

**FABRIKASI MEMBRAN OPTODE MENGGUNAKAN TEKNOLOGI PRINTER PC  
UNTUK ANALISA KUANTITATIF Fe (II)  
DENGAN REAGEN KERING 1, 10-FENANTROLIN**

**SKRIPSI**



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



Aksi 11 Indiah  
Pembelian

S  
Klass  
543  
PAA  
f  
C.1

Oleh : Terima : Tgl. 11 JAN 2003  
No. Induk : idau

**Remy Dinar Prasasti**

**NIM. 981810301013**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2002**

MOTTO

Satu-satunya sumber pengetahuan adalah pengalaman  
(**Albert Einstein**)

Pengalaman adalah nama yang diberikan semua orang  
kepada kekeliruan mereka (**Oscar Wilde**)

Orang yang tidak pernah membuat kekeliruan adalah orang  
yang tidak pernah melakukan apapun (**Theodore Roosevelt**)

KALAU A ADALAH SUKSES DALAM KEHIDUPAN. MAKA  $A = X + Y + Z$ . X ADALAH KERJA. Y ADALAH MAIN. DAN Z ADALAH TUTUP MULUT (**ALBERT EINSTEIN**)

SUKSES ITU TIDAK FINAL SIFATNYA DAN KEGAGALAN ITU TIDAK FATAL SIFATNYA (**WINSTON CHURCHILL**)

*Apapun yang Anda lakukan itu takkan ada artinya. Tetapi sangatlah penting bahwa Anda melakukannya (Mahatma Gandhi)*

*Dimana ada kemauan besar. Disana takkan ada kesulitan (Niccolo Machiavelli)*

PERSEMBAHAN

*Maha Karya ini kupersembahkan untuk :*

*Islam* sebagai pegangan hidupku dan *Allah* tuhanku yang akan selalu kujunjung tinggi.

*Mama dan Papa tersayang.* Terima kasih Mama yang telah memberikan dukungan moril (atas nasehat, do'a, restu, spirit dan kesabaran mama terhadapku sampai aku berhasil menjadi seorang sarjana.). Terima kasih Papa yang tidak hentinya memberikan dukungan material (terima kasih atas semua yang telah diusahakan dan diberikan Papa)

*Kakak dan Adikku tersayang.* Terima kasih *mbak Sita* yang telah memberikan saran, masukan dan dukungan serta pengalamanmu memacuku untuk dapat menjadi yang terbaik. *Adikku Arel*, sikap dan fikiran dewasa sudah lama kita (keluarga) tunggu.

Sobatku *Yanti* dan *Neny*. Kalian adalah sahabat sekaligus keluarga yang baik yang aku temukan di Jember dan terima kasih sudah memperkenalkan isi bumi Jember sejak pertama kali kupijakkan kakiku disini.

Teman satu profesi, **E'en** (Kimia'98-UNIBRAW) dan **Rika** (Kimia'98-UNAIR), terimakasih atas kritik, saran dan masukan saat penelitian hingga kesuksesan ujian skripsi kuraih.

Teman-teman satu laboratorium Analitik, **Diana, Rosmalia, Ika, Tanti, mbak Sari'97, Handoko, Hendrik, Dayat** (terima kasih atas kebersamaan dan kerjasama kalian di lab).

Teman-teman magang di PT. Kertas Leces Probolinggo, **Ewa, Dayat, Jacky**. Benar-benar pengalaman dan petualangan yang mengesankan.

Teman-teman **angkatan'98** (terima kasih atas kebersamaan dan kenangan yang sudah dijalani di bangku kuliah) dan semua warga kimia yang nggak bisa kusebut satu per satu.

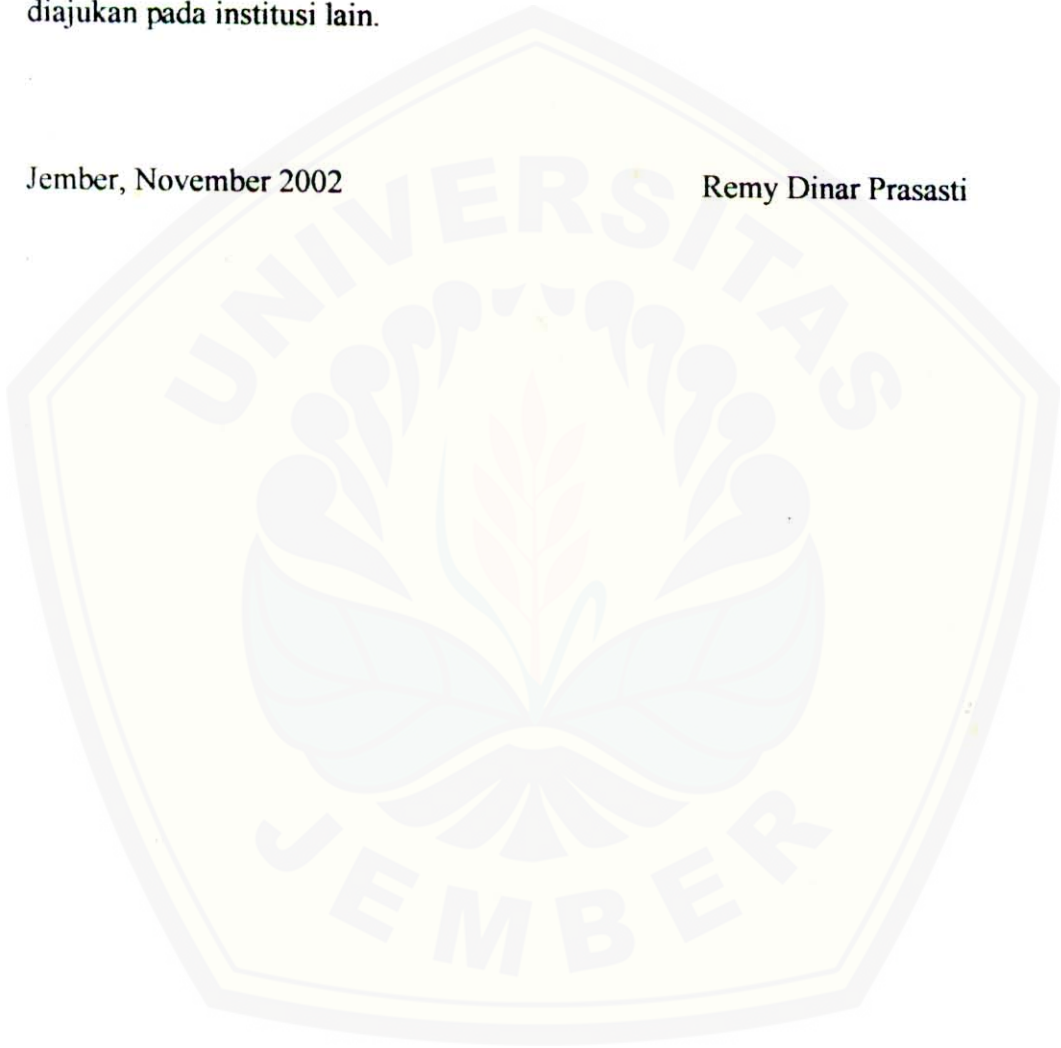
**Almamaterku tercinta**, terima kasih sudah menjadikan aku yang terbaik yang mungkin belum tentu bisa kuraih di 'tempat' lain.

**DEKLARASI**

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan Maret sampai dengan September 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, November 2002

Remy Dinar Prasasti



## ABSTRAK

**Fabrikasi Membran Optode Menggunakan Teknologi Printer PC Untuk Analisa Kuantitatif Fe(II) Dengan Reagen Kering 1,10-Fenantrolin**, Remy Dinar Prasasti, 981810301013, Skripsi, November 2002, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Metode sensor kimia dengan menggunakan reagen kering 1,10-fenantrolin untuk analisis Fe(II) didasarkan pada karakteristik analitis pada lapisan variabel kimia (kromofor). Teknik imobilisasi dilakukan dengan proses *screen-printing* pada printer PC yang akan menempatkan posisi PVC/phen secara terkontrol sehingga diperoleh lapisan dengan permukaan lebih rata dan teratur. Hal ini merupakan langkah awal dalam pengontrolan ketebalan membran optode sehingga kesalahan pengulangan dalam pengukuran dapat dikurangi. Karakteristik analitis dari membran optode pada kondisi pH 7 meliputi nilai batas deteksi, sensitivitas dan reproduibilitas pengukuran kompleks  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  menggunakan reagen larutan berturut-turut adalah 0,043 ppm ( $7,68 \cdot 10^{-7}$  M); 0,0707 ppm ( $1,26 \cdot 10^{-6}$  M) dan 8,88%. Sedangkan dengan menggunakan reagen kering berturut-turut sebesar 0,035 ppm ( $6,25 \cdot 10^{-7}$  M); 0,194 ppm ( $3,46 \cdot 10^{-6}$  M) dan 3,5%. Karakteristik tersebut menunjukkan bahwa penggunaan membran optode dalam analisis Fe(II) dapat menggantikan metode reagen larutan dengan kemudahan dan kecepatan dalam pengukuran serta informasi yang diberikan seakurat metode reagen larutan dengan tingkat korelasi 98%. Karakteristik lain membran optode adalah waktu respon lebih cepat pada kondisi pH 3 (2 menit) dibandingkan pada kondisi pH 7 (30 menit). Dalam penelitian ini walaupun membran dapat diregenerasi, disarankan membran optode digunakan satu kali pakai untuk hasil pengukuran yang optimal.

*Kata Kunci : Fabrikasi, Membran Optode, Imobilisasi, Karakteristik*

**HALAMAN PENGESAHAN**

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


Hari : *Senin*

Tanggal : *30 DEC 2002*

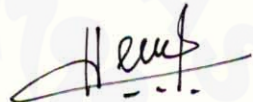
Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Jember

Tim Penguji


Ketua (Dosen Pembimbing Utama)

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


Sekretaris (Dosen Pembimbing Anggota)

  
(Asnawati, SSi, MSi)  
NIP 132 240 146

Anggota I

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


Anggota II

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

Mengesahkan



Dekan FMIPA UNEJ

  
(Dr. Sumadi, MS)  
NIP. 130 368 784

## KATA PENGANTAR

Rasa syukur yang teramat dalam penulis panjatkan kehadiran Allah S.W.T yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga skripsi ini akhirnya dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dari berbagai pihak, karya ini tidak dapat terselesaikan. Pada kesempatan ini penulis menyampaikan rasa terima kasih dan penghargaan 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, atas ide, bimbingan, motivasi dan sarannya.
4. Dosen Pembimbing Anggota, atas dorongan, bimbingan dan sarannya.
5. Dosen Penguji, atas kritik dan sarannya.
6. Seluruh Staf Dosen dan Administrasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
7. Ketua Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
8. Seluruh Keluargaku tercinta yang telah sepenuh hati memberikan dukungan moril maupun material.
9. Seluruh teman-teman seperjuangan angkatan'98
10. Semua pihak yang telah membantu terselesaikannya penulisan skripsi ini.

Akhirnya tiada lain yang menjadi harapan, kecuali kritik serta saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Harapan penulis semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi terhadap kemajuan ilmu pengetahuan khususnya bidang ilmu kimia analitik.

Jember, November 2002.

Penulis

DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN DEKLARASI</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiv
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
2.1 Teknik Pelapisan Komposit .....	4
2.2 Printer .....	5
2.3 Membran Optode .....	6
2.3.1 Teknik Imobilisasi Entrapmen.....	7
2.3.2 Polivinil Klorida (PVC) .....	8
2.3.3 1,10-Fenantrolin .....	9
2.4 Besi (Fe) .....	9
2.4.1 Kimiawi Fe(II).....	11
2.4.2 Fe dalam Sistem Perairan .....	11
2.5 Spektrofotometri UV-VIS .....	12



<b>III. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>15</b>
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	15
3.2 Rancangan Penelitian.....	15
3.3 Bahan dan Alat Penelitian .....	16
3.3.1 Bahan Penelitian .....	16
3.3.2 Alat Penelitian .....	16
3.4 Prosedur Kerja .....	16
3.4.1 Teknik Fabrikasi .....	16
3.4.1.1 Perancangan Alat Cetak-Printer .....	16
3.4.1.2 Preparasi Membran .....	17
3.4.1.3 Prosedur Fabrikasi Membran Optode.....	17
3.4.2 Studi Kompatibilitas PVC sebagai Bahan Pendukung Fenantrolin.....	18
3.4.3 Preparasi Larutan .....	18
3.4.3.1 Larutan Buffer .....	18
3.4.3.2 Larutan Hidroxylammonium Hidroklorida .....	18
3.4.3.3 Larutan 1,10-fenantrolin.....	19
3.4.3.4 Larutan Induk Fe(III) 100 ppm .....	19
3.4.3.5 Larutan Standar Referensi Fe (Larutan Kerja) .....	19
3.4.3.6 Larutan Blanko .....	19
3.4.4 Parameter yang Ditentukan .....	20
3.4.4.1 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda_{maks}$ ).....	20
3.4.4.2 Studi Pengaruh pH .....	20
3.4.4.3 Penentuan Waktu Respon.....	20
3.4.4.4 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	21
3.4.5 Karakterisasi Membran Optode .....	21
3.4.5.1 Batas Deteksi .....	21
3.4.5.2 Sensitivitas .....	22
3.4.5.3 Selektivitas.....	22
3.4.6 Penentuan Batas Pemakaian Membran Optode.....	22
3.4.7 Validasi Metode .....	23

3.4.7.1 Uji Statistik (Uji-t) .....	23
3.4.7.2 Analisis Regresi .....	23
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>24</b>
4.1 Sistem <i>Screen-Printing</i> .....	24
4.2 Kompatibilitas PVC sebagai Bahan Pendukung 1,10-fenantrolin .....	26
4.3 Karakteristik Analitis Membran Optode terhadap Metode Analisis Fe(II) Menggunakan Reagen Larutan .....	28
4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda_{maks}$ ) .....	28
4.3.2 Penentuan pH Optimum .....	30
4.3.3 Kurva Kalibrasi .....	32
4.3.4 Penentuan Batas Deteksi ( <i>Limit of Detection</i> , LOD).....	36
4.3.5 Penentuan Sensitivitas .....	37
4.3.6 Penentuan Selektivitas .....	37
4.3.7 Penentuan Waktu Respon ( $t_{respon}$ ) Membran Optode.....	39
4.3.8 Studi Regenerasi Membran Optode.....	40
4.3.9 Analisis Data Regresi Metode Reagen Larutan dan Metode Reagen Kering 1,10-fenantrolin dalam Penentuan Logam Fe(II) .....	41
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>45</b>

