

**SENSOR KIMIA BENTUK STIK MENGGUNAKAN REAGEN 1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTOL UNTUK MENDETEKSI KADAR Pb²⁺
DALAM SAMPEL LIMBAH INDUSTRI KERTAS PROSES DEINKING**

SKRIPSI

Oleh:

DZAWIL MARDLIYYAH

NIM. 11630024

Diajukan Kepada:

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam

Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

SENSOR KIMIA BENTUK STIK MENGGUNAKAN REAGEN 1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTOL UNTUK MENDETEKSI KADAR Pb^{2+} DALAM SAMPEL LIMBAH INDUSTRI KERTAS PROSES *DEINKING*

SKRIPSI

Oleh:
DZAWIL MARDLIYYAH
NIM. 11630024

Telah Diperiksakan dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 6 Januari 2016

Pembimbing I

Pembimbing II

Eny Yulianti, M.Si
NIP. 19760611 200501 2 006

Akyunul Jannah, S.Si, M.P
NIP. 19770720 200312 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

SENSOR KIMIA BENTUK STIK MENGGUNAKAN REAGEN 1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTOL UNTUK MENDETEKSI KADAR Pb²⁺ DALAM SAMPEL LIMBAH INDUSTRI KERTAS PROSES *DEINKING*

SKRIPSI

Oleh:

DZAWIL MARDLIYYAH
NIM. 11630024

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 6 Januari 2016

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Arief Rahmatulloh, M.Si LB. 63027	(.....)
Sekretaris Penguji	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Anggota Penguji	: Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Dzawil Mardliyah
NIM : 11630024
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : “Sensor kimia bentuk stik menggunakan reagen *1*-(2-pyridylazo)-2-naphtol untuk mendeteksi kadar Pb^{2+} dalam sampel limbah industry kertas proses *deinking*”

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 7 Januari 2016
Yang Membuat Pernyataan,

Dzawil Mardliyyah
NIM. 11630024

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikumWr. Wb

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada hamba-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir (skripsi) yang berjudul “**Sensor kimia bentuk stik menggunakan reagen 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol untuk mendeteksi kadar Pb²⁺ dalam sampel limbah industry kertas proses *deinking***” dengan tepat waktu, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Shalawat dan salam tak lupa penulis sampaikan kepada junjungan nabi Muhammad SAW serta keluarga, sahabat dan para pengikutnya yang setia hingga akhir zaman, karenanya mendapat pencerahan menuju jalan yang lurus dan jalan yang diridhoi.

Selama proses menyelesaikan tugas akhir ini, penulis mengerjakan dengan semaksimal mungkin dan tentunya tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Maka penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini kepada :

1. Kedua orang tua, adikku beserta keluarga besar yang telah member kasih sayang dan semangat tiada henti.
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul M. drh, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan dosen penguin utama.

5. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, saran, serta motivasi yang membangun dan sangat bermanfaat bagi penulis, Bapak Aief Rahmatulloh, M.Si selaku konsultan dan ketua penguji, Ibu Akyunul Jannah, S.Si, M.P selaku dosen pembimbing agama.
6. Seluruh dosen dan laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengalaman wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Rekan-rekan mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, khususnya angkatan 2011 yang telah memberikan semangat, motivasi dan pengalaman yang tak pernah terlupakan.

Penyusun menyadari bahwa masih banyak terdapat kekurangan dalam penyusunan tugas akhir ini. Namun demikian dengan segala keterbatasan dan kemampuan yang ada, penulis telah berusaha untuk menyelesaikan tugas akhir dengan sebaik-baiknya. Akhir kata semoga tugas akhir ini dapat diambil manfaatnya oleh semua pihak, khususnya bagi pembaca.

Amin Ya Rabbal Alamin.

Wassalamu 'alaikum Wr. Wb

Malang, 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT.....	xiii
المخلص.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Limbah Kertas Proses <i>Deinking</i>	8
2.2 Timbal	8
2.3 Sensor Kimia	9
2.4 Metode Sol-gel	10
2.5 Senyawa Koordinasi	12
2.5.1 Faktor yang Mempengaruhi Senyawa Koordinasi	13
2.5.2Teori Orbital Molekul(<i>Molecular Orbitals Theory</i>).....	14
2.6 Ligan.....	16
2.6.1 Ligan <i>1-(2-pyridylazo)-2-Naphtol (PAN)</i>	16
2.7 Spektrofotometri UV-Vis.....	17
2.8 Spektrofotometer IR.....	17
2.9 SpektrofotometerSeraan Atom (SSA)	19
2.10 Pencemaran Lingkungan Air Akibat Air Limbah Dalam Perspektif Islam	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	22
3.2 Alat dan Bahan	22
3.2.1 Alat.....	22
3.2.2 Bahan	22
3.3 Rancangan Penelitian.....	23
3.4 Analisis Reagen <i>1-(2-pyridyazo)-2-naphthol (PAN)</i>	23
3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen PAN...	23
3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum [Pb(PAN) ₂].....	23
3.5 Optimasi Parameter Analitik	24

3.5.1	Penentuan Waktu Kestabilan [Pb(PAN) ₂]	24
3.5.2	Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN	24
3.5.3	Penentuan pH Optimum Reagen PAN.....	24
3.5.4	Uji Selektivitas.....	25
3.6	Pembuatan Sensor Kimia Pb ²⁺ Bentuk Stik Tes.....	25
3.7	Uji Interaksi dengan Metode Srektroskopi Infra Red.....	26
3.8	Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi	26
3.9	WaktuRespon	26
3.10	Uji Kinerja Sensor Terhadap Limbah Kertas Proses <i>Deinking</i>	27
3.10.1	Preparasi Sampel.....	27
3.10.2	Uji kinerja sensor Pb ²⁺ bentuk stik tes	27
3.11.2	Uji perbandingan sampel dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Analisis Reagen <i>1-(2-pyridyazo)-2-naphthol</i> (PAN).....	28
4.1.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen PAN...	28
4.1.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum [Pb(PAN) ₂]	29
4.2	Optimasi Parameter Analitik	31
4.2.1	Penentuan Waktu Kestabilan [Pb(PAN) ₂]	32
4.2.2	Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN	33
4.2.3	Penentuan pH Optimum Reagen PAN.....	34
4.2.4	Uji Selektivitas.....	35
4.3	Pembuatan Sensor Kimia Pb ²⁺ Bentuk Stik Tes	38
4.4	Uji Gugus Fungsi dengan Metode Spektroskopi Infra Red.....	39
4.5	Waktu Respon.....	41
4.6	Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi	42
4.7	Preparasi Sampel.....	42
4.8	Uji Kinerja Sensor Terhadap Air Limbah Industri Kertas.....	43
4.9	Uji Perbandingan Sampel dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	44
4.8	Sensor Kimia Untuk Mendeteksi Pb ²⁺ Pada Limbah Industri Kertas Dalam Perspektif Islam	44
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan	47
5.2	Saran	47
DAFTAR PUSTAKA		49
LAMPIRAN.....		53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema umum pembuatan sol-gel	12
Gambar 2.2 Reaksi hidrolisis	12
Gambar 2.3 Reaksi kondensasi	13
Gambar 2.4 Konstanta laju substitusi untuk molekul air pada ion $[M(H_2O)_6]^{x+}$	14
Gambar 2.5 Diagram orbital molekul senyawa koordinasi $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$	16
Gambar 2.6 Struktur 1-(2-piridilazo)-2-naphtol (PAN)	17
Gambar 2.7 Reaksi antara Reagen PAN dan logam berat	18
Gambar 2.8 Hasil spektra FTIR kertas whatman-diphenylcarbazine, kertas whatman, dan diphenylcarbazine	20
Gambar 4.1 Panjang gelombang maksimum reagen PAN.....	29
Gambar 4.2 Struktur PAN.....	29
Gambar 4.3 Panjang gelombang maksimum senyawa $[Pb(PAN)_2]$	30
Gambar 4.4 Panjang Gelombang Maksimum PAN dan Senyawa $[Pb(PAN)_2]$	31
Gambar 4.5 Reaksi pembentukan senyawa $[Pb(PAN)_2]$	31
Gambar 4.6 Grafik absorbansi $[Pb(PAN)_2]$ terhadap variasi waktu	32
Gambar 4.7 Grafik absorbansi $[Pb(PAN)_2]$ terhadap variasi konsentrasi.....	33
Gambar 4.8 Grafik absorbansi $[Pb(PAN)_2]$ terhadap variasi pH	34
Gambar 4.9 Sensor kimia bentuk stik	38
Gambar 4.10 Spektra FTIR PAN, Whatman, dan PAN-whatman.....	39
Gambar 4.11 Deret intensitas warna sensor kimia Pb^{2+}	42
Gambar 4.12 Hasil analisis kadar Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses <i>deinking</i>	43
Gambar 4.13 Deret intensitas warna	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengukuran absorbansi pada uji selektifitas terhadap Ni ²⁺	36
Tabel 4.2 Hasil pengukuran absorbansi pada uji selektifitas terhadap Zn ²⁺	37
Tabel 4.3 Hasil uji interaksi menggunakan FTIR pada reagen PAN.....	40
Tabel 4.4 Hasil uji interaksi menggunakan FTIR pada kertas <i>whatman</i>	40
Tabel 4.5 Hasil uji interaksi menggunakan FTIR pada kertas <i>whatman</i> -PAN.....	41
Tabel 4.6 Perbandingan hasil analisis kadar Pb ²⁺ menggunakan SSA dan sensor.....	44



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Penelitian	54
Lampiran 2 Diagram Alir	55
Lampiran 3 Perhitungan	62
Lampiran 4 Daftar tabel	67
Lampiran 5 Hasil Analisis Menggunakan Spektrootometer UV-Vis	68
Lampiran 6 Analisis Data UV-Vis dan Perhitungan.....	82
Lampiran 7 Spektra Hasil Uji FTIR.....	84
Lampiran 8 Hasil Analisis Sampel Menggunakan SSA	86
Lampiran 9 Analisis Data dan Perhitungan Hasil SSA.....	87
Lampiran 10 Dokumentasi.....	88



ABSTRAK

Mardliyyah, D. 2015. Sensor kimia bentuk stik menggunakan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN) untuk mendeteksi Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si, Pembimbing II: Akyunul Jannah, S.Si, M.P, Konsultan: Arief Ramatulloh, M.Si.

Katakunci: Timbal(II), *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN), sensor kimia, sol gel

Kerusakan lingkungan dan ekosistem perairan terjadi akibat perbuatan manusia seperti yang telah disebutkan dalam al Quran (Q.s Ar-Rum: 41). Salah satu bentuk kerusakan lingkungan adalah pencemaran logam berat Pb^{2+} . Pada penelitian ini telah dibuat sensor kimia bentuk stik dengan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN) untuk analisis Pb^{2+} . Pada penelitian ini rentang konsentrasi Pb^{2+} yang digunakan adalah 0,1 – 4 ppm. Optimasi pembentukan $[Pb(PAN)_2]$ dilakukan dengan menentukan waktu kestabilan, konsentrasi, dan pH optimum. Uji selektivitas sensor terhadap Pb^{2+} dilakukan dengan penambahan interferen Ni^{2+} dengan perbandingan 1:1; 1:5; 1:10; 1:15; dan 1:20. Sensor kimia stik yang mengandung PAN dibuat dengan metode sol-gel. Uji interaksi menggunakan FTIR. selanjutnya konfirmasi menggunakan SSA. Hasil yang diperoleh dari optimasi reagen PAN adalah rentang waktu kestabilan kompleks $[Pb(PAN)_2]$ dari menit 30 sampai dengan 120, konsentrasi optimum reagen PAN 8,0 ppm dan pH optimum adalah pH 6,0. Uji selektivitas menunjukkan bahwa ion Ni^{2+} tidak memberikan pengaruh interferensi. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan bahwa ikatan yang terjadi antara PAN dan kertas whatman adalah ikatan fisik bukan ikatan kimia karena tidak ditemukan peak baru. Berdasarkan pada intensitas warna sensor kimia stik, kandungan Pb^{2+} pada sampel limbah industri kertas proses *deinking* A, B, dan C adalah 0,1; 0,1; 0,1 – 0,5 ppm. setelah dikonfirmasi menggunakan SSA dapat disimpulkan kandungan Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking* tidak melebihi ambang batas.

ABSTRACT

Mardliyyah, D. 2015. The chemical sticks sensor shape using 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) reagent to detect Pb^{2+} in the sample of industrial waste paper deinking process. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology *Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang State*. 1st Supervisor: Eny Yulianti, M.Sc, 2nd Supervisor: Akyunul Jannah, S.Sc, M.P, Consultant: Arief Ramatulloh, M.Sc.

The damage of environment and aquatic ecosystem as a result by human activity as described in the al Quran (surat Ar-Rum: 41). The example from environment damage is Pb^{2+} heavy metal pollution. In this research produced the chemical stick sensor with 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) reagent to analyzed Pb^{2+} at concentration range 0,1 – 4 ppm. Optimization of $[Pb(PAN)_2]$ formation carried out by determining the stability period, concentration, and the optimum of pH. Selectivity analysis towards Pb^{2+} interferen carried out by addition of Ni^{2+} with 1: 1; 1: 5; 1:10; 1:15; and 1:20 ratio. Chemical sensor sticks that containing PAN was manufactured by sol-gel method. Interaction test by FTIR. confirm conducting by SSA. The results from the stability of $[Pb(PAN)_2]$ complex 30 to 120 minutes, the optimum concentration of PAN is 8.0 ppm and the optimum of pH is pH 6.0. Selectivity analysis showed Ni^{2+} ion does not influence. FTIR characterization showed that the bonding that occurs between the PAN and the Whatman paper is the physical bonds instead of chemical bonds because not found a new peak. Based on the color intensity that produced by chemical sensors sticks, Pb^{2+} content of the sample industrial waste paper deinking process A, B, and C was 0.1; 0.1; 0.1 to 0.5 ppm respectively. After confirmed by AAS, it can be found that Pb^{2+} content in the sample of industrial waste paper deinking process does not exceed the threshold.

