



**APLIKASI TURUNAN KALIKS[4]ARENA (22,17-
bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-*p*-nitrokaliks[4]arena)
UNTUK ELEKTRODA SELEKTIF ION TEMBAGA II (Cu^{2+})
BERBASIS POTENSIOMETRI**

SKRIPSI

Oleh

**Mohammad Bahrin Ni'am
NIM 041810301025**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2012**



**APLIKASI TURUNAN KALIKS[4]ARENA (22,17-
bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-*p*-nitrokaliks[4]arena)
UNTUK ELEKTRODA SELEKTIF ION TEMBAGA II (Cu^{2+})
BERBASIS POTENSIOMETRI**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Mohammad Bahrin Ni'am
NIM 041810301025**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2012**

PERSEMBAHAN



Segala puji hanya bagi-Mu ya Allah atas segala rahmat, nikmat, taufik, hidayah, inayah, ridho, kasih dan sayang-Mu yang telah Engkau anugerahkan kepada kami.

Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan yang indah dalam menggapai kebahagiaan kami yang hakiki.

Saya persembahkan karya ini untuk:

1. Abah Achmad Rifa'i dan Ummi Siti Mushlihah yang tercinta atas semua jasa dan kebaikan yang tak terhitung jumlahnya, atas ketulusan cinta, kasih sayang, cucuran keringat, tetesan air mata pengorbanan, dan atas segalanya yang telah diberikan kepada saya demi kebaikan diri saya. Semoga kasih sayang dan keridoan Tuhan selalu untuk Abah dan Ummi;
2. Adinda Refanda Zulkarnain yang saya cintai, senyumannya menegarkan diri saya dalam perjuangan hidup saya dan kebahagiaannya menjadi kebahagiaan saya;
3. Eyang Suctiningsih Istijab dan Mas Misbakhul Munir yang telah mengasuh, mendidik, membina, membimbing, dan menyayangi saya;
4. Kakak-kakak yang saya hormati dan adik-adik yang saya sayangi;
5. Guru-guru saya sejak taman kanak-kanak sampai dengan perguruan tinggi;
6. Almamater Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTO

Hai orang-orang yang beriman, jadikanlah sabar dan shalat sebagai penolongmu,
sesungguhnya Allah beserta orang-orang yang sabar.

(Al-Baqarah: 153)

Jujur – jujur, sabar – subur, syukur – makmur, cinta – suka – bahagia – sejahtera.

(Anonim)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Mohammad Bahrn Ni'am

NIM : 041810301025

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul "Aplikasi Turunan Kaliks[4]arena (22,17-bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-*p*-nitrokaliks[4]arena) untuk Elektroda Selektif Ion Tembaga II (Cu^{2+}) Berbasis Potensiometri" adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 13 Januari 2012

Yang menyatakan,

Mohammad Bahrn Ni'am
NIM 041810301025

SKRIPSI

**APLIKASI TURUNAN KALIKS[4]ARENA (22,17-
bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-*p*-nitrokaliks[4]arena)
UNTUK ELEKTRODA SELEKTIF ION TEMBAGA II (Cu^{2+})
BERBASIS POTENSIOMETRI**

Oleh

Mohammad Bahrn Ni'am
NIM. 041810301025

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tri Mulyono, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Drs. Zulfikar, Ph.D.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “**Aplikasi Turunan Kaliks[4]arena (22,17-bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-p-nitrokalik[4]arena) untuk Elektroda Selektif Ion Tembaga II (Cu²⁺) Berbasis Potensiometri**” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari : Jum'at

