

MODIFIKASI OPTODE KAPILER DENGAN REAGEN 2-(2'-  
*thiazolylazo-p-cresol* SEBAGAI SENSOR OPTIK PRAKTIS  
UNTUK PENGUKURAN ION Hg(II) DALAM AIR

S K R I P S I



Milik UPT Perpustakaan  
UNIVERSITAS JEMBER

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



Asal	: Hadiah	Klass
	: <del>Pembelian</del>	547.3
Terima	: Tgl. 01 MAR 2003	HID
Oleh	No. Induk	17

Saiful Hidayatullah

NIM. 981810301114

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER

2003

## **MOTTO**

*Sayangilah apa yang telah menjadi milik mu agar tidak menyesal  
saat kamu mulai kehilangan, karena itu merupakan satu dari  
sejian banyak anugrah Illahi.*

*Hidup merupakan perjuangan panjang (Kahlil Gibran).*

**Orang-orang yang mulia dan hebat tidak pernah memandang  
suatu masalah sebagai hambatan. Sebaliknya, mereka  
memandang masalah sebagai tantangan yang  
harus dijawab dengan kesungguhan.**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini penulis persembahkan kepada :

- 1) **Ibunda** yang selalu mencurahkan waktu, tenaga, do'a dan kasih sayangnya demi keberhasilan penulis dalam menyelesaikan studi;
- 2) **Iqbal "Tole" Hidayat** yang menjadi motivasiku dalam menyelesaikan tugas akhir ini dengan cepat;
- 3) Kakak-kakakku: **Saiful Arif** dan **Saiful Wahyudi** yang telah banyak memberikan kepercayaan dan dukungannya selama masa studi.
- 4) Yang terhormat **Drs. Bambang Kuswandi MSc, Ph.D** dan **Drs. Busroni, MSi** yang senantiasa memberikan bimbingan dan arahan demi terselesainya Tugas Akhir ini;
- 5) Partnerku **Hendri Budianto** yang telah banyak memberikan bantuan tenaga, pikiran dan waktunya dalam menyelesaikan penelitian ini.
- 6) Saudara-saudaraku : **Hendri, Ewa, Jacky dan Nafiril** yang senantiasa memberikan semangat, dorongan dan kemudahan-kemudahannya dalam menyelesaikan kuliah dan Tugas Akhir ini;
- 7) **Teman-teman CBG** yang telah selalu membangkitkan semangatku demi terselesaikannya penelitian ini.

Almamaterku yang ku banggakan, khususnya Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

## DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil penelitian yang dilakukan mulai bulan Maret sampai dengan Desember 2002 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil penelitian saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya. Skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Pebruari 2003

Saiful Hidayatullah

## ABSTRAK

**Modifikasi Optode Kapiler dengan Menggunakan Reagen 2-(2'-thiazolylazo)-*p*-cresol sebagai Sensor Optik Praktis untuk Pengukuran Ion Hg(II) dalam Air**, Saiful Hidayatullah, 981810301114, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Optode kapiler merupakan salah satu sensor serat optik. Optode kapiler ini sebagaimana sensor serat optik lainnya mempunyai banyak kelemahan di bagian sistem optiknya. Kelemahan-kelemahan ini merupakan latar belakang masalah dalam penelitian ini. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi optode kapiler menjadi sensor yang lebih praktis dalam penggunaannya. Sensor ini terdiri dari pipa kapiler dengan material kimia (reagen TAC dalam XAD-4) didalamnya. Ketika sensor ini dicelupkan kedalam sampel, larutan akan berdifusi dan menyebabkan terjadinya reaksi antara ion  $\text{Hg}^{2+}$  dengan TAC. Penampakan visual reaksi ini berupa *stain* yang berwarna hijau. Waktu yang dibutuhkan terbentuknya *stain* (waktu respon) untuk setiap konsentrasi sampel akan berbeda. Perbedaan waktu respon inilah yang menjadi dasar pengukuran dari sensor. Sensor ini menggunakan reagen TAC dengan konsentrasi sebesar 1000 ppm dan pada pH 8. Limit deteksi dari sensor ini sebesar 1 ppm dengan linier range 1-75 ppm. Interferensi yang paling tinggi diberikan oleh ion  $\text{Ag}^+$  pada perbandingan konsentrasi 1 : 1. Sensitifitas sensor ini sebesar 2.1 det/ppm.

Kata kunci : *Optode kapiler, reagen TAC, stain, dan waktu respon,*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulisan skripsi dengan judul “Modifikasi Optode Kapiler dengan Menggunakan Reagen TAC sebagai Sensor Optik Praktis untuk Pengukuran Ion Hg(II)” dapat terselesaikan.

Skripsi ini disusun sebagai salah satu persyaratan untuk meraih gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Terlepas dari segala kekurangan yang ada, skripsi ini memuat hasil penelitian yang telah dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia selama bulan Maret-Desember 2002 dan merupakan salah satu wujud nyata pengembangan ilmu pengetahuan, khususnya pada pengembangan sensor optik yang berbasis pada aplikasi ilmu kimia.

Dalam kesempatan ini, disampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada Drs. Bambang. K, M.Sc, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Utama dan Drs. Busroni, M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang dengan penuh kesabaran telah membimbing penulis mulai dari penentuan topik, pelaksanaan penelitian sampai tersusunnya skripsi ini. Ucapan terima kasih ini juga disampaikan kepada Dinas Pendidikan Tinggi (DIKTI) yang telah mendanai penelitian ini melalui Program Kreatifitas Mahasiswa 2002 (PKM).

Selanjutnya penulis juga menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi dalam penyelesaian skripsi ini. Terima kasih pula kepada saudara *Hendri Budianto* yang telah banyak menyumbangkan tenaga, pikiran, dan waktunya selama berlangsungnya penelitian.

Akhirnya penulis berharap skripsi ini dapat memberikan kontribusi yang sangat berarti bagi semua pihak demi kemajuan Ilmu Pengetahuan Indonesia, utamanya pada pengembangan Sensor di Indonesia

Jember, Pebruari 2002

Penulis,

## HALAMAN PENGESAHAN


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


Hari : Kamis  
Tanggal : 27 FEB 2003  
Tempat : Ruang Sidang Jurusan Kimia

### Tim Penguji


Ketua (Dosen Pembimbing Utama)

Sekretaris (Dosen Pembimbing Anggota)

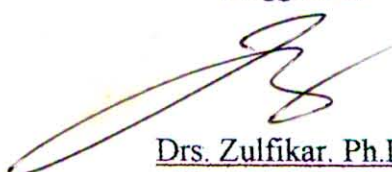
  
Drs. Bambang Kuswandi, MSc, Ph.D  
NIP. 132 085 972

  
Drs. Busroni, MSi  
NIP. 131 945 805

Anggota I


  
Bambang Piluharto, S.Si, M.Si  
NIP. 132 164 055

Anggota II

  
Drs. Zulfikar, Ph.D  
NIP. 131 660 785

Mengetahui  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



  
Ir. Sumadi, MS  
NIP. 130 368 784

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>Halaman Judul</b> .....	i
<b>Halaman Motto</b> .....	ii
<b>Halaman Persembahan</b> .....	iii
<b>Halaman Deklarasi</b> .....	iv
<b>Halaman Abstrak</b> .....	v
<b>Halaman Pengesahan</b> .....	vi
<b>Kata Pengantar</b> .....	vii
<b>Daftar Isi</b> .....	viii
<b>Daftar Tabel</b> .....	x
<b>Daftar Gambar</b> .....	xi
<b>Daftar Lampiran</b> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
2.1 Analisis Kimia .....	4
2.2 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik .....	5
2.3 Logam Merkuri .....	9
2.4 Reagen-Reagen Azo .....	10
2.4.1 TAC [2-(2-thiazolylazo)-p-cresol] .....	10
2.4.2 PAN [1-(2-pyridylazo)-2-naphthol] .....	12
2.5 Pengaruh pH terhadap Pembentukan Komplek Hg-TAC <sub>2</sub> ....	12
2.6 Teknik Imobilisasi Adsorpsi .....	14
2.7 Resin XAD-4 .....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	16
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	16



## DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul .....	i
Halaman Motto .....	ii
Halaman Persembahan .....	iii
Halaman Deklarasi .....	iv
Halaman Abstrak .....	v
Halaman Pengesahan .....	vi
Kata Pengantar .....	vii
Daftar Isi .....	viii
Daftar Tabel .....	x
Daftar Gambar .....	xi
Daftar Lampiran .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Analisis Kimia .....	4
2.2 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik .....	5
2.3 Logam Merkuri .....	9
2.4 Reagen-Reagen Azo .....	10
2.4.1 TAC [2-(2-thiazolylazo)-p-cresol] .....	10
2.4.2 PAN [1-(2-pyridylazo)-2-naphthol] .....	12
2.5 Pengaruh pH terhadap Pembentukan Komplek Hg-TAC <sub>2</sub> ....	12
2.6 Teknik Imobilisasi Adsorpsi .....	14
2.7 Resin XAD-4 .....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>16</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	16

3.2	Diagram Alir Penelitian .....	16
3.3	Bahan dan Alat .....	17
	3.3.1 Bahan .....	17
	3.3.2 Alat .....	17
3.4	Disain Sensor Optik Praktis .....	17
3.5	Prosedur Kerja .....	17
	3.5.1 Preparasi Bahan .....	17
	3.5.1.1 Preparasi Larutan TAC .....	17
	3.5.1.2 Preparasi Larutan Buffer pH 8 .....	18
	3.5.1.3 Preparasi Larutan Standart .....	18
	3.5.2 Teknik Imobilisasi .....	18
	3.5.3 Pengisian dalam Pipa Kapiler .....	18
	3.5.4 Optimasi Konsentrasi Reagen TAC .....	18
	3.5.5 Karakteristik Sensor Optik Praktis .....	19
	3.5.6.1 Linier Range .....	19
	3.5.6.2 Limit Deteksi .....	19
	3.5.6.3 Sensitifitas .....	20
	3.5.6.4 Studi Interferen .....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>20</b>
4.1	Modifikasi Optode Kapiler .....	21
4.2	Imobilisasi Reagen TAC .....	23
4.3	Optimasi Reagen TAC .....	24
4.4	Karakteristik Metrologis Sensor Optik Praktis .....	25
	4.6.1 Linier Range .....	25
	4.6.2 Limit Deteksi .....	26
	4.6.3 Sensitifitas .....	26
	4.6.4 Studi Interferen .....	26
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>		<b>29</b>
5.1	Kesimpulan .....	29
5.2	Saran .....	29
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>30</b>

## DAFTAR TABEL

	Halaman
<b>Tabel-1.</b> Karakteristik Fisik Resin XAD-4 .....	15
<b>Tabel-2.</b> Tingkat Interferensi Ion Logam Terhadap Komplek Hg-TAC <sub>2</sub>	27

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
<b>Gambar-1.</b> Disain Optode Kapiler .....	8
<b>Gambar-2.</b> Struktur TAC .....	10
<b>Gambar-3.</b> Reaksi Keseimbangan Reagen TAC Pada pH Basa (A) dan Asam (B).....	11
<b>Gambar-4.</b> Reaksi Reagen TAC dengan Ion Logam (M) .....	11
<b>Gambar-5.</b> Struktur Reagen PAN .....	12
<b>Gambar-6.</b> Reaksi Reagen PAN dengan Ion Logam (M).....	12
<b>Gambar-7.</b> Pergeseran Keseimbangan Reagen TAC .....	13
<b>Gambar-8.</b> Struktur XAD-4 .....	15
<b>Gambar-9.</b> Disain Sensor Optik Praktis .....	17
<b>Gambar-10.</b> Sensor Optik Praktis Sebelum (A) dan Sesudah Reaksi (B)	21
<b>Gambar-11.</b> Reaksi $Hg^{2+}$ dengan TAC Pada pH 8.....	22
<b>Gambar-12.</b> Kurva Optimasi Reagen TAC dengan Konsentrasi Ion $Hg^{2+}$ 50 ppm .....	24
<b>Gambar-13.</b> Kurva Kalibrasi Sensor Optik Praktis terhadap Konsentrasi Ion $Hg^{2+}$ .....	25
<b>Gambar-14.</b> Uji Kualitatif Interferensi Logam-Logam Lain.....	27

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran-1.</b> Kurva Optimasi Reagen TAC .....	32
<b>Lampiran-2.</b> Kurva Kalibrasi Sensor Optik Praktis .....	33
<b>Lampiran-3</b> Uji t pada Persamaan Garis Lurus .....	34
<b>Lampiran-4.</b> Kurva Kalibrasi dengan Linier Range 1-100ppm .....	35
<b>Lampiran-5</b> Data Pengamatan Waktu Respon Hg-TAC <sub>2</sub> terhadap Interferensi Logam Lain .....	36



## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Seiring maraknya masalah pencemaran lingkungan pada akhir-akhir ini, juga diikuti oleh munculnya berbagai metode analisis kimia. Analisis-analisis tersebut muncul sebagai suatu solusi dari masalah pencemaran lingkungan yang terjadi. Perkembangan metode analisis kimia dari tahun ke tahun menunjukkan adanya usaha untuk memperbaiki atau menyempurnakan metode analisis yang sudah ada.

Metode-metode yang berkembang saat ini mempunyai beberapa kelebihan dari terdahulu diantaranya dalam hal kemudahan prosedur analisis, sedikit membutuhkan sampel, waktu yang dibutuhkan untuk analisis relatif lebih singkat, dan biaya yang relatif lebih murah. Salah satu bentuk metode analisis kimia yang banyak dipergunakan belakangan ini adalah sensor. Ada 2 jenis sensor yang banyak digunakan untuk analisis kimia yaitu sensor kimia dan biosensor.

Sensor kimia dan biosensor berbasis serat optik banyak dikembangkan saat ini karena mempunyai banyak kelebihan (seperti yang telah disebutkan diatas). Hanya saja perkembangan sensor kimia lebih pesat daripada biosensor. Hal itu dikarenakan analisis dengan sensor kimia relatif lebih murah daripada biosensor. Sensor kimia serat optik yang baru-baru ini dikembangkan adalah Optode kapiler untuk penentuan ion  $Hg^{2+}$ . Sensor ini terdiri dari pipa kapiler dengan lapisan sensitif kimia pada permukaan dalam pipa kapiler, yang berisi 4-(2-thiazolylazo) resorsinol (TAR) dan nafion. Ketika larutan sampel dilewatkan pada pipa kapiler, ion  $Hg^{2+}$  membentuk kompleks dengan TAR yang mengakibatkan terjadi perubahan warna pada permukaan dalam pipa kapiler, yang nantinya dapat diukur secara spektrofotometer (Kuswandi dan Narayanaswamy, 1999).

Optode kapiler ini sebagai mana sensor serat optik lainnya, selain mempunyai beberapa kelebihan juga mempunyai beberapa kekurangan, utamanya berasal dari sistem optiknya. Kelemahan-kelemahan itu antara lain fluktuasi sumber sinar, hilangnya sinyal optik dalam konektor dan kopling, tertekuknya serat optik serta gangguan dari cahaya sekitar (Kuswandi, 2000).

Beranjak dari kekurangan-kekurangan optode kapiler, maka dalam penelitian ini optode kapiler tersebut dimodifikasi menjadi sebuah sensor optik praktis yang lebih mudah penggunaannya daripada optode kapiler. Sensor ini menggunakan reagen TAC yang diimobilisasikan ke dalam resin XAD-4 secara adsorpsi fisik. Pada sensor ini, larutan sampel akan terdifusi ke dalam membran dan akan bereaksi dengan reagen TAC membentuk senyawa kompleks. Warna dari senyawa kompleks yang terbentuk (stain) diukur waktu pembentukannya dan kemudian dikonversi dalam bentuk konsentrasi analit.

### 1.2 Perumusan masalah.

Berdasarkan latar belakang di atas, didapatkan beberapa permasalahan sebagai berikut :

- 1) bagaimanakah disain modifikasi optode kapiler dengan reagen TAC [2-(2'-Thiazolylazo)-cresol] untuk sensor optik praktis ion  $\text{Hg}^{2+}$  dalam air ?,
- 2) bagaimanakah cara imobilisasi reagen TAC pada resin XAD-4?,
- 3) berapakah konsentrasi optimum reagen TAC pada sensor optik praktis?,
- 4) bagaimanakah karakteristik metrologis (linier range, limit deteksi, sensitifitas dan studi Interferen) sensor optik praktis terhadap ion  $\text{Hg}^{2+}$  ?