Keywords: Lead(II), chemical sensor, 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol(PAN), sol gel

الملخص

المرضية، ذوى. ٢٠١٥. محسس الكيمياء العصي باستخدام ١- (٢- بيرديل أزو) - ٢- نافتول (PAN) لكشف عن Pb^{2+} في عينات نفاية صناعة الورقة في عملية إزالة الحبر. البحث. المشرفة الأولى: أي يولياني الماجستير. المشرفة الثانية: أعين الجنة الماجستير. المستشر: عريف رحمة الله الماجستير.

لأضرار الناتجة عن النظم الإيكولوجية المائية والبيئة نتيجة للنشاط البشري كما هو موضح في القرآن (سورة الروم: ٤١) مثال من أضرار البيئة Pb^{2+} تلوث المعادن الثقيلة. في هذا البحث أتجت عصا الاستشعار الكيميائية مع ١- (٢- بيرديل أزو) - ٢- نافتول كاشف (PAN) لتحليل Pb^{2+} في نطاق تركيز ٠,١ - ٤ جزء في المليون. الأمثل لتشكيل $[Pb (PAN)_2]$ الاضطلاع بتحديد فترة الاستقرار والتركيز والأمثل للأس الهيدروجيني. إجراء تحليل انتقائية تجاه Pb^{2+} إنتيرفيرين بالإضافة لـ Ni^{2+} مع ١:١؛ ٥:١؛ ١٠:١؛ ١٥:١؛ ٢٠:١ ونسبة. أجهزة الاستشعار الكيميائية العصي أن تحتوي على عموم تم تصنيعها من قبل الأسلوب هلام سول. اختبار التفاعل فثير. تأكيد إجراء بأفريقيا جنوب الصحراء الكبرى. النتائج من الاستقرار المجمع $[Pb (PAN)_2]$ من ٣٠ إلى ١٢٠ دقيقة، تركيز الأمثل لعموم ٨ جزء في المليون وهو الأمثل للأس الهيدروجيني pH ٦. وأظهر تحليل الانتقائية لا تؤثر Ni^{2+} أيون. توصيف فثير أظهرت أن الترابط الذي يحدث بين العموم والورقة واثمان هو السندات المادية بدلاً من روابط كيميائية لأنه لم يتم العثور على ذروة جديدة. استناداً إلى كثافة الألوان التي تنتجها أجهزة الاستشعار الكيميائية العصي، Pb^{2+} محتوى العينة من ورق النفايات الصناعية دينكينج عملية A، B و C هو ٠,١؛ ٠,١؛ ٠,١ و ٠,٥ جزء في المليون على التوالي. بعد أن أكد العاص، يمكن أن يكون فينديد Pb^{2+} المحتوى في عينة ورق النفايات الصناعية دينكينج عملية لا تتجاوز العتبة.

الكلمات الرئيسية: الرصاص، الاستشعار الكيميائية، ١- (٢- بيرديل أزو) - ٢- نافتول (PAN)، وجل سول

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri kertas di Indonesia semakin meningkat dari tahun ke tahun. Kenaikan tersebut mengakibatkan pasokan *pulp* sebagai bahan baku kertas mengalami kenaikan pula. Perkembangan industri kertas yang begitu pesat tersebut tentu saja akan menimbulkan dampak positif dan negatif bagi lingkungan. Dampak positifnya antara lain terbukanya lapangan kerja dan dampak negatifnya adalah menimbulkan kerusakan bagi lingkungan dan ekosistem perairan apabila kandungan limbah yang dialirkan ke lingkungan melebihi ambang batas (Wardhana, 1995).

QS. Ar - Ruum ayat 41, yaitu :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya : "Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)." (Ar-Ruum:41).

Ayat di atas menerangkan tentang kerusakan yang disebabkan oleh perbuatan manusia sendiri dan suatu saat manusia akan merasakan akibat dari perbuatan yang telah mereka perbuat. Kerusakan ini juga bisa berarti melakukan pencemaran lingkungan dengan adanya limbah yang melebihi ambang batas atau tidak memenuhi baku mutu lingkungan. Salah satu bentuk kerusakan lingkungan adalah pencemaran logam berat yang berasal dari limbah industri yang langsung dibuang ke lingkungan tanpa melalui proses pengolahan air limbah. Logam berat yang melewati ambang batas jika dialirkan ke lingkungan akan menyebabkan

keracunan dan gangguan kesehatan bahkan kematian. Ada berbagai macam proses dalam industri kertas salah satunya adalah proses *deinking* (pemisahan kertas dengan zat pewarna). Proses *deinking* akan menghasilkan limbah yang berbahaya dan dapat menjadi masalah bagi lingkungan di sekitarnya. Umumnya limbah tersebut berwarna abu-abu mengandung logam Pb, Cr, Cu, Ni, Zn, Cd dan Hg yang berasal dari tinta yang larut dalam air limbah (Gottsching, Dkk., 2000). Limbah proses *deinking* mengandung logam berat Ni: 13 ppm dan Pb: 39 ppm (Hardiani, 2011). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa kandungan logam Pb dengan kadar yang melebihi ambang batas yaitu lebih dari 1 ppm.

Timbal (Pb) merupakan logam berat yang sangat beracun dan tidak dibutuhkan oleh manusia. Senyawa timbal yang ada dalam badan perairan dapat ditemukan dalam bentuk ion-ion divalen dan tetravalen (Pb^{2+} dan Pb^{4+}), ion divalen (Pb^{2+}) lebih berbahaya di bandingkan dengan ion tetravalent (Pb^{4+}) karena dalam bentuk ion divalen (Pb^{2+}) logam ini mampu menggantikan keberadaan ion Ca^{2+} yang terdapat dalam jaringan tulang sehingga logam timbal (Pb) akan cenderung terakumulasi pada tulang (Palar, 1994). Keracunan timbal (Pb) akibat proses pencernaan pada umumnya bersifat kronis. Biasanya orang yang keracunan timbal (Pb) telah mengkonsumsi sekitar 0,2 – 2,0 mg/hari (De Palma, 1978). Menurut peraturan pemerintah republik Indonesia nomor 82 (2001) baku mutu konsentrasi maksimum logam Pb^{2+} yang diperbolehkan dalam air adalah 1 ppm, karena timbal sangat berbahaya, maka perlu dilakukan analisis terhadap limbah yang mengandung logam timbal, pada penelitian ini dikhususkan pada limbah industri kertas proses *deinking*.

Ada berbagai macam metode analisis kualitatif maupun kuantitatif timbal (Pb) pada sampel cair atau padat, diantaranya adalah metode SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) yang telah dilakukan oleh Ashar (2008) untuk menentukan unsur Cu, Cd dan Pb dalam sampel limbah industri kertas secara spektrofotometri serapan atom (SSA). Penggunaan SSA telah diverifikasi oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN) (2011) karena memiliki presisi dan akurasi yang tinggi dan dijadikan prosedur baku di laboratorium untuk mengetahui kadar unsur logam dalam sampel cair atau padat. Menurut Rohman (2007) SSA merupakan metode analisis yang sering digunakan untuk analisis kadar logam karena memiliki tingkat ketelitian tinggi pada hasil kualitatif maupun kuantitatifnya. Metode-metode tersebut dilakukan dengan menggunakan larutan standar sehingga membutuhkan banyak bahan serta harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter kinerjanya cukup mampu untuk mengatasi problem analisis. Sehingga yang dapat mengoperasikan alat tersebut hanya operator dengan keahlian khusus saja.

Berdasarkan hal tersebut, maka dibutuhkan metode yang relatif lebih murah, dan mudah untuk analisis logam timbal (II), dan memiliki kemampuan yang tinggi dalam menganalisis timbal (II). Sehingga pada penelitian ini dibuat suatu sensor kimia bentuk stik untuk mendeteksi Pb^{2+} dengan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol*. Menurut Rahmatulloh (2011), sensor kimia bentuk stik digunakan dengan mencelupkan stik ke dalam sampel cair dan diamati perubahan warna pada stik dan dibandingkan dengan deret intensitas warna. Reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* digunakan karena reagen tersebut memberikan reaksi yang spesifik dan selektif terhadap adanya logam Pb^{2+} (Sarawati, 2011).

Sarawati (2011) melakukan penelitian pembuatan sensor kimia impregnasi reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* pada membran kitosan untuk analisis timbal, didapat hasil terbaik dari optimasi sensor kimia yaitu 3 gram kitosan dengan konsentrasi reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* 6 mM (0,1 %) selama 20 menit pada pH 8. Panjang gelombang maksimum sensor kimia sebesar 555 nm. Uji selektivitas sensor kimia dilakukan dengan menambahkan ion-ion lain seperti Ni^{2+} dengan perbandingan 1:1, 1:5, 1:10, 1:15, 1:20. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ion Ni^{2+} mulai mengganggu pada perbandingan 1:10. Limit deteksi sebesar 0,01589 ppm.

Sensor kimia bentuk stik dibuat dengan metode sol-gel dengan penambahan tetraetilortosilikat (TEOS). Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Rahmatulloh (2011) bahwa metode yang digunakan untuk membuat sensor kimia bentuk stik adalah metode sol-gel. Metode sol-gel digunakan karena metode ini dapat dilakukan pada suhu rendah dan menghasilkan suatu polimer (Milea, dkk., 2011). Polimer tersebut yang berguna untuk menjebak reagen. Metode sol gel didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi prekursor alkoksida (Widodo, 2010), dalam penelitian ini prekursor alkoksida yang digunakan adalah senyawa tetraetilortosilikat (TEOS). Menurut Milea, dkk. (2011) TEOS merupakan metaloksida golongan alkoksilan yang memiliki rantai pendek dibandingkan dengan alkoksilan lain sehingga lebih mudah untuk mengalami hidrolisis dan hasil kondensasi membentuk polimer yang homogen.

Berdasarkan penjelasan diatas, maka pada penelitian ini dibuat sensor kimia bentuk stik untuk mendeteksi logam Pb^{2+} dengan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* menggunakan metode sol-gel dengan penambahan TEOS. Variasi

konsentrasi reagen 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; dan 16,0 ppm, untuk menentukan konsentrasi optimum dan variasi pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 dan 8,0 untuk menentukan pH optimum. Sensor yang terbentuk diuji gugus fungsi menggunakan FTIR untuk mengetahui interaksi antara reagen dengan kertas whatman. Analisis dengan metode *stick test* ini termasuk dalam analisis semi kuantitatif karena diharapkan dapat mengetahui keberadaan dan konsentrasi zat yang dianalisis. Analisis ini dilakukan dengan cara membandingkan intensitas warna hasil reaksi antara reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* dengan larutan sampel dengan hasil reaksi antara *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* dengan larutan standar Pb^{2+} . Selanjutnya hasil yang didapatkan dikonfirmasi menggunakan SSA.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang tersebut permasalahan yang muncul dalam analisis Pb^{2+} dapat dirumuskan sebagai berikut :

1. Berapakah konsentrasi dan pH optimum reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* untuk mendeteksi Pb^{2+} serta waktu kestabilan kompleks $Pb-1-(2-pyridylazo)-2-naphthol$?
2. Apakah sensor kimia dengan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* efektif untuk mendeteksi Pb^{2+} ditinjau dari aspek selektivitas dan waktu respon?
3. Bagaimana kinerja sensor kimia secara semi kuantitatif untuk mendeteksi ion logam Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking*?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah tersebut, penelitian ini memiliki tujuan sebagai berikut :

1. Untuk mengetahui konsentrasi dan pH optimum reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* pada pendeteksi Pb^{2+} serta waktu kestabilan kompleks $Pb-1-(2-pyridylazo)-2-naphthol$.
2. Untuk mengetahui kemampuan dari sensor kimia untuk mendeteksi Pb^{2+} dari aspek selektivitas dan waktu respon.
3. Untuk mengetahui kinerja sensor kimia secara semi kuantitatif untuk mendeteksi ion logam Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking*.

1.4 Batasan Masalah

Dari uraian latar belakang tersebut penelitian ini dibatasi dengan batasan sebagai berikut :

1. Reagen yang digunakan untuk membuat sensor kimia bentuk stik ini adalah *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol*.
2. Metode yang digunakan untuk membuat sensor stik ini adalah metode sol-gel dengan menambahkan TEOS (Tetraetil Ortosilikat).
3. Sampel limbah kertas yang digunakan untuk pengujian sensor kimia bentuk stik ini adalah limbah kertas proses *deinking*.
4. Kinerja sensor ditinjau dari selektifitas dan waktu respon.
5. Range kerja yang digunakan adalah Pb dengan konsentrasi 0,1 – 4 ppm.

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan didapatkan metode yang mudah, murah, mempunyai selektifitas dan sensitivitas yang tinggi pada analisis Pb^{2+} . Secara garis besar penelitian ini dapat diperoleh manfaat sebagai berikut :

1. Mampu menyederhanakan analisis Pb^{2+} dengan sensor kimia sehingga mudah dikerjakan untuk analisis Pb^{2+} .

BAB II **TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Limbah Kertas Proses *Deinking*

Menurut Altierie dan Wendel (1960) dalam hayati (2011), proses *deinking* adalah suatu proses penghilangan tinta dan bahan-bahan non-selulosa dari kertas bekas. Penghilangan tinta dapat diterapkan pada berbagai kertas bekas tetapi mutu produk yang dihasilkan sangat bervariasi. Tujuan proses *deinking* adalah untuk mendapatkan *pulp* baru yang lebih murah dari pada *pulp* kayu yang ada di pasar.

Limbah kertas proses *deinking* menghasilkan limbah yang diklasifikasikan sebagai limbah B3. Pada umumnya limbah tersebut mengandung logam Pb, Cr, Cu, Ni, Zn, dan Hg yang berasal dari tinta yang larut dalam air tanah (Hardiani, dkk, 2011).

2.2 Timbal

Timbal (Pb) adalah logam lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat, memiliki titik lebur rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal meleleh pada suhu 328°C , mendidih pada suhu 1.740°C (Widowati, 2008). Unsur timbal di alam sebagian besar terdapat dalam bentuk persenyawaan, contohnya galena (PbS), kerisit (PbCO₃) (Agustini, 2010).

Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia serta merupakan unsur logam berat yang tidak dapat terurai oleh proses alam (Zhang., et al, 2007). Pb yang masuk ke dalam badan perairan merupakan dampak dari aktivitas kehidupan manusia, diantaranya adalah air buangan (limbah) yang berasal dari industri. Salah satu industri yang

menghasilkan limbah yang mengandung logam Pb adalah industri kertas proses *deinking*. Keracunan timbal bisa menyerang manusia dari berbagai usia. Tetapi anak usia muda, wanita hamil dan pekerja di industri tertentu lebih besar resikonya di bandingkan kelompok yang lain (Kessel I dan O'Connor 1997). Anak-anak lebih sensitif di bandingkan orang dewasa karena pusat perkembangan sistem saraf mereka masih berkembang.

2.3 Sensor Kimia

Sensor kimia merupakan alat yang mampu menangkap fenomena berupa zat kimia (baik gas maupun cairan). Secara umum model sensor kimia meliputi bagian penerima yang memiliki sensitivitas terhadap zat yang akan dideteksi yang dikenal dengan hidungnya sensor (*sensitive layer/ nose parts/chemical interface*) (Wolfbeis, 2000). Karakteristik sensor ditentukan dari sejauh mana sensor tersebut memiliki kemampuan yang baik dalam mengenali zat yang ingin dideteksinya. Kemampuan mendeteksi zat tersebut ini meliputi:

1. Selektivitas

Selektivitas yaitu sejauh mana sensor memiliki kemampuan menyeleksi zat yang ingin dideteksinya. Sifat ini tidak kalah penting mengingat zat yang dideteksi tentunya akan bercampur dengan zat lain yang ada disekelilingnya.

2. Waktu Respon

Waktu respon sensor kimia dapat dinyatakan sebagai waktu antara pertama kali sensor direaksikan dengan sampel (dicelupkan) dan waktu pertama kali respon sensor menghasilkan sinyal yang stabil.

Beberapa penelitian telah dilakukan dalam bidang sensor kimia, antara lain: Rahmatulloh (2011) melakukan pembuatan sensor kimia bentuk stik untuk

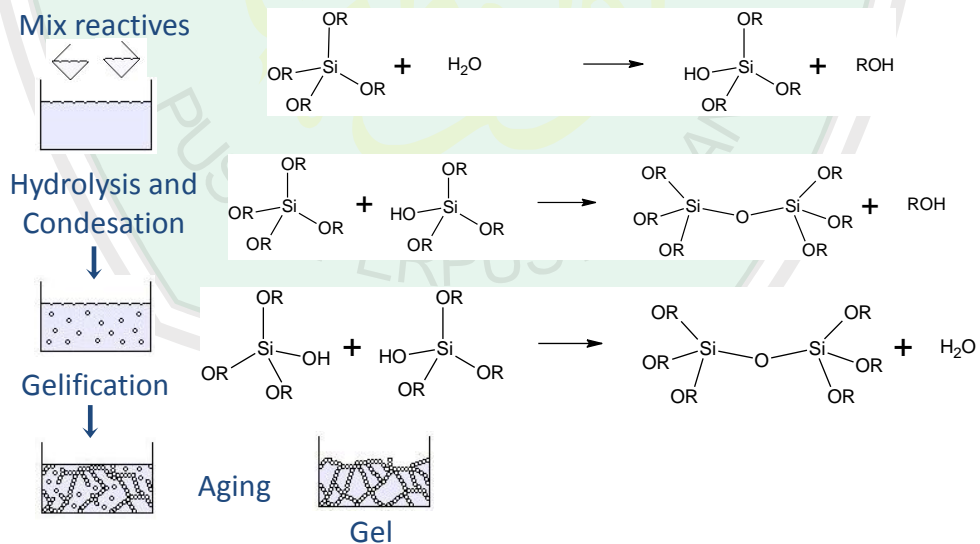
deteksi logam kromium (VI) dalam sampel limbah elektroplating menggunakan reagen *dyphenylcarbazide*. Sensor kimia untuk analisis logam Pb^{2+} adalah sensor kimia imregnasi PAN pada membran kitosan untuk analisis ion Pb^{2+} . Hasil terbaik yang diperoleh dari optimasi sensor kimia yaitu 3 gram kitosan dengan konsentrasi PAN 6 mM selama 20 menit pada pH 8 (Sarawati, 2011). Agustini (2010) telah membuat sensor kimia membran selulosa asetat-PAN untuk analisis ion Pb^{2+} . Diperoleh hasil terbaik kondisi optimum senyawa Pb(II)-PAN ada pH 8 dengan konsentrasi reagen optimum 16 mM.

2.4 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai mediana. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Niko, 2011). Metode sol gel menggunakan suatu larutan prekursor yang mengalami reaksi polimerisasi anorganik pada suhu kamar dalam pelarut air atau organik. Prekursor yang digunakan adalah alkoksida dan dari berbagai macam alkoksida, alkoksilan merupakan alkoksida yang lebih stabil sehingga dalam pembentukan polimer lebih homogen. Jenis alkoksilan yang sering digunakan dengan rantai pendek sehingga laju hidrolisis lebih cepat yaitu tetraetilortosilikat (TEOS) (Milea dkk., 2011). Reaksi yang pada akhirnya membentuk polimer sebagai hasil akhir metode sol gel adalah hidrolisis dan

kondensasi dari prekursor alkoksida. Alkoksida memberikan suatu monomer yang terlarut dalam bermacam-macam pelarut khususnya alkohol (Widodo, 2010).

Prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya adalah alkoksida logam yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu pelarut. (Hench dan West, 1990). Air untuk hidrolisis dapat diperoleh dari larutan alkohol. Saat hidrolisis maka terjadi pemutusan alkil pada alkoksida oleh air. Keadaan tersebut membentuk suatu sol dimana sol merupakan partikel padatan koloid yang tersuspensi dalam larutan. Sol mengalami kondensasi dengan sesama atau sisa prekursor sehingga terbentuk polimer dalam bentuk gel (Brinker dan George, 1990).

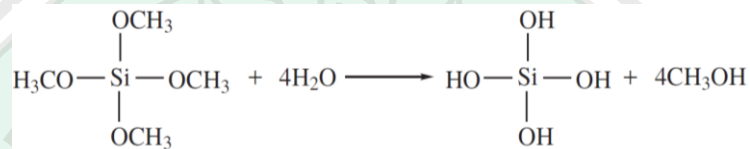


Gambar 2.1 Skema umum pembuatan sol-gel (Brinker dan George, 1990)

Metode sol-gel sendiri terdiri dari empat tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*), dan pengeringan (*drying*) (Fernandez, 2011):

1. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH). Adapun reaksi hidrolisis alkoksilan sebagai berikut (Lalena, dkk., 2008):



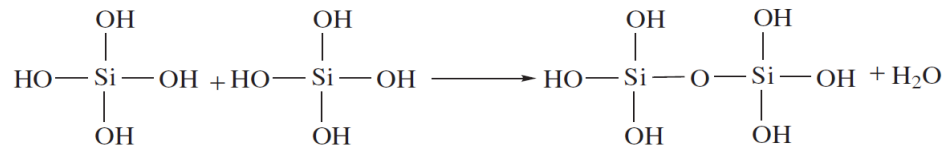
Gambar 2.2 Reaksi hidrolisis

Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air atau prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut atau prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat.

Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

2. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol. Adapun reaksi kondensasi sebagai berikut (Lalena, dkk. 2008):



Gambar 2.3 Reaksi kondensasi

3. Pematangan (*aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*. Proses pematangan ini terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku dan kuat. Hasil dari proses *aging* ini disebut dengan *wetgel* atau *hydrogel*.

4. Pengerinan (*drying*)

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Menurut Lalena, dkk (2008) terdapat dua jenis hasil yang diperoleh dari proses *drying* ini, yaitu apabila pelarut dan kandungan air di dalam *hydrogel* dihilangkan menggunakan suhu tinggi, maka struktur yang terbentuk disebut *aerogel*. Apabila pelarut dan kandungan air di dalam *hydrogel* dihilangkan menggunakan penguapan pada suhu ruang, maka struktur yang terbentuk disebut *xerogel*.

2.5 Senyawa koordinasi

Secara umum, senyawa yang pembentukannya melibatkan pembentukan ikatan kovalen koordinasi dapat dianggap sebagai senyawa koordinasi. Secara khusus, senyawa koordinasi adalah senyawa yang pembentukannya melibatkan pembentukan ikatan kovalen koordinasi antara ion logam atau atom logam dengan atom non logam (Effendy, 2007). Senyawa koordinasi atau sering disebut dengan kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan

satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. (Miessler,1998).

2.5.1 Faktor yang Mempengaruhi Senyawa Koordinasi

Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan senyawa koordinasi antara lain:

1. Jari-jari ion

Semakin besar jari-jari ion maka kemampuan suatu ion untuk berikatan dengan ligan akan semakin besar pula karena panjang ikatan antar ion dan ligan akan semakin pendek, artinya ikatan semakin kuat (Shriver dkk., 1994).

2. Rapat muatan

Ketika kerapatan muatan ion atom pusat semakin rapat maka kemampuan ion untuk berikatan dengan ligan akan semakin besar, karena gaya elektrostatik yang ditimbulkan akan semakin besar, sehingga ikatannya semakin kuat (Shriver dkk., 1994).

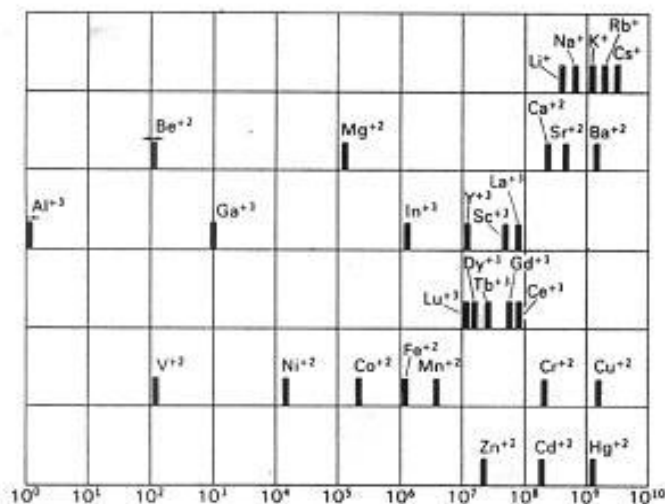
3. Kecocokan sifat antara ligan dan atom pusat

Kecocokan sifat bisa dilihat dari sifat keras lunak atom pusat dan ligan. Apabila sifat ligan keras, maka ligan tersebut lebih cocok berikatan dengan atom pusat yang bersifat keras juga. Apabila sifat ligan lunak, maka ligan tersebut lebih cocok berikatan dengan atom pusat yang bersifat lunak juga (Housecroft dan Sharpe, 2012).

4. Kereaktifan atom pusat

Semakin reaktif atom pusat maka kemampuan untuk mengganti ligan akan semakin mudah, sedangkan ketika kereaktifannya rendah kemampuan

untuk mengganti ligan akan membutuhkan waktu yang lebih lama atau semakin sulit tergantikan (House, 2008).



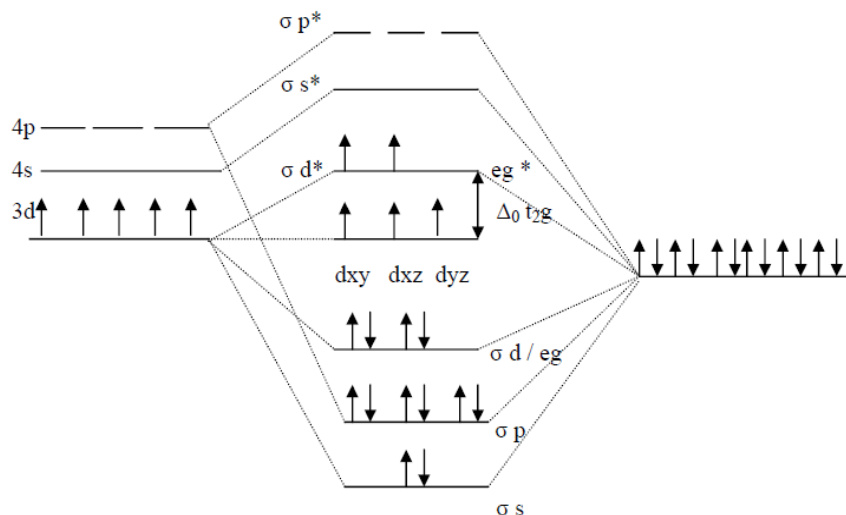
Gambar 2.4 Konstanta laju substitusi untuk molekul air pada ion $[M(H_2O)_6]^{x+}$

2.5.2 Teori Orbital Molekul (*Molecular Orbitals Theory*)

Teori orbital molekul merupakan teori yang paling lengkap karena menyangkut baik interaksi elektrostatis maupun interaksi kovalen. Teori orbital molekul menggunakan kombinasi linear orbital-orbital atom untuk membentuk orbital-orbital molekul yang merangkul seluruh molekul. Orbital-orbital itu dibagi menjadi orbital bonding, orbital antibonding, dan orbital nonbonding. (Effendy, 2007).

Teori ini juga mengatakan bahwa ikatan antara atom atau ion pusat dengan ligan bersifat kovalen murni, seperti ikatan molekul biner lainnya, terjadinya ikatan karena adanya pembentukan orbital molekul yang merupakan penggabungan linear antara orbital atom atau ion pusat dengan orbital ligan. Teori orbital molekul dapat menjelaskan pembentukan ikatan, sifat magnetik, dan warna senyawa kompleks lebih baik daripada teori ikatan valensi maupun teori medan kristal. Sebagai contoh untuk senyawa koordinasi $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$ yang berstruktur

oktahedral. Penggabungan linear orbital ion logam dengan ligan dapat dilihat dalam gambar 2.4 berikut ini:



Gambar 2.5 Diagram orbital molekul senyawa koordinasi $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ (Effendy, 2007).