tanggal : 13 Januari 2012

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.
NIP. 196810201998021002

Drs. Zulfikar, Ph.D.
NIP. 196310121987021001

Anggota Tim Penguji

Anggota I,

Anggota II,

Drs. Mukh. Mintadi
NIP. 196410261991031001

Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Mengesahkan

Dekan,

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D.
NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Aplikasi Turunan Kaliks[4]arena (22,17-bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-p-nitrokaliks[4]arena) untuk Elektroda Selektif Ion Tembaga II (Cu^{2+}) Berbasis Potensiometri; Mohammad Bahrin Ni'am, 041810301025; 2012: 40 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Upaya pencegahan pencemaran logam berat ke dalam lingkungan sehingga proses pengontrolan dan analisa limbah menjadi kegiatan rutin saat ini. Karena kehadiran logam berat seperti tembaga, timbal, merkuri, kadmium, dan kromium dalam air yang melebihi ambang batas menimbulkan beberapa masalah kesehatan dan menyebabkan timbulnya penyakit akibat keracunan tembaga seperti penyakit Wilson dan Menkes. Analisis keberadaan logam berat dengan menggunakan AAS (Absorption Analysis Spectrometry) dan ICP (Inductively Coupled Plasma) sudah banyak dilakukan namun memerlukan biaya yang cukup besar. Sehingga perlu adanya penelitian yang mengarah pada penyederhanaan teknik dan instrumen analisis dengan biaya analisis yang lebih murah.

Senyawa 22,17-bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-p-nitrokaliks[4]arena adalah salah satu senyawa turunan kaliks[4]arena yang mampu membentuk ikatan koordinasi dengan ion logam transisi. Hal ini disebabkan karena senyawa turunan kaliks[4]arena tersebut memiliki 2 gugus siano yang masing-masing memiliki satu pasang elektron bebas sehingga senyawa tersebut dapat berfungsi sebagai ligan bidentat (*chelating agent*). Adapun reaksi pembentukan ikatan koordinasi bersifat reversibel sehingga hal ini digunakan sebagai acuan untuk menggunakan metode analisis potensiometri dalam penelitian

Tujuan penelitian aplikasi senyawa turunan kaliks[4]arena (22,17-bis(sianopropiloksi)-26,28-dihidroksi-p-nitrokaliks[4]arena) untuk elektroda selektif ion tembaga II (Cu^{2+}) berbasis potensiometri adalah untuk mengetahui apakah senyawa turunan kaliks[4]arena dapat digunakan sebagai bahan aktif dalam elektroda

selektif ion dan untuk mengetahui bagaimana karakteristik (*linier range*, waktu respon, limit deteksi, repeatabilitas dan *life time*) elektroda selektif ion (ESI) tersebut.

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Peralatan yang digunakan meliputi peralatan gelas, non gelas, dan instrumen. Peralatan gelas sebagian besar dibuat oleh Pyrex Iwaki Glass dan Duran Schott. Instrumen yang digunakan meliputi neraca analitik *O-HAUS Pioneer*, stirer magnetik, dan pH meter Jenway 3320. Bahan-bahan yang digunakan antara lain $\text{AgNO}_{3(s)}$, $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_{(s)}$, $\text{Pb(NO}_3)_2_{(s)}$, grafit pensil 2B, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(s)}$, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}_{(s)}$, epoksi, aquadimen, senyawa turunan kaliks[4]arena, dan kristal $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Penelitian terbagi dalam tiga tahap yaitu tahap preparasi, optimasi, dan karakterisasi. Tahap preparasi meliputi preparasi bahan, pembuatan elektroda pembanding grafit, dan pembuatan elektroda selektif ion yang diujungnya terdapat membran epoksi-kaliksaren. Membran epoksi-kaliksaren dibuat dengan perbandingan massa epoksi : massa senyawa turunan kaliks[4]arena = 3:1. Optimasi pH dilakukan dengan menggunakan buffer fosfat 5×10^{-4} M dengan rentang pH 6,5 – 8,5. Sedangkan tahap karakterisasi meliputi uji *linier range*, repeatibilitas, limit deteksi, selektivitas, dan *life time* elektroda selektif ion.