### 1.3 Tujuan Penelitian.

- 1) modifikasi optode kapiler dengan reagen TAC sebagai sensor optik praktis ion  $\text{Hg}^{2+}$ ,
- 2) mempelajari proses imobilisasi reagen TAC pada resin XAD-4,
- 3) mengetahui konsentrasi optimum reagen TAC bagi sensor optik praktis dalam mendeteksi ion  $\text{Hg}^{2+}$ ,
- 4) mengetahui karakteristik metrologis dari sensor optik praktis terhadap ion  $\text{Hg}^{2+}$ .

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

- 1) dapat mempelajari sifat-sifat reagen TAC sebagai reagen yang selektif terhadap ion  $\text{Hg}^{2+}$ ,
- 2) dapat melakukan analisis ion  $\text{Hg}^{2+}$  secara cepat,
- 3) dapat sebagai acuan untuk pengembangan sensor optik lebih lanjut.

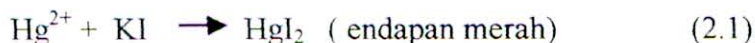




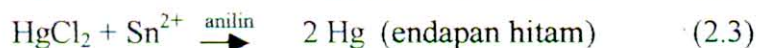
## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Analisis Kimia

Pendeteksian keberadaan logam berat dapat dilakukan dengan berbagai metode, baik dengan metode klasik maupun modern. Pada metode klasik biasanya digunakan bahan-bahan kimia tertentu yang direaksikan dengan analit (dalam hal ini adalah logam berat) yang akan memberikan reaksi yang khas bagi masing-masing logam berat yang ada. Misalnya untuk analisis keberadaan logam  $Hg^{2+}$  bisa digunakan KI atau  $SnCl_2$  dan anilin, yang akan terbentuk endapan putih yang akan berubah menjadi hitam (logam Hg).



Atau:



Cara analisis secara klasik ini hampir seluruhnya didasarkan pada sifat-sifat kimia suatu materi (Haryadi, 1990).

Dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, mulai ditemukannya sifat-sifat fisik baru yang dapat diamati dengan menggunakan alat-alat penelitian tersebut. Perkembangan ini membuka kemungkinan-kemungkinan baru untuk analisis kimia. Salah satu metode analisis modern yang sering dipergunakan adalah metode spektroskopi, yang dimulai dengan penelitian dari Bunsen dan Kirchhoff pada tahun 1859 yaitu tentang spektrum emisi suatu unsur, dimana setiap unsur mempunyai spektrum-spektrum emisi garis yang khas dan spesifik, yang berbeda dari spektrum unsur-unsur lain, terutama karena adanya garis-garis tertentu yang spesifik di dalam spektrum (Haryadi, 1990).

Pengertian tentang spektrum garis-garis spesifik itulah, maka suatu bahan dapat dianalisis berdasarkan spektroskopi. Metode spektroskopi ini berkembang pesat dalam dunia analisis dikarenakan kecepatan analisa, dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif, tidak diperlukan bermacam-macam pereaksi, dan sangat sensitif. Metode spektroskopi yang paling sering digunakan untuk

menganalisis kadar  $\text{Hg}^{2+}$  dalam suatu sampel adalah metode spektroskopi serapan atom atau spektrofotometri UV-Vis.

Metode spektrofotometri didasarkan pada sifat optis suatu senyawa, yaitu bagaimana senyawa tersebut merespon suatu sinar baik dengan absorpsi, reflektansi, dan lain-lain. Metode spektrofotometri yang paling banyak digunakan untuk determinasi logam berat dalam sampel adalah spektrofotometer UV-Vis, yaitu pada panjang gelombang 200-400 nm untuk UV dan 400-800 untuk visible.

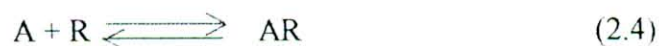
Spektrofotometer visible digunakan untuk determinasi sampel yang berwarna sedangkan sampel yang tidak berwarna dapat dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Prinsip kerja dari spektrofotometer ini adalah seberapa besar jumlah energi yang diserap analit untuk mengeksitasi elektronnya dari tingkat dasar (ground state) ke tingkat energi yang lebih tinggi (excited state) atau yang biasa disebut sebagai transisi elektronik.

## 2.2 Sensor Kimia Berbasis Optik

Sensor dalam konteks ini dapat didefinisikan sebagai suatu alat yang mampu mendeteksi keberadaan suatu analit. Sensor kimia berbasis optik yang merupakan bagian dari sensor kimia, sekarang banyak dikembangkan untuk analisis logam, anion ataupun gas. Komponen instrumentasi dari sensor ini meliputi sumber sinar, serat optik pengarah sinar, detector, pemrosesan sinyal dan tampilan (Kuswandi, 2001).

Prinsip pengukuran dari sensor ini adalah sebagai berikut : sinar dari sumber diarahkan pada serat optik dan dihantarkan ke daerah dimana sinar ini berinteraksi dengan transduser kimia. Interaksi ini menghasilkan kumpulan sinyal optik, dan dicatat sebagai informasi kimia, dikumpulkan oleh serat optik yang sama ataupun yang berbeda. Berdasarkan pada alat pengukuran utama dan prinsip optik yang digunakan, sinyal optik diukur dapat berupa absorban, reflektan, dan luminescen. Transduser kimia biasanya berisi reagen imobilisasi yang spesifik terhadap analit dan biasanya mampu mengukur analit pada tingkat renik (Narayanaswamy, 1993).

Respon sensor ini tergantung pada interaksi antara analit dengan fasa reagen. Reagen (R) bereaksi dengan analit (A) membentuk produk (AR) yang dapat digambarkan seperti dibawah ini



Tranduser kimia biasanya didasarkan pada kestabilan kesetimbangan selama reaksi kimia antara A dan R, dan kesetimbangan ini dapat digambarkan sebagai berikut

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

Ketika reagen dikonsumsi selama reaksi, dan total konsentrasi awal ( $C_R$ ) pada setiap saat dapat dinyatakan sebagai

$$C_R = [AR] + [R] \quad (2.6)$$

Jadi, dari persamaan (2.5) dan (2.6), konsentrasi analit dapat diekspresikan sebagai

$$[A] = \frac{1}{K} \left( \frac{C_R}{[R]} - 1 \right) \quad (2.7)$$

Jika sifat optik dari AR diukur kemudian konsentrasi analit dapat dihubungkan dengan konsentrasi AR

$$\frac{1}{[A]} = K \times \left( \frac{C_R}{[AR]} - 1 \right) \quad (2.8)$$

Respon sensor juga tergantung pada jumlah total dari indikator. Selanjutnya, beberapa variabel yang tak terkontrol berpengaruh pada konstanta kesetimbangan yang akan menjadi sumber kesalahan. Sebagai contoh, untuk beberapa reaksi yang mencakup ion, variasi dalam kekuatan ion akan berpengaruh

harga K. Kesetimbangan dari indikator tidak tergantung pada transfer massa, sedangkan waktu respon hanya bergantung pada transfer massa.

Penggunaan reaksi kimia irreversibel dalam perkembangan sensor optik akan menghasilkan sensor yang sekali pakai. Meskipun terdapat keterbatasan dalam penggunaannya, sensor optik yang menggunakan reaksi ini akan memberikan sensitifitas pengukuran yang tinggi.

