membentuk suatu jaringan yang tidak teratur, bercabang sehingga dapat dipolimerisasi. Elemen yang digunakan untuk pembuatan sol-gel bermacam-macam seperti Si, Ti, Bi, Zn, Al, Ge, tetapi elemen yang menghasilkan struktur dan formasi gel yang sempurna adalah unsur Si. Bahan dasar sol-gel umumnya digunakan adalah TEOS (Tetraetilortosilikat) atau TMOS (Tetrametilortosilikat) (Marczenko, 1986).

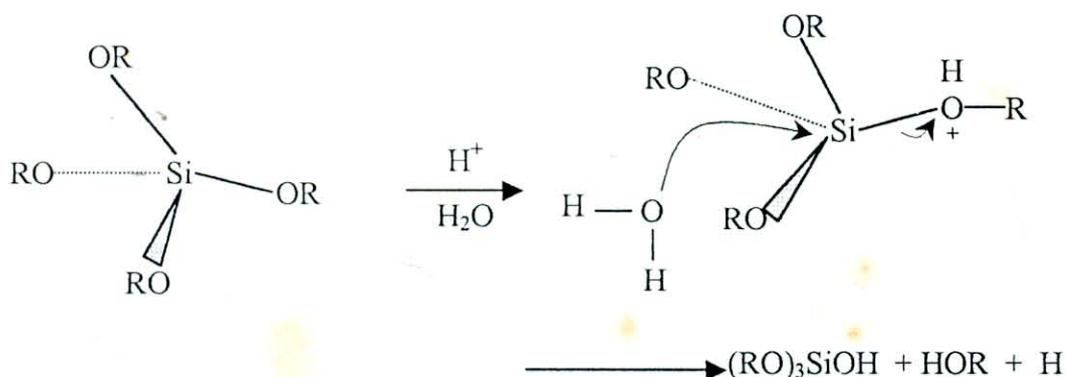
Faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi hidrolisis dan kondensasi pembentukan sol-gel adalah :

- 1) bahan yang digunakan yaitu TEOS atau TMOS;
- 2) kondisi pH pada saat pencampuran;
- 3) katalis yang digunakan;

- 4) pelarut yang digunakan;
- 5) perbandingan air terhadap gugus alkoksida;
- 6) urutan penambahan;
- 7) kondisi reaksi berlangsung;
- 8) waktu pencampuran;
- 9) sistem multi komponen yang diperlukan untuk hidrolisis (Perry, 1996).

Secara umum metode yang digunakan untuk membuat sol-gel menggunakan bahan utama yaitu TEOS (Tetraetilortosilika) dalam alkohol dengan penambahan air dan katalis asam atau basa dengan melibatkan reaksi hidrolisis dan kondensasi. TEOS akan terhidrolisis dan mengalami kondensasi dengan kondisi yang rendah (temperatur ruang dan tekanan) (Collinson *and* Howells, 2001).

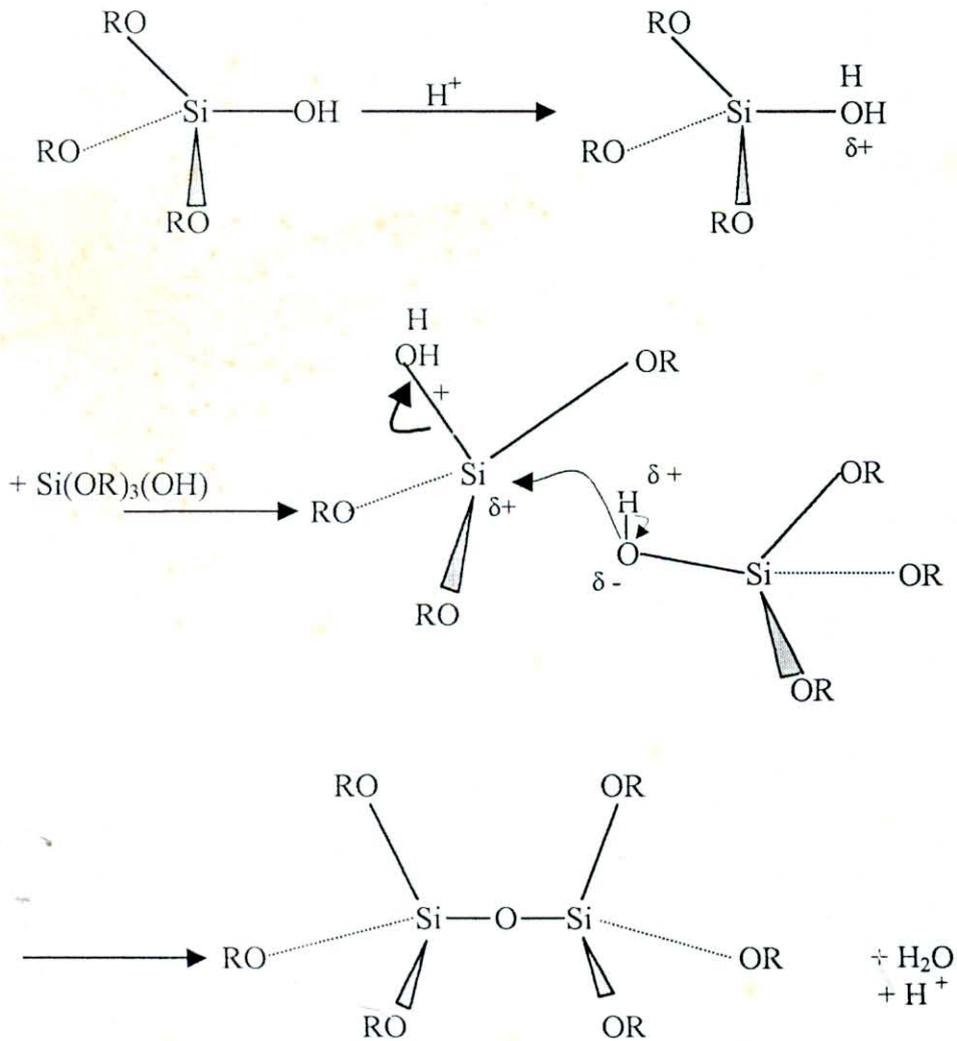
Pembuatan sol-gel menggunakan suatu katalis HCl, yang berfungsi untuk mempercepat terjadinya reaksi. Reaksi yang terjadi pada tahap 1 adalah reaksi hidrolisis. Reaksi ini melibatkan reaksi substitusi nukleofilik S_N2 , yang melibatkan air dan katalis asam atau basa (Perry, 1996). Reaksinya adalah sebagai berikut :



Gambar-2. Hidrolisis pada keadaan asam

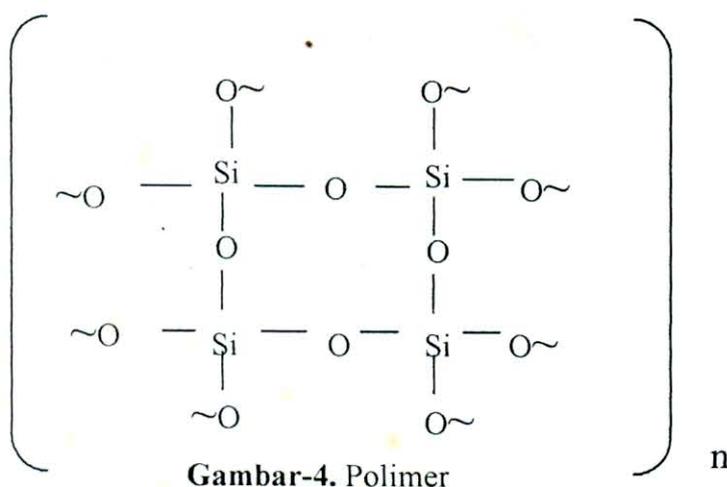
Mekanisme selanjutnya adalah kondensasi yang disertai pelepasan molekul alkohol atau air. Pada kondisi asam, Si memprotonasikan basa (gugus hidroksil). Protonasi Si meningkatkan keasaman gugus sehingga lebih mudah

menyerang dengan cara memasuki dengan cara nukleofilik. Rangkaian reaksi ini, alkoksida diprotonasi dengan asam, kemudian gugus asam meningkat dan menyediakan atom pusat silika yang dapat diserang dari belakang oleh molekul air (Perry, 1996). Reaksi yang terjadi adalah :



Gambar-3. Kondensasi keadaan asam

Tahap akhir yang terjadi adalah polimerisasi dari organosilane dengan mengganti gugus aloksida dengan alkil atau gugus fungsi lain (Perry, 1996).