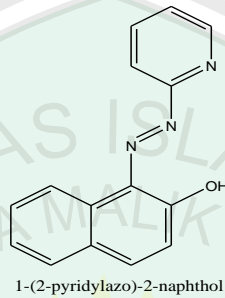
2.6 Ligan

Ligan adalah ion dan molekul netral yang memiliki atom – atom donor yang dikoordinasikan pada atom pusat. Atom yang menodonorkan elektronnya disebut sebagai atom donor. Ligan dapat berupa ion-ion ataupun ligan yang sangat rumit seperti ligan-ligan makrosiklik (Effendy, 2007). Elektron yang didonorkan biasanya berupa pasangan elektron (elektron pair) dari ligan (Miessler, 1998).

2.6.1 Ligan *1-(2-piridilazo)-2-naphtol* (PAN)

Senyawa *1-(2-piridilazo)-2-naphtol* berbentuk padatan-amorf berwarna orange-merah kristal, memiliki titik leleh 141°C , berat molekul $249,27 \text{ g/mol}$ dan rumus kimia $\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}$. *1-(2-piridilazo)-2-naphtol* berfungsi sebagai reagen kolorimetri untuk mendeteksi logam berat. Sedikit larut dalam asam dan alkali (Morrison dan Freiser, 1957).

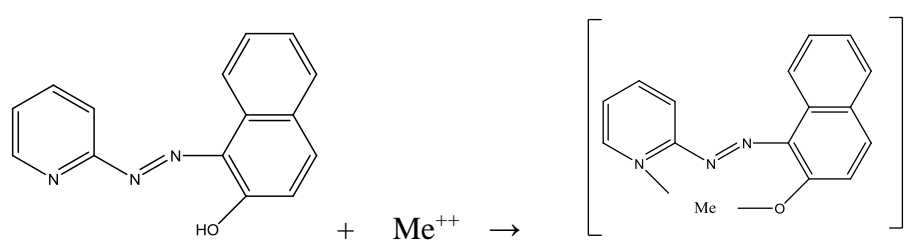
1-(2-pyridylazo)-2-naphthol merupakan reagen yang tak bermuatan, sedikit larut dalam air tetapi dapat larut dalam pelarut organik. PAN berwarna kuning dalam kloroform dengan panjang gelombang (λ_{maks}) adalah 470 nm (Kuswandi, 2010).



Gambar 2.6 Struktur *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN) (Kuswandi, 2010)

Agustini (2010) dan Sarawati (2011) telah melakukan penelitian bahwa PAN dapat digunakan sebagai reagen sensitif dan selektif untuk analisis logam berat Pb (II) dalam suatu sampel. Sensor kimia dengan menggunakan reagen PAN memiliki hasil optimum pada pH 8. Reagen PAN akan bereaksi membentuk senyawa kompleks berwarna merah dengan logam berat timbal (II) dan memiliki panjang gelombang maksimum 555 nm. Kompleks yang terbentuk antara PAN dengan ion logam melalui ikatan dengan atom oksigen pada gugus -OH, piridin N dan sebuah azo N. Hasil analisis menunjukkan bahwa ion Ni (II) mengganggu penentuan Pb (II) dengan perbandingan Pb:Ni mulai 1:10.

Senyawa khelat mudah dibentuk dengan menambahkan beberapa tetes pewarna dalam pelarut organik (metanol) pada reaksi dengan logam berat, adapun reaksinya ditunjukkan pada gambar 2.8 (Lu Cheng dan Bray. 1955):



Gambar 2.7 Reaksi antara Reagen PAN dan logam berat (Lu Cheng dan Bray. 1955)

2.7 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis memiliki prinsip kerja, yaitu penyerapan (absorpsi) sinar UV dan sinar tampak pada umumnya dihasilkan oleh eksitasi elektron-elektron ikatan, akibatnya panjang gelombang (λ) pita yang mengabsorpsi dapat dihubungkan dengan ikatan yang mungkin ada dalam suatu molekul. Sinar UV mempunyai λ antara 200 – 400 nm, sedangkan sinar tampak mempunyai λ 400 – 750 nm (Rohman, 2007).

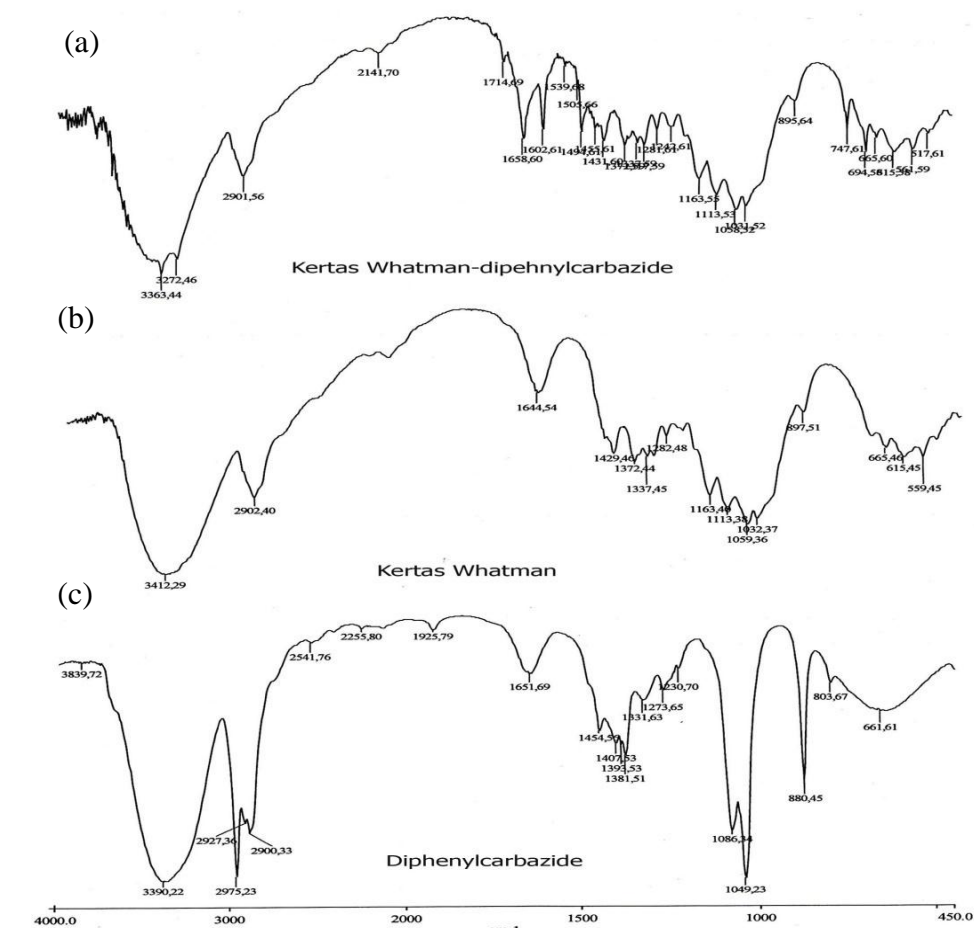
Alat ini digunakan untuk mengukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu materi dalam bentuk larutan. Analisis perubahan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk mengetahui respon reagen PAN dengan analit timbal (II), yang diketahui dengan adanya perbedaan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) antara reagen PAN dengan senyawa kompleks Pb-PAN.

2.8 Spektrofotometer IR

Spektroskopi Infra Red merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 – 1.000 μm atau pada Bilangan Gelombang 13.000 – 10 cm^{-1} . (Shriner, 1998). Prinsip kerja alat ini adalah bila radiasi IR dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap energi dan

terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*) (Jonntata, 2002).

Analisis menggunakan IR dapat digunakan untuk mengetahui ikatan baru yang terbentuk dalam suatu reaksi maupun interaksi. Rahmatulloh (2011) telah melakukan uji analisa IR untuk melihat ikatan antara kertas saring *whatman* dengan reagen *diphenylcarbazine* yang digunakan sebagai sensor stik. Pengujian yang dilakukan sebanyak 3 kali, yaitu kertas saring *whatman*, reagen, dan kertas saring *whatman*-reagen. Hasilnya diperoleh bahwa antara kertas saring *whatman* dengan reagen tidak membentuk ikatan atau senyawa baru.



Gambar 2.8 Hasil spektra IR kertas whatman-diphenylcarbazine (a), kertas whatman (b), dan *diphenylcarbazine* (c) (Rahmatulloh, 2011)

2.9 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Metode spektroskopi serapan atom (SSA) adalah metode yang berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya (Khopkar,1990).

Prinsip kerja SSA adalah apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel (Khopkar,1990).

Mayoritas dari penelitian yang dilakukan untuk analisa kadar Pb^{2+} adalah menggunakan instrumen SSA. Hal tersebut dikarenakan dengan instrumen SSA dapat memperoleh kadar keseluruhan dari logam Pb yang diinginkan dengan tipe nyala udara-asitilen dan pada panjang gelombang 217 nm (Rohman, 2007). Telah dilakukan analisa kadar Pb^{2+} dalam limbah *sludge* industri kertas proses *deinking* oleh Hadiani (2011) hasilnya menunjukkan bahwa kandungan Pb^{2+} sebesar 39 ppm, sedangkan penelitian oleh Cahyono (2007) memperoleh hasil kadar logam Pb total dalam limbah industri kertas sebesar 0,02 ppm.

2.10 Pencemaran Lingkungan Air Akibat Air Limbah Dalam Perspektif Islam

Salah satu manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi kepada masyarakat atau peneliti yang mempunyai disiplin ilmu kimia bidang kimia lingkungan tentang metode alternatif analisis Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking*. Limbah industri kertas proses *deinking* dapat mencemari lingkungan apabila kandungan logamnya melebihi ambang batas. Usaha pencegahan terhadap pencemaran lingkungan perairan tersebut harus dilakukan

karena air memiliki posisi yang sangat vital dan islam telah membuat proteksi yang sangat tegas terhadap air. Al Quran dalam surah al Anbiya' ayat 30 menyebutkan bahwa air adalah sumber kehidupan.

أَوَلَمْ يَرِ الَّذِينَ كَفَرُوا أَنَّ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ كَانَتَا رَتْقًا فَفَتَقْنَاهُمَا^ط وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ ﴿٣٠﴾

Artinya :

“Dan apakah orang-orang kafir tidak mengetahui bahwa langit dan bumi dahulunya menyatu kemudian kami pisahkan diantara keduanya dan Kami jadikan segala sesuatu yang hidup berasal dari air, maka mengapa mereka tidak beriman?” (Q.s al Anbiya' : 30).

Muhammad (2007) dalam Abdullah (2010) menafsirkan makna dari ayat tersebut bahwa semua makhluk hidup (manusia, hewan dan tumbuhan) dapat hidup dengan air yang Allah turunkan dari langit. Keberadaan air yang sangat penting ini mengharuskan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari agar kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya dapat terjamin dalam jangka panjang dan berkesinambungan. Konsep *khalifatullah fi al 'ardh* tidak hanya berkaitan dengan masalah teologi dan politik, tetapi juga terkait dengan masalah lingkungan (Abdullah, 2010) seperti yang terdapat pada surat Fathir ayat 39.

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ^ط وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ عِنْدَ رَبِّهِمْ إِلَّا مَقْتًا^ط وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا ﴿٣٩﴾

Artinya :

“Dia-lah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka” (Q.S Fathir : 39)

Ayat ini menegaskan bahwa Allah menjadikan manusia sebagai khalifah di muka bumi yang dapat diartikan sebagai penguasa. Manusia diberi kemampuan untuk memanfaatkan alam ini dengan sebaik-baiknya guna kesejahteraan hidupnya (Anonymous, 2007). Abdullah (2010) menyatakan bahwa kata *khala'if* pada ayat tersebut menjelaskan posisi manusia dalam kaitannya dengan Allah dan lingkungan. Sikap kufur disebutkan sebagai sikap yang beresiko pada timbulnya kerugian lingkungan. Membuang limbah berbahaya seperti limbah yang mengandung logam berat melebihi ambang batas ke lingkungan perairan merupakan suatu tindakan yang menunjukkan bahwa manusia tidak menjalankan salah satu tugasnya sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* yaitu menjaga kelestarian lingkungan. Segala sesuatu yang diciptakan ada ukurannya seperti dijelaskan pada Alquran surat ar-Ra'du ayat 17.

أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَسَالَتْ أَوْدِيَةٌ بِقَدَرِهَا فَاحْتَمَلَ السَّيْلُ زَبَدًا رَابِيًا وَمِمَّا يُوقِدُونَ عَلَيْهِ فِي النَّارِ ابْتِغَاءَ حِلْيَةٍ أَوْ مَتَاعٍ زَبَدٌ مِثْلَهُ كَذَلِكَ يَضْرِبُ اللَّهُ الْحَقَّ وَالْبَاطِلَ فَأَمَّا الزَّبَدُ فَيَذْهَبُ جُفَاءً وَأَمَّا مَا يَنْفَعُ النَّاسَ فَيَمْكُثُ فِي الْأَرْضِ كَذَلِكَ يَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ ﴿١٧﴾

Atinya:

“Allah telah menurunkan air (hujan) dari langit, maka mengalirlah air di lembah-lembah menurut ukurannya, maka arus itu membawa buih yang mengambang. Dan dari apa (logam) yang mereka lebur dalam api untuk membuat perhiasan atau alat-alat, ada (pula) buihnya seperti buih arus itu. Demikianlah Allah membuat perumpamaan (bagi) yang benar dan yang bathil. Adapun buih itu, akan hilang sebagai sesuatu yang tak ada harganya; adapun yang memberi manfaat kepada manusia, maka ia tetap di bumi. Demikianlah Allah membuat perumpamaan-perumpamaan.”(Q.s Ar-Ra'du : 17)

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia fisik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penelitian dilakukan mulai bulan Maret sampai Agustus 2015.

3.2 Alat dan Bahan

3.4.3 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam pembuatan sensor kimia sederhana untuk mendeteksi timbal (II) adalah antara lain : neraca analitik, pH meter, pipet skala, stirer, hotplate, spektrofotometer UV-Vis (Varian), spektrofotometer IR (Varian), Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Varian), serta peralatan gelas (labu ukur, gelas beaker).

3.4.4 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan sensor kimia untuk mendeteksi timbal (II) antara lain : *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* (PAN) p.a, metanol p.a, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ p.a, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a, $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a, TEOS (Tetraetil Ortosilikat) p.a HCl p.a, buffer borat (pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 dan 8,0), akuademin, kertas saring *whatman* bahan seluosa no. 42, sampel limbah kertas proses *deinking*.