Reaksi irreversibel dalam sensor dapat diberikan sebagai berikut :



Sensor kimia berbasis optik mempunyai kelebihan dan kekurangan. Kelebihannya adalah fleksibel, murah dan tahan terhadap korosi (Narayanaswamy, 1993). Kelebihan lainnya dari sensor ini adalah kekebalannya terhadap lingkungan berbahaya, bebas dari gangguan elektrik, aman secara instrinsik, butuh tenaga yang sangat rendah dan berukuran sangat kecil. Selain itu terdapat juga kelemahan kelemahan dari sensor ini, yaitu transfer massa antara analit dengan sensor, yang mengandung reagen imobilisasi sensitif berada dalam bentuk fasa yang berbeda sehingga menghasilkan suatu respon yang relatif lama.. Karena reagen yang digunakan adalah sering senyawa-senyawa organik, maka atas photodekomposisi, photobeliaching dan stabilitas perlu mendapat perhatian karena analisis dengan sensor ini harus menggunakan reagen yang sensitif dan selektif. Kelemahan lainnya berasal dari sistem optik yang digunakan, seperti fluktuasi sumber sinar, hilangnya sinyal optik dalam konektor dan kopling, tertekuknya serat optik serta gangguan-gangguan dari cahaya sekitar (Kuswandi, 2000 ).

Sensor optode kapiler merupakan salah satu jenis dari sensor berbasis serat optik yang sedang berkembang saat ini. Sensor ini terdiri dari pipa kapiler dengan lapisan sensitif kimia pada permukaan dalam pipa kapiler, yang berisi 4-(2-thiazolylazo)resorsinol (TAR) dan nafion. Ketika larutan sampel dilewatkan pada pipa kapiler, ion  $Hg^{2+}$  membentuk kompleks dengan TAR yang mengakibatkan terjadi perubahan warna pada permukaan dalam pipa kapiler, yang nantinya dapat diukur secara spektrofotometer ( Kuswandi dan Narayanaswamy, 1999).

Mekanisme pendeteksian ion logam dalam sensor ini didasarkan pada sistem pertukaran ion, dimana ion logam akan terdifusi kedalam membran. Reaksi akan terjadi dalam beberapa menit dan terjadi perubahan warna yang dapat diukur secara spektrometer. Reaksi kimia yang terjadi merupakan penjumlahan dari 2 tahap seperti yang tergambar dibawah ini.

*Tahap 1* . Ekstraksi ion logam ( $\text{Hg}^{2+}$ ) dari sampel menuju pori-pori membran, yang sekaligus terjadi pertukaran ion seperti dibawah ini

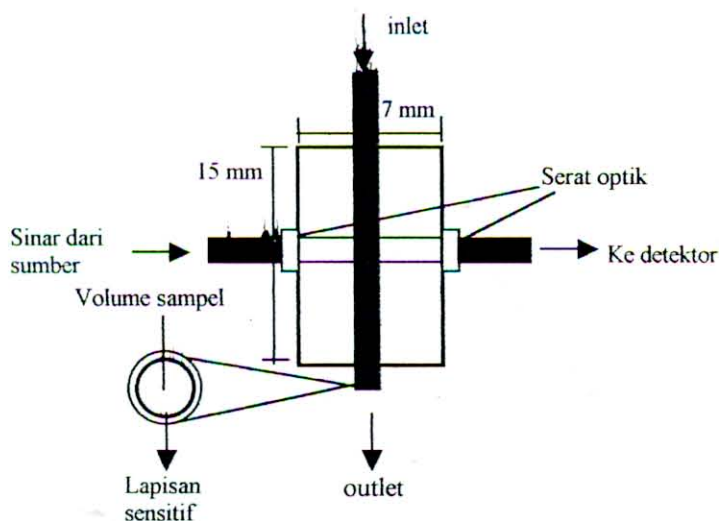


*Tahap 2*. Reaksi antara ion logam dengan reagen (R)



Pada reaksi pembalikan (dengan pemberian larutan asam), asam akan memprotonasi reagen dan menghilangkan ion logam dalam kompleks yang terbentuk, dan ion logam dalam larutan asam akan terbuang.

Secara jelas desain optode kapiler dapat dilihat seperti dibawah ini :



**Gambar -1.** Desain optode kapiler

Respon optode kapiler sedikit dipengaruhi oleh kecepatan alir dari sampel, tetapi besar respon hampir sama. Ketika kecepatan alir sampel tinggi maka respon dari

optode kapiler lebih cepat daripada kecepatan alir sampel yang lambat. Dalam sistem ini, kecepatan alir yang tinggi dari sampel akan menyebabkan luka atau goresan pada lapisan sensitif.

### 2.3 Logam Merkuri

Logam merkuri mempunyai simbol Hg yang diturunkan dari bahas Latin *Hydrargyrum* yang mempunyai arti cairan perak (Baird, 1995). Kebanyakan merkuri yang ditemukan di alam terdapat dalam bentuk gabungan dengan elemen lainnya, dan jarang ditemukan dalam bentuk elemen terpisah. Komponen merkuri banyak tersebar dikarang-karang, tanah, udara, dan air.

Merkuri di alam terdapat dalam berbagai bentuk sebagai berikut :

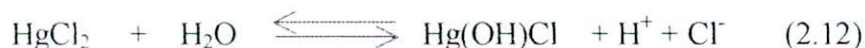
- 1) merkuri anorganik, termasuk logam merkuri ( $\text{Hg}^{2+}$ ) dan garam-garamnya seperti merkuri klorida ( $\text{HgCl}_2$ ) dan merkuri oksida ( $\text{HgO}$ ),
- 2) komponen merkuri organik atau organomerkuri, terdiri dari :
  - a) aril merkuri, mengandung hidrokarbon aromatik seperti fenil merkuri asetat,
  - b) alkil merkuri, mengandung hidrokarbon alifatik dan merupakan merkuri paling beracun, misalnya metil merkuri, etilmerkuri,
  - c) alkoksialkil merkuri ( $\text{R-O-Hg}$ ),

Adapun sifat-sifat merkuri adalah sebagai berikut :

- 1) merkuri merupakan satu-satunya logam yang berbentuk cair pada suhu kamar ( $25^\circ\text{C}$ ) , mempunyai titik beku terendah dari semua logam, yaitu  $-39^\circ\text{C}$ , mempunyai jari-jari ion  $1.1 \text{ \AA}$ ,
- 2) larut pada pelarut polar dan pelarut non polar.
- 3) merkuri dan semua komponennya bersifat racun terhadap semua makhluk hidup (fardiaz, 1992).

Untuk senyawaan dengan halida pada umumnya ikatan yang terjadi adalah ikatan kovalen.  $\text{Hg(II)}$  klorida mengkristal dalam kisi molekul yang sesungguhnya. Senyawaan ini mempunyai titik leleh dan titik didih rendah, misalnya  $\text{HgCl}_2$ ,  $280^\circ\text{C}$ . Senyawaan ini juga larut dalam pelarut organik. Dalam

larutan, senyawaan ini berada hampir tak terbatas (~99%) sebagai molekul  $\text{HgX}_2$ , namun beberapa hidrolisis terjadi, membentuk kesetimbangan utama, misalnya



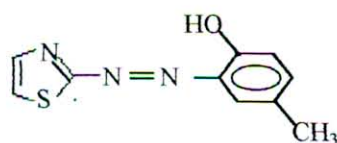
Ion  $\text{Hg}^{2+}$  membentuk kompleks kuat. Kekhasan bilangan koordinasi dan tatanan stereokimia adalah koordinasi dua, linier, dan koordinasi empat, tetrahedral. Koordinasi oktahedral kurang umum, beberapa kompleks koordinasi – 3 dan –5 juga dikenal. Tampaknya ikatan merkuri-ligan dianggap bersifat kovalen, khususnya dalam senyawaan koordinasi 2 (Cotton and Wilkinson, 1989).

## 2.4 Reagen-reagen azo

Reagen – reagen *azo* dapat di golongan sebagai reagen organik yang sensitiv dan selektif, sehingga banyak digunakan dalam analisis kimia khususnya untuk analisis logam berat (Marczenko, 1986). Reagen-reagen ini mempunyai range pH optimal yang berbeda, dimana pada kondisi itu reagen ini mampu bekerja secara maksimal.