DAFTAR TABEL

Tabel-1	Sifat-sifat Fe.....	10
Tabel-2	Tabel Pengamatan Kompatibilitas PVC sebagai Bahan Pendukung 1,10-fenantrolin .....	26
Tabel-3	Data Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi (0-10 ppm) .....	33
Tabel-4	Data Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi (pH 7 pada 0-2 ppm dan pH 3 pada 0-1 ppm) .....	35
Tabel-5	Data Hasil Analisis RSD (%) .....	35
Tabel-6	Data Perbedaan absorbansi antara Logam Fe(II) dengan Logam Fe(II) Ditambah Logam Lain pada $\lambda_{maks}Fe(II)$ ...	38
Tabel-7	CFSE Untuk Ion Logam Kompleks Oktahedral Fe(II) Dan Ni(II).....	38

## DAFTAR GAMBAR

Gambar-1	Susunan Perangkat Printer Dot Matriks .....	5
Gambar-2	Struktur Polimer PVC.....	8
Gambar-3	Struktur 1,10-Fenantrolin .....	9
Gambar-4	Serapan Cahaya oleh Spesi Kimia.....	12
Gambar-5	Kurva Hubungan Antara Absorban dan Konsentrasi .....	14
Gambar-6	Sistem <i>Screen-printing</i> pada Printer Dot Matriks .....	16
Gambar-7	Struktur Mikroskopik Membran Optode .....	25
Gambar-8	Desain Membran Optode Fenantrolin .....	27
Gambar-9	Struktur Mikroskopik Optik Permukaan Membran Optode Sebelum dan Sesudah Reaksi .....	28
Gambar-10	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada Larutan Standar 10 ppm pH 7 dengan Reagen Larutan .....	29
Gambar-11	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum pada Larutan Standar 10 ppm pH 7 dengan Reagen Kering.....	29
Gambar-12	Kurva Optimasi pH pada Larutan Standar 10 ppm dengan Reagen Larutan Pada $\lambda_{maks}$ 512 nm .....	30
Gambar-13	Kurva Optimasi pH pada Larutan Standar 10 ppm dengan Reagen Kering Pada $\lambda_{maks}$ 508 nm.....	31
Gambar-14	Kurva Kalibrasi Metode Reagen Larutan pH 3 dan pH 7 pada $\lambda_{maks}$ 512 nm dengan Range Linier 0-10 ppm .....	32
Gambar-15	Kurva Kalibrasi Metode Reagen Kering pH 3 dan pH 7 pada $\lambda_{maks}$ 508 nm dengan Range Linier 0-10 ppm.....	32
Gambar-16	Kurva Kalibrasi Metode Reagen Larutan dengan Range Linier 0-1 ppm untuk pH 3 dan Range Linier 0-2 ppm untuk pH 7 pada $\lambda_{maks}$ 512 nm.....	34

Gambar-17 Kurva Kalibrasi Metode Reagen Kering dengan Range Linier 0-1 ppm untuk pH 3 dan Range Linier 0-2 ppm untuk pH 7 pada $\lambda_{maks}$ 508 nm:.....	34
Gambar-18 Grafik Waktu Respon Membran Optode pada Larutan Standar pH 7 dengan Konsentrasi 10 ppm ( $\lambda_{maks}$ 508) .....	39
Gambar-19 Grafik Studi Regenerasi (Penentuan Batas Pemakaian) Membran Optode pada Larutan Standar pH 3 dan pH 7 dengan Konsentrasi 10 ppm yang Diregenerasi Menggunakan 0,5 M HCl ( $\lambda_{maks}$ 508 nm) .....	40
Gambar-20 Kurva Analisis Regresi Metode Reagen Larutan dan Reagen kering 1,10-Fenantrolin dalam Penentuan Fe(II) pH 7 dengan Konsentrasi 10 ppm .....	42

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran-1 : Data Absorban Larutan Blanko pada pH 7 untuk Menentukan Panjang Gelombang Maksimum .....	48
Lampiran-2 : Data Absorban Larutan Kompleks Fe(II) dengan 1,1-Fenantrolin pada pH 7 untuk Menentukan Panjang Gelombang Maksimum .....	50
Lampiran-3 : Data Optimasi pH .....	52
Lampiran-4 : Data Kalibrasi pH 3 dan pH 7 .....	53
Lampiran-5 : Data Penentuan Selektivitas Fe(II) terhadap Logam Lain pada Perbandingan 1:10 .....	54
Lampiran-6 : Data Penentuan Waktu respon Membran Optode pada Panjang Gelombang 508 nm .....	55
Lampiran-7 : Data Penentuan Batas Pemakaian Membran Optode (Studi Regenerasi) .....	56
Lampiran-8 : Data Sementara Penentuan Waktu Hidup Membran Optode .....	57
Lampiran-9 : Perhitungan Batas Deteksi $Y_{(LOD)}$ .....	58
Lampiran-10: Perhitungan Sensitivitas .....	62
Lampiran-11 : Daftar Karakteristik Membran Optode terhadap Metode Reagen Larutan .....	64
Lampiran-12: Analisis Uji-t .....	65
Lampiran-13: Analisis Regresi .....	67
Lampiran-14: Contoh Membran Optode .....	69



## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Fe merupakan salah satu jenis pencemar air, oleh karena itu keberadaannya perlu dimonitor. Monitoring Fe dalam air dapat dilakukan melalui uji kimiawi. Pada umumnya analisa Fe dilakukan menggunakan spektrofotometri (Alvarts and Santika, 1986), dimana digunakan instrumentasi yang besar dan penanganan sampel yang rumit sehingga membutuhkan banyak waktu dan tenaga, hal ini dapat meningkatkan kontaminasi dan menurunkan akurasi.

Sejalan dengan perkembangan ilmu pengetahuan, telah berhasil dikembangkan beberapa metode yang praktis dan sederhana untuk mendeteksi keberadaan logam-logam berat dalam sistem air, dengan menggunakan sensor kimia. Sensor kimia tidak bersaing kuat dengan teknik spektrofotometri tapi hanya melengkapinya karena dengan metode ini dapat diperoleh kemudahan pengukuran, kecepatan dan keakuratan informasi mengenai analit dalam sampel yang kompleks. Teknik sensor ini memanfaatkan sifat sensitivitas serta selektivitas dari suatu lapisan variabel kimia (kromofor) yang dengan indikator atau reagen tertentu membentuk fenomena fisik berupa kompleks warna dengan logam-logam transisi sebagai analit, yang di dalamnya menyebabkan perubahan spektrum absorpsi. Selanjutnya informasi diubah menjadi signal optik/elektrik (Kellner, *et al.*, 1998).

Pokok permasalahan dalam deteksi logam berat menggunakan sensor kimia adalah menghasilkan lapisan (*thin-film*) sensor untuk ion Fe(II), dimana seperti yang sudah dilakukan sebelumnya dan pada umumnya teknik deposisi membran secara konvensional dilakukan dengan teknik manual (*deep-coating*, tetes dan lain-lain). Hal ini akan menjadi tidak efektif disamping adanya faktor kesalahan atau ketidaktepatan manusia dalam proses pencetakan sehingga berpengaruh terhadap ketebalan, reproduibilitas, dan sensitivitas sensor yang dihasilkan.

Hadirnya teknologi elektronik digital dan komputer saat ini memungkinkan untuk memanfaatkannya dalam teknik fabrikasi membran, dimana

proses pencetakan berdasarkan *screen-printing* yang meliputi materi komposit didepositkan pada media pendukung dilakukan printer. Printer sebagai salah satu komponen perangkat keras komputer, dapat memberikan proses pencetakan dengan cepat sehingga campur tangan manusia dapat dikurangi. Fabrikasi membran menggunakan printer ini diharapkan memberikan keuntungan, diantaranya adalah ketebalan film yang sama, membran optode responsif terhadap logam Fe(II) sehingga reproduibilitas dan selektivitasnya tinggi. Disamping itu terdapat kelebihan lain, yaitu mencetak membran dengan memodifikasi bentuk dan ukuran sesuai keinginan pemrogram.

Melihat keuntungan dari teknik fabrikasi di atas, maka melalui penelitian ini akan dirancang suatu sistem *screen-printing* menggunakan printer dengan memanfaatkan teknologi komputer, sehingga dihasilkan sensor kimia untuk menentukan logam Fe(II) menggunakan reagen kering 1,10-fenantrolin yang diimobilisasi pada matrix PVC secara entrapmen. Sensor logam Fe(II) ini akan membentuk kompleks berwarna yang spesifik (orange-merah) dalam sampel air pada daerah tampak sehingga analisis ini dapat dilanjutkan secara spektrofotometri sebagai metode karakterisasinya.

## 1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan-permasalahan yang terdapat dalam penelitian ini meliputi :

- 1) apakah teknik *screen-printing* pada printer dot matrix yang digunakan dalam mendesain membran optode menghasilkan permukaan yang rata ?
- 2) bagaimanakah kompatibilitas PVC sebagai bahan pendukung 1,10-fenantrolin dengan cara cetak tersebut ?
- 3) bagaimanakah karakteristik analitis membran optode menggunakan teknik cetak tersebut terhadap metode larutan ?



### 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan sebagai berikut :

- 1) mengembangkan teknik fabrikasi sebagai suatu sistem untuk menghasilkan proses pengontrolan pencetakan materi komposit dengan permukaan rata dan ketebalan relatif sama serta pola cetakan yang searah,
- 2) mempelajari komabilitas PVC sebagai bahan pendukung 1,10-fenantrolin dengan cara cetak menggunakan printer PC,
- 3) mempelajari karakteristik analitis membran optode terhadap metode larutan, yang meliputi sensitifitas, batas deteksi, selektifitas, reproduibilitas waktu respon dan batas pemakaian.

### 1.4 Manfaat Penelitian

- 1) teknik fabrikasi digital pada membran optode ini nantinya dapat menganalisis logam Fe(II) dalam sampel air dengan reproduibilitas dan sensitifitas tinggi, pengoperasian yang mudah dan dapat memodifikasi bentuk serta ukuran lapisan dalam waktu yang relatif cepat,
- 2) menjadikan suatu model prototipe yang dapat terus dikembangkan baik dalam hal perlengkapan, prinsip *screen-printing* ataupun teknik fabrikasinya.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Teknik Pelapisan Komposit

Beberapa teknik pelapisan untuk pembuatan membran sebagai sistem sensor kimia optik dari komposit sangat diperlukan untuk melapisi dan mendesainnya pada suatu bahan pendukung. Teknik yang sering digunakan salah satunya adalah teknik manual (*Hand Lay-Up*). Proses manual ini menggunakan peralatan sederhana dan tidak mahal. Dalam proses dasarnya sulit untuk menentukan keseragaman dari ketebalan. Sebagai alternatif adalah menggantikan cetakan menjadi cetak-tekan untuk menghasilkan produk yang lebih seragam dengan ketebalan yang telah ditetapkan (Powell, 1994).

Salah satu metode yang sangat sederhana dan umum digunakan dalam teknik ini untuk fabrikasi adalah *screen-printing*, yaitu metode pelapisan yang digunakan untuk melapisi material (elektroda) pada suatu range yang terkontrol dan bersifat melindungi (Kellner, *et al.*, 1998). Disini beberapa lapisan dari material yang berbeda didepositkan pada bagian atas bahan pendukung, sehingga *screen-printing* ini merupakan teknik penebalan film yang sangat kuat (Albareda, *et al.*, 2001).

Metode *screen-printing* termasuk dalam suatu proses apa yang disebut dengan '*Chemical Embossing*'. Teknik *emmbossing* kimia ditemukan oleh Conyoleum Nairn pada tahun 1950-an di USA. Metode tersebut diberikan untuk menghasilkan pola cetakan yang bersifat menghias dengan tekstur permukaan yang sempurna dalam suatu susunan antara tingkat yang satu dengan yang lainnya. Hal itu sulit sekali untuk dicapai dengan cara mekanik, karena bahan yang selalu elastis pada beberapa tingkatan selama pelapisan. Lapisan yang ditimbulkan umumnya dapat difungsikan. Prosedur dasarnya meliputi pelapisan substrat dengan plastisol, yang dalam kasus tertentu melalui perlakuan fisik (Morton and Jones, 1989).

Seiring kemajuan teknologi pada bidang elektronik, ketajaman dan deposit membran menunjukkan batas akurasi dan presisi. Teknologi pelapisan dan penebalan film, peralatannya memiliki kesesuaian dalam sirkuit elektronik

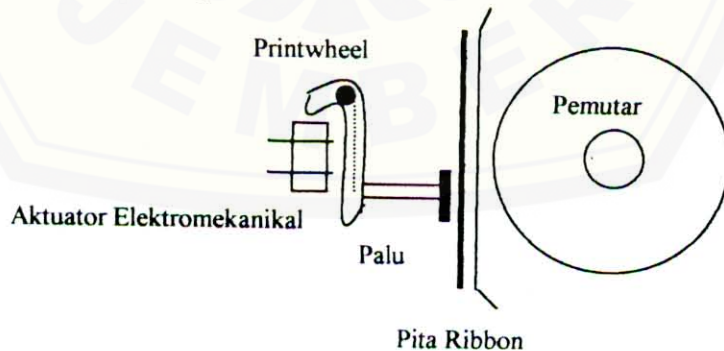
fabrikasi yang diminiatur. Beberapa teknologi yang berbeda sudah tersedia saat ini, semua itu sesuai untuk adaptasi pendepositan lapisan transduser (Kellner, *et al.*, 1998).

## 2.2 Printer

Printer adalah *output device* yaitu piranti yang hanya dapat memberikan atau menghasilkan output. Printer menyajikan output dalam bentuk '*Human Readable*' yaitu bentuk yang dapat dibaca oleh manusia (Suryatmo dan Rusmadi, 2000).

Ada beberapa jenis printer dan pada dasarnya terbagi dua, yaitu *dot matrix printer* dan *letter quality printer*. Printer selalu mencetak dalam dua arah (*bidirectional*) dengan kecepatannya bermacam-macam. Printer yang dihubungkan dengan PC (komputer pribadi) kecepatan cetak printer dot matrix berkisar antara 80 cps - 400 cps (cps adalah singkatan dari *character per second* atau karakter per detik) (Gunadi, 1988).

Printer *dot matrix* adalah *impact printer* karena mempergunakan 'teknik cetak' dengan pukulan hammer (palu). Pada umumnya printer jenis ini menggunakan 'print wheel' sebagai '*printing mechanism*'. Print Wheel selain berputar juga bergerak dari kiri ke kanan dan palu akan memukul setiap karakter yang ada pada print wheel sesuai dengan data yang akan di-print, lihat Gambar-1 (Suryatmo dan Rusmadi, 2000).