3.3 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian dari pembuatan sensor kimia bentuk stik untuk mendeteksi logam Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking* adalah diawali dengan persiapan alat dan bahan penelitian dan dilanjutkan dengan pembuatan larutan standar dan reagen PAN. Larutan reagen PAN dioptimasi menggunakan waktu kestabilan kompleks $[Pb(PAN)_2]$, variasi konsentrasi reagen, dan variasi pH, serta ditentukan panjang gelombang maksimum $[Pb(PAN)_2]$. Kemudian dilakukan uji selektivitas. Setelah didapat kondisi optimum, dibuat sensor kimia stik Pb^{2+} yang terdiri dari beberapa tahap, yaitu preparasi sol-gel, pembuatan sensor stik dan deret intensitas warna. Sensor kimia stik yang sudah jadi dikonfirmasi dengan menggunakan IR dan diperformansi menggunakan dua parameter, yaitu selektivitas dan waktu respon. Terakhir dilakukan uji sensor kimia stik Pb^{2+} terhadap sampel limbah industri kertas proses *deinking* hasilnya dibandingkan dengan analisis menggunakan SSA.

3.4 Analisis Reagen 1-(2-pyridyazo)-2-naphthol (PAN)

3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen PAN

Diambil 6,0 mL reagen 1-(2-pyridyazo)-2-naphthol 8 ppm dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya panjang gelombang maksimum reagen 1-(2-pyridyazo)-2-naphthol ditentukan dengan spektrofotometer UV-VIS pada daerah visible 380-800 nm. Blanko yang digunakan pada penentuan ini adalah metanol.

3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum $[Pb(PAN)_2]$

Diambil larutan standar Pb^{2+} 4 ppm sebanyak 3,0 mL dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan 3,0 mL reagen 1-(2-pyridyazo)-2-naphthol 8 ppm.

Perubahan warna diukur panjang gelombangnya sebagai panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Pb^{2+} -*1-(2-pyridyazo)-2-naphthol*.

3.5 Optimasi Parameter Analitik

3.5.1 Penentuan Waktu Kestabilan $[Pb(PAN)_2]$

Disiapkan 1 larutan reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* dengan konsentrasi 8 ppm dalam tabung reaksi sebanyak 30 mL, ditambahkan larutan Pb^{2+} 4 ppm sebanyak 3,0 mL. Diukur absorbansi larutan saat menit 0 hingga menit ke 180 dengan rentang waktu 30 menit. Larutan dengan waktu kestabilan tertentu yang memiliki intensitas warna terbaik atau nilai absorbansi tertinggi jika diukur dengan spektrofotometer UV-Vis merupakan larutan yang memberikan nilai waktu kestabilan kompleks.

3.5.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN

Disiapkan 6 larutan reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* dengan konsentrasi 6 ppm; 8 ppm; 10 ppm; 12 ppm; 14 ppm dan 16 ppm tabung reaksi sebanyak 3,0 mL, ditambahkan larutan Pb^{2+} 4 ppm sebanyak 3,0 mL. Didiamkan selama 30 menit agar warna yang terbentuk stabil. Selanjutnya dilihat perubahan intensitas warna yang terjadi. Larutan dengan konsentrasi tertentu yang memiliki intensitas warna terbaik atau nilai absorbansi tertinggi jika diukur dengan spektrofotometer UV-Vis merupakan larutan yang memberikan hasil optimum.

3.5.3 Penentuan pH Optimum Reagen PAN

Disiapkan 5 larutan reagen dengan konsentrasi optimum dalam tabung reaksi masing-masing 2,0 mL. Dimasukkan ke dalam masing-masing tabung reaksi Pb^{2+} 4 ppm sebanyak 2,0 mL. Kemudian ditambahkan 2,0 ml larutan buffer borat dengan variasi pH 4 – 8. Selanjutnya dilihat perubahan intensitas warna yang terjadi. Larutan dengan pH tertentu yang memiliki intensitas warna terbaik

atau absorbansi tertinggi jika diukur dengan spektrofotometer UV-Vis merupakan larutan yang memberikan hasil optimum.

3.5.4 Uji Selektivitas

Selektifitas dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh ion-ion logam berat lain yang ditambahkan dalam reagen dan pH buffer optimum. Dibuat larutan Pb^{2+} dengan konsentrasi 0,1; 1 dan 2 ppm kemudian dimasukkan ke 3 labu takar 10 mL berbeda dan masing-masing ditambahkan larutan Ni^{2+} sehingga perbandingan konsentrasi Pb^{2+} dan Ni^{2+} sebesar 1:1; 1:5; 1:10; 1:15 dan 1:20. Sebanyak 1 mL reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* (PAN) pada konsentrasi optimum dan 2 mL larutan buffer pada pH optimum ditambahkan ke dalam larutan tersebut, kemudian intensitas warna yang terbentuk dibandingkan dengan warna larutan yang mengandung Pb^{2+} dengan konsentrasi sama yang telah ditambahkan reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* (PAN) dengan konsentrasi optimum dan larutan buffer dengan pH optimum tanpa penambahan Ni^{2+} .

3.6 Pembuatan Sensor Kimia Pb^{2+} Bentuk Stik

Reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* (PAN) 3,0 ppm dipipet 1,5 mL ke dalam gelas beker 50 mL. Ditambahkan TEOS 1,5 mL, akuademin 1,38 mL, dan HCl 0,03 M 0,1 mL. Komposisi diaduk menggunakan *stirrer* selama 24 jam pada suhu kamar hingga larutan homogen dan agak kental. Disiapkan kertas saring whatman kemudian dipotong dengan ukuran 2 cm x 2 cm. larutan yang mengental dilapiskan pada kertas saring *whatman* pada cawan petri, dengan cara lapisan ditekan dengan kaca. Selanjutnya didiamkan dalam kondisi tertutup selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian kertas saring *whatman* tersebut ditempelkan

pada kertas foto dengan ukuran 2 x 6 cm dengan menggunakan *double tape*, sehingga dihasilkan sensor kimia bentuk stik.

3.7 Uji Interaksi dengan Metode Spektroskopi Infra Red (FTIR) (Rahmatulloh, 2011)

Untuk menguji gugus fungsi yang terbentuk pada sensor kimia stik tes antara *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* dan kertas saring whatman dilakukan dengan metode IR. Sebanyak 200 mg kertas saring whatman yang sudah mengandung reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* digerus dengan 100 mg KBr dalam keadaan bebas air dan dibuat pelet atau lempeng KBr. Kemudian pelet KBr ini diukur serapannya dengan IR pada panjang gelombang 4000 – 400 Cm^{-1} . Metode yang sama dilakukan untuk kertas saring whatman yang belum mengandung reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol*, kemudian hasil dari keduanya dibandingkan. Analisis ini digunakan untuk menentukan interaksi antara gugus fungsi *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* – kertas saring whatman.

3.8 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi (Rahmatulloh, 2011)

Sensor kimia yang sudah dibuat pada prosedur 3.6 dicelupkan ke dalam larutan standar Pb^{2+} 0,1; 0,5; 1; 2 dan 4 ppm. Warna yang terbentuk pada masing-masing larutan difoto. Langkah ini dilakukan dengan replikasi sebanyak 3 kali dengan sensor stik yang berbeda. Kemudian dibuat daftar intensitas warna reagen terhadap konsentrasi Timbal (II) melalui warna pada stik (kertas saring whatman).

3.9 Waktu Respon

Dicelupkan sensor bentuk stik (dari 3.6) ke dalam larutan Pb^{2+} 4 ppm. Dicatat waktu ketika terjadi perubahan warna. Dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali.

3.10 Uji Kinerja Sensor Terhadap Limbah Kertas Proses *deinking*

3.10.1 Preparasi Sampel (Hayati, 2011)

Sampel dipreparasi terlebih dahulu untuk proses destruksi. Tahapan yang dilakukan adalah diambil sampel sebanyak 100 mL, dimasukkan kedalam gelas beker 250 ml. Kemudian ditambahkan 5 mL HNO₃ 1 % dan dipanaskan hingga volume tersisa \pm 10 mL. kemudian dimasukkan labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

3.10.2 Uji kinerja Sensor Pb²⁺ Bentuk Stik Tes

Sensor kimia Pb²⁺ stik tes dicelupkan ke dalam sampel limbah industri kertas proses *Deinking* yang telah di preparasi. Dari hasil ini dapat ditentukan kadar kandungan Pb²⁺ dalam limbah industri kertas proses *deinking* tersebut melalui perubahan warna sensor kimia Pb²⁺ stik tes. Rentang konsentrasi Pb²⁺ di dalam limbah industri kertas proses *deinking* ditentukan dari intensitas warna dari deret intensitas warna sensor kimia Pb²⁺ stik tes.

3.10.3 Uji Perbandingan Sampel Dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Untuk menguji adanya Pb²⁺ dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking* juga dilakukan uji perbandingan menggunakan SSA. Sampel limbah yang telah di preparasi diukur dengan menggunakan SSA, gas yang digunakan adalah gas asetilen, pada panjang gelombang 217 nm (Gandjar dan Abdul, 2007). Ion nikel dan seng biasanya mengganggu dalam serapan absorbansi Pb²⁺, namun hal ini dapat dicegah dengan menggunakan nyala api oksidasi gas asetilen. Optimasi penggunaan gas asetilen dapat menghilangkan logam pengganggu dalam pengukuran Pb²⁺ Hasil uji SSA ini dibandingkan dengan uji menggunakan sensor kimia.

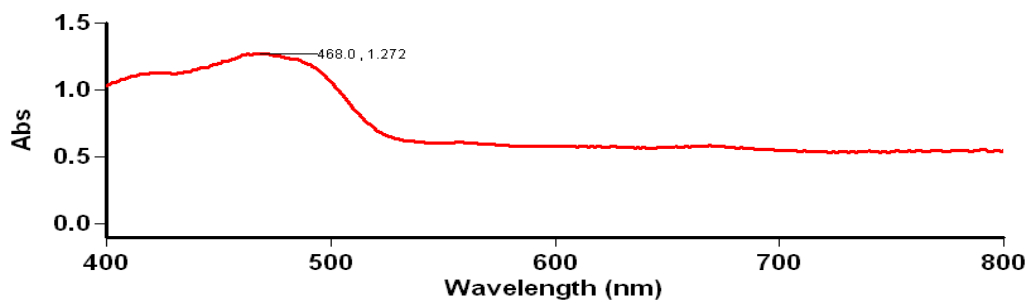
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian tentang pembuatan sensor kimia stik menggunakan reagen *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* (PAN) dilakukan untuk membuat suatu alat yang digunakan untuk mendeteksi kadar Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking* dengan rentang konsentrasi 0,1 – 4 ppm. Penelitian dilakukan dengan lima tahap, yaitu optimasi parameter analitik dalam pembentukan senyawa $[Pb(PAN)_2]$, uji selektivitas PAN, pembuatan sensor kimia stik menggunakan metode sol gel. Uji interaksi sensor kimia stik menggunakan FTIR, dan uji kemampuan sensor kimia stik terhadap Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking*. Selanjutnya konfirmasi kemampuan sensor menggunakan SSA.

4.1 Analisis Reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* (PAN)

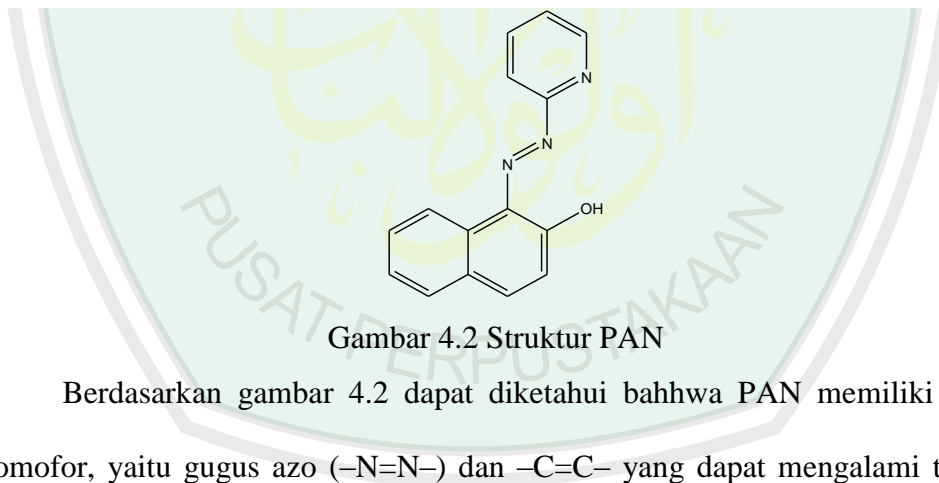
4.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen PAN

Panjang gelombang maksimum reagen PAN ditentukan dengan mengukur absorbansi larutan reagen PAN 8 ppm dalam metanol yang berwarna kuning menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan rentang panjang gelombang 400 – 800 nm. Blanko yang digunakan pada penentuan panjang gelombang maksimum reagen PAN adalah metanol. Tujuan penentuan panjang gelombang maksimum reagen PAN 8 ppm adalah untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dari reagen sebelum direaksikan dengan Pb^{2+} . Sehingga dapat digunakan sebagai acuan awal penentuan panjang gelombang yang nantinya akan dibandingkan dengan panjang gelombang maksimum dari reagen PAN 8 ppm setelah direaksikan dengan Pb^{2+} . Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum reagen PAN dapat dilihat pada Gambar 4.1:



Gambar 4.1 Panjang gelombang maksimum reagen PAN

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa larutan reagen PAN 8 ppm memiliki panjang gelombang maksimum 468,0 nm. Menurut Rohman (2007) senyawa berwarna kuning memiliki panjang gelombang 450 – 480 nm. Sarawati (2012) dan Agustini (2011) juga melakukan penentuan panjang gelombang maksimum reagen PAN, hasil yang didapatkan adalah 469 nm.