2.5 Teknik Immobilisasi

Teknik immobilisasi adalah teknik pemasukan reagen yang spesifik untuk analit tertentu dalam suatu matrik pendukung, sehingga terbentuk transduser kimiawi. Sistem reagen ini biasanya dalam bentuk padatan (kering) agar mudah ditangani. Secara umum teknik immobilisasi ini ada dua yaitu secara fisika dan secara kimia. Secara fisika teknik yang digunakan adalah adsorpsi, *encapsulasi*, entrapmen, elektrostatis dan secara kimia digunakan ikatan kovalen (Kuswandi, 1999). Pembuatan sol-gel menggunakan immobilisasi dengan teknik *encapsulasi*. Pada metode ini reagen yang spesifik terhadap analit tertentu terperangkap dalam suatu matrik pendukung sehingga diperoleh transduser kimiawi dalam bentuk kering atau padatan yang selanjutnya disebut membran optik. Membran tersebut nantinya ditempatkan pada daerah pensensoran dari sensor optik sehingga diperoleh sinyal yang kuat. Dalam hal ini reagen sensitif akan terperangkap dalam jaringan gugus alkoksida, oleh karena itu biasanya digunakan TEOS. Gugus alkoksida dari TEOS atau TMOS tidak mengganggu serta menguraikan struktur molekul analit. Pada *encapsulasi* ini nantinya akan terbentuk polimer berupa organosilan kemudian dengan reagen spesifik tersebut terbentuk sensor kering. Teknik ini cukup baik karena tahan terhadap pH, suhu dan mempunyai ukuran pori-pori yang relatif kecil sehingga hanya dapat dilewati molekul berukuran kecil, gas dan ion (Eggins, 1997).

2.6 Spektrofotometri UV - Vis

Pengukuran suatu analit melalui sensor kimia dapat dilakukan dengan cara sensor kimia serat optik untuk spesies kimia dapat dilakukan dengan cara memasang membran kimiawi dalam suatu media yang digunakan untuk mengukur, sehingga analit berinteraksi dengan transduser dan diperoleh tampilan berupa sinyal optik. Instrumen yang digunakan dalam sensor kimia optik terdiri dari beberapa bagian diantaranya yaitu sumber sinar, transduser/detektor, dan sebuah unit tampilan. Dalam hal ini instrumentasi sensor kimia optik didesain menggunakan spektrofotometri UV-VIS untuk mendeteksi kompleks yang nantinya terbentuk antara logam dengan reagen (Kuswandi, *et al.*, 2001).

Metode spektrofotometri UV-VIS digunakan untuk determinasi molekul berdasarkan absorbansi pada λ tertentu dalam daerah panjang gelombang UV-VIS. Komplek berwarna dapat diukur pada daerah panjang gelombang *visible* sedangkan larutan tidak berwarna dapat terdeteksi karena dimungkinkan berada di daerah ultraviolet (UV). Teknik ini dapat mengukur sampai pada ukuran renik ($10^{-8}\%$ - $10^{-6}\%$) dengan makrokuantitas (Marczenko, 1986).

Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang

Tabel-1. Daerah panjang gelombang UV-VIS

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

Spektrum yang terserap pada daerah UV pada umumnya adalah 200 - 400 nm dan daerah visibel 400-700 nm. Hal ini diakibatkan perubahan energi elektron keluar dari suatu molekul yang disebabkan adanya struktur molekul ikatan dan bukan ikatan. Elektron yang dapat berpindah tempat umumnya adalah adanya ikatan rangkap dan terkonjugasi dari atom karbon, nitrogen ataupun oksigen. Pada umumnya elektron dalam molekul berada dalam keadaan dasar pada suhu kamar (Sastrohamidjojo, 1991).

Proses absorpsi suatu spesies berlangsung dalam dua tahap yaitu :

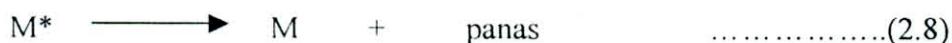
1) tahap eksitasi

Pada tahap ini spesies akan tereksitasi akibat mengabsorpsi foton ($h\nu$) dengan waktu hidup terbatas (10^{-8} - 10^{-9})



2) tahap relaksasi

Pada tahap ini terbentuk spesies baru dengan berubahnya M^* dengan reaksi fotokimia.



Puncak absorpsi (λ_{maks}) dapat dihubungkan dengan jenis ikatan-ikatan yang ada dalam spesies. Spektroskopi absorpsi berguna untuk mengkarakterisasi gugus fungsi dalam suatu molekul dan untuk analisis secara kuantitatif berdasarkan transisi elektronik yaitu elektron λ , σ , n dan elektron pada kulit d dan f, serta adanya transfer muatan (Khopkar, 1990).

2.6.1 Interaksi Radiasi Elektromagnetik dengan Bahan

Cahaya yang jatuh pada suatu senyawa, sebagian cahaya akan diserap oleh molekul - molekul sesuai dengan tingkat energi elektronik yang dimiliki oleh molekul tersebut. Bila cahaya mempunyai energi yang sama dengan perbedaan energi antara tingkat dasar (G) dan tingkat tereksitasi (E_1, E_2, \dots, E_n) jatuh pada suatu senyawa, maka elektron-elektron yang berada pada keadaan dasar akan dieksitasikan ke tingkat energi yang lebih tinggi, sedangkan sebagian energi lain diserap sesuai dengan panjang gelombangnya. Elektron yang tereksitasi akan melepaskan energi dengan proses radiasi panas dan akhirnya kembali ke keadaan dasar (*ground state*). Hubungan intensitas radiasi (absorbansi) sebagai fungsi panjang gelombang atau frekuensi dikenal sebagai spektrum serapan, dan dirumuskan dengan (Sukardjo, 1990) :

$$dE = h \cdot \nu = h \cdot c/\lambda \dots\dots\dots(2.9)$$

2.6.2 Fenomena Pengukuran dalam Spektroskopi

Jika suatu berkas GEM pada panjang gelombang tertentu dikenakan pada suatu material, maka ada sebagian yang diabsorpsi, dipantulkan dan diteruskan. Secara matematika dituliskan sebagai berikut:

$$I_0 = I_a + I_t + I_r \quad \dots\dots\dots(2.10)$$

Intensitas yang terbaca adalah intensitas total dari intensitas absorpsi (I_a), intensitas transmisi (I_t), dan intensitas refleksi dan scattering (I_r). Absorpsi dari radiasi tergantung pada ketebalan dari lapisan tipis larutan dengan konstanta tertentu. Pada tahun 1729 Bouger (dalam Underwood, 1986) menyatakan ada hubungan antara ketebalan dari suatu media Lambert dan Beer (1852) menyatakan hal yang serupa yaitu konsentrasi dari sinar yang diserap larutan mempunyai ketebalan dengan suatu media. Tanda (-) menandakan intensitas radiasi yang ditransmisikan berkurang.

$$\log \frac{I_t}{I_0} = \log T \quad \dots\dots\dots(2.11)$$

$$\log T = \log \frac{I_t}{I_0} = \epsilon \cdot b \cdot c \quad \dots\dots\dots(2.12)$$

$$T = \frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon \cdot b \cdot c} \quad \dots\dots\dots(2.13)$$

$$A = \log \frac{1}{T} \quad \dots\dots\dots(2.14)$$

dengan ϵ adalah konstanta dari absorbtivitas molar, b adalah ketebalan (cm) dan c adalah konsentrasi larutan /kompleks berwarna (mol/L), sedangkan I_t adalah intensitas yang diteruskan dan I_0 intensitas mula-mula. Larutan yang terdiri dari dua komponen dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$A = (\epsilon_1 \cdot C_1 + \epsilon_2 \cdot C_2 + \dots\dots\dots + \epsilon_n \cdot C_n) \quad \dots\dots\dots(2.15)$$

Beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam hukum-hukum ini adalah :

- 1) cahaya atau sumber radiasi harus monokromatis;
- 2) konsentrasi larutan tidak terlalu pekat;
- 3) tidak terjadi fosforesensi, fluoresensi dan tidak terjadi reaksi antara komponen penyusun larutan (Ingle and Crouch, 1988).