**Gambar-1.** Susunan Perangkat Printer Dot Matrix

### 2.3 Membran Optode

Membran secara umum didefinisikan sebagai perintang selektif antara dua fasa, istilah 'selektif' sudah menjadi sifat membran ataupun pada prosesnya (Mulder, 1991). Sedangkan membran optode (optik dan elektrode) disini merupakan membran sebagai sistem sensor kimia optik, artinya sebagai sensor yang bekerja selektif pada analit tertentu.

Kellner (1998) menyatakan bahwa pengukuran konsentrasi analit dalam sampel yang menjadi sifat optiknya dapat digunakan sebagai sistem pengenalan dengan mengukur perubahan warna. Untuk maksud ini, indikator seringkali berikatan langsung pada serat atau matriks dengan teknik imobilisasinya didasarkan pada adsorpsi resin penukar (ion), pengikatan pada polimer ataupun dengan imobilisasi kovalen.

Sensor seperti itu disebut optrode atau optode, yang dikembangkan untuk pengukuran pH, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, ion-ion logam berat dan beberapa spesies lain. Masing-masing indikator diimobilisasi pada serat/matriks dan perubahan warna diukur.

Supaya menghasilkan sensor yang reversibel, kesetimbangan kimia antara reagen yang diimobilisasi dan analit dalam larutan digunakan suatu penghitungan. Dengan menganggap kasus yang sederhana pada reaksi analit A dengan reagen R yang diimobilisasi :



Untuk membentuk kesetimbangan antara kompleks AR pada matriks dan reagen yang diimobilisasi R valid, maka :

$$K = \frac{[AR]}{[A][R]} \quad (2-2)$$

Dalam kasus pengukuran pada sifat optik AR diperoleh signal dengan hubungan konsentrasinya :

$$[AR] = K [A] [R] \quad (2-3)$$

Dengan menggap 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 2-3 dapat ditulis kembali dalam hubungannya dengan konstanta kesetimbangan K :

$$[AR] = \frac{K \cdot C_A C_R}{1 + K \cdot C_A} \quad (2-4)$$

Kurva kalibrasi (hubungan antara konsentrasi kompleks reagen  $[AR]$  dan konsentrasi analit  $C_A$ ) akan linier hanya pada konsentrasi analit yang rendah (untuk  $K C_A \ll 1$  atau  $C_A \ll 1/K$ ). Pada konsentrasi analit yang tinggi, kurva mendekati hasil limit karena reagen jenuh oleh analit.

### 2.3.1 Teknik Imobilisasi Entrapmen

Imobilisasi merupakan proses pemasangan secara tepat komponen material pada transduser (Eggins, 1997), sehingga dihasilkan membran optode yang aktif dalam fasa meruah (*bulk*).

Dalam teknik entrapmen, komponen material (reagen) dicampurkan dengan larutan mono/polimer, yang selanjutnya polimerik menjadi gel yang menjerat komponen material tersebut, namun masih terdapat beberapa kekurangan didalamnya :

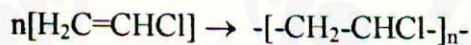
- 1) hasil tersebut menimbulkan penghalangan sehingga menghambat difusi analit, yang menyebabkan reaksi menjadi lambat dan berpengaruh pada respon waktu,
- 2) komponen material kehilangan aktifitasnya melalui pori-pori gel.

Bahan polimerik yang umum digunakan dalam teknik ini adalah nylon, polyacrylamid dan polimer konduktif seperti polypirrol (Eggins, 1997).

### 2.3.2 Polivinil Klorida (PVC)

Polivinil klorida (PVC) merupakan salah satu jenis polimer kelompok vinyl (yang struktur dasarnya adalah  $-\text{CH}_2-\text{CHX}-$ ). Untuk polivinil klorida, gugus X ini adalah  $-\text{Cl}$ . PVC lebih keras dan lebih tahan terhadap pelarut atau cairan hidrokarbon dibandingkan dengan polietilen (yang struktur dasarnya adalah  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ ). Hal ini disebabkan oleh penggantian  $-\text{H}$  dengan gugus  $-\text{Cl}$  pada struktur dasarnya (Brydson, 1982., dalam Rochmadi, 1995).

Brydson (1982) (dalam Rochmadi, 1995) juga menyatakan bahwa PVC dibuat dari monomer vinil klorida ( $\text{CH}_2=\text{CHCl}$ ) yang dipolimerisasi dengan mekanisme radikal bebas (*free radical*). Reaksi yang terjadi adalah pembukaan ikatan rangkap  $\text{C}=\text{C}$  dari monomer, lalu menyumbangkan satu sama lain sehingga menjadi polimer :



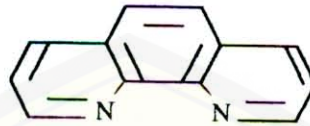
**Gambar-2.** Struktur polimer poli(vinil klorida)

Posisi atom  $-\text{Cl}$  di dalam struktur polimer cukup menentukan sifat fisis dan kimia dari PVC. Adanya ikatan  $\text{C}-\text{Cl}$  menyebabkan PVC bersifat lebih polar, sehingga mempunyai konstanta dielektrik lebih tinggi dari polietilen. *Solubility parameter* PVC sebesar  $19,4 \text{ Mpa}^{0,5}$ . Umumnya *solubility parameter* cairan hidrokarbon hanya  $18 \text{ Mpa}^{0,5}$  ke bawah, sehingga PVC tidak larut dalam hidrokarbon, dan pelarut yang sering digunakan untuk melarutkan PVC adalah *cyclohexanone* dan *tetrahydrofuran*. Senyawa plasticizer yang sering dipakai adalah ester dari asam ftalat, senyawa ini memperbaiki sifat plastisitas dari PVC, dimana PVC murni sifatnya lebih keras dan kaku.

Polivinil klorida bersifat tahan asam dan basa, sehingga bersifat stabil, serta tidak mudah terbakar. Adanya ikatan silang dalam PVC diharapkan dapat dimanfaatkan dalam teknik entrapmen untuk menjerat reagen indikator (Coward, 1991). Hal tersebut menunjukkan bahwa PVC sangat cocok digunakan sebagai *solid support* (fase pendukung padat) pada teknik imobilisasi.

### 2.3.3 1,10-Fenantrolin

1,10-fenantrolin atau 4,5'-fenantrolin,  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  memiliki berat molekul 198,22 dan 90,91% membentuk anhidrat dengan kandungan  $H_2O$  9,09%. Untuk anhidrat terdiri dari 79,98% C; 4,48% H dan 15,55% N (Stecher, *et al.*, 1960).



**Gambar-3.** Struktur 1,10-fenantrolin

Fenantrolin merupakan suatu senyawa poliaromatis dimana kedua nitrogennya didasarkan pada kandungannya terhadap fenantren. Bentuk ortho pada indikator oksidasi-reduksi menentukan pembentukan warna biru redup (samar-samar) dalam keadaan teroksidasi (Parker, 1986). Wujud dari fenantrolin berupa kristal bubuk, putih, melebur pada  $117^{\circ}C$ , larut dalam air, benzene, alkohol dan aceton (Stecher, *et al.*, 1960).

Fenantrolin salah satu reagen yang selektif dan spesifik dengan memberikan warna merah membentuk senyawa kompleks dengan ion ferro ( $Fe^{2+}$ ) sebagai indikator dalam sistem oksidasi-reduksi (Stecher, *et al.*, 1960). Cotton dan Wilkinson (1989) menyatakan bahwa ion  $Fe^{2+}$  teroksidasi dalam larutan asam oleh udara menjadi  $Fe^{3+}$ . Dengan ligand-ligand selain air yang ada, perubahan nyata dalam potensialnya bisa terjadi.



Selain reagen sensitif dan spesifik, fenantrolin juga dikenal sebagai ligand bidentat yang menyumbangkan dua pasang elektron bebas untuk berikatan dengan logam Fe (Parker, 1986).

## 2.4 Besi (Fe)

Logam esensial Fe dapat dikategorikan dalam kelompok logam berat dengan daya racun rendah (kelas A) yang cenderung disebabkan oleh kemampuan

ion-ion lain menggantikan posisi ion Fe yang berfungsi pada proses fisiologis (Palar, 1994), dalam hal ini Fe terlibat dalam aktivitas enzim katalase dan sitokrom.

Dalam keadaan lingkungan yang tercemar, keberadaan logam esensial Fe menjadi berlebihan dan bersifat menghambat sistem enzim (enzim inhibitor). Akibat dari tidak seimbangnya logam esensial Fe dalam tubuh manusia dimana kadarnya melebihi kandungan maksimum dapat menyebabkan toksisitas akut, Hemokromatosis, Bantusiderosis (Darmono, 1994). Disamping itu keracunan kronis juga dapat menyebabkan kerusakan paru-paru (Palar, 1994). Dengan demikian perlu identifikasi sedini mungkin atau sesering mungkin terhadap kadar Fe, dalam hal ini pada air yang merupakan zat penting dalam kehidupan makhluk hidup di dunia mulai dari spesies terendah sampai tertinggi. Pengukuran kadar Fe disamping komponen-komponen polutan yang lain dilakukan untuk menghindari akibat buruk yang ditimbulkan.

Pada tabel periodik, besi masuk pada golongan VIIIB dengan konfigurasi elektron terluarnya adalah  $3d^6 4s^2$  (Bomer, 1979., dalam Iwao, 1998), tidak terdapat tingkat oksidasi yang sama dengan jumlah total elektron kulit valensi. Tingkat oksidasi tertinggi adalah VI dan jarang dijumpai (Cotton dan Wilkinson, 1998).

**Tabel -1. Sifat-sifat Fe**

Sifat-sifat	Nilai
Titik leleh ( $^{\circ}\text{C}$ )	1539
Titik didih ( $^{\circ}\text{C}$ )	2880
Struktur kristal	pengemasan rapat kubik (cpp)
Jari-jari ion ( $\text{A}^{\circ}$ ) $\text{Fe}^{2+}$	0,76
$\text{Fe}^{3+}$	0,64
Potensial ionisasi (kkal/g atom) 1	171
2	360
Kerapatan, $20^{\circ}\text{C}$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	7,87

Inti atom  $^{56}_{20}\text{Fe}$  unsurnya lebih stabil dalam hal energinya. Hal tersebut menunjukkan bahwa Fe sesudah Mg adalah logam paling berlimpah di alam semesta, 4,1% berlimpah di bagian kulit bumi sesudah Al, Si, O dan merupakan



komponen mayor pada bagian dalam inti bumi. Bijih besi utama pada besi adalah hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan pirit ( $\text{FeS}$ ) (Iwao, 1998).

#### 2.4.1 Kimiawi Fe(II)

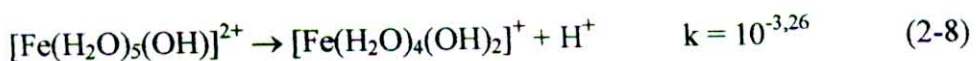
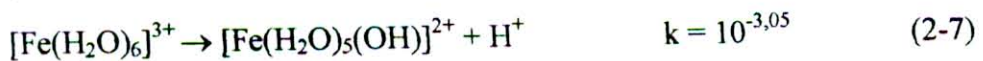
Cotton dan Wilkinson (1998) menyatakan bahwa besi murni cukup reaktif. Dalam udara lembab cepat teroksidasi memberikan besi(III) oksida hidrat (karat) yang tidak sanggup melindungi, karena zat ini hancur dan membiarkan permukaan logam yang baru, terbuka. Besi yang sangat halus bersifat rentan terhadap kelembaban (*pirofor*).

Logam besi mudah larut dalam asam mineral. Dengan asam bukan pengoksidasi tanpa udara, diperoleh Fe(II) (ferro). Ion Fe(II) teroksidasi dalam larutan asam oleh udara menjadi Fe(III) (ferri).

Senyawaan Fe(III) umumnya lebih stabil. Dengan ligand-ligand selain air yang ada, perubahan nyata dalam potensial (reduksi) bisa terjadi, dan sistem Fe(II)-Fe(III) merupakan contoh yang baik sekali mengenai efek ligand terhadap kestabilan relatif dari tingkat oksidasi. Pembentukan kompleks 2,2-bipyridin yang merah dan 1,10-fenantrolin digunakan sebagai uji untuk Fe(II) (Cotton dan Wilkinson, 1998), seperti diperlihatkan pada persamaan 2-5 dan 2-6.

#### 2.4.2 Fe dalam Sistem Perairan

Fe yang tersedia dalam suatu bentuk larutan adalah dengan tingkat oksidasi 2+ dan 3+ (Marczenko, 1986). Dengan ketidakhadiran ion pembentuk kompleks, besi ferri yang dapat larut menjadi tidak berarti kecuali pH-nya sangat rendah (Coreenberg, 1992). Bila larutan  $\text{Fe}^{3+}$  cukup kuat keasamannya, terjadi hidrolisis dan umumnya larutan menjadi kuning karena pembentukan spesies hidrokso yang mempunyai pita perpindahan muatan dalam daerah ultra violet dan berakhir ke daerah visibel. Reaksi hidrolisis yang terjadi adalah :

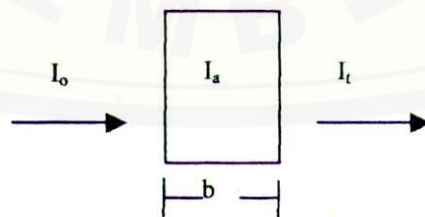


## 2.5 Spektrofotometri UV-VIS

Suatu radiasi yang dilewatkan melalui spesi kimia maka energi radiasi tersebut sebagian ada yang diserap dan ada yang ditransmisikan, sehingga intensitas sinar setelah ke luar dari spesi akan berkurang. Energi gelombang elektromagnetik yang diserap ditransfer ke atom atau molekul yang menyebabkan elektron pada tingkat dasarnya dieksitasikan ke tingkat yang lebih tinggi, dan sebagian energi yang sesuai dengan panjang gelombang ini diserap. Elektron yang tereksitasi dapat melepaskan energi dengan proses radiasi panas dan kembali ke tingkat dasar.

Frekwensi gelombang elektromagnetik yang diabsorpsi oleh suatu spesies dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menganalisis spesi kimia tersebut, yaitu melalui spektra absorpsi yang diperoleh dari hubungan antara absorpsi spesies dengan panjang gelombang yang diukur. Setiap senyawa mempunyai tingkat energi yang spesifik sehingga frekwensi yang diserap juga spesifik, spektra yang disebabkan absorpsi dari spesies tergantung pada keadaan fisik maupun lingkungan spesies pengabsorpsi, selain itu faktor dari dalam spesi kimia itu sendiri juga berpengaruh misalnya adalah kehomogenitasan larutan.