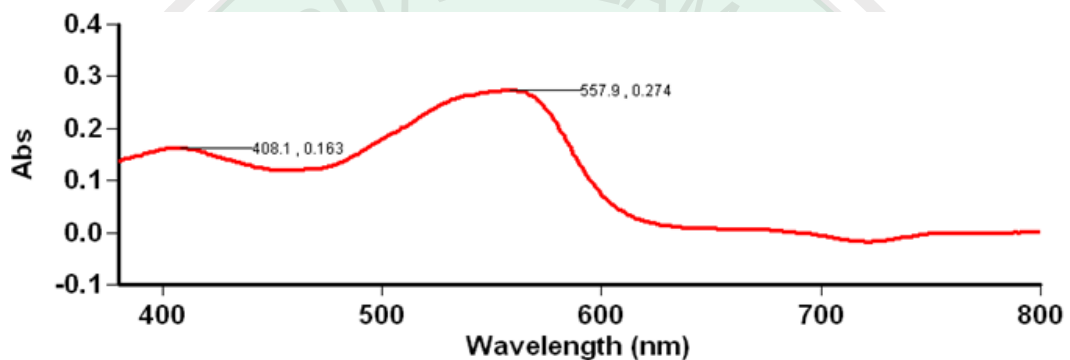
Gambar 4.2 Struktur PAN

Berdasarkan gambar 4.2 dapat diketahui bahwa PAN memiliki gugus kromofor, yaitu gugus azo ($-N=N-$) dan $-C=C-$ yang dapat mengalami transisi elektron dari n ke π^* dan π ke π^* , sehingga dapat menghasilkan warna komplementer kuning (Marczenko dan Maria, 2000 dalam Wulandari, 2012).

4.1.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum $[Pb(PAN)_2]$

Penentuan panjang gelombang maksimum ini dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum $[Pb(PAN)_2]$. Selanjutnya dibandingkan dengan panjang gelombang maksimum dari reagen PAN, untuk mengetahui interaksi antara reagen PAN dengan ion Pb^{2+} . Pengukuran absorbansi senyawa $[Pb(PAN)_2]$

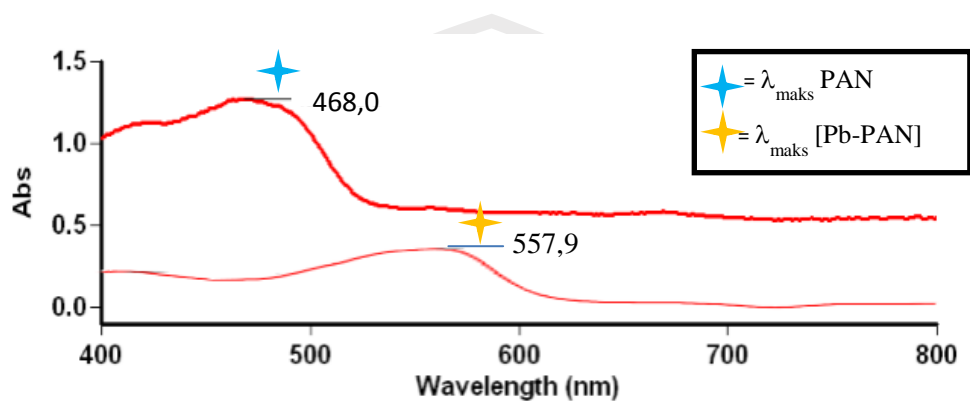
ditentukan dengan mengukur absorbansi larutan yang terdiri dari larutan Pb^{2+} 4 ppm dan reagen PAN 8 ppm. Pengukuran dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis pada daerah visible (400 - 800) karena senyawa yang akan dianalisis berwarna merah-ungu. Blanko yang digunakan adalah metanol. Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ dapat dilihat pada Gambar 4.3:



Gambar 4.3 Panjang gelombang maksimum senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$

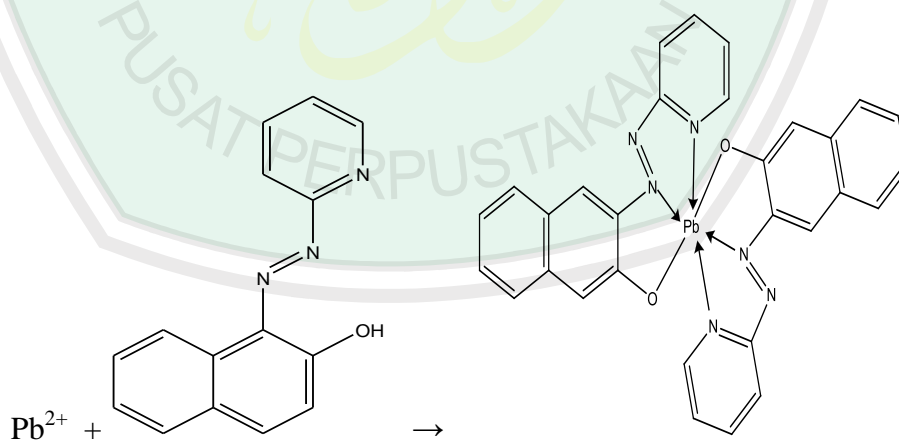
Gambar 4.3 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ adalah 557,9 nm. Hal ini menunjukkan bahwa terbentuk kompleks yang lebih stabil antara senyawa Pb^{2+} dengan reagen PAN membentuk senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$. Hal ini ditandai dengan perubahan warna dari kuning menjadi merah-ungu. Selain itu terdapat perubahan panjang gelombang dari 468,0 nm ke 557,9 nm. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.4. Perubahan panjang gelombang ini dikarenakan adanya transisi elektron dari ligan PAN ke logam Pb^{2+} yakni dari orbital π , σ , dan σ menuju orbital $^2\text{P}_{2,1,0}$ pada logam Pb^{2+} . Pada reaksi pembentukan senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ transisi dari logam ke ligan tidak diperbolehkan karena melanggar aturan seleksi laporte. Sehingga terjadi transisi elektron ligan PAN pada orbital logam Pb^{2+} (MLCT) (Effendy, 2010). Terjadinya

transisi tersebut akan mengakibatkan perubahan pita absorpsi menuju ke panjang gelombang yang lebih besar (bathokromik) yang disertai dengan peningkatan intensitas (hyperkromik).



Gambar 4.4 Panjang Gelombang Maksimum PAN dan Senyawa Kompleks [Pb(PAN)₂]

Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.5 (Sarawati, 2012):



Gambar 4.5 Reaksi pembentukan senyawa [Pb(PAN)₂]

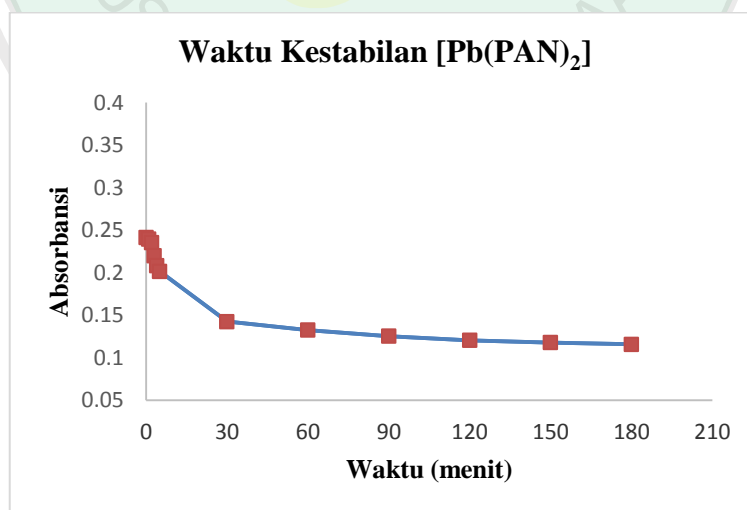
Senyawa PAN berperan sebagai ligan tridentat yaitu ligan yang menyumbang tiga pasangan elektron bebas (Soomro, 2009). Atom N-azo, N-piridin dan O akan menyumbangkan dua pasangan electron bebas sehingga membentuk ikatan kovalen koordinasi.

4.2 Optimasi Parameter Analitik

Optimasi parameter analitik dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum reagen PAN. Optimasi yang dilakukan meliputi tiga parameter, yaitu: waktu kestabilan [Pb(PAN)], pH optimum, dan konsentrasi optimum reagen PAN.

4.2.1 Penentuan Waktu Kestabilan [Pb(PAN)₂]

Waktu kestabilan [Pb(PAN)₂] ditentukan untuk mengetahui waktu optimum pembentukan senyawa [Pb(PAN)₂], sehingga memberikan warna dan absorbansi yang konstan. Hal ini digunakan untuk memastikan waktu yang aman untuk analisis. Pengukuran dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum senyawa [Pb(PAN)₂] yaitu 557,9 nm. Panjang gelombang maksimum digunakan untuk analisis karena absorbansi yang dihasilkan maksimum, sehingga dapat memperkecil kesalahan dalam analisis (Liyana dan Djarot, 2011). Blanko yang digunakan adalah metanol. Hasil yang di dapatkan dapat dilihat pada Gambar 4.6:

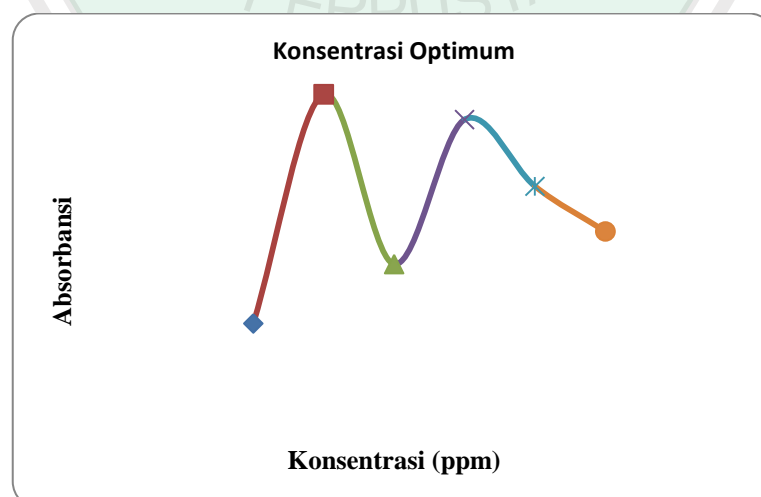


Gambar 4.6 Grafik asorbansi [Pb(PAN)₂] terhadap variasi waktu

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa pada menit ke 0 – 5 mengalami penurunan yang signifikan. Selanjutnya absorbansi menurun tetapi tidak terlalu signifikan pada menit ke 30 dan mulai stabil hingga menit ke 120 dan absorbansi terus menurun hingga menit ke 180. Sehingga dapat diduga bahwa pada menit ke 30 sampai dengan 120 merupakan waktu optimum yang dibutuhkan $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ dalam membentuk kompleks paling stabil. Waktu tersebut merupakan waktu yang aman untuk dilakukan analisis.

4.2.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN

Penentuan konsentrasi optimum reagen PAN dilakukan untuk mengetahui konsentrasi optimum reagen yang digunakan dalam pembentukan kompleks yang paling baik pada daerah range kerja Pb 0,1 – 4 ppm. Hal ini dikarenakan reaksi pembentukan kompleks dipengaruhi oleh konsentrasi reagen. Konsentrasi optimum ditentukan dengan mengukur absorbansi larutan dengan variasi konsentrasi 6; 8; 10; 12; 14; dan 16 ppm. Larutan didiamkan selama 30 menit untuk mencapai waktu kestabilan. Blanko yang digunakan adalah metanol. Hasil yang didapatkan dapat dilihat pada Gambar 4.7:



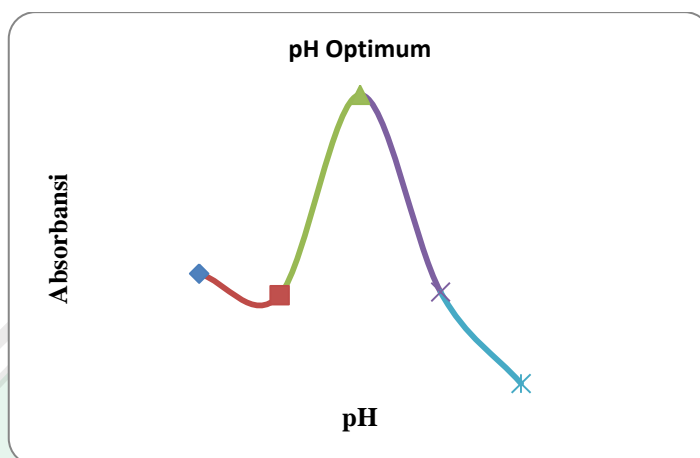
Gambar 4.7 Grafik asorbansi $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ terhadap variasi Konsentrasi

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa konsentrasi optimum yang dibutuhkan $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ dalam membentuk kompleks paling stabil adalah 8 ppm. Hal ini ditunjukkan dengan nilai absorbansi tertinggi. Konsentrasi tersebut memiliki perbandingan mol $\text{Pb}:\text{PAN}$ 1:2, artinya senyawa Pb^{2+} lebih stabil ketika mengikat 2 PAN. Hal ini sesuai dengan yang dikatakan Soomro (1989) dan Ghasemi (2007) dalam Szabo (2012) bahwa rasio pembentukan kompleks $\text{Pb}-\text{PAN}$ adalah 1:2. Pada konsentrasi PAN 10 ppm absorbansi terlihat menurun. Hal ini dikarenakan adanya konsentrasi reagen PAN dalam larutan berlebih, sehingga pembentukan kompleks $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ menjadi lebih sulit akibat senyawa PAN yang sangat ruah (larutan jenuh), sehingga dalam jumlah berlebih akan cenderung berkumpul dengan PAN yang lain dan mengganggu reaksi antara Pb^{2+} dan PAN. Apabila PAN berlebih maka $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ tidak terlihat perubahan warna dari kuning ke merah-ungu. Warna yang terlihat hanya warna PAN, kuning. Hal ini menyebabkan hasil pengukuran absorbansinya menurun.