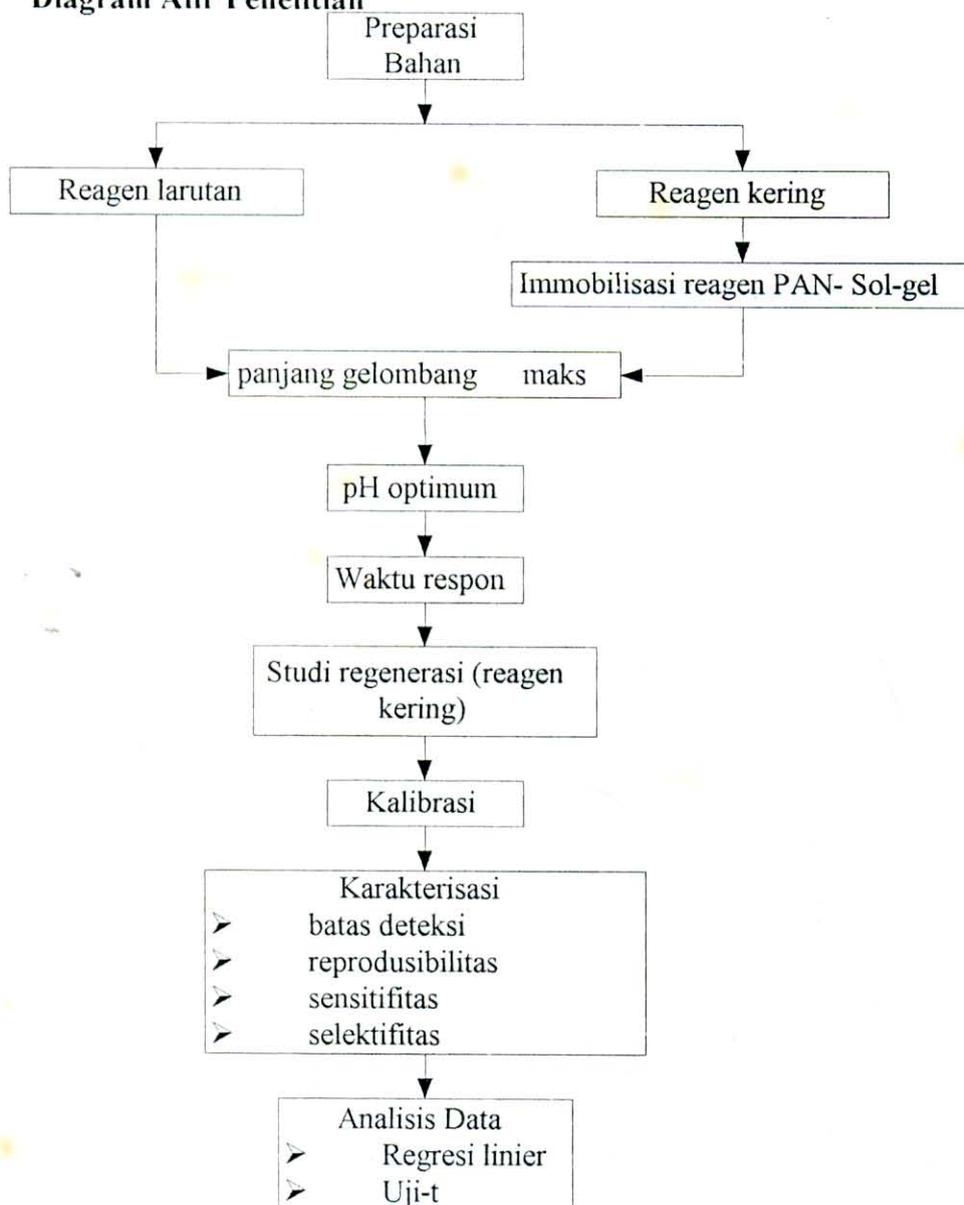
III. METODOLOGI

3.1 Waktu Dan Tempat Penelitian

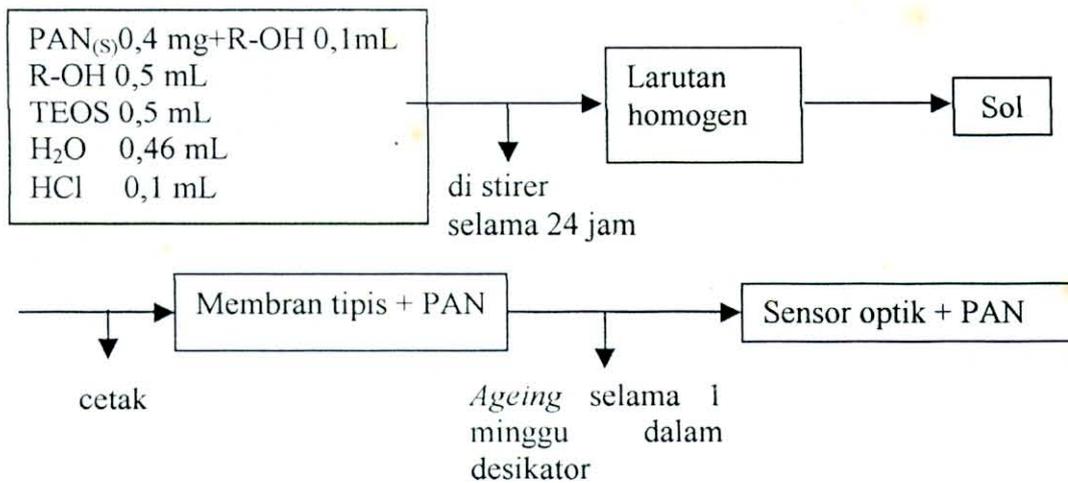
Penelitian dilakukan selama 8 bulan mulai bulan Maret sampai November 2002. Pelaksanaan penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Analitik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

3.2. Skema Kerja

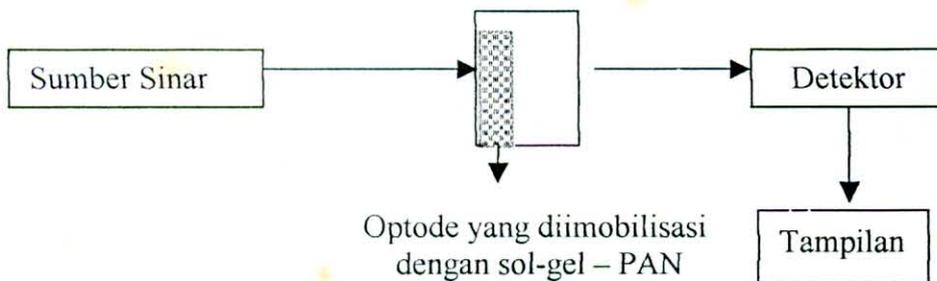
3.2.1 Diagram Alir Penelitian



3.2.2 Prosedur Teknik Imobilisasi Reagen PAN dengan Sol Gel



3.3.3 Penentuan Konsentrasi Sampel



3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Peralatan gelas yaitu: labu ukur (10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL) pyrex, beaker glass (25 mL, 100 mL) pyrex, pipet volume (10 mL) pyrex, pipet mohr (1 mL, 5 mL, 10 mL) pyrex, erlenmeyer (25 mL, 100 mL) pyrex, pinset, cawan petri, pH meter, spektrofotometer UV-Vis LaboMed, Inc, kuvet kuarsa, stirer magnetik, Oven, neraca analitis, serta pemanas listrik.