Hubungan besarnya energi cahaya yang diserap oleh medium dirumuskan oleh Lambert (Bouguer) dan Beer, sering disebut sebagai hukum Lambert-Beer, sebagai berikut :



**Gambar-4.** Serapan cahaya oleh spesi kimia

$I_0$  adalah sinar yang datang sedang  $I_a$  menyatakan sinar yang diabsorb dan  $I_t$  adalah sinar yang ditransmisikan. Hubungan antara ketebalan medium  $b$  dengan besarnya penyerapan energi cahaya dinyatakan Lambert sebagai :

$$\log \frac{I_o}{I_t} = k_1 \cdot b \quad (2-9)$$

Sedangkan hubungan antara konsentrasi spesies  $c$  dengan besarnya penyerapannya dinyatakan Beer sebagai :

$$\log \frac{I_o}{I_t} = k_1 \cdot b \quad (2-10)$$

dimana  $k$  menyatakan ketetapan. Gabungan keduanya menghasilkan suatu persamaan

$$\log \frac{I_o}{I_t} = K \cdot b \cdot c \quad (2-11)$$

Istilah  $\log I_0/I_t$  dikenal sebagai *absorbans* yang dinyatakan dengan  $A$ , sedangkan  $c$  menyatakan konsentrasi spesies terlarut dan menyerap cahaya dinyatakan dalam mol/L atau g/L (Khopkar, 1990). Jika yang digunakan adalah  $c$  yang menggunakan g/L maka  $K$  disebut sebagai absorbtivitas dengan simbol  $a$ , sedangkan jika yang digunakan mol/L maka  $K$  disebut absorbtivitas molar dengan simbol  $\epsilon$  (Sastrohanidjojo, 1991).

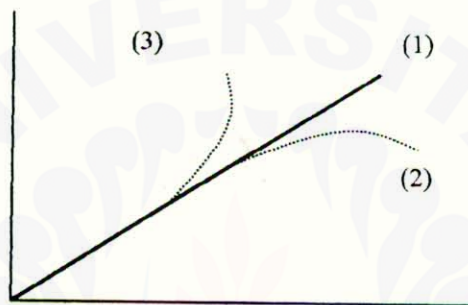
Pengukuran cahaya secara langsung cukup sulit, sehingga cahaya yang diserap diukur berdasarkan cahaya yang diteruskan oleh spesi kimia, transmitant (T). Hubungan antara transmitant dengan absorbans adalah :

$$A = \log 1/T \quad (2-12)$$

Besaran transmitant tersebut sering diukur sebagai persen transmitant sehingga,

$$\%T = I_t/I_0 \times 100 \quad (2-13)$$

Pada spektrofotometri digunakan pelarut transparan yang tidak menyebabkan terjadinya serapan. Jika digunakan sinar UV antara 190 nm sampai 400 nm dapat memakai pelarut air, alkohol, eter dan hidrokarbon, akan tetapi apabila digunakan pelarut aromatik, kloroform, karbon tetra klorida, dan karbon disulfida, maka hasilnya akan kurang baik. Suatu kurva absorbansi lawan konsentrasi yang diperoleh dari sederet konsentrasi larutan kadang-kadang tidak diperoleh garis lurus, tetapi melengkung. Hal ini yang disebut dengan penyimpangan hukum Lambert-Beer.



**Gambar-5.** Kurva hubungan antara absorbansi dan konsentrasi

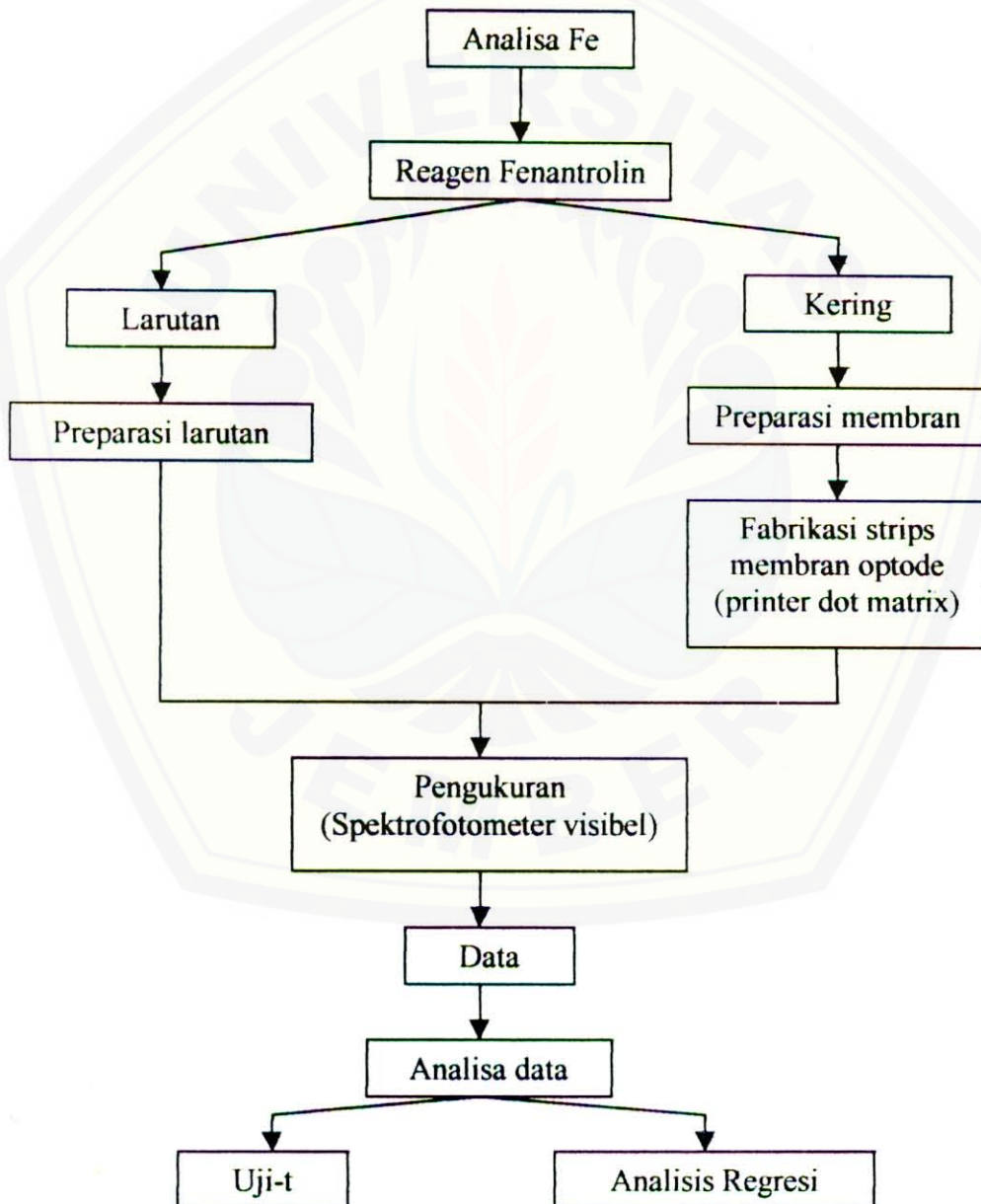
Simpangan dapat bersifat negatif (2) atau positif (3). Untuk keperluan analisa biasanya dibuat kurva kalibrasi atau kurva standar yang diperoleh dari pengamatan absorbansi sederet larutan standar. Larutan yang akan ditentukan konsentrasinya, diukur absorbansinya kemudian dikalibrasi terhadap kurva standart. Pengamatan dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang memberikan serapan maksimum. Konsentrasi larutan yang terlalu pekat dapat menyebabkan penyimpangan hukum Lambert-Beer. Hal ini karena interaksi molekul-molekul zat terlarut dengan solven atau karena faktor-faktor alat. Faktor lain yang mempengaruhi kelinieran kurva adalah disosiasi zat pengencer, terjadinya polimerisasi dan pH larutan (Handoko, 1996).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada Bulan Maret s/d September 2002.

#### 3.2 Rancangan Penelitian



### 3.3 Bahan dan Alat Penelitian

#### 3.3.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi 0,0483 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ; 1 g  $\text{HN}_2 \cdot \text{OH HCl}$  Pa; 0,11 g 1,10-fenantrolin Pa; 11,11 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Pa 96%; 0,6 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  Pa 96%; 0,82 g  $\text{CH}_3\text{COONa}$  Pa; 0,37 mL  $\text{NH}_3$  Pa 25%; 0,535 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  Pa; 0,08 g Polivinil Klorida (PVC); 0,16 mL Tributyl Phospat (TBP); 10 mL Tetrahidro Furan (THF); Nafion; 0,83 mL  $\text{HCl}$  Pa 37%; akuades; plastik transparan.

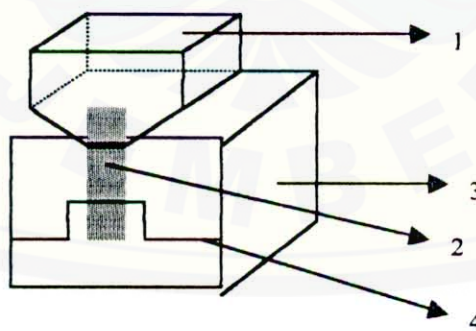
#### 3.3.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian meliputi printer *dot matrix* LX-800, perangkat komputer dengan program *MS Word-Windows 1995*, spektrofotometer *Inc. Laboratory*, peralatan gelas : labu ukur (25 mL, 100 mL), beaker glass (50 mL, 100 mL), pipet Mohr (1 mL, 5 mL, 10 mL), pipet volum (25 mL), pipet tetes, stirer magnetik, pH meter, neraca analitik.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Teknik Fabrikasi

##### 3.4.1.1 Perancangan Alat Cetak – Printer



**Gambar-6.** Sistem *Screen Printing* pada printer dot matriks

Alat cetak printer dirancang seperti pada gambar 6 dengan keterangan alat, fungsi dan cara kerjanya meliputi :

- 1) *reservoir* : 'tinta membran' dengan suspensi berlebih, untuk memungkinkan difusi membran tersebut pada pita *screen*. Reservoir ini dilekatkan pada print wheel sehingga juga ikut bergerak ke kanan-kiri,
- 2) pita *screen* : sebagai pembawa tinta membran untuk didepositkan pada bahan pendukung mika,
- 3) *print wheel* : alat pencetak yang mendepositkan tinta membran pada mika dengan bergerak ke kanan-kiri,
- 4) penjepit pita : digunakan untuk menjaga agar pita screen tidak kusut akibat tekanan dan gesekan

#### 3.4.1.2 Preparasi Membran

Membran optode dipreparasi menggunakan metode imobilisasi entrapmen dengan prosedur kerjanya dibagi menjadi dua tahap. Tahap pertama menambahkan 0,16 mL Tributyl Phospat (TBP) ke dalam 0,08 g Polivinil klorida (PVC), aduk hingga rata. Tahap kedua mencampurkan 0,25 gram fenantrolin dan 10 mL Tetrahidro Furan (THF) sampai dengan larut, campuran ini diambil 2 mL untuk ditambahkan pada larutan tahap pertama. Aduk dengan stirer sampai homogen (larutan mengental).

#### 3.4.1.3 Prosedur Fabrikasi Membran Optode

Membran difabrikasi menggunakan printer yang telah dirancang dengan mencetakkannya di atas plastik film. Dengan menyuntikkan membran tepat pada reservoir secara kontinyu, maka saat proses *screen-printing* dalam printer berlangsung, membran akan didepositkan di atas plastik film. Kemudian lapisan film membran dipotong-potong dibentuk sesuai dengan media pengukur (kuvet) menjadi strips membran, yang selanjutnya dilapisi dengan nafion sebagai pelindung membran. Strips membran optode yang telah siap kemudian dikarakterisasi dengan spektrometer di daerah visibel.

### 3.4.2 Studi Kompatibilitas PVC Sebagai Bahan Pendukung Fenantrolin

Membran optode yang berbentuk strips diuji kompatibilitasnya dengan terlebih dahulu melapiskan polimer pelindung untuk mencegah lepasnya fenantrolin (Nolan, *et al.*, 1997). Polimer pelindung yang digunakan dalam studi ini adalah larutan polimer PVC dan Nafion.

Untuk lapisan PVC, membran optode dilapisi dengan larutan yang dibuat seperti pada prosedur 3.4.1.2 tanpa penambahan fenantrolin, sedangkan dengan menggunakan lapisan Nafion dapat langsung dilapiskan pada membran optode. Selanjutnya untuk masing-masing jenis membran optode (tanpa pelapis larutan polimer, dengan lapisan PVC, dengan lapisan Nafion) direaksikan dengan larutan standar Fe(II) dan mengamati waktu pembentukan kompleks dari membran optode.

### 3.4.3 Preparasi Larutan

#### 3.4.3.1 Larutan Buffer

Larutan buffer dengan range pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 dipreparasi dengan mengambil 0,1 M CH<sub>3</sub>COONa dengan volume berturut-turut 0,02; 0,15; 1,49; 6,4; 9,46 dan 9,94 mL, masing-masing ditambahkan 10 mL CH<sub>3</sub>COOH 0,1 M, sedangkan larutan buffer dengan range pH 8, 9 dan 10 dipreparasi dengan mengambil 0,1 M NH<sub>4</sub>Cl dengan volume berturut-turut 9,45; 6,31 dan 1,46 mL dan menambahkan masing-masing 10 mL NH<sub>4</sub>OH 0,1 M. Kemudian keseluruhan penambahan dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur sampai dengan 100 mL dan pH dikontrol menggunakan pH meter.

#### 3.4.3.2 Larutan Hidroxylammonium Hidroklorida

Membuat larutan hidroxylammonium 10% dengan melarutkan 1 gram H<sub>2</sub>NOH.HCl dengan akuades sampai dengan 10 mL. (2 mL hidroxylammonium dapat mereduksi kurang dari 80 µg Fe) (Coorenberg, 1992).



#### 3.4.3.3 Larutan 1,10-fenantrolin

Melarutkan 0,11 gram 1,10-fenantrolin monohidrat dengan akuades sampai dengan 100 mL, diperoleh larutan fenantrolin dengan konsentrasi 1000 ppm (1 mL fenantrolin cukup untuk kurang dari 100  $\mu\text{g}$  Fe) (Coorenberg, 1992).

#### 3.4.3.4 Larutan Induk Fe(III) 100 ppm

Melarutkan 0,0483 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 0,5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5% dengan akuades sampai dengan 100 mL, diperoleh larutan induk Fe(III) 100 ppm (1 mL mengandung 483  $\mu\text{g}$  Fe)

#### 3.4.3.5 Larutan Standar Referensi Fe (Larutan Kerja)

Larutan ini disiapkan dari larutan induk Fe pada saat akan digunakan analisa, karena larutan tersebut tidak tahan lama. Perlakuan larutan standar dengan menggunakan metode konvensional (reagen larutan) yaitu dengan menambahkan 2,5 mL larutan induk Fe(III) 100 ppm, 1,2 mL hidroxylammonium Hidroklorida, 0,5 mL fenantrolin dan diencerkan sampai dengan 25 mL dengan buffer pH 7. Larutan standar yang dihasilkan dengan konsentrasi 10 ppm ini didiamkan selama  $\pm 10$  menit untuk selanjutnya diukur absorbansinya (Coorenberg, 1992).