Hasil yang diperoleh dari penelitian ini adalah elektroda selektif ion grafit-epoksi-kaliksaren dapat mendeteksi keberadaan ion Cu^{2+} dalam sampel secara potensiometri dengan pH optimum pada pH 8, *linier range* konsentrasi $\text{Cu(NO}_3)_2$ antara 20 ppm - 60 ppm, koefisien korelasi 0,9778, limit deteksi 14,12 ppm, nilai sensitivitas -102,24 mV/decade. Pengukuran tergolong valid dan *repeatable* dengan nilai $K_v = 2,87\%$. Respon elektroda grafit-epoksi-kaliksaren terhadap ion Cu^{2+} tidak terpengaruh secara signifikan oleh adanya ion Pb^{2+} dalam sampel dengan nilai $K_{\text{Cu}^{2+}, \text{Pb}^{2+}} = 0,96$ tetapi terpengaruh secara signifikan oleh keberadaan ion Ag^+ dalam sampel dengan nilai $K_{\text{Cu}^{2+}, \text{Ag}^+} = 3292,6$, dan *life time* lebih dari tiga bulan. Elektroda selektif ion grafit-epoksi-kaliksaren responnya lebih selektif terhadap ion Ag^+ .

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat, nikmat, kasih-sayang dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul *Aplikasi Turunan Kaliks[4]arena (22,17 bis(sianopropiloksi)-26,28 dihidroksi-p-nitrokalik[4]arena) untuk Elektroda Selektif Ion Tembaga II (Cu^{2+}) Berbasis Potensiometri*. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

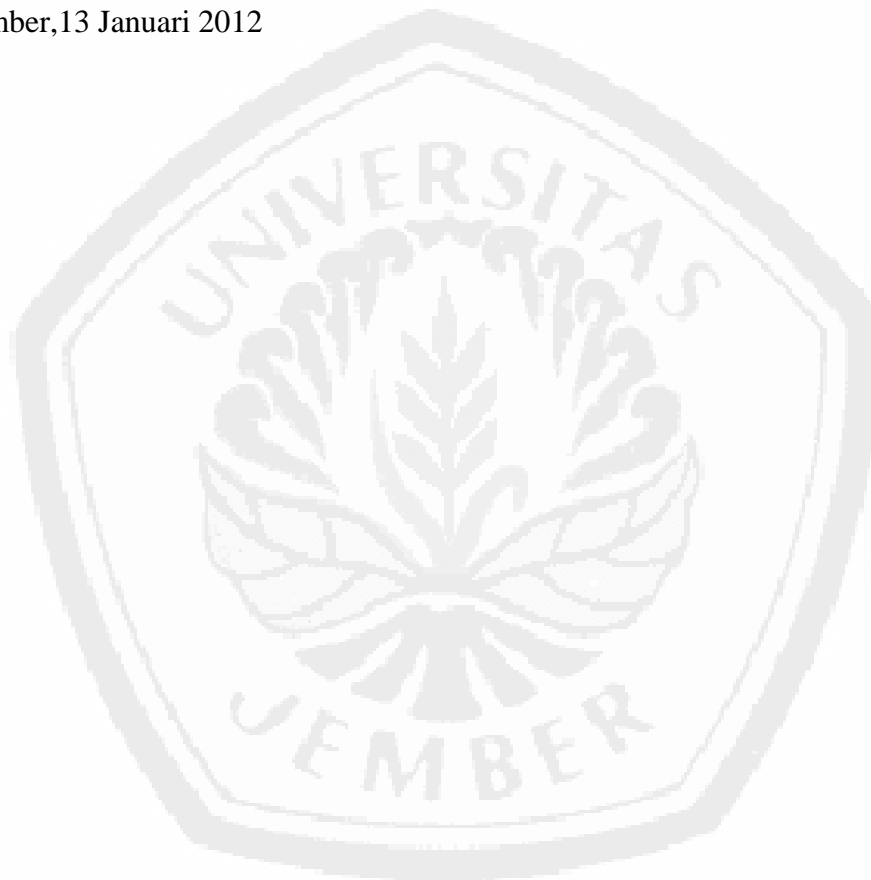
1. Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Drs. Busroni, M.Si. dan Tri Mulyono, S.Si, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama, Drs Zulfikar, Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Anggota, Drs. Mukh. Mintadi selaku Dosen Penguji I, dan Asnawati, S.Si, M.Si. selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktu dan pikiran serta perhatiannya guna memberikan bimbingan dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
3. Drs. Siswoyo, M.Si., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan selama penulis menjadi mahasiswa;
4. semua Dosen Fakultas MIPA Universitas Jember;
5. Bapak/Ibu Achmad Rifa'i sekeluarga dan Eyang Suctiningsih Istijab sekeluarga yang telah memberikan dorongan dan doanya demi terselesaikannya skripsi ini;
6. Bapak Agung, Mas Budi, Mas Edi, Ibu Artik dan seluruh karyawan dan teknisi laboratorium di Fakultas MIPA Universitas Jember serta semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.
7. teman-teman angkatan 2004, kakak angkatan khususnya Mas Sumardiyono, dan adik-adik angkatan yang telah memberikan bantuan dan motivasinya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini.

8. semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu-persatu yang telah membantu baik secara moral maupun material selama saya menjalani kuliah di Fakultas MIPA Universitas Jember.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 13 Januari 2012

Penulis



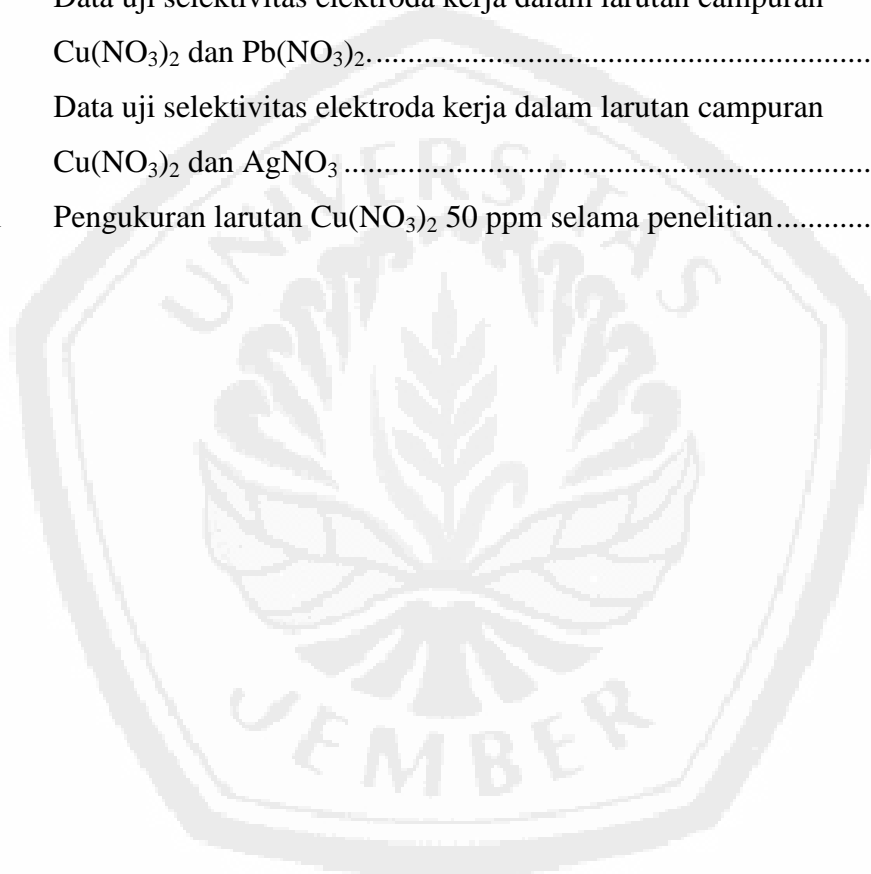
DAFTAR ISI

	Halaman
JUDUL	i
PERSEMBAHAN	ii
MOTO	iii
PERNYATAAN	iv
PEMBIMBINGAN	v
PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Potensiometri	7
2.1.1 Elektroda Pembanding	8
2.1.2 Elektroda Kerja	9
2.2 Elektroda Selektif Ion	10
2.3 Bahan Aktif Elektroda Selektif Ion	12
2.4 Senyawa Kaliksarena	12
2.5 Kaliksaren sebagai bahan aktif dalam ESI	14
2.6 Logam Berat	16
2.6.1 Tembaga	17