3.3.3 Bahan

Akuades, AgNO_3 (s) (Mr=169,872, pa, Merck), PAN [1-(2-piridilazo)-2-naftol] (Mr=249,27, pa, Merck), Etanol (98%, pa), Etanol teknis, HCl (37%, pa, Merck), TEOS (Tetraetil Orto Silikat) Merck-Schuchardt, Na-asetat (padat) (Mr=82,03, pa, Merck), Asam asetat (Mr=60, 96%, pa, Merck), Amonium klorida (padat) (Mr=53,49, pa, Merck), Amonia (Mr= 17,03, 25%, pa, Merck), Plastik transparan (PVC).

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

3.4.1.1 Larutan Standar Ag(I)

Larutan standar Ag(I) 100 ppm dibuat dengan melarutkan 0,0159 gram AgNO_3 dengan akuades sampai dengan volume 100 mL. Selanjutnya dari larutan standar Ag(I) 100 ppm yang sudah diperoleh, dibuat berbagai variasi konsentrasi yaitu 0,1;0,2;0,4;0,6;0,8;1;2;4;6;8;10 ppm. Volume larutan standar Ag(I) 100 ppm yang harus diambil untuk masing-masing konsentrasi diatas adalah 0,1;0,2;0,4;0,6;0,8;1;2;4;6;8;10 mL yang diencerkan sampai 100 mL menggunakan buffer 7.

3.4.1.2 Preparasi Reagen

Melarutkan PAN 0,01 gram dengan etanol teknis sampai dengan 100 ml sehingga diperoleh kadar 100 ppm.

3.4.1.3 Preparasi Larutan Buffer

Menyiapkan larutan buffer dengan variasi pH 3-7 dari NaCH_3COO 0,1 M berturut-turut 0,1 mL, 1ml, 10 mL, 50 mL dan 50 mL, kemudian ditambahkan dengan CH_3COOH 0,1 M berturut-turut 55,56 mL, 55,56 mL, 27,78 mL, 2,78 mL, dan 0,278 mL, kemudian mengencerkannya dengan aquades sampai dengan 100 mL. Setiap menggunakan buffer, harus distandarisasi dahulu dengan pH meter. Selanjutnya membuat buffer 8 dan 9 dengan menyiapkan larutan NH_4Cl 0,1 M

berturut-turut 50 mL dan 50 mL kemudian ditambahkan dengan NH_3 0,1 M sebanyak 2,778 mL dan 27,78 mL dan mengencerkannya dengan aquades sampai dengan 100 mL. Kemudian mengontrol pH larutan dengan pH meter.

3.4.2 Pengukuran Kondisi Optimum

3.4.2.1 Pengukuran λ_{maks}

Pengukuran λ_{maks} dilakukan dengan merunut panjang gelombang 400-700 nm absorbansi larutan standar Ag 1,0 ppm yang ditambahkan buffer 7 sebanyak 5,0 mL, lalu ditambahkan PAN sebanyak 10 tetes menggunakan spektrofotometer. Sedangkan untuk pengukuran λ_{maks} reagen kering, dilakukan dengan cara yang sama yaitu merunut panjang gelombang 400-700 nm, kemudian reagen kering yang diperoleh dilapiskan pada dinding kuvet ditambahkan dengan larutan standar 1,0 ppm yang telah ditambahkan buffer 7 sebanyak 5,0 mL.

3.4.2.2 Pengukuran pH optimum

Pengukuran pH optimum dilakukan dengan merunut larutan buffer 3-9 yang telah ditambahkan dalam larutan standar 1,0 ppm sebanyak 5,0 mL, lalu mengukur pada λ_{maks} yang sudah diperoleh pada penentuan λ_{maks} . Sedangkan penentuan pH optimum reagen kering dilakukan dengan cara yang sama yaitu dengan merunut buffer 3-9 yang telah ditambahkan dalam larutan standart 1,0 ppm sebanyak 5,0 mL, lalu memasukkan reagen kering dalam kuvet yang sudah dilapisi sensor kering lapis tipis sol gel. Kemudian mengukur absorbansi dari larutan standar pada λ_{maks} . Absorbansi optimum yang diperoleh menunjukkan pengukuran buffer optimum.

3.4.2.3 Penentuan Waktu respon

Penentuan waktu respon dilakukan dengan mengukur absorbansi reagen dengan menggunakan salah satu konsentrasi larutan standar (1,0 ppm) kemudian merunutnya mulai dari 1 menit sampai konstan.

$$t = \frac{x_i}{x_c} \cdot 100\% \dots\dots\dots (3.16)$$

x_i : absorbansi pada menit tertentu

x_c : absorbansi pada menit yang konstan

t : waktu respon dimana pada saat itu diperoleh kompleks Ag-PAN

Untuk memperoleh t_{90} maka t yang diperoleh mendekati 90% yang artinya pada waktu tersebut kompleks yang terbentuk sudah mencapai 90%

3.4.2.4 Kemampuan Regenerasi

Penentuan kemampuan regenerasi reagen kering dilakukan dengan mencelupkan reagen kering yang sudah mengandung analit dalam HCl 0.1 M sebanyak 10 mL. Sehingga diharapkan logam lepas ikatannya dari reagen dan larut dalam HCl 0.1 M. Langkah selanjutnya membran digunakan untuk mengukur analit kembali, lalu diregenerasi kembali, begitu seterusnya sampai 20 kali regenerasi sehingga diperoleh data.

3.4.2.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Mengukur absorban larutan standar 0-10 ppm kemudian ditambah PAN 10 tetes, pada λ_{max} dengan penambahan buffer optimum sebanyak 5 mL. Sedangkan untuk penentuan kalibrasi reagen kering, memasukkan larutan standar 0-10 ppm dalam kuvet yang sudah dilapisi reagen kering lapis tipis sol gel. Sehingga nantinya diperoleh daerah konsentrasi larutan standar 0-10 ppm.

3.5 Karakterisasi

3.5.1 Daerah Konsentrasi

Daerah konsentrasi dapat dilihat dari kurva kalibrasi dengan mengplotkan c (konsentrasi) sebagai sumbu x dan A (Absorban) pada sumbu y . Kesesuaian garis kurva kalibrasi dapat ditentukan dengan persamaan garis

$$Y = bX + a \quad \dots\dots\dots(3.17)$$

Dari sini nantinya akan diketahui konsentrasi sampel dengan cara mengplotkan absorban sampel pada kurva kalibrasi yang dibuat dengan interval larutan standart yang sudah diketahui konsentrasinya (Caulcutt *and* Boddy, 1986).

3.5.2 Batas Deteksi

Batas deteksi merupakan konsentrasi terendah dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi (Miller., and Miller. 1993).

$$Y_{\text{LOD}} = \frac{3 \cdot S_B}{m} = Y_B \pm 3 \cdot S_B \dots\dots\dots (3.18)$$

$$S_B = S_{\frac{y}{x}} = \left[\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n - 2} \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (3.19)$$

Keterangan: Y_{LOD} = limit deteksi

S_B = Simpangan baku

m = Slope

Y_B = intersep

3.5.3 Sensitivitas

Sensitivitas atau kepekaan adalah suatu metode analisis yang dipengaruhi oleh beberapa faktor salah satunya adalah jenis metode dan alat yang digunakan. Untuk metode spektrofotometri, sensitivitas didefinisikan sebagai harga konsentrasi dari unsur dalam larutan (mg/L atau ppm) yang menghasilkan sinyal pancaran 99 %, sehingga perubahan konsentrasi yang kecil masih memberikan respon yang besar, dengan syarat memenuhi hukum Lambert – Beer (Khasanah, 1998)

Sehingga sensitivitas kurva kalibrasi dirumuskan :

$$m = \text{slope dari kurva kalibrasi} \dots\dots\dots (3.20)$$

3.5.4 Reprodusibilitas

Reprodusibilitas adalah kepresisian atau suatu metode pengulangan percobaan yang dilakukan agar dihasilkan limit antar percobaan sekecil mungkin. Dengan metode ini diharapkan memberikan nilai 95 % setiap pendekatan untuk satu kali pengulangan atau lebih yang berbeda. Reprodusibel dapat diukur dengan standart deviasinya sehingga diperoleh reprodusibel (Caulcutt and Boddy, 1983).