Perlakuan larutan standar dengan metode reagen kering yaitu sama dengan metode konvensional, hanya dengan tidak menambahkan 0,5 mL fenantrolin tetapi menggantinya dengan strips membran optode yang telah dilapiskan pada kuvet. Larutan standar yang dihasilkan didiamkan pada waktu responnya untuk selanjutnya diukur absorbansinya.

#### 3.4.3.6 Larutan Blanko

Larutan blanko (reagen larutan/kering) disiapkan dengan prosedur yang sama dengan larutan standar referensi Fe (prosedur 3.4.3.5) kecuali tanpa penambahan ion logam Fe(III).

### 3.4.4 Parameter yang Ditentukan

#### 3.4.4.1 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum ( $\lambda_{maks}$ )

Mengukur absorbansi larutan standar 10 ppm yang diperoleh dari hasil kompleks berwarna menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang daerah visibel (400-700 nm) dengan interval 10 nm. Pengukuran dilanjutkan dengan interval lebih pendek pada daerah yang mendekati serapan maksimum.

Pengukuran absorbansi larutan blanko terhadap buffer pH 7 dilakukan untuk mengetahui '*background*' dari larutan standar, dilanjutkan dengan mengukur absorbansi larutan standar terhadap buffer pH 7. Kemudian dicari panjang gelombang spesifik ( $\lambda_{maks}$ ) untuk menentukan absorbansi Fe(II).

#### 3.4.4.2 Studi Pengaruh pH

Studi pengaruh pH dilakukan untuk memperoleh pH kerja dimana logam Fe(II) bereaksi dengan optimum. Penentuan pH optimum dilakukan pada larutan standar 10 ppm dengan membuat variasi pH buffer dari pH 2 - 10, setelah penambahan fenantrolin(reagen larutan/kering) selanjutnya kompleks warna yang terbentuk serapannya diukur absorbannya pada  $\lambda_{maks}$  terhadap akuades. Dibuat kurva antara absorban versus pH.

#### 3.4.4.3 Penentuan Waktu Respon

Waktu respon ditentukan dengan memberikan variasi waktu (1-30 menit dengan mencatat absorbansi tiap 1 menit) saat larutan dan membran berkesetimbangan untuk membentuk suatu warna. Absorbansi yang mendekati waktu tertinggi dinyatakan sebagai waktu respon dari membran optode (Wang, *et al.*, 1992).

#### 3.4.4.4 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Variasi konsentrasi untuk membuat kurva kalibrasi adalah konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; 4; 6; 8 dan 10 ppm dengan perlakuan larutan seperti prosedur 3.4.3.5 dan volume larutan induk Fe(III) 100 ppm yang harus diambil untuk masing-masing konsentrasi di atas berturut-turut adalah 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 mL.

Kurva kalibrasi disusun dari absorbansi larutan standar yang diplot lawan konsentrasi. Dengan menentukan persamaan regresi koefisien korelasinya, maka konsentrasi sampel berdasarkan kurva nantinya dapat diperoleh.

Data absorbansi dari tiga kali pengulangan dicari reproduibilitas metode larutan dan metode reagen kering, dengan menggunakan persamaan berikut :

$$RSD = \frac{S}{x} \times 100 \% \dots\dots\dots (3-1)$$

Reproduibilitas (RSD) menyatakan ketelitian hasil analisis dari metode yang digunakan, dimana S adalah simpangan baku (standar deviasi) dan x adalah rata-rata absorbansi (Miller *and* Miller, 1992).

#### 3.4.5 Karakterisasi Membran Optode

##### 3.4.5.1 Batas Deteksi

Batas deteksi ( $y$ ) dapat ditentukan dengan bantuan data standar deviasi (SD) yang diperoleh dari absorbansi larutan blanko  $n$  kali pengulangan. Batas deteksi ditentukan melalui persamaan :

$$y - y_B = 3 S_D$$

$$y = y_B + 3 S_D \dots\dots\dots (3-2)$$

dimana  $y$  menyatakan titik dimana ada interseksi antara respon analit dan respon spesies pengganggu pada konsentrasi terkecil sehingga menghasilkan signal/perubahan pengukuran pada sensor dan  $y_B$  menyatakan rata-rata intensitas larutan blanko dari beberapa kali pengulangan (Miller *and* Miller, 1992).

### 3.4.5.2 Sensitifitas

Sensitifitas absorbansi menyatakan perbandingan antara konsentrasi zat terlarut yang menyebabkan perubahan absorbansi sebesar 0,004 dengan slope ( $m$ ) kurva kalibrasi yang memenuhi Hukum Lambert-Beer (James and Crouch, 1988), dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$S = \frac{0,0044}{m} \dots\dots\dots (3-3)$$

### 3.4.5.3 Selektivitas

Selektivitas merupakan kemampuan sensor terhadap respon dari target analit di tengah spesies yang lain. Prosedur kerja penentuan selektivitas adalah Fe(II) yang ditambah dengan ion logam berat lain seperti Zn(II), Ni(II), Mn(II), Pb(II) dan Cr(III) dengan perbandingan Fe(II) terhadap logam lain adalah 1:10. Perbandingan 1:10 artinya dimasukkan 2,5 mL Fe(II) 1 ppm dalam labu ukur 25 mL, kemudian ditambahkan 2,5 mL logam-logam berat lain tersebut dengan konsentrasi 10 ppm. Selanjutnya seperti prosedur 3.4.3.5, absorbansinya diukur pada  $\lambda_{maks}$  dengan buffer pH optimum terhadap pH optimum Fe(II). Dicari selisih absorbansi untuk melihat perbedaan absorbansi antara logam Fe(II) dengan logam Fe(II) yang ditambah dengan logam berat lain.

### 3.4.6 Penentuan Batas Pemakaian Membran Optode.

Batas pemakaian membran optode dapat ditentukan dari studi regenerasi, dimana membran yang telah bereaksi diregenerasi dengan 0,5 M HCl untuk digunakan kembali dalam pengukuran Fe(II). Pengamatan dilakukan pada tingkat regenerasi tertentu, dimana penurunan absorban menunjukkan batas pemakaian membran (Malcik, *et al.*, 1998)

### 3.4.7 Validasi Metode

#### 3.4.7.1 Uji Statistik (Uji-t)

Analisa data dengan uji statistik yang digunakan untuk membandingkan nilai koefisien korelasi, reproduibilitas, batas deteksi dan sensitifitas dalam analisis Fe(II) yang diperoleh melalui metode reagen larutan dan reagen kering fenantrolin adalah dengan menggunakan program *SPSS 10 for windows*. Dapat dibandingkan mean sampel-independen maupun sampel-berpasangan dengan menghitung student-t antara dua mean (Paryono, 1994). Jika nilai t hasil perhitungan analisa lebih kecil dibandingkan dengan nilai t tabel maka secara statistik kedua metode tidak mempunyai perbedaan yang berarti pada selang kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ) (Miller *and* Miller, 1992).

#### 3.4.7.2 Analisis Regresi

Bila dua cara akan diperbandingkan pada kadar analit yang berbeda dapat dimanfaatkan garis regresi untuk cara analisis. Dari sumbu pada grafik regresi dapat dipakai untuk hasil yang diperoleh dengan cara baku dan sumbu lainnya untuk hasil yang diperoleh dengan cara atau pembanding yang diterapkan pada terok (sampel) yang sama. Dengan menggunakan program *SPSS 10 for windows* . dapat dihitung persamaan regresi sederhana dengan statistik yang berassosiasi serta plot (Paryono, 1994).



## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian 'Fabrikasi Membran Optode Menggunakan Teknologi Printer PC Untuk Analisa Kuantitatif Fe(II) Dengan Reagen Kering 1,10-fenantrolin', dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

- 1) Membran optode didesain dengan menempatkan posisi PVC/phen secara terkontrol pada suatu sistem *screen-printing* printer dot matrix sehingga diperoleh permukaan lebih rata, teratur dengan ketebalan sama.
- 2) PVC kurang cocok terhadap reagen kering fenantrolin sebagai bahan pendukung padat sehingga digunakan Nafion sebagai pelindung membran optode PVC/phen agar fenantrolin tidak lepas.
- 3) Karakteristik analitis membran optode terhadap analisis Fe(II) menggunakan reagen larutan, meliputi :
  - a. Panjang gelombang maksimum dalam analisis Fe(II) dengan menggunakan reagen larutan fenantrolin adalah 512 nm sedangkan dengan menggunakan reagen kering fenantrolin pada 508 nm.
  - b. Analisis Fe(II) dengan reagen larutan maupun reagen kering fenantrolin pada penelitian ini masing-masing dilakukan pada kondisi 2 pH optimum, yaitu pada pH 3 dan pH 7.
  - c. Analisis Fe(II) dengan menggunakan reagen larutan fenantrolin pada kondisi pH 3 dengan range linier 0-1 ppm mempunyai tingkat sensitivitas 0,0388 ppm ( $6,93 \cdot 10^{-7}$  M) dengan batas deteksi 0,036 ppm ( $6,43 \cdot 10^{-7}$  M) dan reproduibilitas 2,996%. Jika menggunakan reagen kering fenantrolin mempunyai tingkat sensitivitas 0,344 ppm ( $6,14 \cdot 10^{-6}$  M) dengan batas deteksi 0,25 ppm ( $4,46 \cdot 10^{-6}$  M) dan reproduibilitas 2,298%.
  - d. Analisa Fe(II) dengan menggunakan reagen larutan fenantrolin pada kondisi pH 7 dengan range linier 0-2 ppm mempunyai tingkat sensitivitas 0,0707 ppm ( $1,27 \cdot 10^{-7}$  M) dengan batas deteksi 0,042 ppm ( $7,5 \cdot 10^{-7}$  M) dan reproduibilitas 8,88%. Jika menggunakan reagen kering fenantrolin mempunyai tingkat sensitivitas 0,194 ppm ( $3,46 \cdot 10^{-6}$  M) dengan batas

deteksi 0,035 ppm ( $6,25 \cdot 10^{-7} \text{M}$ ) dan reproduibilitas 3,5%. Masing-masing metode dalam pengukuran pada kondisi pH 7 ini memiliki logam pengganggu utama yaitu Ni(II).

- e. Membran optode pada pH 3 mempunyai waktu respon 2 menit, lebih cepat dari pada di kondisi pH 7 selama 30 menit dan masing-masing dapat digunakan hanya satu kali pakai untuk hasil pengukuran yang optimal.
- f. Penggunaan membran optode dalam analisa Fe(II) dapat menggantikan metode reagen larutan karena kemudahan dan kecepatan dalam pengukuran serta informasi yang diberikan seakurat metode reagen larutan dengan tingkat korelasi 98%.

## 5.2 Saran

Pengembangan sensor Fe(II) dengan menggunakan reagen kering fenantrolin ini masih memerlukan penelitian lanjutan mengenai beberapa hal, yaitu :

- 1) studi kompatibility fenantrolin terhadap media pendukung padat pada bahan polimer yang lain sehingga tidak perlu dilakukan kembali teknik pelapisan secara manual pada membran optode,
- 2) studi komposisi hidroxylammonium hidroklorida sebagai pereduksi Fe(III) dalam sistem larutan untuk diimobilisasi pada bahan pendukung padat sehingga membran optode dapat secara langsung digunakan pada sampel lingkungan tanpa dilakukan preparasi skala laboratorium,
- 3) studi lanjutan mengenai waktu hidup ( $t_{life}$ ) untuk menentukan ketahanan membran optode terhadap waktu penyimpanan, dengan menggunakan data sementara (Lampiran-8) menunjukkan dalam waktu 7 minggu masih menunjukkan kestabilan pembentukan kompleks dan konstan, sehingga perlu dilakukan kembali pengamatan jangka waktu lebih dari 7 minggu untuk menentukan  $t_{life}$  membran.