2.7 Senyawa Koordinasi (Keseimbangan Reaksi Pembentukan Kompleks)	19
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	22
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	22
3.2 Diagram Alir Penelitian.....	22
3.3 Alat dan Bahan.....	23
3.3.1 Alat	23
3.3.2 Bahan.....	23
3.4 Prosedur Penelitian	23
3.4.1 Preparasi Bahan	23
3.4.2 Pembuatan Elektroda Pembanding Ag/AgCl.....	24
3.4.3 Pembuatan Elektroda Grafik Epoksi – Kaliksaren	24
3.4.4 Desain Elektroda Grafit Epoksi-Kaliksaren	24
3.4.5 Optimasi pH Buffer	25
3.4.6 Karakterisasi Elektroda Selektif Ion.....	25
BAB 4. HASIL PEMBAHASAN.....	27
4.1 Desain Elektroda Grafit-Epoksi-Kaliksaren	27
4.2. Profil dan Respon Elektroda Grafit-Epoksi-Kaliksaren	28
4.3 Optimasi pH Larutan Buffer Fosfat	30
4.4 Karakteristik Elektroda Kerja Grafit-Epoksi-Kaliksaren.....	31
4.4.1 <i>Linier Range</i>	31
4.4.2 Sensitifitas	31
4.4.3 Limit deteksi	32
4.4.4 Repeatibilitas	32
4.4.5 Selektifitas	32
4.4.6 <i>Life time</i>	34
BAB 5. PENUTUP.....	36
5.1 Kesimpulan.....	36
5.2 Saran	36
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

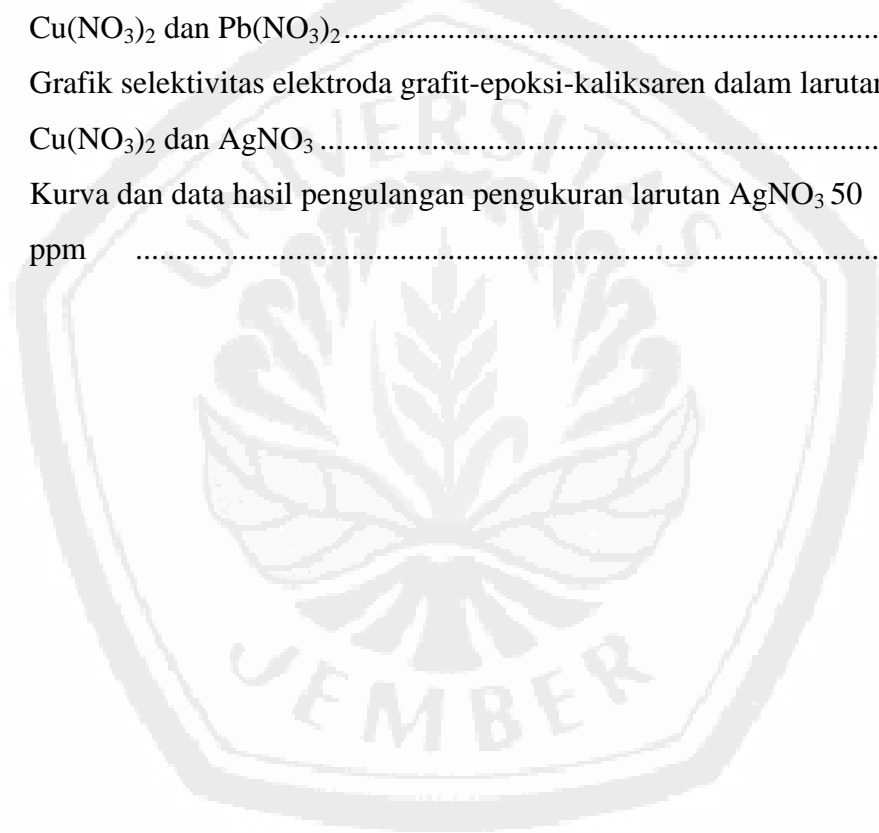
	Halaman
A.6 Data optimasi pH buffer fosfat 5×10^{-4} M.....	42
B.8 Data kalibrasi $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dalam buffer fosfat pH 8	45
D.4 Tabel pengukuran repeabilitas elektroda epoksi kaliksaren	47
E.1 Repeabilitas elektroda kerja hari pertama hingga hari ketiga.....	48
F.1 Data uji selektivitas elektroda kerja dalam larutan campuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	49
F.2 Data uji selektivitas elektroda kerja dalam larutan campuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dan AgNO_3	49
G.1 Pengukuran larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 50 ppm selama penelitian.....	51