Hasil pengulangan yang reproduibel disebut presisi yaitu derajat pengulangan yang dinyatakan sebagai koefisien variasi dari simpangan baku.

$$K_v = \left[\frac{S_B}{X} \right] \cdot 100\% \dots\dots\dots(3.21)$$

Keterangan : S_B = standart deviasi

X = kadar rata-rata sampel

K_v = koefisien variasi

Umumnya K_v dalam analisa kimia di bawah 5%, hal ini berarti dalam 100x pengukuran hanya melakukan kesalahan sebanyak 5x.

3.5.5 Interferensi

Kesalahan dalam penelitian ini dapat disebabkan oleh berbagai hal diantaranya *matriks error*, pengukuran error dan kalibrasi error. Interferensi biasanya dapat dihitung menggunakan standart deviasi dalam konsentrasi larutan standart dan sampel.

3.6 Analisis Data

Analisis data penelitian ini menggunakan metode regresi linier sederhana yaitu metode yang digunakan untuk menguji hipotesa dari data-data yang dihasilkan, dan dirumuskan sebagai berikut :

$$Y = \beta_0 + \beta_i x + \varepsilon \dots\dots\dots(3.22)$$

dimana β_0 adalah intersep, β_i konstanta yang tidak diketahui dan ε adalah random error. Sedangkan untuk membandingkan pengukuran dengan metode reagen basah dan menggunakan metode sensor kimia optik digunakan *uji-t*.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian pengembangan sensor ion Ag(I) menggunakan teknik sol-gel dengan reagen PAN dapat diberikan kesimpulan sebagai berikut :

- 1) Kualitas fisik membran sol-gel yang sudah dibuat diperoleh hasil membran transparan berwarna kuning dengan permukaan halus dan bersifat rapuh.
- 2) Hasil karakterisasi reagen larutan dan reagen kering adalah :
 - a. panjang gelombang reagen kering adalah 432 nm sedangkan panjang gelombang reagen larutan 472 nm;
 - b. pH reagen kering dan reagen larutan diperoleh pada kondisi yang sama yaitu pH 4;
 - c. daerah konsentrasi reagen kering dan reagen larutan diukur pada daerah konsentrasi yang sama yaitu 0-1,0 ppm;
 - d. batas deteksi reagen kering 0,157 ppm ($1,146 \times 10^{-6}$ M) sedangkan reagen larutan 0,166 ppm ($1,219 \times 10^{-6}$ M). Hasil pengukuran ternyata dihasilkan batas deteksi reagen kering lebih baik dibandingkan reagen larutan;
 - e. sensitifitas reagen larutan diperoleh 0,067 abs/ppm sedangkan reagen kering diperoleh 0,082 abs/ppm;
 - f. selektifitas reagen kering dan reagen larutan diperoleh hasil interferensi sama yaitu logam Hg;
 - g. waktu respon membran optode adalah 9 menit;
 - h. membran optode sol-gel-PAN dapat digunakan maksimal 3 kali pemakaian;
 - i. berdasarkan perhitungan uji-t diperoleh t-hitung sebesar 1,149 dan t-tabel sebesar 2,45, dengan tingkat kesignifikanan sebesar 98%. Hasil analisis regresi diperoleh koefisien korelasi sebesar 0,9899. Harga koefisien korelasi mendekati 1 (≈ 1), menunjukkan adanya

kelinieran antara reagen larutan dan reagen kering, sehingga itu perbedaan absorbansi reagen larutan dapat dilihat dengan adanya hubungan linieritas terhadap reagen kering. Berdasarkan analisis kedua metode menggunakan uji-t dan analisa regresi, maka dapat diambil kesimpulan bahwa reagen kering dapat digunakan sebagai pengganti reagen larutan yang mempunyai kualitas dan keakuratan sebagus reagen larutan

5.2 Saran

Pengembangan sensor Ag(I) menggunakan reagen kering sol-gel-PAN masih memerlukan penelitian lebih lanjut mengenai beberapa hal yaitu:

- 1) teknik pencetakan sol-gel-PAN secara manual diperoleh hasil yang tidak merata sehingga diperlukan studi lanjutan teknik pencetakan secara otomatis agar diperoleh ketebalan merata;
- 2) produk sol-gel yang dihasilkan bersifat sangat rapuh, sehingga mengalami kesulitan pencetakan maupun pengukurannya. Oleh karena itu diperlukan studi lanjutan agar sol-gel yang dihasilkan tidak bersifat rapuh;
- 3) aplikasi secara langsung membran optode dalam lingkungan, sehingga dapat dirasakan manfaatnya, oleh karena itu diperlukan studi lanjutan aplikasi secara langsung membran optode dalam lingkungan agar benar-benar dapat dirasakan manfaatnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Alloway, B, J. 1995. *Heavy Metal in Soil*. Britain : Blac Kie Academic And Profisional An Imprint of Champman And Hall.
- Caulcutt, R., and Boddy, R. 1983. *Statistics For Analytical Chemistry*. London : Chapman and Hall.
- Collinson, M, M., and Howells, A, R. 2000. "Chemical Sensor ". Dalam *Analytical Chemistry*. Vol 39. November. Kansas. P. 600-618.
- Connel, D, W., and Miller, G, J. 1995. *Kimia dan Toksikologi Pencemaran*. Penerjemah Yanti Koeshoer. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Eiggins, B, R. 1997. *Biosensor and Introduction*. England: John Wiley and Sons. Inc. Administrasi wiley-interscience Publication.
- Greenberg, A. L, Andrew, D. E and Lenore, S. C. 1992. *Standart Methods For The Examination Of Water And Wastewater*. Edisi 18. Washington. American Public Health Association.
- Ingle, J, D., and Crouch, S, K. 1988. *Spectrochemical Analysis*. Meksiko : Prentice Hall International Inc.
- Joeli, S. 2001. *Pencemaran Logam Berat*. Yogyakarta : UGM Press.
- Johanes, H. 1974. *Kimia Koloid dan Kimia Permukaan*. Yogyakarta : UGM Press.
- Kellner, R, J. M, Marmet and M, Otto. 1998. *Analytical Chemistry*. Germany : John Wiley And Sons Inc. A Wiley – Intersciences. Publication. P.679-707.
- Khasanah. dkk. 1998. *Metode Analisis Tembaga(II) Dalam Air Laut Secara Spektrofotometri Serapan Atom Melalui Ekstraksi Dengan PAN- Butanol*. Surabaya : Kimia – MIPA. UNAIR.
- Khopkar, S, M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Kuswandi, B., and Narayanaswamy, R. 1999. "A Distributed Optode for In-Situ Monitoring of Total Heavy Metal Concentration". Dalam *Australian International Symposium on Analytical Science*. 14-16 juni. Melbourne. P.18-21.

- _____. 2000. "Sensor Kimia, Serat Optik : Konsep, Disain dan Instrumentasi". Dalam *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol 1. No 2. Jember : UNEJ. p.1-16.
- _____. Vaughan, A, A., and Narayanaswamy, R. 2001. "Simple Regression Model Using an Optode for the Simultane Determination of Zink and Cadmium Mixtures in Aqueous Sample". Dalam *Japan Society for Analytical Chemistry*. Vol 17. Januari. Japan. p.181-185.
- Marzcenco, Z. 1986. *Separation and Spectrophotometric Determination Of Element*. Jerman : John Wiley and Sons.
- Miller, J.C., and J.N. Miller. 1993. *Statistic For Analytical Chemistry*. England: Ellis Horword. PTR. Trentice Hall.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Prakash, S., Tuli, D, G., dan Basu, S, K. 1958. *Advanced Inorganic Chemistry*. Delhi : Chand and Co.
- Perry, C, C. 1996. *Sol Gel Technology The Way Forward For Tomorrow's Material*. Nottingham : Trent University.
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Spektroskopi*. Yogyakarta : UGM Press.
- Sukardjo. 1990. *Kimia Anorganik*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Svehla, G. 1979. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi mikro*. Penerjemah: Setiono, L., dan Pudjaatmadja, H. Jakarta : PT Kalman Media Pusaka.
- Underwood, A. L dan Day, R. A. Jr. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi kelima*. Jakarta : Erlangga.
- Wenten, L.G. 2000. Development Of Membrane Technology In Indonesia : Prospect And Chalenges. Proceeding 2nd International. Bandung : ITB. UNESCO.