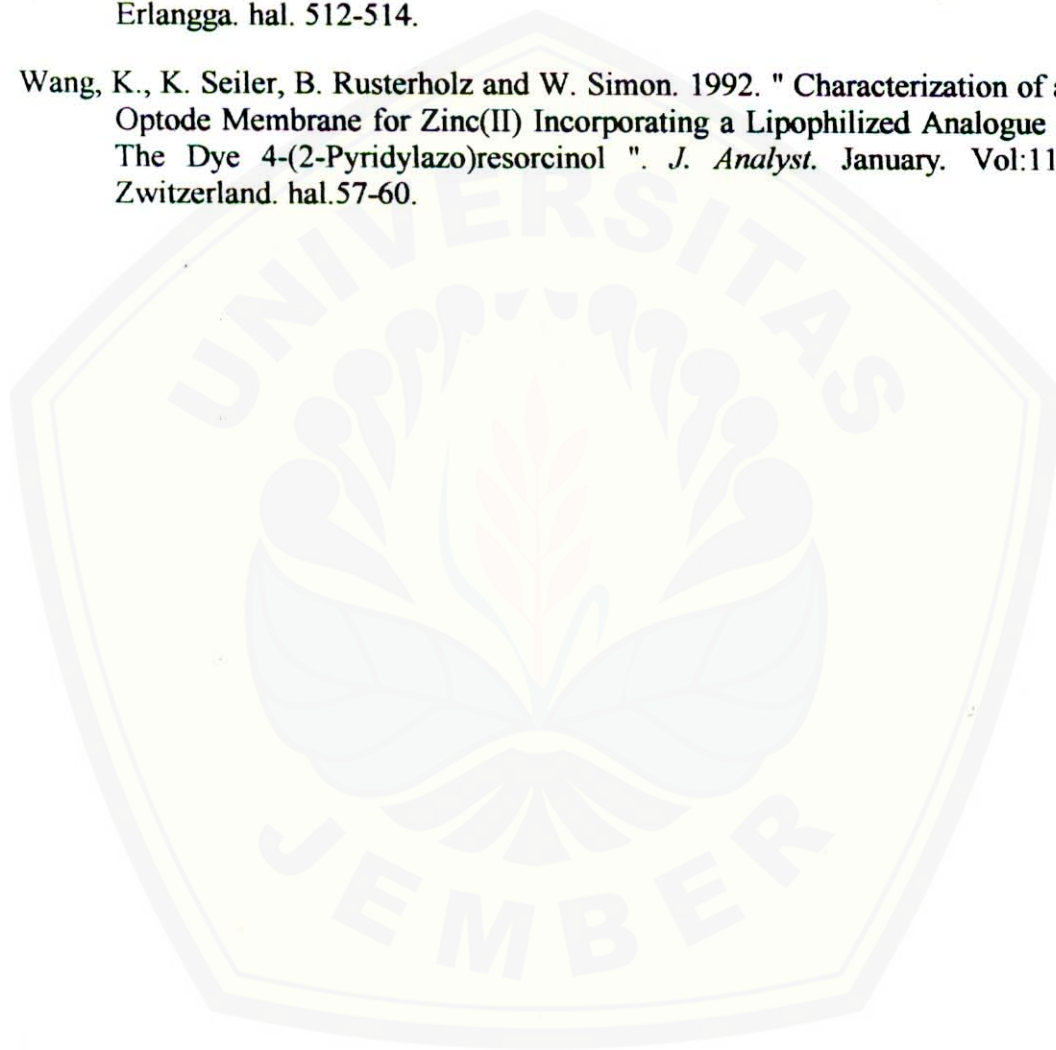
**DAFTAR PUSTAKA**

- Albareda, M., A. Markoci and S. Alegret. 2001. Thick-film biosensors for pesticides produced by screen-printing of graphite-epoxy composite and biocomposite pastes. <http://www.elsevier.nl/locate/sensorb>.
- Alvarts, G and Santika. 1986. *Water is Bussines Every One's*. England : John-Wiley. Inc. John-Wiley Publication.
- Coreenberg, A.E. 1992. *Standart Methods For The Examination of Water And Waste Water*. United States of America : APHA, AWWA, WEE Company.III. hal. 65.
- Cotton dan Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Suhati Suharto dari *Inorganic Chemistry* (1976). Jakarta : Universitas Indonesia Press. hal. 462-465.
- Cowd, M.A.,1991. *Kimia Polimer*. Terjemahan Harry Firman dari *Polymer Chemistry* (1982). Bandung : Penerbit ITB.
- Darmono, 1994. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta : Universitas Indonesia Press. hal. 81.
- Eggins, B.R. 1997. *Biosensor an Introduction*. England : John Wiley and Sons. Inc. A Wiley-Interscience Publication. hal. 32-34.
- Gunadi, F.X.S. 1988. *Profit IBM-PC*. Jakarta : Elex Media Komputindo. hal. 6-7.
- Handoko, D.S.P. 1996. *Mempelajari Secara Kuantitatif Sifat Karbon Aktif Sebagai Absorben*. Lembaga Penelitian. Universitas Jember. Jember. hal. 15-16.
- Iwao, O. 1998. *Aplication of Organometallic Compounds*. England : John Wiley and Sonc. Ltd. Buffins Lanc. Chishester.
- James, E.D. Jr.. and Crouch. 1988. *Spectrometry Chemical Analysists*. USA: Prentice-Hall International. Inc. hal. 171-172.
- Kellner, R., J.M. Marmet, M. Otto. 1998. *Analytical Chemistry*. Germany : John Wiley and Sons. Inc. A Wiley-Interscience Publication. hal. 363-368.
- Khasanah, M., Hartati, Ruswidi, S.W. 1998. Penentuan Tembaga Secara Spektrofotometri sebagai senyawa kompleks Asosiasi Ion Dengan Metilen Biru Melalui Ekstraksi Pelarut. *J. Kimia MIPA*. Surabaya : Universitas Airlangga.



- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia Press. hal. 187-219.
- Malcik, N., et al. 1998. Immobilised Reagents for Optical Heavy Metal Ions Sensing. *Sensors and Actuators B*. Vol. 53. hal. 211-221.
- Marczenko, Z. 1986. *Separation And Spectrophotometric Determination of Elements*. New York : Ellis Harood Series In Analytical Chemistry. John Wiley and Sons. Inc. Ellis Horword Limited-Publisier Chemistry.
- Miller, J.C., and J.N. Miller. 1993. *Statistic for Analytical Chemistry*. England : Ellis Horwood. PTR. Trentice. Hall. hal. 101-129.
- Morton, D.H., and James. 1989. *Polymer Processing*. London : Chapman and Hall. hal. 162-163 dan 251.
- Mulder, M. 1991. *Basic Principles of Membran Technology*. Netherlands : Kluwer Academic Publisher. hal. 10.
- Nolan, M.A., Sandle H.T, and Samuel P.K. 1997. Fabrication and Characterization of a Solid State Reference Electrode fir Electroanalysis of Natural Waters with Ultramicroelectrodes. *J. Anal. Chem*. Vol 69. hal. 1244-1247.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Parker, S.P. 1986. *Dictionary of Chemical Terms*. Singapore: McGraw-Hill Book Company.
- Paryono, P. 1994. *Mengolah Data Statistik Dengan SPSS/PC+*. Yogyakarta: Andi offset. hal. 211-237
- Powell, P.C. 1994. *Engineering With Fibre-Polymer Laminates*. London : Chapman and Hall. hal. 5; 12-15.
- Rochmadi, 1995. *Pirolisis Plastik PVC*. Laporan Penelitian. Fakultas Teknik. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta. hal. 4-7.
- Sastrohanidjojo, H. 1991. *Spektroskopi*. Yogyakarta : Liberty. hal. 28.
- Schilt, A.A., and Bacon J. 1969. Oxidation-Reduction and Acid-Base Indicator Properties of Some Substitued Derivatives of Dicyanotis (1.10-Phenantroline) Iron (II). *J. Anal. Chem*. Vol. 41. hal. 1669-1670.
- Sounders, K.J. 1988. *Organic Polymer Chemistry*. India: Chapman and Hall. hal. 98

- Stecher, Paul, G., O.H. Sigmund, M.J. Finket, M.D., B.M. Szafranski. 1960. *Merck Index of Chemicals and Reagen*. New Jersey. USA : Merck and Co., Inc. hal. 791.
- Sukardjo, K.J. 1992. *Kimia Koordinasi*. Jakarta: Rineka Cipta. hal. 40-53.
- Suryatmo, F., dan D. Rusmadi. 2000. *Pengetahuan Dasar Komputer*. Jakarta : Rineka Cipta. hal. 56-59.
- Underwood, A.L., dan Day R.A. Jr. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga. hal. 512-514.
- Wang, K., K. Seiler, B. Rusterholz and W. Simon. 1992. " Characterization of an Optode Membrane for Zinc(II) Incorporating a Lipophilized Analogue of The Dye 4-(2-Pyridylazo)resorcinol ". *J. Analyst.* January. Vol:117. Zwitserland. hal.57-60.



Lampiran-1. Data absorban larutan blanko pada pH 7 untuk menentukan panjang gelombang maksimum

$\lambda$ (nm)	Reagen Larutan			Rerata	$\lambda$ (nm)	Reagen Kering			Rerata
	A1	A2	A3			A1	A2	A3	
400	0.0130	0.0140	0.0150	0.0140	400	0.0500	0.0620	0.0740	0.0620
404	0.0130	0.0140	0.0150	0.0140	404	0.0500	0.0590	0.0680	0.0590
408	0.0130	0.0140	0.0150	0.0140	408	0.0490	0.0570	0.0650	0.0570
412	0.0120	0.0140	0.0150	0.0137	412	0.0480	0.0550	0.0630	0.0553
416	0.0120	0.0140	0.0150	0.0137	416	0.0470	0.0530	0.0540	0.0513
420	0.0120	0.0140	0.0140	0.0133	420	0.0460	0.0520	0.0520	0.0500
424	0.0120	0.0130	0.0140	0.0130	424	0.0450	0.0490	0.0500	0.0480
428	0.0120	0.0130	0.0140	0.0130	428	0.0440	0.0470	0.0490	0.0467
432	0.0110	0.0120	0.0140	0.0123	432	0.0430	0.0450	0.0460	0.0447
436	0.0110	0.0120	0.0140	0.0123	436	0.0410	0.0420	0.0450	0.0427
440	0.0110	0.0110	0.0130	0.0117	440	0.0390	0.0420	0.0420	0.0410
444	0.0110	0.0110	0.0130	0.0117	444	0.0380	0.0420	0.0410	0.0403
448	0.0110	0.0110	0.0130	0.0117	448	0.0370	0.0420	0.0390	0.0393
452	0.0110	0.0100	0.0130	0.0113	452	0.0360	0.0420	0.0380	0.0387
456	0.0100	0.0100	0.0130	0.0110	456	0.0350	0.0420	0.0370	0.0380
460	0.0100	0.0100	0.0130	0.0110	460	0.0350	0.0420	0.0360	0.0377
464	0.0100	0.0100	0.0130	0.0110	464	0.0340	0.0420	0.0350	0.0370
468	0.0100	0.0100	0.0130	0.0110	468	0.0330	0.0420	0.0340	0.0363
472	0.0090	0.0090	0.0120	0.0100	472	0.0330	0.0420	0.0340	0.0363
476	0.0090	0.0090	0.0120	0.0100	476	0.0320	0.0420	0.0330	0.0357
480	0.0090	0.0090	0.0120	0.0100	480	0.0320	0.0420	0.0330	0.0357
484	0.0090	0.0090	0.0110	0.0097	484	0.0320	0.0420	0.0330	0.0357
488	0.0090	0.0090	0.0110	0.0097	488	0.0310	0.0420	0.0320	0.0350
492	0.0090	0.0090	0.0110	0.0097	492	0.0300	0.0420	0.0310	0.0343
496	0.0090	0.0090	0.0110	0.0097	496	0.0300	0.0420	0.0310	0.0343
500	0.0090	0.0090	0.0110	0.0097	500	0.0300	0.0300	0.0310	0.0303
504	0.0090	0.0090	0.0100	0.0093	504	0.0290	0.0290	0.0300	0.0293
508	0.0090	0.0090	0.0100	0.0093	508	0.0280	0.0270	0.0280	0.0277
512	0.0080	0.0080	0.0090	0.0083	512	0.0280	0.0270	0.0280	0.0277
516	0.0080	0.0080	0.0090	0.0083	516	0.0250	0.0250	0.0250	0.0250
520	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080	520	0.0230	0.0230	0.0230	0.0230
524	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080	524	0.0200	0.0200	0.0200	0.0200
528	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080	528	0.0180	0.0170	0.0180	0.0177
532	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	532	0.0160	0.0150	0.0150	0.0153
536	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	536	0.0120	0.0090	0.0130	0.0113
540	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	540	0.0080	0.0090	0.0080	0.0083
544	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	544	0.0050	0.0040	0.0050	0.0047
548	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	548	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040
552	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	552	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040
556	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	556	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040
560	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	560	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040
564	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	564	0.0030	0.0040	0.0040	0.0037
568	0.0060	0.0060	0.0060	0.0060	568	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
572	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	572	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
576	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	576	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
580	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	580	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
584	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	584	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
588	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	588	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033
592	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	592	0.0030	0.0030	0.0040	0.0033

Dilanjutkan

Lanjutan

$\lambda$ (nm)	Reagen Larutan				$\lambda$ (nm)	Reagen Kering			
	A1	A2	A3	Rerata		A1	A2	A3	Rerata
596	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	596	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
600	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	600	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
604	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	604	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
608	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	608	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
612	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	612	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030
616	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	616	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
620	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	620	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
624	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	624	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
628	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	628	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
632	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	632	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
636	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030	636	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
640	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030	640	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
644	0.0030	0.0030	0.0030	0.0030	644	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
648	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	648	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
652	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	652	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
656	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	656	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
660	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	660	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
664	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	664	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
668	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	668	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
672	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	672	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
676	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	676	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
680	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	680	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
684	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	684	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
688	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	688	0.0020	0.0020	0.0030	0.0023
692	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	692	0.0010	0.0020	0.0030	0.0020
696	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	696	0.0010	0.0020	0.0030	0.0020
700	0.0040	0.0040	0.0040	0.0040	700	0.0010	0.0020	0.0030	0.0020

Lampiran-2. Data Absorban larutan kompleks Fe(II) dan 1,10-fenantroline pada pH 7 untuk menentukan panjang gelombang maksimum

$\lambda$ (nm)	Reagen Larutan				$\lambda$ (nm)	Reagen Kering			
	A1	A2	A3	Rerata		A1	A2	A3	Rerata
400	0.2370	0.2130	0.2370	0.2290	400	0.1790	0.1790	0.1910	0.1830
404	0.2490	0.2370	0.2490	0.2450	404	0.1770	0.1770	0.1880	0.1807
408	0.2610	0.2490	0.2610	0.2570	408	0.1740	0.1740	0.1860	0.1780
412	0.2730	0.2610	0.2850	0.2730	412	0.1700	0.1700	0.1840	0.1747
416	0.2850	0.2730	0.2940	0.2840	416	0.1690	0.1690	0.1810	0.1730
420	0.2970	0.2850	0.2970	0.2930	420	0.1670	0.1670	0.1790	0.1710
424	0.3060	0.2890	0.3030	0.2993	424	0.1610	0.1610	0.1760	0.1660
428	0.3170	0.2970	0.3150	0.3097	428	0.1590	0.1590	0.1740	0.1640
432	0.3270	0.2910	0.3170	0.3117	432	0.1570	0.1570	0.1720	0.1620
436	0.3660	0.3030	0.3220	0.3303	436	0.1570	0.1570	0.1700	0.1613
440	0.3390	0.3150	0.3270	0.3270	440	0.1570	0.1570	0.1690	0.1610
444	0.3510	0.3270	0.3190	0.3323	444	0.1570	0.1570	0.1690	0.1610
448	0.3570	0.3330	0.3240	0.3380	448	0.1570	0.1590	0.1690	0.1617
452	0.3650	0.3390	0.3360	0.3467	452	0.1560	0.1610	0.1680	0.1617
456	0.3710	0.3460	0.3440	0.3537	456	0.1560	0.1630	0.1680	0.1623
460	0.3750	0.3510	0.3490	0.3583	460	0.1560	0.1680	0.1680	0.1640
464	0.3870	0.3560	0.3550	0.3660	464	0.1580	0.1700	0.1680	0.1653
468	0.3990	0.3680	0.3680	0.3783	468	0.1600	0.1720	0.1690	0.1670
472	0.4100	0.3800	0.3810	0.3903	472	0.1610	0.1720	0.1710	0.1680
476	0.4110	0.3920	0.3940	0.3990	476	0.1610	0.1720	0.1710	0.1680
480	0.4220	0.3980	0.3970	0.4057	480	0.1620	0.1720	0.1710	0.1683
484	0.4240	0.3980	0.4000	0.4073	484	0.1620	0.1720	0.1710	0.1683
488	0.4270	0.3990	0.4030	0.4097	488	0.1610	0.1710	0.1710	0.1677
492	0.4300	0.3990	0.4070	0.4120	492	0.1600	0.1710	0.1700	0.1670
496	0.4330	0.4000	0.4090	0.4140	496	0.1590	0.1700	0.1700	0.1663
500	0.4360	0.4000	0.4100	0.4153	500	0.1580	0.1700	0.1700	0.1660
504	0.4420	0.4370	0.4120	0.4303	504	0.1600	0.1700	0.1700	0.1667
508	0.4470	0.4410	0.4140	0.4340	508	0.1590	0.1690	0.1700	0.1660
512	0.4480	0.4430	0.4160	0.4357	512	0.1560	0.1690	0.1700	0.1650
516	0.4390	0.4390	0.4110	0.4297	516	0.1520	0.1610	0.1710	0.1613
520	0.4250	0.4250	0.3990	0.4163	520	0.1470	0.1590	0.1710	0.1590
524	0.4100	0.3920	0.3860	0.3960	524	0.1410	0.1470	0.1480	0.1453
528	0.3560	0.3680	0.3610	0.3617	528	0.1350	0.1350	0.1360	0.1353
532	0.3200	0.3320	0.3230	0.3250	532	0.1230	0.1230	0.1240	0.1233
536	0.2840	0.3080	0.2980	0.2967	536	0.1110	0.1110	0.1120	0.1113
540	0.2480	0.2600	0.2350	0.2477	540	0.1000	0.1000	0.1000	0.1000
544	0.2050	0.2170	0.1970	0.2063	544	0.0880	0.0880	0.0880	0.0880
548	0.1690	0.1810	0.1590	0.1697	548	0.0760	0.0760	0.0760	0.0760
552	0.1330	0.1450	0.1340	0.1373	552	0.0730	0.0730	0.0640	0.0700
556	0.1090	0.1210	0.1090	0.1130	556	0.0710	0.0710	0.0600	0.0673
560	0.0970	0.0970	0.0840	0.0927	560	0.0680	0.0680	0.0520	0.0627
564	0.0950	0.0850	0.0710	0.0837	564	0.0680	0.0680	0.0490	0.0617
568	0.0830	0.0730	0.0590	0.0717	568	0.0660	0.0660	0.0450	0.0590
572	0.0710	0.0610	0.0470	0.0597	572	0.0660	0.0660	0.0440	0.0587
576	0.0590	0.0490	0.0410	0.0497	576	0.0540	0.0540	0.0430	0.0503
580	0.0470	0.0350	0.0350	0.0390	580	0.0490	0.0490	0.0410	0.0463
584	0.0420	0.0320	0.0320	0.0353	584	0.0400	0.0400	0.0390	0.0397
588	0.0380	0.0280	0.0280	0.0313	588	0.0400	0.0400	0.0380	0.0393
592	0.0330	0.0230	0.0230	0.0263	592	0.0400	0.0400	0.0370	0.0390