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Diagram pengukuran potensial (Wang, 2000)	10
2.2 Bentuk konformasi kaliks[4]arena tersubstitusi.....	12
2.3 Sistem penomoran kaliksarena.....	12
2.4 Senyawa target hasil proses eterifikasi p- <i>tert</i> -butilkaliksarena (Sumardiyono, 2008).	13
3.1 Diagram alir penelitian.....	21
3.2 Susunan peralatan dalam analisis potensiometri sistem batch.....	23
3.3 Desain elektroda kerja grafit-epoksi-kaliksaren.....	24
4.1 Desain elektroda grafit-epoksi-kaliksaren.....	27
4.2 Kurva perubahan potensial antara larutan buffer fosfat pH 8 (<i>blanko</i>) dan larutan Cu(NO ₃) ₂ 50 ppm.....	28
4.3 Kurva uji trend Nerstian dari elektroda grafit-epoksi-kaliksaren	29
4.4 Grafik optimasi pH buffer fosfat.....	30
4.5 Kurva dan grafik kalibrasi larutan Cu(NO ₃) ₂ dengan variasi konsentrasi 1,07x10 ⁻⁴ ; 1,60x10 ⁻⁴ , 2,13x10 ⁻⁴ , 2,67x10 ⁻⁴ , 3,20x10 ⁻⁴ , dan 3,73x10 ⁻⁴ M.....	31
4.6 Grafik uji selektivitas larutan Cu(NO ₃) ₂ + Pb(NO ₃) ₂	33
4.7 Grafik uji selektivitas larutan Cu(NO ₃) ₂ + AgNO ₃	34
4.8 (a) Sebelum penyimpanan dalam larutan CuSO ₄ dan (b) elektroda setelah penyimpanan dalam larutan CuSO ₄ selama dua hari	34
4.9 Grafik uji life time elektroda grafik-epoksi-kaliksaren.....	35
A.1 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ 50 ppm dalam buffer fosfat pH 6,5	41
A.2 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ dalam buffer fosfat pH 7.....	41
A.3 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ dalam buffer fosfat pH 7,5.....	41
A.4 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ dalam buffer fosfat pH 8.....	42
A.5 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ dalam buffer fosfat pH 8,5.....	42
B.1 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ konsentrasi 10 ppm	43
B.2 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ konsentrasi 20 ppm	43
B.3 Kurva pengukuran Cu(NO ₃) ₂ konsentrasi 30 ppm	43

B.4	Kurva pengukuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ konsentrasi 40 ppm	44
B.5	Kurva pengukuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ konsentrasi 50 ppm	44
B.6	Kurva pengukuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ konsentrasi 60 ppm	44
B.7	Kurva pengukuran $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ konsentrasi 70 ppm	44
D.1	Kurva pengukuran repeatibilitas hari pertama	47
D.2	Kurva pengukuran repeatibilitas hari kedua	47
D.3	Kurva pengukuran repeatibilitas hari ketiga	47
F.3	Grafik selektivitas elektroda grafit-epoksi-kaliksaren dalam larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	49
F.4	Grafik selektivitas elektroda grafit-epoksi-kaliksaren dalam larutan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dan AgNO_3	49
F.5	Kurva dan data hasil pengulangan pengukuran larutan AgNO_3 50 ppm	50



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A Optimasi pH buffer	41
B Grafik dan data kalibrasi $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dalam buffer fosfat pH8.....	43
C Perhitungan limit deteksi.....	46
D Repeatibilitas elektroda grafit-epoksi-kaliksaren.....	47
E Data uji repeatibilitas elektroda kerja grafit-epoksi-kaliksaren.	48
F Perhitungan selektivitas elektroda kerja grafit-epoksi-kaliksaren .	49
G <i>Life time</i> elektroda kerja grafit-epoksi-kaliksaren.....	51