Lampiran-1. Data absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) blanko menggunakan reagen larutan

Panjang Gelombang (nm)	Absorban			A,Blank rata-rata
	A1	A2	A3	
400	0,106	0,102	0,101	0,103
410	0,114	0,108	0,105	0,109
420	0,117	0,116	0,115	0,116
430	0,129	0,127	0,125	0,127
440	0,135	0,130	0,128	0,131
450	0,140	0,136	0,135	0,137
460	0,153	0,151	0,146	0,150
470	0,167	0,158	0,155	0,160
472	0,163	0,158	0,156	0,159
474	0,159	0,157	0,155	0,157
476	0,157	0,158	0,156	0,157
478	0,167	0,162	0,160	0,163
480	0,168	0,163	0,161	0,164
490	0,164	0,159	0,157	0,160
500	0,152	0,147	0,145	0,148
510	0,137	0,132	0,130	0,133
520	0,122	0,117	0,115	0,118
530	0,114	0,109	0,107	0,110
540	0,106	0,098	0,096	0,100
550	0,086	0,088	0,087	0,087
560	0,083	0,077	0,074	0,078
570	0,078	0,074	0,070	0,074
580	0,075	0,070	0,068	0,071
590	0,070	0,068	0,063	0,067
600	0,063	0,059	0,058	0,060
610	0,066	0,060	0,060	0,062
620	0,061	0,055	0,055	0,057
630	0,058	0,053	0,054	0,055
640	0,053	0,049	0,048	0,050
650	0,055	0,048	0,047	0,050
660	0,046	0,047	0,045	0,046
670	0,045	0,046	0,044	0,045
680	0,042	0,042	0,042	0,042
690	0,042	0,042	0,042	0,042
700	0,042	0,042	0,042	0,042

Lampiran-2 Data absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) kompleks Ag-PAN menggunakan reagen larutan,

Panjang Gelombang (nm)	Absorban			Absorban rata-rata
	A1	A2	A3	
400	0,112	0,108	0,107	0,109
410	0,116	0,116	0,113	0,115
420	0,134	0,128	0,125	0,129
430	0,140	0,135	0,133	0,136
440	0,143	0,140	0,140	0,141
450	0,150	0,143	0,142	0,145
460	0,168	0,168	0,165	0,167
470	0,178	0,172	0,172	0,174
472	0,188	0,181	0,180	0,183
474	0,182	0,177	0,178	0,179
476	0,181	0,176	0,177	0,178
478	0,180	0,175	0,176	0,177
480	0,179	0,174	0,175	0,176
490	0,167	0,166	0,162	0,165
500	0,157	0,152	0,150	0,153
510	0,138	0,135	0,135	0,136
520	0,125	0,124	0,123	0,124
530	0,116	0,108	0,109	0,111
540	0,105	0,104	0,103	0,104
550	0,085	0,089	0,090	0,088
560	0,083	0,080	0,080	0,081
570	0,076	0,077	0,075	0,076
580	0,073	0,073	0,070	0,072
590	0,067	0,071	0,069	0,069
600	0,064	0,069	0,068	0,067
610	0,063	0,066	0,063	0,064
620	0,060	0,064	0,062	0,062
630	0,062	0,063	0,061	0,062
640	0,056	0,061	0,060	0,059
650	0,094	0,088	0,085	0,089
660	0,054	0,054	0,054	0,054
670	0,053	0,053	0,053	0,053
680	0,052	0,052	0,052	0,052
690	0,052	0,052	0,052	0,052
700	0,052	0,052	0,052	0,052

Lampiran-3 Data absorbansi penentuan pH optimum pada λ_{maks} (472) nm ion logam Ag(I) menggunakan reagen larutan,

pH	Absorbansi			Absorbansi rata-rata	Standard deviasi
	A1	A2	A3		
3	0,171	0,171	0,166	0,169	0,002
4	0,252	0,250	0,254	0,252	0,002
5	0,224	0,220	0,228	0,224	0,003
6	0,180	0,170	0,163	0,171	0,007
7	0,119	0,138	0,175	0,144	0,023
8	0,190	0,173	0,132	0,165	0,024
9	0,181	0,181	0,181	0,181	0,000

Lampiran-4, Data absorbansi kurva penentuan ion Ag(I) melalui kompleks Ag-PAN pada λ_{maks} (472) nm menggunakan reagen larutan.

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata	Standart deviasi
	A1	A2	A3		
0,0	0,074	0,068	0,070	0,071	0,002
0,1	0,076	0,071	0,075	0,074	0,002
0,2	0,082	0,080	0,081	0,081	0,001
0,4	0,095	0,097	0,096	0,096	0,001
0,6	0,102	0,101	0,102	0,102	0,001
0,8	0,128	0,125	0,124	0,126	0,002
1,0	0,135	0,137	0,136	0,136	0,001
2,0	0,138	0,140	0,142	0,140	0,002
4,0	0,151	0,152	0,155	0,153	0,002
6,0	0,166	0,163	0,160	0,163	0,002
8,0	0,179	0,181	0,180	0,180	0,001
10,0	0,201	0,198	0,196	0,198	0,002

Lampiran-5. Data absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) blanko menggunakan reagen kering (sol-gel-PAN).

Panjang Gelombang (nm)	Absorban			A.Blank Rata-rata
	A1	A2	A3	
400	0,234	0,233	0,232	0,233
410	0,236	0,240	0,241	0,239
420	0,251	0,252	0,250	0,251
430	0,247	0,250	0,247	0,248
432	0,249	0,252	0,249	0,250
440	0,234	0,244	0,242	0,240
446	0,236	0,244	0,243	0,241
450	0,240	0,239	0,238	0,239
460	0,239	0,238	0,237	0,238
470	0,252	0,250	0,248	0,250
472	0,249	0,249	0,246	0,248
480	0,257	0,252	0,250	0,253
490	0,239	0,241	0,237	0,239
500	0,237	0,233	0,232	0,234
510	0,205	0,201	0,200	0,202
520	0,194	0,189	0,187	0,190
530	0,181	0,176	0,174	0,177
540	0,186	0,181	0,182	0,183
550	0,185	0,181	0,180	0,182
560	0,178	0,173	0,171	0,174
570	0,148	0,144	0,143	0,145
580	0,138	0,137	0,136	0,137
590	0,132	0,128	0,127	0,129
592	0,125	0,121	0,120	0,122
600	0,126	0,122	0,121	0,123
610	0,122	0,118	0,117	0,119
620	0,130	0,125	0,123	0,126
630	0,132	0,127	0,125	0,128
640	0,130	0,125	0,123	0,126
650	0,126	0,122	0,121	0,123
660	0,122	0,121	0,120	0,121
662	0,119	0,117	0,115	0,117
670	0,123	0,118	0,116	0,119
680	0,111	0,111	0,111	0,111
690	0,111	0,111	0,111	0,111
700	0,111	0,111	0,111	0,111

Lampiran-6. Data absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) ion logam Ag(I) menggunakan reagen kering (sol-gel-PAN)