Dilanjutkan

Lanjutan

$\lambda$ (nm)	Reagen Larutan				$\lambda$ (nm)	Reagen Kering			
	A1	A2	A3	Rerata		A1	A2	A3	Rerata
596	0.0300	0.0290	0.0290	0.0293	596	0.04	0.04	0.037	0.039
600	0.0290	0.0170	0.0170	0.0210	600	0.043	0.043	0.037	0.041
604	0.0290	0.0150	0.0150	0.0197	604	0.042	0.042	0.036	0.04
608	0.0270	0.0140	0.0140	0.0183	608	0.041	0.041	0.035	0.039
612	0.0260	0.0120	0.0120	0.0167	612	0.04	0.04	0.033	0.037667
616	0.0220	0.0100	0.0110	0.0143	616	0.039	0.039	0.033	0.037
620	0.0200	0.0080	0.0100	0.0127	620	0.039	0.039	0.031	0.036333
624	0.0190	0.0080	0.0090	0.0120	624	0.038	0.038	0.031	0.035667
628	0.0190	0.0070	0.0080	0.0113	628	0.038	0.038	0.03	0.035333
632	0.0180	0.0060	0.0080	0.0107	632	0.037	0.037	0.03	0.034667
636	0.0180	0.0060	0.0070	0.0103	636	0.037	0.037	0.029	0.034333
640	0.0180	0.0060	0.0070	0.0103	640	0.037	0.037	0.029	0.034333
644	0.0180	0.0060	0.0070	0.0103	644	0.036	0.036	0.028	0.033333
648	0.0180	0.0060	0.0070	0.0103	648	0.036	0.036	0.028	0.033333
652	0.0170	0.0050	0.0060	0.0093	652	0.035	0.035	0.027	0.032333
656	0.0170	0.0050	0.0060	0.0093	656	0.035	0.035	0.027	0.032333
660	0.0170	0.0050	0.0060	0.0093	660	0.034	0.034	0.027	0.031667
664	0.0170	0.0050	0.0060	0.0093	664	0.034	0.034	0.027	0.031667
668	0.0170	0.0050	0.0060	0.0093	668	0.034	0.034	0.025	0.031
672	0.0160	0.0040	0.0050	0.0083	672	0.035	0.035	0.023	0.031
676	0.0160	0.0040	0.0050	0.0083	676	0.035	0.035	0.02	0.03
680	0.0160	0.0040	0.0050	0.0083	680	0.036	0.036	0.018	0.03
684	0.0160	0.0040	0.0050	0.0083	684	0.035	0.035	0.018	0.029333
688	0.0160	0.0040	0.0050	0.0083	688	0.035	0.035	0.016	0.028667
692	0.0150	0.0040	0.0050	0.0080	692	0.034	0.034	0.016	0.028
696	0.0150	0.0040	0.0050	0.0080	696	0.034	0.034	0.014	0.027333
700	0.0150	0.0040	0.0050	0.0080	700	0.034	0.034	0.014	0.027333

## Lampiran-3. Data Optimasi pH

pH	Reagen Larutan			Rerata	Stdev	pH	Reagen Kering			Rerata	Stdev
	A1	A2	A3				A1	A2	A3		
2	0.213	0.211	0.2127	0.2122	0.0011	2	0.119	0.114	0.124	0.119	0.005
3	0.3530	0.3530	0.3520	0.3527	0.0006	3	0.1210	0.1560	0.1240	0.1337	0.0194
4	0.2860	0.3030	0.2880	0.2923	0.0093	4	0.1160	0.1030	0.1150	0.1113	0.0072
5	0.2800	0.2960	0.3090	0.2950	0.0145	5	0.0960	0.0700	0.0780	0.0813	0.0133
6	0.2930	0.3100	0.2950	0.2993	0.0093	6	0.1310	0.0960	0.1430	0.1233	0.0244
7	0.3020	0.3050	0.2920	0.2997	0.0068	7	0.1520	0.1400	0.0920	0.1280	0.0317
8	0.2690	0.2770	0.2660	0.2707	0.0057	8	0.1500	0.1230	0.1020	0.1250	0.0241
9	0.2800	0.2950	0.2830	0.2860	0.0079	9	0.1060	0.1030	0.1050	0.1047	0.0015
10	0.2710	0.2830	0.2700	0.2747	0.0072	10	0.1230	0.1220	0.1160	0.1203	0.0038



## Lampiran-4a. Kalibrasi pH 3

pH	Reagen Larutan			Rerata	Stdev	Reagen Kering			Rerata	Stdev
	A1	A2	A3			A1	A2	A3		
0.0	0.0220	0.0200	0.0240	0.0220	0.0020	0.0280	0.0260	0.0260	0.0267	0.0012
0.2	0.0330	0.0330	0.0310	0.0323	0.0012	0.0290	0.0290	0.0290	0.0290	0.0000
0.4	0.0550	0.0550	0.0510	0.0537	0.0023	0.0310	0.0310	0.0310	0.0310	0.0000
0.6	0.0800	0.0800	0.0770	0.0790	0.0017	0.0330	0.0320	0.0330	0.0327	0.0006
0.8	0.1070	0.1100	0.1020	0.1063	0.0040	0.0350	0.0370	0.0380	0.0367	0.0015
1.0	0.1330	0.1310	0.1300	0.1313	0.0015	0.0390	0.0390	0.0410	0.0397	0.0012
2.0	0.1630	0.1550	0.1550	0.1577	0.0046	0.0420	0.0430	0.0440	0.0430	0.0010
4.0	0.2600	0.2440	0.2780	0.2607	0.0170	0.0450	0.0480	0.0480	0.0470	0.0017
6.0	0.2970	0.3200	0.3150	0.3107	0.0121	0.0500	0.0550	0.0590	0.0547	0.0045
8.0	0.3340	0.3410	0.3410	0.3387	0.0040	0.0710	0.0730	0.0730	0.0723	0.0012
10.0	0.3520	0.3440	0.3490	0.3483	0.0040	0.0890	0.0900	0.0920	0.0903	0.0015

## Lampiran-4b. Kalibrasi pH 7

pH	Reagen Larutan			Rerata	Stdev	Reagen Kering			Rerata	Stdev
	A1	A2	A3			A1	A2	A3		
0.0	0.0070	0.0080	0.0070	0.0073	0.0006	0.0290	0.0290	0.0300	0.0293	0.0006
0.2	0.0190	0.0190	0.0190	0.0190	0.0000	0.0350	0.0310	0.0330	0.0330	0.0020
0.4	0.0320	0.0310	0.0290	0.0307	0.0015	0.0390	0.0350	0.0360	0.0367	0.0021
0.6	0.0490	0.0460	0.0400	0.0450	0.0046	0.0410	0.0370	0.0410	0.0397	0.0023
0.8	0.0600	0.0580	0.0550	0.0577	0.0025	0.0470	0.0450	0.0490	0.0470	0.0020
1.0	0.0790	0.0690	0.0690	0.0723	0.0058	0.0560	0.0540	0.0550	0.0550	0.0010
2.0	0.1490	0.1270	0.1150	0.1303	0.0172	0.0720	0.0730	0.0740	0.0730	0.0010
4.0	0.2440	0.2660	0.2220	0.2440	0.0220	0.0910	0.0950	0.0900	0.0920	0.0026
6.0	0.3830	0.3730	0.2960	0.3507	0.0476	0.1130	0.1140	0.1150	0.1140	0.0010
8.0	0.4000	0.3980	0.4000	0.3993	0.0012	0.1160	0.1190	0.1180	0.1177	0.0015
10.0	0.4070	0.4050	0.4070	0.4063	0.0012	0.1300	0.1280	0.1260	0.1280	0.0020



Lampiran-5. Data penentuan selektivitas Fe(II) terhadap logam lain pada perbandingan 1:10 ppm

Jenis logam (1:10) ppm	Reagen larutan			Rerata	SD	Reagen kering			Rerata	SD
	A1	A2	A3			A1	A2	A3		
Fe(II)	0.094	0.104	0.093	0.097	0.0061	0.042	0.045	0.045	0.044	0.0017
Fe(II) : Ni(II)	0.048	0.046	0.044	0.046	0.0020	0.022	0.027	0.027	0.025	0.0029
Fe(II) : Mn(II)	0.114	0.115	0.112	0.114	0.0015	0.038	0.044	0.038	0.040	0.0035
Fe(II) : Cr(III)	0.108	0.109	0.11	0.109	0.0010	0.05	0.052	0.053	0.052	0.0015
Fe(II) : Zn(II)	0.101	0.116	0.107	0.108	0.0075	0.05	0.053	0.052	0.052	0.0015
Fe(II) : Pb(II)	0.102	0.102	0.105	0.103	0.0017	0.056	0.054	0.044	0.051	0.0064



Lampiran-6. Data penentuan waktu respon membran optode pada panjang gelombang 508 nm

Waktu (menit)	pH 3			Rerata	SD	pH 7			Rerata	SD
	A1	A2	A3			A1	A2	A3		
0	0.044	0.042	0.04	0.042	0.002	0.048	0.044	0.046	0.046	0.002
1	0.066	0.067	0.064	0.06567	0.00153	0.057	0.052	0.055	0.0547	0.00252
2	0.07	0.075	0.078	0.07433	0.00404	0.066	0.069	0.068	0.0677	0.00153
3	0.073	0.078	0.079	0.07667	0.00321	0.074	0.072	0.075	0.0737	0.00153
4	0.077	0.079	0.079	0.07833	0.00115	0.079	0.081	0.082	0.0807	0.00153
5	0.079	0.08	0.08	0.07967	0.00058	0.082	0.09	0.094	0.0887	0.00611
6	0.08	0.081	0.08	0.08033	0.00058	0.085	0.094	0.1	0.093	0.00755
7	0.081	0.081	0.081	0.081	0	0.09	0.098	0.108	0.0987	0.00902
8	0.081	0.081	0.08	0.08067	0.00058	0.096	0.102	0.116	0.1047	0.01026
9	0.082	0.082	0.08	0.08133	0.00115	0.109	0.104	0.122	0.1117	0.00929
10	0.082	0.082	0.08	0.08133	0.00115	0.111	0.107	0.132	0.1167	0.01343
12	0.082	0.083	0.08	0.08167	0.00153	0.12	0.109	0.142	0.1237	0.0168
14	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.13	0.116	0.154	0.1333	0.01922
16	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.139	0.127	0.164	0.1433	0.01888
18	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.142	0.133	0.18	0.1517	0.02495
20	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.144	0.141	0.188	0.1577	0.02631
22	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.152	0.15	0.192	0.1647	0.02369
24	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.162	0.162	0.206	0.1767	0.0254
26	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.172	0.168	0.22	0.1867	0.02894
28	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.175	0.175	0.255	0.2017	0.04619
30	0.083	0.083	0.08	0.082	0.00173	0.177	0.178	0.264	0.2063	0.04994
32						0.179	0.178	0.27	0.209	0.05283
34						0.182	0.181	0.283	0.2153	0.0586
36						0.183	0.182	0.286	0.217	0.05976
38						0.183	0.183	0.292	0.2193	0.06293
40						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
42						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
44						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
46						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
48						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
50						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
52						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
54						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
56						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
58						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351
60						0.183	0.183	0.293	0.2197	0.06351

Lampiran-7. Data penentuan batas pemakaian membran optode (studi regenerasi)

Pemakaian setelah regenerasi	pH 3			Rerata	SD	pH 7			Rerata	SD
	A1	A2	A3			A1	A2	A3		
Awal	0.106	0.096	0.1	0.101	0.0050	0.093	0.097	0.096	0.095	0.0021
1	0.059	0.071	0.048	0.059	0.0115	0.09	0.06	0.061	0.070	0.0170
2	0.047	0.044	0.04	0.044	0.0035	0.039	0.046	0.048	0.044	0.0047
3	0.036	0.032	0.031	0.033	0.0026	0.034	0.043	0.046	0.041	0.0062
4	0.033	0.03	0.027	0.030	0.0030	0.034	0.042	0.045	0.040	0.0057
5	0.029	0.028	0.027	0.028	0.0010	0.032	0.036	0.035	0.034	0.0021