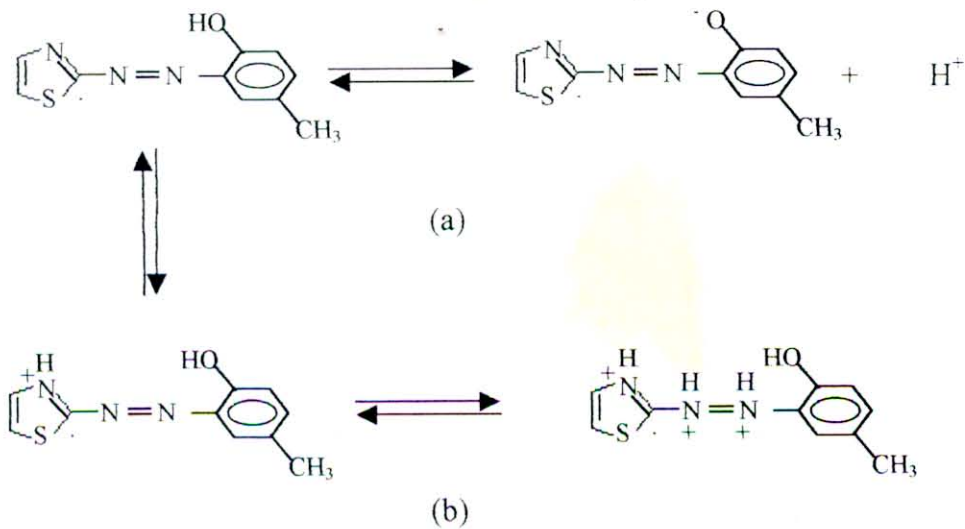
### 2.4.1 TAC [2-(2-thizolyazo)-p-cresol]

Reagen TAC [2-(2-thizolyazo)-p-cresol]. Reagen TAC ini mempunyai range pH antara 4.5 – 8,8. Dengan lebarnya range pH dari reagen TAC, reagen ini sangat cocok untuk digunakan dalam analisis lingkungan. Struktur kimia dari TAC ini adalah sebagai berikut :



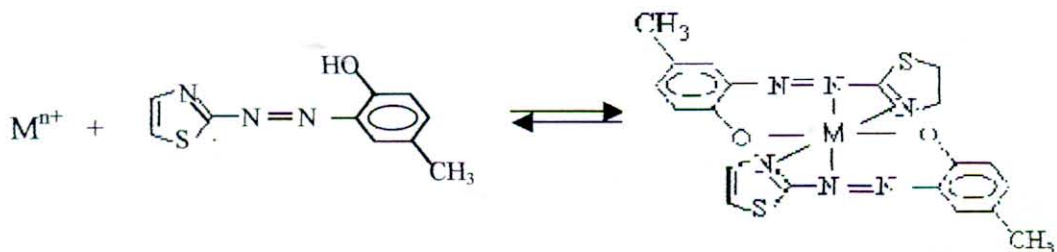
**Gambar-2.** Struktur TAC

Reagen ini dapat membentuk kesetimbangan dalam bentuk ionnya.



**Gambar-3.** (a) Reaksi kesetimbangan reagen TAC pada pH basa (a) dan asam (b)

Pelarut yang sesuai dengan reagen ini adalah methanol 50% dan dioxan 10%. Dalam larutan asam atau sedikit asam, logam dengan reagen ini akan membentuk kompleks dengan perbandingan logam : ligan adalah 1 : 1 atau membentuk kompleks dengan perbandingan campuran. Perbandingan itu adalah 1 : 1 dan 1 : 2, dimana 2 adalah jumlah ligan. Dalam larutan alkali, kesetimbangan biasanya akan mengarahkan pada perbandingan 1 : 2 (Hovind, 1975). Ketika TAC berikatan dengan logam, logam akan berikatan dengan oksigen dari gugus hidroksil ( $-OH$ ), salah satu atom N dari gugus *azo*,-dan atom N dari gugus thiazolin (Marczenko,1986). Reaksi pembentukan kompleks dengan reagen ini pada pH basa dapat tergambar sebagai berikut :

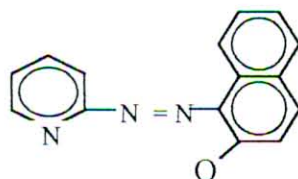


**Gambar-4.** Reaksi reagen TAC dengan ion logam (M)

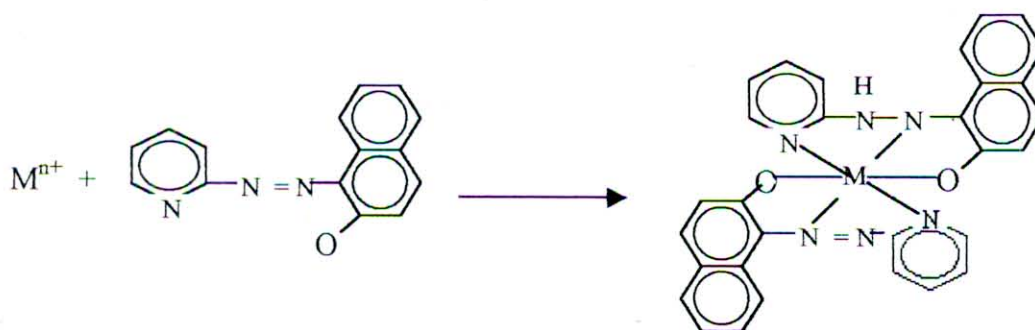


### 2.4.2 PAN [1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol]

Reagen PAN [1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol]. Reagen ini mempunyai sifat yang hampir sama dengan reagen TAC. Reagen PAN mempunyai range pH yang lebar seperti reagen TAC. PAN terdapat dalam 3 bentuk yaitu pada kondisi larutan asam ( $\text{pH} \leq 2$ ), PAN terprotonasi sebagai  $\text{H}_2\text{R}^+$  berwarna hijau dan kuning, pada kondisi larutan pH 3 dan 4, PAN berada dalam bentuk netral sehingga berwarna kuning, pada kondisi larutan alkali  $\text{pH} \geq 1$ , PAN berada dalam bentuk anion membentuk warna merah. Pelarut yang sesuai dengan reagen ini adalah metanol dan etanol. Reagen ini bertindak sebagai kelat tridentat ketika bereaksi dengan logam. Logam akan berikatan dengan atom O dari gugus hidroksil, atom N dari gugus azo, dan atom N dari pyridin (Marczenko, 1986).



Gambar-5. Struktur reagen PAN



Gambar-6. Reaksi reagen PAN dengan ion logam (M)

### 2.5 Pengaruh pH terhadap Pembentukan Komplek Hg-TAC<sub>2</sub>

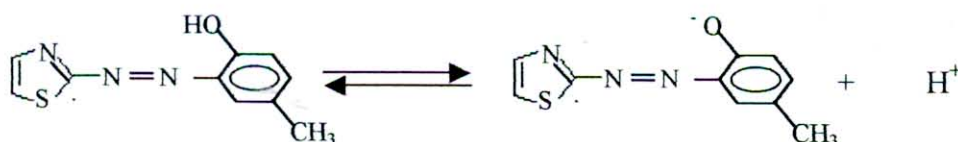
Dasar kerja dari reagen yang digunakan sebagai indikator keberadaan logam berat adalah mengkelat logam-logam membentuk suatu ikatan koordinasi dengan ion logam. Ikatan yang terjadi antara logam dengan reagen yang dalam hal

ini disebut dengan ligan (dari kata ligare yang berarti mengkelat) adalah ikatan kovalen. Ikatan kovalen terbentuk karena sepasang elektron dari ligan digunakan bersama-sama dengan ion logam untuk membentuk suatu ikatan kimia (Marczenko, 1986).

Teori ikatan kovalen menyatakan ikatan terbentuk karena kedua pihak masing-masing memberikan satu elektron sehingga terbentuk pasangan elektron. Berbeda dalam reaksi pembentukan kompleks, ion logam tidak memberikan elektron, karena sebagai ion positif tidak mempunyai elektron bebas untuk keperluan tersebut, maka kedua elektron disediakan oleh ligan. Ikatan kovalen semacam ini disebut dengan ikatan kovalen koordinasi. Ligan sebagai pemberi pasangan elektron disebut dengan donor, sedangkan ion pusat yang bersifat sebagai penerima pasangan elektron disebut dengan akseptor.

Reagen TAC dapat membentuk kompleks dengan  $\text{Hg}^{2+}$  seperti pada gambar-4. Pembentukan kompleks tersebut sangat dipengaruhi oleh pH. Berdasarkan penelitian Kai (1969), pH optimum untuk kompleks Hg-TAC adalah pH 8.