Panjang Gelombang (nm)	Absorban			A Sampel Rata-rata
	A1	A2	A3	
400	0,361	0,362	0,360	0,361
410	0,364	0,370	0,367	0,367
420	0,382	0,381	0,383	0,382
430	0,381	0,386	0,388	0,385
432	0,490	0,286	0,391	0,389
440	0,374	0,371	0,374	0,373
446	0,381	0,373	0,374	0,376
450	0,371	0,378	0,370	0,373
460	0,366	0,371	0,370	0,369
470	0,373	0,373	0,373	0,373
472	0,374	0,376	0,375	0,375
480	0,365	0,364	0,366	0,365
490	0,356	0,364	0,360	0,360
500	0,351	0,352	0,350	0,351
510	0,313	0,320	0,321	0,318
520	0,292	0,291	0,299	0,294
530	0,261	0,268	0,266	0,265
540	0,248	0,249	0,247	0,248
550	0,247	0,244	0,250	0,247
560	0,237	0,242	0,238	0,239
570	0,207	0,206	0,208	0,207
580	0,194	0,191	0,191	0,192
590	0,180	0,178	0,182	0,180
592	0,189	0,190	0,191	0,190
600	0,182	0,182	0,185	0,183
610	0,170	0,174	0,175	0,173
620	0,164	0,164	0,164	0,164
630	0,157	0,160	0,160	0,159
640	0,157	0,158	0,159	0,158
650	0,156	0,157	0,155	0,156
660	0,164	0,165	0,163	0,164
662	0,175	0,179	0,180	0,178
670	0,146	0,146	0,143	0,145
680	0,136	0,138	0,137	0,137
690	0,136	0,136	0,136	0,136
700	0,132	0,134	0,136	0,134

Lampiran-7. Data absorbansi penentuan pH optimum pada λ_{maks} (432) nm ion logam Ag(I) menggunakan reagen kering (sol-gel-PAN)

PH	Absorbansi			Absorbansi rata-rata	Standart deviasi
	A1	A2	A3		
3,00	0,318	0,293	0,322	0,311	0,013
4,00	0,362	0,356	0,362	0,360	0,003
5,00	0,332	0,330	0,334	0,332	0,002
6,00	0,341	0,331	0,327	0,333	0,006
7,00	0,328	0,338	0,330	0,332	0,004
8,00	0,181	0,187	0,181	0,183	0,003
9,00	0,144	0,137	0,142	0,141	0,003

Lampiran-8. Data absorbansi kurva kalibrasi penentuan ion Ag(I) melalui kompleks Ag-PAN λ_{maks} (432) nm menggunakan reagen kering (sol gel-PAN),

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata	Srandart deviasi
	A1	A2	A3		
0,0	0,120	0,122	0,121	0,121	0,001
0,1	0,121	0,127	0,130	0,126	0,004
0,2	0,137	0,136	0,134	0,136	0,001
0,4	0,156	0,150	0,151	0,152	0,003
0,6	0,164	0,156	0,159	0,160	0,003
0,8	0,188	0,189	0,191	0,189	0,001
1,0	0,200	0,201	0,202	0,201	0,001
2,0	0,220	0,218	0,219	0,219	0,001
4,0	0,251	0,253	0,250	0,251	0,001
6,0	0,284	0,288	0,286	0,286	0,002
8,0	0,327	0,326	0,325	0,326	0,001
10,0	0,346	0,348	0,340	0,345	0,003

Lampiran-9. Data waktu respon reagen PAN terhadap Ag(I) pada λ_{maks} (432) nm menggunakan reagen kering (sol-gel-PAN)

Time (menit)	Absorban			Absorban rata-rata	% kompleks terbentuk	Standart deviasi
	A1	A2	A3			
1	0,655	0,658	0,655	0,656	68,19%	0,001
2	0,719	0,715	0,714	0,716	74,43%	0,002
3	0,754	0,753	0,755	0,754	78,38%	0,001
4	0,777	0,776	0,775	0,776	80,67%	0,001
5	0,795	0,794	0,79	0,793	82,43%	0,002
6	0,818	0,815	0,815	0,816	84,82%	0,001
7	0,836	0,832	0,84	0,836	86,90%	0,003
8	0,854	0,852	0,856	0,854	88,77%	0,002
9	0,865	0,867	0,86	0,864	89,81%	0,003
10	0,873	0,875	0,874	0,874	90,85%	0,001
11	0,887	0,885	0,886	0,886	92,10%	0,001
12	0,903	0,897	0,897	0,899	93,45%	0,003
13	0,900	0,903	0,900	0,901	93,66%	0,001
14	0,904	0,906	0,905	0,905	94,07%	0,001
15	0,907	0,910	0,907	0,908	94,39%	0,001
16	0,913	0,916	0,916	0,915	95,11%	0,001
17	0,920	0,920	0,920	0,920	95,63%	0,000
18	0,926	0,927	0,925	0,926	96,26%	0,001
19	0,934	0,935	0,93	0,933	96,99%	0,002
20	0,937	0,936	0,938	0,948	97,75%	0,003
21	0,943	0,942	0,941	0,942	97,92%	0,001
22	0,944	0,943	0,942	0,943	98,02%	0,001
23	0,945	0,948	0,945	0,946	98,34%	0,001
24	0,949	0,949	0,946	0,948	98,54%	0,001
25	0,95	0,953	0,95	0,951	98,86%	0,001
26	0,953	0,954	0,955	0,954	99,17%	0,001
27	0,957	0,959	0,958	0,960	99,51%	0,002
28	0,962	0,962	0,962	0,962	100,00%	0,000
29	0,962	0,962	0,962	0,962	100,00%	0,000
30	0,962	0,962	0,962	0,962	100,00%	0,000

Lampiran-10. Data kemampuan regenerasi membran optode sol-gel-PAN

Regenerasi	Absorban			Rata-rata	Standart deviasi
	A1	A2	A3		
0	0,211	0,207	0,209	0,209	0,002
1	0,201	0,203	0,208	0,204	0,003
2	0,195	0,197	0,201	0,198	0,002
3	0,192	0,189	0,187	0,189	0,002
4	0,176	0,179	0,185	0,180	0,004
5	0,176	0,173	0,183	0,177	0,004
6	0,131	0,127	0,137	0,132	0,004
7	0,125	0,122	0,123	0,123	0,001
8	0,061	0,060	0,058	0,060	0,001
9	0,055	0,057	0,050	0,054	0,003
10	0,053	0,050	0,045	0,049	0,003
11	0,047	0,051	0,040	0,046	0,004
12	0,037	0,030	0,032	0,033	0,003
13	0,033	0,030	0,031	0,031	0,001
14	0,032	0,032	0,031	0,032	0,001
15	0,032	0,032	0,031	0,032	0,001

Lampiran-11. Data perhitungan batas deteksi

Reagen Larutan

Y	\bar{y}	$(y - \bar{y})$	$(y - \bar{y})^2$
0,071	0,068	$2,70 \cdot 10^{-3}$	$7,290 \cdot 10^{-6}$
0,074	0,075	$-9,90 \cdot 10^{-4}$	$9,801 \cdot 10^{-7}$
0,081	0,082	$-6,80 \cdot 10^{-4}$	$4,624 \cdot 10^{-7}$
0,096	0,095	$9,40 \cdot 10^{-3}$	$8,836 \cdot 10^{-7}$
0,102	0,108	$-6,44 \cdot 10^{-3}$	$4,147 \cdot 10^{-5}$
0,126	0,122	$4,18 \cdot 10^{-3}$	$1,747 \cdot 10^{-5}$
0,136	0,135	$8,00 \cdot 10^{-4}$	$6,400 \cdot 10^{-7}$
			$6,919 \cdot 10^{-3}$

Reagen Kering

y	\bar{y}	$(y - \bar{y})$	$(y - \bar{y})^2$
0,121	0,119	$2,20 \cdot 10^{-3}$	$4,840 \cdot 10^{-6}$
0,126	0,127	$-9,70 \cdot 10^{-4}$	$9,409 \cdot 10^{-7}$
0,136	0,135	$8,60 \cdot 10^{-4}$	$7,396 \cdot 10^{-7}$
0,152	0,151	$5,20 \cdot 10^{-4}$	$2,704 \cdot 10^{-7}$
0,160	0,168	$-7,82 \cdot 10^{-3}$	$6,115 \cdot 10^{-5}$
0,189	0,184	$4,8410^{-3}$	$2,343 \cdot 10^{-5}$
0,201	0,200	$5,00 \cdot 10^{-4}$	$2,500 \cdot 10^{-7}$
			$9,162 \cdot 10^{-5}$