4.2.3 Penentuan pH Optimum $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$

Pembentukan $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ sangat dipengaruhi oleh kondisi pH suatu larutan, oleh karena itu dilakukan optimasi pH. Penentuan pH dilakukan untuk mengetahui kondisi pembentukan senyawa $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ paling stabil pada pH optimum sehingga fraksi ion ligan yang bereaksi dengan Pb^{2+} optimum. Kestabilan pembentukan kompleks juga dipengaruhi oleh kondisi pH larutan. Penentuan pH optimum dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan dengan variasi buffer borat pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; dan 8,0. Larutan didiamkan selama 30 menit untuk mencapai waktu kestabilan. Pengukuran dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400 – 800 nm. Blanko yang

digunakan adalah metanol dan buffer borat pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; dan 8,0. Hasil yang didapatkan dapat dilihat pada Gambar 4.8:



Gambar 4.8 Grafik absorbansi $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ terhadap variasi pH

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa semakin tinggi pH maka semakin tinggi pula absorbansinya. pH optimum yang dibutuhkan $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ dalam membentuk kompleks paling stabil adalah pH 6,0. Hal ini ditandai dengan hasil absorbansi paling optimum, sedangkan pada pH 7,0 absorbansinya menurun. Hal ini dimungkinkan ion Pb^{2+} akan membentuk endapan pada suasana basa, sehingga menyebabkan konsentrasi Pb^{2+} dalam larutan berkurang dan absorbansinya menurun. Namun apabila digunakan pH rendah (asam), PAN akan sulit mendonorkan atom donornya, karena bisa saja atom donor masih mengikat H^+ .

4.2.4 Uji Selektivitas

Uji selektifitas senyawa PAN dilakukan untuk mengetahui keselektifan terhadap ion Pb^{2+} dengan ion logam lain (Zn^{2+} dan Ni^{2+}) sebagai interferensi. Ion Zn^{2+} dan Ni^{2+} dijadikan interferen karena kandungan Zn^{2+} dan Ni^{2+} banyak terdapat di limbah industri kertas. Selain itu kemampuan pembentukan kompleks Zn^{2+} dan Ni^{2+} lebih besar dari pada Pb^{2+} .

Uji selektivitas dilakukan dengan perbandingan konsentrasi 1:1; 1:5; 1:10; 1:15 dan 1:20 antara Pb^{2+} dengan Zn^{2+} dan Ni^{2+} . Larutan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 557,9 nm. Nilai absorbansi yang didapatkan dibandingkan dengan absorbansi pada larutan Pb^{2+} dengan perlakuan sama tanpa penambahan Ni^{2+} . Hasil uji selektivitas terhadap logam Ni^{2+} dapat dilihat pada Tabel 4.1:

Tabel 4.1 Hasil pengukuran absorbansi pada uji selektivitas terhadap Ni^{2+}

Perbandingan Konsentrasi Pb^{2+} dan Ni^{2+} (ppm)	Konsentrasi PAN (ppm)	Absorbansi
1:0	8	0,1088
1:1	8	0,1107
1:5	8	0,1067
1:10	8	0,1033
1:15	8	0,1007
1:20	8	0,0975

Pada penelitian ini Ni^{2+} relatif tidak terlalu memberikan efek interferensi, akan tetapi pada konsentrasi yang semakin besar maka efek interferensi tersebut mulai nampak. Hal ini dikarenakan kereaktifan Ni^{2+} rendah, sebab Ni^{2+} termasuk golongan dengan orbital terakhir d^8 , dimana senyawa yang memiliki orbital terakhir d^8 , menurut House (2008) kereaktifannya rendah atau disebut sebagai logam nonlabil. Artinya ketika Ni^{2+} telah membentuk kompleks dengan air maka ligan yang terikat pada Ni^{2+} tidak mudah tergantikan. Rendahnya reaktivitas kompleks oktahedral d^8 didasarkan pada besarnya nilai energi aktivasi penggantian ligan atau disebut sebagai Crystal Field Activation Energy (CFAE). Dalam satu periode logam transisi deret pertama dengan muatan (2+) (M^{2+}), Ni^{2+} memiliki nilai CFAE paling tinggi sebesar 2,00 (Atwood,1997), sehingga

kompleks dengan ion pusat Ni^{2+} cenderung kurang reaktif sehingga tidak menimbulkan interferensi secara signifikan terhadap kompleks $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$.

Faktor lain yang mempengaruhi pembentukan kompleks adalah kecocokan sifat ligan dan atom pusat. Kecocokan sifat tersebut dilihat dari keras lunak suatu senyawa atau unsur. Atom donor yang digunakan ligan PAN untuk berikatan adalah O, N, dan N ketika dilihat dari atom donornya maka ligan PAN bersifat lunak, artinya ligan tersebut lebih cocok untuk berikatan dengan atom pusat yang juga bersifat lunak (Housecroft dan Sharpe, 2012). Perbandingan keras lunak antara Ni^{2+} dan Pb^{2+} adalah Pb^{2+} memiliki sifat yang lebih lunak dibandingkan dengan Ni^{2+} karena jari-jari ion Pb^{2+} (133 Å) lebih besar dibandingkan jari-jari ion Ni^{2+} (83 Å) maka kerapatan muatan Pb^{2+} lebih rendah, sehingga PAN lebih cocok untuk berikatan dengan Pb^{2+} daripada berikatan dengan Ni^{2+} . Marczenko dan Maria (2000) mengatakan bahwa nilai absorbtivitas molar Pb-PAN adalah $4,9 \times 10^4$ sedangkan nilai absorbtivitas molar Ni-PAN adalah $4,6 \times 10^4$, dari nilai tersebut dapat diketahui bahwa Ni^{2+} tidak mengganggu proses analisis Pb^{2+} karena nilai absorbtivitas molarnya lebih kecil.

Ketika reagen PAN diuji selektivitasnya terhadap logam Pb dengan interferen Zn^{2+} menunjukkan adanya pengaruh interferensi yang ditunjukkan dengan nilai absorbansi yang menurun (dapat dilihat pada Tabel 4.2). Hal ini dikarenakan kereaktifan Zn^{2+} tinggi, sebab Zn^{2+} termasuk golongan d^{10} , dimana senyawa yang memiliki orbital terakhir d^{10} kereaktifannya tinggi atau disebut sebagai logam labil karena memiliki nilai CFAE 0,00 (Atwood, 1997). Artinya ketika Zn^{2+} telah membentuk kompleks dengan air maka Zn^{2+} mudah melepaskan

ligan air apabila ditambahkan ligan lain yang lebih kuat ke dalam larutan, seperti halnya ligan PAN.

Menurut Marczenko dan Maria (2000) nilai absorbtivitas molar Pb-PAN adalah $4,9 \times 10^4$, sedangkan nilai absorbtivitas molar Zn-PAN adalah $5,8 \times 10^4$. Absorbtivitas molar mengindikasikan pembentukan kompleks Zn^{2+} dengan PAN lebih tinggi dibandingkan Pb^{2+} dengan PAN. Hal ini dapat disebabkan rapat muatan Zn^{2+} lebih besar dari pada Pb^{2+} sehingga lebih reaktif untuk berkompetisi dengan Pb^{2+} dalam mengikat ligan PAN. Hasil pengukuran absorbansi kompleks $[Pb(PAN)_2]$ (λ max 557,9 nm) memperlihatkan adanya gangguan yang signifikan pada penambahan Zn^{2+} (1:1). Absorbansi $[Pb(PAN)_2]$ berkurang \pm setengahnya yang memperlihatkan adanya kompetisi kuat dalam berikatan dengan ligan PAN.

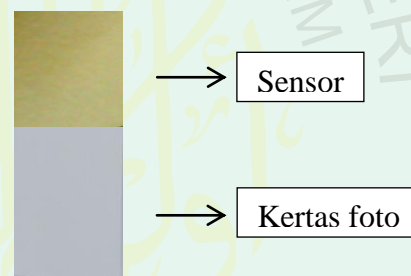
Tabel 4.2 Hasil pengukuran absorbansi pada uji selektivitas terhadap Zn^{2+}

Perbandingan Konsentrasi Pb^{2+} dan Zn^{2+} (ppm)	Absorbansi
1:0	0,1088
1:1	0,0499
1:5	0,0479
1:10	0,0495
1:15	0,0487
1:20	0,0493

4.3 Pembuatan Sensor Kimia Pb^{2+} Bentuk Stik Tes

Pembuatan sensor stik ini dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel. Sol-Gel dibuat untuk melindungi senyawa PAN agar tidak mudah terkontaminasi atau tidak mudah rusak. Prekursor (senyawa awal) dalam proses sol-gel adalah TEOS (TetraEtilOrtoSilika). Larutan prekursor tersebut akan terbentuk sol. Perubahan bentuk sol terjadi ketika reaksi hidrolisis dan menjadi gel ketika reaksi kondensasi. Pada reaksi hidrolisis terjadi penempelan ion hidroksil pada atom

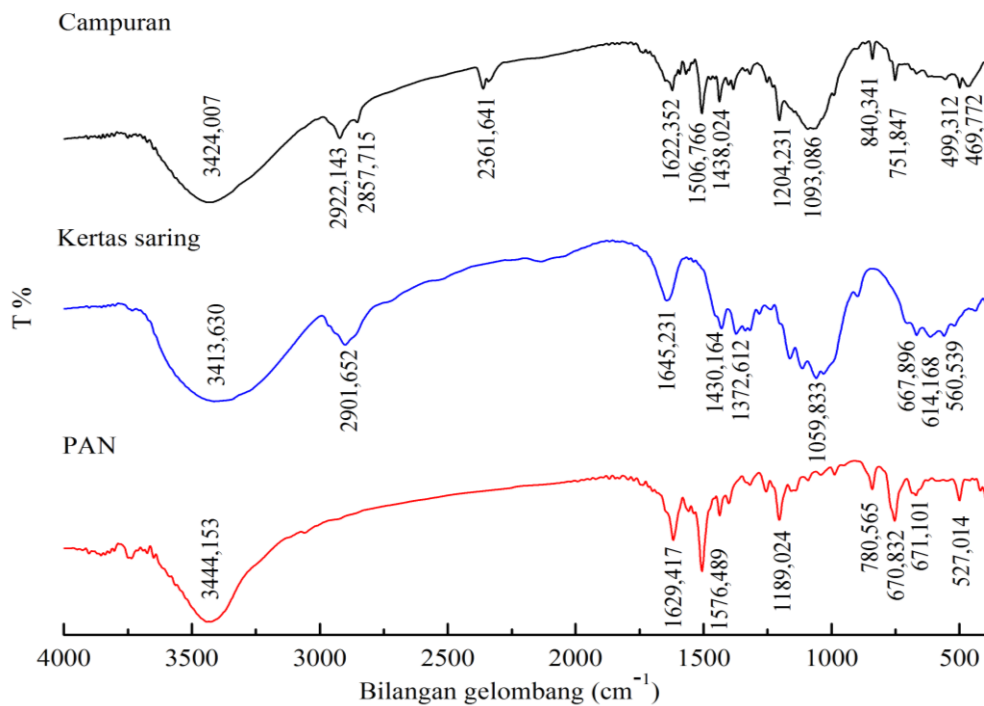
logam dengan pemutusan pada salah satu ikatan logam alkoksida atau garam anorganik. Selanjutnya molekul yang telah terhidrolisis dapat bergabung membentuk hasil reaksi kondensasi, yaitu dua logam yang digabungkan melalui rantai oksigen. Polimer-polimer besar terbentuk saat reaksi hidrolisis dan kondensasi berlanjut akan menghubungkan polimer-polimer tersebut ke dalam bentuk gel. Molekul-molekul kecil yang dihasilkan dari reaksi kondensasi seperti metanol, HCl, dan air akan menguap sehingga pori-pori akan menyusut dan menjerat PAN di dalam pori-pori sehingga PAN akan terimobilisasi dengan baik namun dapat menyebabkan keretakan pada sol-gel (Dianawati, 2003).



Gambar 4.9 Sensor kimia bentuk stik

4.4 Uji Interaksi dengan Metode Spektroskopi Infra Red (FTIR)

Uji interaksi dengan metode spektroskopi Infra Red (FTIR) ini berfungsi untuk menentukan interaksi yang terbentuk pada sensor kimia stik tes antara PAN dan kertas saring whatman. Gugus fungsi dari suatu senyawa yang terukur akan muncul sebagai *peak* pada bilangan gelombang tertentu. Analisa gugus fungsi yang terdapat pada ketiga spektra IR tersebut dapat ditentukan *peak* yang muncul dengan melihat range daerah bilangan gelombangnya pada literatur. Hasil yang didapatkan dapat dilihat pada Gambar 4.10:



Gambar 4.10 Spektra IR PAN, Whatman, dan PAN-whatman

Berdasarkan gambar 4.10 dapat diidentifikasi gugus fungsi pada reagen PAN adalah:

Tabel 4.3 Hasil uji interaksi menggunakan IR pada reagen PAN

Literatur		
Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi	Hasil penelitian
3575 – 3125*	-OH	3442,118
1615 - 1575*	Ring piridin	1618,583
1575-1480*	Monosubtituen piridin	1506,507
1477 dan 1384**	N=N azo	1437,304 dan 1319,259
1400-1000*	C-O (O dari OH)	1157,001
780-730*	Subtituen benzene orto	753,417

* Socrates, 2007

** Husein, 2008

Tabel 4.3 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang $3442,118\text{cm}^{-1}$, ring piridin pada bilangan gelombang $1618,583\text{cm}^{-1}$, monosubtituen piridin (*stretch*) pada bilangan gelombang $1506,507\text{cm}^{-1}$, N=N azo

pada bilangan gelombang 1437,304 dan 1319,259 cm^{-1} , C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1157,001 cm^{-1} , dan substituen benzena orto pada bilangan gelombang 753,417 cm^{-1} . Hasil uji interaksi menggunakan IR pada kertas *whatman* dapat dilihat pada Tabel 4.4:

Tabel 4.4 Hasil uji interaksi menggunakan IR pada kertas *whatman*

Literatur		
Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi	Hasil Penelitian
3575 – 3125*	-OH	3413,63
3000 – 2850*	C-H (sp^3)	2901,652
1480 – 1430*	CH ₂ -	1430,164
1400-1000*	C-O (O dari OH)	1162,607

* Socrates, 2007

Tabel 4.4 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang 3413,63 cm^{-1} , C-H (sp^3) pada bilangan gelombang 2901,652 cm^{-1} , CH₂- pada bilangan gelombang 1430,164 cm^{-1} , dan C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1162,607 cm^{-1} . Hasil uji interaksi menggunakan IR pada kertas *whatman*-PAR dapat dilihat pada Tabel 4.5:

Tabel 4.5 Hasil uji interaksi menggunakan IR pada kertas *whatman*-PAR

Literatur		
Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi	Hasil Penelitian
3575 – 3125*	-OH	3424,007
3000 – 2850*	C-H (sp^3)	2922,143
1615 - 1575*	Ring piridin	1622,362
1575-1480*	Monosubstituen piridin	1506.766
1477 dan 1384**	N=N azo	1438,024 dan 1318,956
1400-1000*	C-O (O dari OH)	1204,23
780-730*	Substituen benzene orto	751,847

* Socrates, 2007

** Husein, 2008

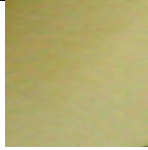





Tabel 4.5 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang 3424,007 cm^{-1} , C-H (sp^3) pada bilangan gelombang 2922,143 cm^{-1} , 1622,362 cm^{-1} ring piridin, 1506.766 cm^{-1} monosubstituen piridin, N=N azo 1438,024 dan 1318,956 cm^{-1} , C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1204,23 cm^{-1} , dan substituen benzena orto pada bilangan gelombang 751,847 cm^{-1} . Spektra IR kertas *whatman*-PAR menunjukkan bahwa interaksi yang terjadi antara reagen kertas *whatman* dan PAR adalah interaksi fisik. Hal ini dikarenakan tidak terdapat puncak baru yang muncul.