Tingkat keasamaan (pH) tidak mempengaruhi kecepatan pembentukan kompleks, tetapi secara tidak langsung akan mempengaruhi bilangan oksidasi ligan (Harjadi, 1990). pH larutan akan mempengaruhi kesetimbangan reagen TAC. Pada kondisi pH 8 kesetimbangan reagen TAC akan bergeser ke arah kanan. Pergeseran reaksi ini akan mengakibatkan melimpahnya ion TAC dengan bilangan oksidasi -1.



**Gambar-7.** Pergeseran kesetimbangan reagen TAC

Pada saat kesetimbangan tercapai, ion  $\text{Hg}^{2+}$  akan bereaksi dengan ion  $\text{TAC}^{-1}$ . Kondisi basa ini juga akan mengakibatkan perbandingan logam : ligan menjadi 1 :

2. Pada kondisi ini juga, ligan TAC akan berfungsi sebagai pengkelat dengan menyumbangkan 3 pasang elektron..

Keberadaan buffer 8 didalam sistem akan menjaga kesetimbangan reagen TAC seperti diatas, sehingga bentuk ion TAC dengan bilangan oksidasi  $-1$  akan tetap melimpah.

## **2.6 Teknik Imobilisasi Adsorpsi**

Teknik adsorpsi merupakan salah satu dari beberapa teknik imobilisasi yang ada. Teknik ini mudah dan membutuhkan sedikit preparasi. Pada teknik ini interaksi yang terjadi antara reagen dengan membran lemah. Interaksi itu berupa gaya Van der Waals atau ikatan ionik (Kunin, 1991). Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan pada suatu zat pada zat lain. Adsorpsi juga didefinisikan sebagai suatu perubahan pada suatu permukaan. Zat padat yang mengadsorpsi disebut adsorben, sedangkan zat yang teradsorpsi disebut adsorbat.

Proses adsorpsi secara umum dapat dibedakan menjadi dua macam, yaitu :

### **a. Adsorpsi Fisika**

Adsorpsi secara fisika terjadi karena perbedaan energi atau gaya tarik menarik elektrik (gaya Van der Waals). Adsorpsi ini bersifat reversibel, yang berarti atom-atom atau ion-ion yang terikat dapat dilepaskan kembali dengan bantuan pelarut tertentu yang sesuai dengan sifat atom atau ion yang terikat (Itanawita, 1996).

### **b. Adsorpsi kimia**

Pada proses adsorpsi kimia terjadi reaksi antara adsorbat dengan adsorben, yang mencakup pembentukan ikatan kimia yang ikatannya lebih kuat dan terikat secara kovalen (Eggins, 1996) . Adsorpsi ini bersifat irreversibel. Karena pada pembentukannya diperlukan energi pengaktifan, sehingga untuk melepaskannya diperlukan pula energi yang besarnya relatif sama dengan energi pada pembentukan (Itanawita, 1996).

## **2.7 Resin XAD-4**

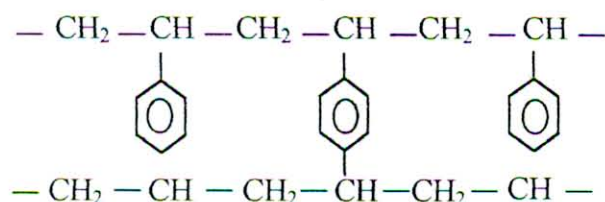
Resin merupakan polimer yang memiliki berat molekul yang tinggi dan mempunyai sifat elektrolit (Khopkar, 1990). Berbagai macam resin yang

digunakan dalam analisis kimia diantaranya adalah resin yang bermuatan ( yang mengandung gugus labil) dan resin yang tak bermuatan (yang tidak mempunyai gugus labil). Resin yang tak bermuatan ini salah satunya adalah Amberlit XAD Series. Polimer ini disebut juga dengan polimer adsorben. Sifat fisik dari polimer adsorben dapat dilihat dari struktur pori-pori dan daerah permukaan polimer tersebut. Dibawah ini diberikan sifat-sifat dari resin XAD-4.

**Tabel-1** karakteristik fisik resin XAD-4

Adsorben	Struktur Kimia	Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	Diameter pori-pori (A)	Densitas gram/cc	Ukuran mesh
Amberlit XAD-4	Polis styrena	725	48	1.08	20-50

Polimer adsorben (Amberlit XAD Series) bermuatan netral, tidak seperti resin-resin konvensional lainnya. Sifat adsorpsi dari polimer-polimer ini semuanya tergantung pada karakteristik permukaan dari polimer itu sendiri. Dibawah ini digambarkan struktur dari Amberlit XAD-4 (BDH, 1988).



**Gambar-8.** Struktur XAD-4

Struktur XAD-4 didasarkan pada struktur styrene yang berikatan silang dengan DVB (divinilbenzen) dan bersifat hidrofobik. Kepolaran dari polimer ini dapat dilihat dari momen dipol dari monomer-monomernya. Resin XAD-4 mempunyai momen dipol sebesar 0.3 debyes, yang dapat dikategorikan sebagai resin non polar ( Kunin, 1991). Resin non polar (XAD-4) sangat efektif untuk mengadsorb zat terlarut yang polar dari pelarut polar (BDH, 1988).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai Desember 2002 di laboratorium Kimia Analitik .

#### 3.2. Diagram Alir Penelitian



### 3.3 Bahan dan Alat

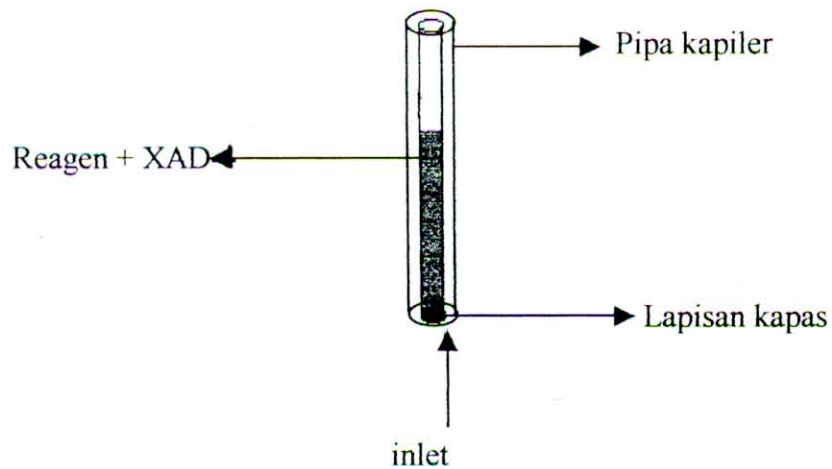
#### 3.3.1 Bahan

HgCl<sub>2</sub>, Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, AgNO<sub>3</sub>, CrCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, NH<sub>4</sub>Cl, NH<sub>4</sub>OH, etanol absolut dari Merck (Jerman), reagen TAC, resin Amberlit XAD-4 dari Aldrich, kertas saring dan Akuades

#### 3.3.2. Alat

Labu ukur, pipet volum, pipet tetes, pipa kapiler, pipet mohr, lup, penggerus, lemari es, mortal, beaker glass, corong penyaring, dan kertas saring, cawan petri.

### 3.4 Desain sensor optik praktis



**Gambar-9.** Disain Sensor Optik Praktis

### 3.5 Prosedur Kerja

#### 3.5.1 Preparasi bahan

##### 3.5.1.1. Preparasi larutan TAC

Preparasi dilakukan dengan cara melarutkan 0.015 g reagen TAC pada 10 mL etanol 50%, dan larutan distirer sampai semua reagen larut.

### 3.5.1.2. Preparasi larutan buffer pH 8

Larutan buffer pH 8 dibuat dari larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan  $\text{NH}_3$  yang masing-masing berkonsentrasi 0.1M dengan jumlah yang tepat.

### 3.5.1.3. Preparasi larutan standart ion $\text{Hg}^{2+}$

0.1355 g  $\text{HgCl}_2$  dilarutkan dalam air sampai mencapai 100 mL untuk mendapatkan larutan  $\text{Hg(II)}$  standart dengan konsentrasi 100 ppm. Dari larutan induk ini dibuat larutan  $\text{Hg}^{2+}$  dengan konsentrasi 1 ppm; 5 ppm; 10 ppm; 25 ppm; 50 ppm dan 75 ppm.