## Lampiran-8. Data Sementara Waktu Hidup Membran Optode

Minggu ke-	A1	A2	A3	Rerata	SD
0	0.156	0.158	0.157	0.157	0.0010
1	0.155	0.156	0.154	0.155	0.0010
2	0.156	0.157	0.158	0.157	0.0010
3	0.156	0.154	0.158	0.156	0.0020
4	0.156	0.155	0.157	0.156	0.0010
5	0.155	0.155	0.154	0.155	0.0006
6	0.157	0.156	0.154	0.156	0.0015
7	0.155	0.157	0.156	0.156	0.0010



Lampiran-9. Perhitungan Batas Deteksi ( $Y_{(LOD)}$ ):

**I. Metode Reagen Larutan 1,10-fenantrolin**

Data yang diperoleh :  $S_B$  (Standart deviasi blanko) =  $5,77.10^{-4}$

$Y_B$  (Absorbansi rata-rata blanko) =  $8,3.10^{-3}$

$$\begin{aligned} Y_{(LOD)} &= Y_B + 3S_B \\ &= 8,3.10^{-3} + 3(5,77.10^{-4}) \\ &= 0,010031 \end{aligned}$$

$Y_{(LOD)}$  adalah absorbansi (A). maka untuk mendapatkan konsentrasi (c) nilai  $Y_{(LOD)}$  dimasukkan ke persamaan regresi kurva kalibrasi sehingga diperoleh persamaan untuk menentukan batas deteksi (LOD):

$$\begin{aligned} y &= mx + c \quad (y=A) \\ A &= mx + c \\ x &= \frac{A - c}{m} \dots\dots\dots(1) \end{aligned}$$

dimana  $y$  = absorbansi LOD

$m$  = sloope persamaan regresi kurva kalibrasi

$x$  = konsentrasi

$c$  = konstanta

**Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 3):**

$$m = 0,034$$

$$c = 0,0654$$

$$x = \frac{A - c}{m} = \frac{0,010031 - 0,0654}{0,034}$$

$$= 1,63 \text{ ppm}$$

$$= 2,91.10^{-5} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 7):**

$$m = 0,0444$$

$$c = 0,027$$

$$x = \frac{A - c}{m} = \frac{0,010031 - 0,027}{0,0444}$$
$$= 0,382 \text{ ppm}$$
$$= 6,82 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-2 ppm (pH 7):**

$$m = 0,062$$

$$c = 0,074$$

$$x = \frac{A - c}{m} = \frac{0,010031 - 0,074}{0,0622}$$
$$= 0,043 \text{ ppm}$$
$$= 7,68 \cdot 10^{-7} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-1 ppm (pH 3) :**

$$m = 0,1134$$

$$c = 0,0141$$

$$x = \frac{A - c}{m} = \frac{0,010031 - 0,0141}{0,1134}$$
$$= 0,036 \text{ ppm}$$
$$= 6,43 \cdot 10^{-7} \text{ M}$$

## II. Metode Reagen Kering 1,10-fenantrolin

Data yang diperoleh :  $S_B$  (Standart deviasi blanko) =  $5,77 \cdot 10^{-4}$

$Y_B$  (Absorbansi rata-rata blanko) =  $2,767 \cdot 10^{-2}$

$$\begin{aligned} Y_{(LOD)} &= Y_B + 3S_B \\ &= 2,767 \cdot 10^{-2} + 3(5,77 \cdot 10^{-4}) \\ &= 0,029401 \end{aligned}$$

Dengan menggunakan persamaan (1). Dapat ditentukan konsentrasi untuk nilai batas deteksi (LOD):

### Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 3):

$$m = 0,00553$$

$$c = 0,029152$$

$$\begin{aligned} x &= \frac{A - c}{m} = \frac{0,029401 - 0,029152}{0,00553} \\ &= 0,045 \text{ ppm} \\ &= 8,036 \cdot 10^{-7} \text{ M} \end{aligned}$$

### Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 7):

$$m = 0,0102$$

$$c = 0,0389$$

$$\begin{aligned} x &= \frac{A - c}{m} = \frac{0,02941 - 0,0389}{0,0102} \\ &= 0,93 \text{ ppm} \\ &= 1,66 \cdot 10^{-5} \text{ M} \end{aligned}$$

**Range Konsentrasi 0-2 ppm (pH 7):**

$$m = 0,0227$$

$$c = 0,0286$$

$$\begin{aligned}x &= \frac{A - c}{m} = \frac{0,029401 - 0,0286}{0,0227} \\ &= 0,035 \text{ ppm} \\ &= 6,25 \cdot 10^{-7} \text{ M}\end{aligned}$$

**Range Konsentrasi 0-1 ppm (pH 3) :**

$$m = 0,0128$$

$$C = 0,0262$$

$$\begin{aligned}x &= \frac{A - c}{m} = \frac{0,029401 - 0,0262}{0,0128} \\ &= 0,25 \text{ ppm} \\ &= 4,46 \cdot 10^{-6} \text{ M}\end{aligned}$$



Lampiran-10. Perhitungan Sensitifitas (S)

Sensitifitas ditentukan dengan persamaan :

$$S = \frac{0,0044}{m}$$

### I. Metode Reagen Larutan 1,10-fenantrolin

#### Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 3) :

$$m = 0,034$$

$$S = \frac{0,0044}{0,034} = 0.129 \text{ ppm}$$
$$= 2,3 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

#### Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 7) :

$$m = 0,0444$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0444} = 0,099 \text{ ppm}$$
$$= 1,77 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

#### Range Konsentrasi 0-2 ppm (pH 7):

$$m = 0.0622$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0622} = 0,071 \text{ ppm}$$
$$= 1,26 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

#### Range Konsentrasi 0-1 ppm (pH 3):

$$m = 0,1134$$

$$S = \frac{0,0044}{0,034} = 0,039 \text{ ppm}$$
$$= 6,93 \cdot 10^{-7} \text{ M}$$

**II. Metode Reagen Kering 1,10-fenantrolin****Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 3):**

$$m = 0,0055$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0055} = 0,8 \text{ ppm}$$

$$= 1,43 \cdot 10^{-5} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-10 ppm (pH 7):**

$$m = 0,0102$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0102} = 0,043 \text{ ppm}$$

$$= 7,7 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-2 ppm (pH 7):**

$$m = 0,0227$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0227} = 0,194 \text{ ppm}$$

$$= 3,46 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

**Range Konsentrasi 0-1 ppm (pH 3):**

$$m = 0,0128$$

$$S = \frac{0,0044}{0,0128} = 0,3438 \text{ ppm}$$

$$= 6,14 \cdot 10^{-6} \text{ M}$$

Lampiran-11. Daftar Karakteristik Membran Optode terhadap Metode Reagen Larutan

Karakteristik	REAGEN LARUTAN				REAGEN KERING			
	512 nm		pH 7		508 nm		pH 7	
$\lambda_{maksimum}$								
pH optimum	pH 3		pH 7		pH 3		pH 7	
Range Linier (ppm)	0-10	0-1	0-10	0-2	0-10	0-1	0-10	0-1
Koef.Kor (R)	0,953	0,992	0,9791	0,9994	0,9791	0,989	0,965	0,992
Reproduksi-bilitas (RSD)/%	4,08	2,996	5,91	8,88	2,86	2,298	2,63	3,5
Batas Deteksi (Y <sub>LOD</sub> )/ppm	1,63	0,036	0,382	0,043	0,045	0,25	0,93	0,035
Sensitifitas(S)/ppm	2,91.10 <sup>-5</sup> M	6,43.10 <sup>-7</sup> M	6,82.10 <sup>-6</sup> M	7,68.10 <sup>-7</sup> M	8,04.10 <sup>-7</sup> M	4,46.10 <sup>-6</sup> M	1,66.10 <sup>-5</sup> M	6,25.10 <sup>-7</sup> M
	0,13	0,0388	0,099	0,0707	0,8	0,344	0,43	0,177
	2,32.10 <sup>-6</sup> M	6,93.10 <sup>-7</sup> M	1,77.10M	1,26.1 <sup>9</sup> M	1,43.10 <sup>-5</sup> M	6,14.10 <sup>-6</sup> M	7,68.10 <sup>-6</sup> M	3,46.10 <sup>-6</sup> M
Selektifitas	Ni <sup>2+</sup> > Mn <sup>2+</sup> > Cr <sup>3+</sup> > Zn <sup>2+</sup> > Pb <sup>2+</sup>				Ni <sup>2+</sup> > Cr <sup>3+</sup> > Zn <sup>2+</sup> > Pb <sup>2+</sup> > Mn <sup>2+</sup>			
	Interferen utama : Ni <sup>2+</sup>				Interferen utama : Ni <sup>2+</sup>			
t <sub>respon</sub>	-				2 menit			
Studi regenerasi	-				1x pakai			
					30 menit			
					1x pakai			

Lampiran-12. Analisis Uji-t

**Paired Samples Statistics**

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	Koef Korelasi (R) Reagen Larutan- Reagen Kering	.980875 .981275	4 4	2.03888E-02 1.21697E-02	1.019E-02 6.085E-03
Pair 2	Reproduksibilitas (RSD) Reagen Larutan- Reagen Kering	5.468500 2.822000	4 4	2.577408 .507467	1.288704 .253733
Pair 3	Batas Deteksi (Y LOD) Reagen Larutan- Reagen Kering	.522750 .377500	4 4	.755623 .427444	.377812 .213722
Pair 4	Sensitifitas (S) Reagen Larutan Reagen Kering	8.463E-02 .442000	4 4	3.89845E-02 .257822	1.949E-02 .128911

**Paired Samples Correlations**

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	Koef Korelasi (R) Reagen Larutan - Reagen Kering	4	.503	.497
Pair 2	Reproduksibilitas (RSD) Reagen Larutan - Reagen Kering	4	.886	.114
Pair 3	Batas Deteksi (Y LOD) Reagen Larutan - Reagen Kering	4	-.352	.648
Pair 4	Sensitifitas (S) Reagen Larutan - Reagen Kering	4	.796	.204

**Paired Samples Test**

		Paired Differences				
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
Pair 1	Koef Korelasi (R) Reagen Larutan - Reagen Kering	-4.00E-04	1.77308E-02	8.865E-03	-2.86E-02	2.781E-02
Pair 2	Reproduksibilitas (RSD) Reagen Larutan - Reagen Kering	2.646500	2.140771	1.070385	-.759944	6.052944
Pair 3	Batas Deteksi (YLOD) Reagen Larutan - Reagen Kering	.145250	.990538	.495269	-1.430918	1.721418
Pair 4	Sensitifitas (S) Reagen Larutan - Reagen Kering	-.357375	.227994	.113997	-.720164	5.414E-03

## Paired Samples Test

		t	df	Sig. (2-tailed)
Pair 1	Koef Korelasi (R) Reagen Larutan - Reagen Kering	-.045	3	.967
Pair 2	Reproduksibilitas (RSD) Reagen Larutan - Reagen Kering	2.472	3	.090
Pair 3	Batas Deteksi (YLOD) Reagen Larutan - Reagen Kering	.293	3	.788
Pair 4	Sensitivitas (S) Reagen Larutan - Reagen Kering	-3.135	3	.052

Lampiran-13. Analisis Regresi

**Variables Entered/Removed<sup>b</sup>**

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	Reagen Kering <sup>a</sup>		Enter

a. All requested variables entered.

b. Dependent Variable: Reagen Larutan

**Model Summary**

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.994 <sup>a</sup>	.989	.987	4.7644E-03

**Model Summary**

Model	Change Statistics				
	R Square Change	F Change	df1	df2	Sig. F Change
1	.989	443.008	1	5	.000

a. Predictors: (Constant), Reagen Kering

**ANOVA<sup>b</sup>**

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	1.006E-02	1	1.006E-02	443.008	.000 <sup>a</sup>
	Residual	1.135E-04	5	2.270E-05		
	Total	1.017E-02	6			

a. Predictors: (Constant), Reagen Kering

b. Dependent Variable: Reagen Larutan

**Coefficients<sup>a</sup>**

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	-6.941E-02	.006		-11.507	.000
	Reagen Kering	2.704	.128	.994	21.048	.000

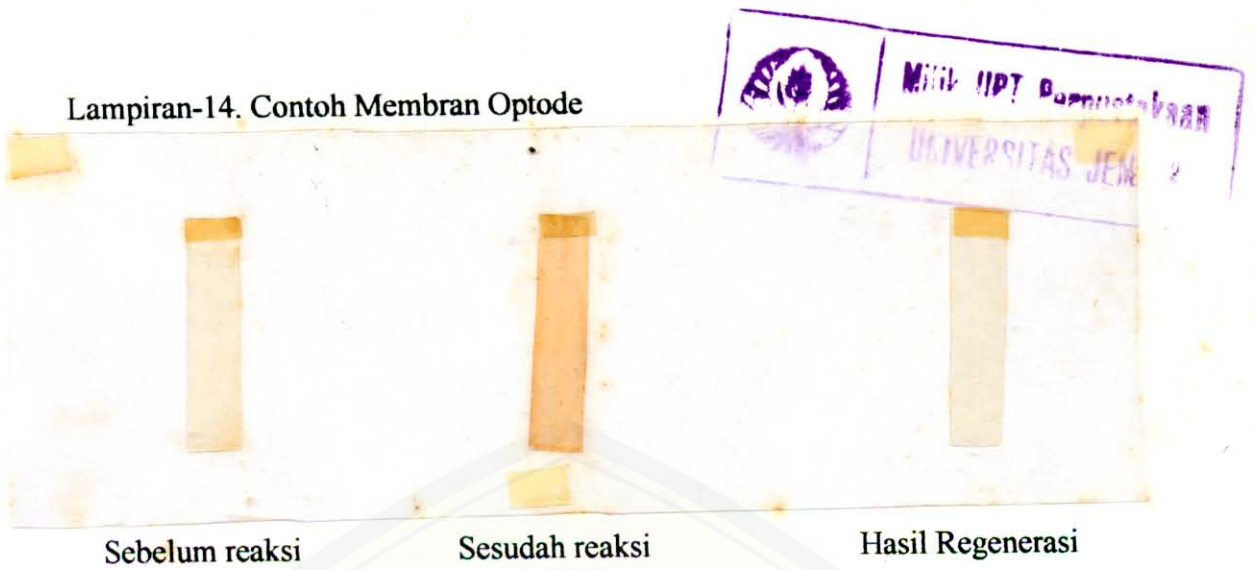
Coefficients<sup>a</sup>

Model		Collinearity Statistics	
		Tolerance	VIF
1	(Constant) Reagen Kering	1.000	1.000

a. Dependent Variable: Reagen Larutan



Lampiran-14. Contoh Membran Optode



Sebelum reaksi

Sesudah reaksi

Hasil Regenerasi