Lampiran-12. Data interferensi logam-logam lain yang dapat bereaksi dengan sol -gel-PAN terhadap ion logam Ag(I) pada λ_{maks} (432) nm ,

Regen larutan

Analit:logam lain	Absorban			A, rata	Standart deviasi	Selisih
	A1	A2	A3			
1 : 1						
Ag:Pb	0,32	0,329	0,338	0,329	0,007	0,052
Ag:Hg	0,377	0,376	0,378	0,377	0,001	0,099
Ag:Co	0,367	0,372	0,370	0,370	0,002	0,092
Ag:Cr	0,296	0,306	0,302	0,301	0,004	0,024
Ag:Zn	0,305	0,302	0,304	0,304	0,001	0,026
Ag	0,274	0,278	0,28	0,277	0,002	

Regaen kering

Analit:logam lain	Absorban			A, rata	Standart deviasi	Selisih
	A1	A2	A3			
1 : 1						
Ag:Pb	0,320	0,322	0,321	0,321	0,001	-0,014
Ag:Hg	0,377	0,373	0,374	0,375	0,002	0,040
Ag:Co	0,306	0,293	0,270	0,290	0,015	-0,037
Ag:Cr	0,343	0,354	0,351	0,349	0,005	0,015
Ag:Zn	0,317	0,313	0,315	0,315	0,002	-0,019
Ag	0,340	0,344	0,32	0,335	0,011	

Lampiran 13. Data perhitungan Batas Deteksi Pengukuran Ag(I)

Perhitungan batas deteksi ($Y_{(LOD)}$)

1. Metode reagen Basah

$$Y_{(LOD)} = Y_B + 3.S_B$$

$$S_B = S_{\frac{y}{x}} = \left[\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n - 2} \right]^{\frac{1}{2}}$$

Dengan Y_B : intersep kurva kalibrasi S_B : standart deviasi rata-rata Y : absorbansi berdasarkan data pengukuran

\bar{y} : nilai y yang diperoleh setelah memasukkan nilai x
(konsentrasi larutan analit) dalam persamaan kurva kalibrasi

1. Batas Deteksi reagen Larutan

$$S_{\frac{y}{x}} = \left[\frac{6,919 \times 10^{-5}}{7 - 2} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$= 3,720 \times 10^{-3}$$

$$Y_{LOD} = 0,068 + 3 (3,720 \times 10^{-3})$$

$$= 0,0795$$

kemudian dimasukkan dalam persamaan kurva kalibrasi awal

$$y = 0,0669 X + 0,0683$$

$$0,0795 = 0,0669 X + 0,0683$$

$$X = 0,166 \text{ ppm}$$

2. Batas Deteksi reagen kering

$$S_{\frac{y}{x}} = \left[\frac{9,162 \times 10^{-5}}{7 - 2} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$= 4,281 \times 10^{-3}$$

$$Y_{LOD} = 0,1188 + 3 (4,281 \times 10^{-3})$$

$$= 0,132$$

kemudian dimasukkan dalam persamaan kurva kalibrasi awal

$$y = 0,0817X + 0,1188$$

$$0,132 = 0,0817X + 0,1188$$

$$X = 0,162 \text{ ppm}$$

Lampiran-14. Data perhitungan Reprodusibilitas Pengukuran Ag(I)

$$K_v = \frac{S_B}{x} \cdot 100\%$$

Dengan : K_v : reprodusibilitas

S_B : Standar deviasi rata-rata

x : absorbansi rata-rata

1. Metode reagen basah

Pada konsentrasi 0-1,0 ppm

$$K_v = \frac{1,763 \times 10^{-3}}{0,098} \cdot 100\%$$

$$K_v = 0,179\%$$

2. Metode reagen Kering

Pada konsentrasi 0-1,0 ppm

$$K_v = \frac{1,970 \times 10^{-3}}{0,155} \cdot 100\%$$

$$K_v = 1,271\%$$

Lampiran 15. Data karakterisasi Reagen Larutan dan Reagen kering

Karakterisasi	Reagen Basah	Reagen Kering
λ_{\max} (nm)	472	432
pH optimum	4	4
Linier Range (ppm)	0-1	0-1
Koefisien korelasi (R)	0,991	0,992
Koefisien variasi (K_v)%	0,179	1,271
Batas deteksi ($Y_{(LOD)}$)(ppm)	0,166	0,162
Sensitifitas (S) (abs/ppm)	0,067	0,081
Selektifitas	Interferensi utama: Hg(II)	Interferensi utama: Hg(II)
Studi regenerasi		3 x pemakaian

Lampiran 16, Analisis Data Pengukuran Ag(I) menggunakan *regresi linier* dan *uji t* menggunakan windows SPSS

T-Test

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	koefisien korelasi rb1 & RK1	.9026000	2	.00989949	.00700000
Pair 2	Reproduktibilitas rb2 & RK2	.3176500	2	.09807571	.06935000
Pair 3	Batas deteksi rb3 & RK3	.4104500	2	.36168512	.25575000
Pair 4	sensitifitas rb4 & RK4	.0543500	2	.01590990	.01125000

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	koefisien korelasi rb1 & RK1	2	1.000	.000
Pair 2	Reproduktibilitas rb2 & RK2	2	-1.000	.000
Pair 3	Batas deteksi rb3 & RK3	2	1.000	.000
Pair 4	sensitifitas rb4 & RK4	2	1.000	.000

Paired Samples Test

		Pair 1 koefisien korelasi rb1 - RK1	Pair 2 Reproduktibilitas rb2 - RK2	Pair 3 Batas deteksi rb3 - RK3	Pair 4 sensitifitas rb4 - RK4
Paired Differences	Mean	-.0856850	-.0168500	.0244500	-.1773500
	Std. Deviation	.00106773	.47779205	.01096016	.27018550
	Std. Error Mean	.00075500	.33785000	.00775000	.19105000
	95% Confidence Interval of the Difference				
	Lower	-.0952782	-4.3096413	-.0740231	-2.6048704
	Upper	-.0760918	4.2759413	.1229231	2.2501704
t		-113.490	-.050	3.155	-.928
df		1	1	1	1
Sig. (2-tailed)		.006	.968	.195	.524

Regression

Variables Entered/Removed^b

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	Reagen Kering ^a		Enter

a. All requested variables entered.

b. Dependent Variable: Reagen Larutan

Model Summary^b

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	1.000 ^a	.999	.999	7.8652E-04

Model Summary^b

Model	Change Statistics				
	R Square Change	F Change	df1	df2	Sig. F Change
1	.999	6205.711	1	5	.000

a. Predictors: (Constant), Reagen Kering

b. Dependent Variable: Reagen Larutan

ANOVA^b

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	3.839E-03	1	3.839E-03	6205.711	.000 ^a
	Residual	3.093E-06	5	6.186E-07		
	Total	3.842E-03	6			

a. Predictors: (Constant), Reagen Kering

b. Dependent Variable: Reagen Larutan

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	-2.961E-02	.002		-17.977	.000
	Reagen Kering	.823	.010	1.000	78.776	.000

Coefficients^a

Model		Correlations			Collinearity Statistics	
		Zero-order	Partial	Part	Tolerance	VIF
1	(Constant) r_e Reagen Kering	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000

a. Dependent Variable: Reagen Larutan

Collinearity Diagnostics^a

Model	Dimension	Eigenvalue	Condition Index	Variance Proportions	
				(Constant)	Reagen Kering
1	1	1.984	1.000	.01	.01
	2	1.643E-02	10.989	.99	.99

a. Dependent Variable: Reagen Larutan

Residuals Statistics^a

	Minimum	Maximum	Mean	Std. Deviation	N
Predicted Value	7.001E-02	.13587	9.800E-02	2.5295E-02	7
Residual	-1.36E-03	9.912E-04	3.172E-17	7.1799E-04	7
Std. Predicted Value	-1.107	1.497	.000	1.000	7
Std. Residual	-1.726	1.260	.000	.913	7

a. Dependent Variable: Reagen Larutan