### 3.5.2 Teknik imobilisasi

0.0135 g resin ditambahkan dalam larutan TAC dan campuran tersebut disimpan selama semalam pada temperatur kamar agar proses adsorpsi TAC terhadap matrik sempurna. Saring hasil campuran yang terjadi dan keringkan dalam oven.

### 3.5.3 Pengisian dalam pipa kapiler

Hasil dari proses imobilisasi diatas, dimasukkan kedalam pipa kapiler. Kerapatan antar serbuk reagen dibuat homogen yaitu dengan cara mengisi kedalam pipa kapiler sampai ketinggian  $\pm 2$  cm.

### 3.5.4 Optimasi Konsentrasi Reagen TAC

Optimasi reagen TAC dilakukan untuk menentukan konsentrasi TAC yang akan digunakan dalam sensor optik praktis. Konsentrasi reagen yang dioptimasi adalah 500 ppm; 1000 ppm; 1500 ppm. Konsentrasi 500 dan 1000 ppm dibuat dari larutan induk reagen yang telah disiapkan sebelumnya. Ketiga konsentrasi ini diadsorpsi berdasarkan prosedur 3.4.2. Hasil adsorpsi ini dimasukkan kedalam pipa kapiler untuk menjadi sebuah sensor. Ketiga sensor ini digunakan untuk mengukur ion  $\text{Hg}^{2+}$  dengan konsentrasi 50 ppm. Konsentrasi optimum dipilih dari sensor yang memberikan waktu respon yang tercepat.

### 3.5.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Melakukan pengukuran waktu respon pada larutan standar  $\text{Hg}^{2+}$  yang telah dibuat dengan variasi konsentrasi yang telah ditentukan. Pengukuran waktu respon ini dilakukan pada pH 8. Pengukuran dilakukan dengan cara mencelupkan sensor pada larutan standar yang telah dikondisikan pada pH 8. Hasil ini dibuat kurva dengan mengplotkan konsentrasi  $\text{Hg}^{2+}$  pada sumbu x dan waktu respon pada sumbu y.

### 3.5.6 Karakterisasi Sensor Praktis

#### 3.5.6.1. Liner Range

Linier range sensor dapat ditentukan dari kurva kalibrasi yang telah diuji nilai R-nya. Kesesuaian garis kurva kalibrasi dapat ditentukan dengan persamaan garis

$$y = bx + a \quad (3.1)$$

$R^2$  kurva kalibrasi ini diuji kelayakannya dengan menggunakan uji t.  $R^2$  kurva diterima jika  $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$  dan  $R^2$  di tolak jika  $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$ . Dari sini nantinya akan diketahui konsentrasi sampel dengan cara mengplotkan waktu pembentukan stain pada kurva kalibrasi yang dibuat (Caulcutt and Boddy, 1986). Penentuan linier range ini didasarkan pada konsentrasi yang digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi.

#### 3.5.6.2 Limit deteksi

Limit deteksi merupakan konsentrasi terendah dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi (Miller and Miller, 1993). Untuk menentukan batas deteksi dari sensor ini dilakukan dengan cara dicari garis lurus dari kurva kalibrasi dan mengekstraporasi garis tersebut terhadap sumbu y. Hasil ekstraporasi garis tersebut kita nyatakan sebagai y. Limit deteksi (LoD) dinyatakan sebagai berikut

$$\text{LoD} = y + 3 \text{ SD} \quad (3.2)$$

Dimana : SD = standar deviasi



### **3.5.6.3 Sensitivitas**

Sensitivitas merupakan slope respon sensor relatif terhadap konsentrasi analit. Dari definisi diatas, didapatkan bahwa besar sensitivitas merupakan besar slope dari kurva kalibrasi.

### **3.5.6.4 Studi interferen**

Keselektifan dari sensor ini dapat dilihat dari seberapa besar pengaruh kation-kation lain (logam berat lainnya). Untuk melihat seberapa besar pengaruh logam-logam lain terhadap kerja sensor, Larutan ion logam dengan konsentrasi tertentu dicampurkan kedalam larutan ion  $\text{Hg}^{2+}$  50 ppm. Kemudian amati interferen perubahan warna dari sensor.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 KESIMPULAN

1. Modifikasi optode kapiler menghasilkan sebuah sensor yang praktis dalam prosedur pemakaian.
2. Teknik imobilisasi TAC pada resin XAD-4 dilakukan secara adsorpsi fisik.
3. Konsentrasi reagen TAC yang digunakan dalam sensor optik praktis sebesar 1000 ppm.
4. Sensor ini memiliki linier range antara 1-75 ppm, limit deteksi sebesar 1 ppm, dengan sensitivitas 2.1 det/ppm. Ion logam yang memberikan gangguan terbesar adalah  $\text{Ag}^+$  pada perbandingan konsentrasi 1 : 1.

### 5.2 Saran

Dari hasil-hasil yang sudah didapatkan, penelitian ini masih bisa dikembangkan ke arah yang diinginkan peneliti. Sensor Optik Praktis sebagai hasil penelitian ini masih mempunyai kelemahan, utamanya pada limit deteksi dan interferen ion logam lain. Kedua hal tersebut merupakan kelemahan yang vital bagi sebuah sensor. Hal ini dapat disadari mengingat kandungan  $\text{Hg}^{2+}$  dalam lingkungan dan juga batas ambang yang sudah ditetapkan sangat kecil. Dalam hal ini, disarankan agar ditinjau kembali penggunaan reagen atau menggunakan reagen lain yang lebih sensitif dan spesifik.

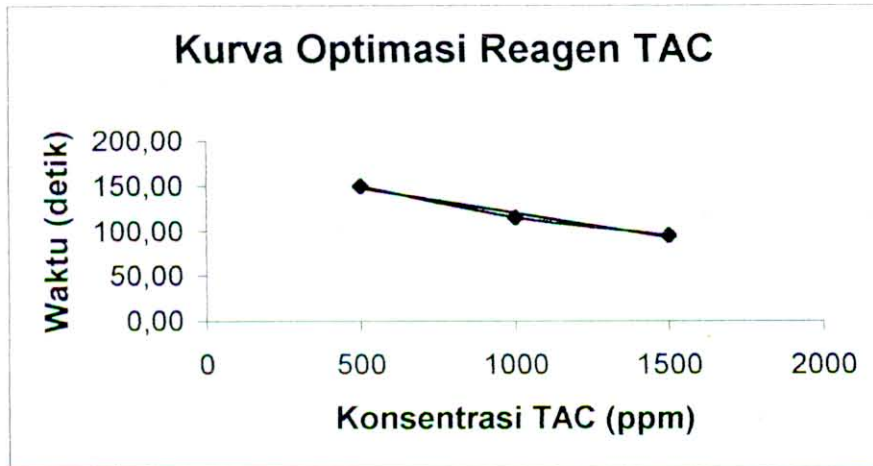


**DAFTAR PUSTAKA**

- Baird, C. 1995. *Environmental Chemistry*. W, H freeman & Company. New York
- BDH, 1988. *Ions Exchange Resin*. BDH Limited. Lombert : 57-59
- Budianto, H. Hidayatullah, S. Suwandari, N, W. 2003. *Pemanfaatan Pipa Kapiler sebagai Sensor Optik Praktis untuk Pengukuran Ion Hg(II) dalam Air* Universitas Jember.
- Caulcutt, R & Boddy, R. 1983. *Statistic for Analytical Chemist*. Chapman & Hall. London
- Cotton & Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*, UI-Press, Jakarta
- Eggins, B R. 1996. *Biosensor : An Introduction*. John Wiley and Sons. New York : 31-45
- Fardiaz, S. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Kanisius. Yogyakarta : 48-57
- Harjadi, W. 1991. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT. Gramedia. Jakarta : 65-70
- Hovind. H. R, 1975, Thiazolylazo Dyes and Their Application in Analitical Chemistry, *The Analyst*.
- Itnawita, 1996. *Penggunaan Arang Aktif dari Kayu Meranti (Shorea eximia SCHEFF) dan Kayu Kulim (Scorodocarpus borneensis BECC) Sebagai Adsorben pada Limbah Industri Pulp dan Kertas*. ITB. Bandung
- Kai, F., 1969, *Analitica Chim. Acta*, , 44, 129
- Khopkar, S M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-press. Jakarta : 108-113
- Kunin, R. 1991. *Ion Exchanger*. Walter de Gruyter Berlin. New York : 660-675
- Kuswandi, B. 2000. Optical Chemical Sensor for Determination of Heavy Metal : A Mini Review. *Jurnal Ilmu Dasar*: 18-21
- Kuswandi, 2001. *Prospek Pengembangan Sensor Kimia dan Biosensor Berbasis Serat Optik di Indonesia*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.
- Kuswandi, B and Narayanaswamy, R. 1999. Capillary Optode : Determination of Mercury (II) in Aqueous Solution. *Analytical Letter* : 649-664

- Kuswandi, B and Narayanaswamy, R. 1999. Disposable Capillary Optical Sensor for Determination of Toxic Metal Ion. UMIST. Manchester
- Kuswandi, B and Narayanaswamy, R. 2001. Selective Pool Optode for Merkury Ion Sensing in Aqueous Solution. *Sensor and Actuator*
- Marczenko, Z. 1986. *Separation and Spectrophotometric Determination of Element*. John Wiley & Son. New York
- Miller, J.C, and Miller. J.C. 1993. *Statistic for Analitical chemistry*. Ellis Horwood PTR PENTILE Hall. New York : 104-114
- Molina, M F. 1999. Complexes Zn(II) and Cd(II) with 4-(2-Ptridilazo)resorsinol Sorb on Sephadex QAE : characterization and theoritical study, *Analytica Chimica Acta*, 389. 281-290
- Narayanaswamy, R. 1993. Optical Chemical Sensor : Transduction and Signal Processing. *Analyst*. Vol.118:317-322
- Novita, N. 2003. *Analisis Kuantitatif Ion Hg(II) dengan Menggunakan PAR dengan teknik Sol-Gel*. Universitas Jember.
- Underwood, A L & Day. R A. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif* . Pudjaatmaka. Edisi kelima. Erlangga. Jakarta :25-260

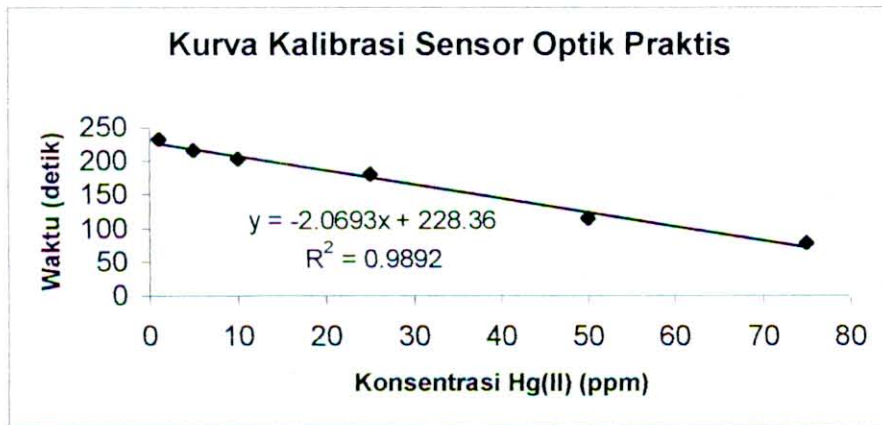
Lampiran-1. Kurva optimasi reagen TAC



Data pengamatan optimasi reagen TAC

Konsentrasi TAC	Waktu Respon (detik)			
	I	II	III	Rata-rata
500	148	150	151	149.67
1000	115	117	114	115.33
1500	93	98	95	95.33

Lampiran-2. Kurva kalibrasi sensor optik praktis



Data pengamatan Kurva Kalibrasi

Konsentrasi	Waktu (detik)				STDEV
	I	II	III	Rata-rata	
1	231	232	235	232.67	2.08
5	215	218	216	216.33	1.53
10	203	200	205	202.67	2.52
25	180	180	182	180.67	1.15
50	116	115	116	115.67	0.58
75	77	80	79	78.67	1.53

### Lampiran-3. Uji t pada persamaan garis lurus

Hasil yang diharapkan dari sensor kapiler ini adalah sebuah sensor kapiler yang akan memberikan respon terhadap ion  $\text{Hg}^{2+}$ . Respon yang diharapkan adalah semakin besar jumlah  $\text{Hg}^{2+}$  akan memberikan respon yang semakin tinggi, dengan kata lain berbanding lurus dengan jumlah ion  $\text{Hg}^{2+}$ . Hasil yang didapat adalah :  $Y = -2.0693x + 228.36$ , dengan nilai  $R^2$  adalah 0,9892. Untuk menguji dapat tidaknya kurva kalibrasi ini digunakan dalam pengukuran ion  $\text{Hg}^{2+}$  dengan konsentrasi yang belum diketahui maka dapat dilakukan dengan menggunakan uji t pada nilai R dari kurva kalibrasi tersebut.

Uji t ini dapat dihitung dengan persamaan :

$$t_{hitung} = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Jika  $t_{hitung} > t_{tabel}$  maka hipotesis nol ditolak, dan

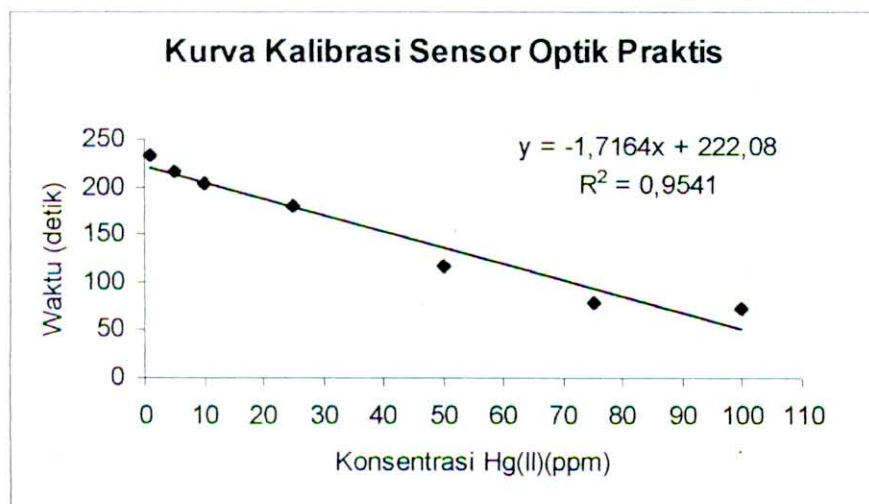
$t_{hitung} < t_{tabel}$  maka hipotesis nol diterima.

$$t = \frac{0.994\sqrt{6-2}}{\sqrt{1-0.9892}}$$

$$t = 19.133$$

$t_{tabel}$  dengan selang kepercayaan 95% adalah 2.78 sehingga  $t_{hitung} > t_{tabel}$ . Dari nilai tersebut dapat disimpulkan bahwa  $R^2$  kurva kalibrasi dapat diterima kelinierannya.

Lampiran-4. Kurva kalibrasi dengan linier range 1-100ppm



Data pengamatan kurva kalibrasi

Konsentrasi	Waktu (detik)				STDEV
	I	II	III	Rata-rata	
1	231	232	235	232.67	2.08
5	215	218	216	216.33	1.53
10	203	200	205	202.67	2.52
25	180	180	182	180.67	1.15
50	116	115	116	115.67	0.58
75	77	80	79	78.67	1.53
100	70	74	70	71.33	2.31



**Lampiran-5.** Data pengamatan waktu respon Hg-TAC<sub>2</sub> terhadap interferensi logam lain

Perbandingan Konsentrasi	Waktu Respon (detik)		
	Hg : Cr <sup>3+</sup>	Hg : Zn <sup>2+</sup>	Hg : Ag <sup>+</sup>
50:500	147	-	-
50:250	114	131	-
50:50	115	115	300
50:25	116	117	116
50:5	116	115	116
50:0	116	116	116