4.5 Waktu Respon

Waktu respon ditentukan untuk mengetahui waktu pertama kali sensor mengalami perubahan warna karena adanya reaksi antara reagen PAN dengan Pb^{2+} . Hasil yang diperoleh yaitu warna pertama kali muncul setelah 30,15 detik dan warna akan semakin terang pada detik ke 58. Menurut Huanicki, dkk. (1991) semakin cepat waktu respon sensor maka semakin baik sensor tersebut. Pada penelitian ini didapatkan waktu respon sensor adalah 30 detik.

4.6 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi (Rahmatulloh, 2011)

Pembuatan deret intensitas warna ini dibuat dengan tujuan agar sensor kimia dapat digunakan sebagai pembanding dalam menganalisis Pb^{2+} secara kualitatif dan semikuantitatif. Hasil visual deret intensitas warna dapat dilihat pada gambar 4.11:

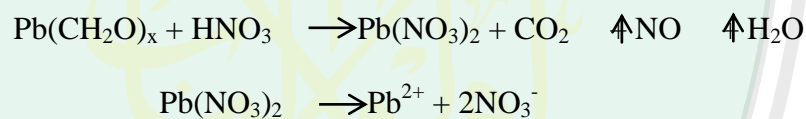
Konsentrasi Pb^{2+} (ppm)					
0	0,1	0,5	1	2	4
					

Gambar 4.11 Deret intensitas warna sensor kimia Pb^{2+}

Berdasarkan gambar 4.11 dapat dilihat semakin banyak konsentrasi Pb^{2+} maka semakin tinggi intensitas warna yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan semakin banyak senyawa $[Pb(PAN)_2]$ yang terbentuk.

4.7 Preparasi Sampel

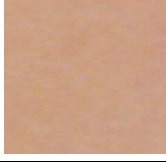
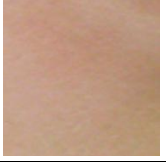

Sebelum sampel limbah industri kertas proses *deinking* dianalisis, dilakukan preparasi sampel terlebih dahulu dengan cara destruksi untuk memutus ikatan organologam menjadi ion bebas (Wulandari, 2012). Proses destruksi dilakukan dengan penambahan asam nitrat (HNO_3) 1 % dan dipanaskan. Penambahan HNO_3 1% yang dibantu dengan proses pemanasan, akan mempercepat pemutusan ikatan organologam tersebut. Berikut reaksi yang terjadi dalam proses destruksi (Wulandari dan Sukei, 2013):



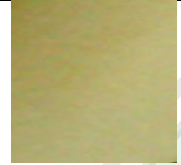





Senyawa organik dimisalkan dengan $(CH_2O)_x$ akan didekomposisi oleh HNO_3 sehingga logam Pb akan terlepas ikatannya dari senyawa organik. Selanjutnya, Pb akan diubah kedalam bentuk garamnya menjadi $Pb(NO_3)_2$ yang mudah larut dalam air. Proses destruksi juga menghasilkan gas CO_2 dan NO (Wulandari dan Sukei, 2013).

4.8 Uji Kinerja Sensor Terhadap Air Limbah Industri Kertas

Uji kinerja sensor Pb^{2+} bentuk stik dilakukan dengan menguji sampel yang telah didestruksi dengan sensor Pb^{2+} bentuk stik. Perubahan warna yang terjadi dibandingkan dengan deret intensitas warna. Hasil analisis kadar Pb^{2+} dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking* dapat dilihat pada gambar 4.12:

Sampel		
A	B	C
		

Gambar 4.12 Hasil analisis kadar Pb^{2+} dalam sampel

Konsentrasi Pb^{2+} (ppm)					
0	0,1	0,5	1	2	4
					

Gambar 4.13 Deret intensitas warna

Gambar 4.12 jika dibandingkan dengan deret intensitas warna (Gambar 4.13) menunjukkan bahwa hasil analisis kadar Pb^{2+} menggunakan sensor stik pada sampel A sebesar 0,1 ppm; sampel B 0,1 ppm; dan sampel C diantara 0,1 – 0,5 ppm. Gambar 4.12 menunjukkan bahwa dalam sampel limbah industri kertas proses *deinking* mengandung kadar Pb^{2+} yang tidak melebihi ambang batas. Ambang batas Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking* adalah 1,0 ppm. Hasil tersebut membuktikan bahwa sensor Pb^{2+} menggunakan reagen PAN dapat digunakan untuk analisis Pb^{2+} secara semikuantitatif.

4.9 Uji perbandingan sampel dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Sampel limbah industri kertas proses *deinking* yang telah didestruksi dianalisis menggunakan SSA untuk mengetahui kadar Pb^{2+} dalam sampel. Hasil analisis kadar Pb^{2+} menggunakan SSA dapat dilihat pada tabel 4.6:

Tabel 4.6 Perbandingan hasil analisis kadar Pb^{2+} menggunakan SSA dan sensor

Sampel	Konsentrasi Pb^{2+} (ppm)	Kadar Pb^{2+} dengan sensor (ppm)
A	0,13	0,1
B	0,15	0,1
C	0,25	0,1 - 0,5

Apabila hasil penentuan kadar Pb^{2+} pada tabel 4.6 dibandingkan dengan hasil penentuan kadar dengan sensor stik memiliki hasil yang hampir sama. Hasil tersebut dapat dibandingkan dengan deret intensitas warna sensor stik Pb^{2+} . Kadar Pb^{2+} dalam limbah industri kertas proses *deinking* tidak melebihi ambang batas yakni 1 ppm.

4.10 Sensor Kimia Untuk Mendeteksi Pb^{2+} Pada Limbah Industri Kertas Dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian ini sensor kimia yang dibuat dengan metode sol gel dapat digunakan untuk mendeteksi Pb^{2+} pada limbah industri kertas. ketika sensor kimia diujikan dengan sampel sensor kimia tersebut mampu memberikan perubahan warna yang signifikan yakni dari warna kuning menjadi merah-ungu. Warna yang terbentuk menunjukkan kadar Pb^{2+} dalam sampel. Hasil yang didapatkan adalah sampel tersebut mengandung Pb^{2+} yang tidak melebihi ambang batas.

Penelitian tentang pembuatan sensor kimia stik ini merupakan suatu bentuk usaha untuk mengontrol kondisi air limbah secara kimiawi sebelum dialirkan ke sungai. Karena kandungan logam-logam yang terdapat didalamnya perlu diketahui agar bisa diupayakan sesuai dengan baku mutu sehingga air limbah tersebut layak untuk dialirkan ke sungai dan dimanfaatkan oleh makhluk hidup disekitarnya. Seperti dijelaskan pada Alquran surah ar-Ra'du ayat 17 bahwa segala sesuatu yang diciptakan ada ukurannya:

أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً ۖ فَسَالَتْ أَوْدِيَهُ بِقَدَرِهَا فَاحْتَمَلَ السَّيْلُ زَبَدًا رَابِيًا ۚ وَمِمَّا يُوقِدُونَ عَلَيْهِ فِي النَّارِ أَبْغَاءَ حِلْيَةٍ أَوْ مَتَاعٍ ۖ زَبَدٌ مِثْلَهُ ۚ كَذَلِكَ يَضْرِبُ اللَّهُ الْحَقَّ وَالْبَاطِلَ ۚ فَأَمَّا الزَّبَدُ فَيَذْهَبُ جُفَاءً ۚ وَأَمَّا مَا يَنْفَعُ النَّاسَ فَيَمْكُثُ فِي الْأَرْضِ ۚ كَذَلِكَ يَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ ۙ ١٧

Artinya:

“Allah telah menurunkan air (hujan) dari langit, maka mengalirlah air di lembah-lembah menurut ukurannya, maka arus itu membawa buih yang mengambang. Dan dari apa (logam) yang mereka lebur dalam api untuk membuat perhiasan atau alat-alat, ada (pula) buihnya seperti buih arus itu. Demikianlah Allah membuat perumpamaan (bagi) yang benar dan yang bathil. Adapun buih itu, akan hilang sebagai sesuatu yang tak ada harganya; adapun yang memberi manfaat kepada manusia, maka ia tetap di bumi. Demikianlah Allah membuat perumpamaan-perumpamaan.” (Q.s Ar-Ra’du : 17)

Kata *Mimma* (logam) dalam ayat di atas dapat mewakili salah satu jenis logam yaitu timbal. Timbal diturunkan Allah SWT ke bumi dengan kadar yang sesuai dan memiliki manfaat terhadap kebutuhan makhluk hidup. Hal ini dijelaskan dalam tafsir *Muyassar* bahwa logam yang tetap ditempatkan dalam bejana adalah logam yang bagus, sedangkan yang kurang bagus akan terangkat dalam bentuk kotoran. (Al-Qarni, 2007).

Pengontrolan air limbah merupakan bentuk tindakan manusia sebagai *khalifaullah fi al ‘ardh* atau wakil Allah yang ditugaskan untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat Fathir: 39 menegaskan posisi manusia sebagai *khalifatullah fi al ‘ardh* terkait masalah lingkungan.

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ ۖ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ ۚ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا ۙ ٣٩

Artinya :

“Dia-lah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka” (Q.S Fathir : 39)

Penelitian tentang pembuatan sensor kimia juga merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai *khalifatullah fil al 'ardh*. Berpikir adalah perintah Allah dalam setiap keadaan seperti yang dijelaskan pada surat Al-Imron ayat 190 – 191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ۝ ١٩٠ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا
 بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۝ ١٩١

Artinya:

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (190). (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka (191)". (Q.s Al-Imron : 190 - 191)*

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Konsentrasi optimum *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* dalam pembuatan sensor kimia stik adalah 8 ppm dan pH optimum yang diperoleh yaitu pH 6,0. Serta waktu kestabilan kompleks Pb-PAN adalah 30 sampai dengan 120 menit.
2. Senyawa *1-(2-pyridylazo)-2-naphthol* dapat digunakan sebagai reagen pada pembuatan sensor kimia stik untuk menganalisis Pb^{2+} karena selektif terhadap Pb^{2+} meskipun terdapat logam lain (Ni^{2+} dan Zn^{2+}) didalam larutan serta memiliki waktu respon yang cepat yakni 30 detik.
3. Sensor kimia menggunakan reagen PAN dapat digunakan untuk analisis Pb^{2+} secara semikuantitatif. Hasil yang didapat pada larutan hasil destruksi sampel limbah kertas proses *deinking* A: 0,1 ppm, B: 0,1 ppm C: 0,1 – 0,5. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kadar Pb^{2+} tidak melebihi ambang batas PP nomor 82 (2001) yaitu 1 ppm.

5.2 Saran

1. Penelitian lebih lanjut tentang pengaruh logam lain seperti Cu, Cr, Hg, dan Cd perlu dilakukan untuk meningkatkan selektivitas dari sensor stik menggunakan PAN untuk analisis Pb^{2+} serta penambahan zat lain yang

berfungsi sebagai penopeng (*masking agent*) seperti Na_2HPO_4 , NaOH dan KCN agar ion logam lain tidak ikut bereaksi (tertutupi).

2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengukuran konsentrasi berdasarkan absorbansi senyawa kompleks terkoreksi (absorbansi ligan – absorbansi logam).
3. Parameter yang meliputi presisi, akurasi, linearitas, limit deteksi, sensitivitas, *recovery*, dan *life time* perlu ditentukan untuk mengetahui performansi sensor stik.
4. Optimasi komposisi bahan dalam pembuatan sensor stik menggunakan metode sol-gel perlu dilakukan untuk mendapatkan karakter lapisan gel yang lebih elastis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2010. *Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah*. Jakarta : Dian Rakyat.
- Agustini. 2010. Sensor Kimia Membran Selulosa Asetat PAN (1-(2-Pyridylazo)-2- Naphthol) untuk Analisis Ion Pb²⁺. *Skripsi*. Surabaya: Departemen Kimia Fsaintek UNAIR.
- Altier, A.M., dan J.W. Wendel.1969. Deinking p: 94. *In: Macdonald, R.G., and J.N.Franklin (eds). Pulp and Paper Manufacture, Control, Secondary Fiber, Structure Board. Coating*. Macgraw Hill Book Co. New York.
- Ashar, A. 2008. Penentuan Unsur Cu, Cd Dan Pb dalam Sampel Limbah (Sludge) Industri Kertas Secara Spektrofotometri Serapan Atom (AAS). *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir Yogyakarta, 28 Agustus 2008*. Yogyakarta: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan. Halaman: 160-163.
- Atwood. J.D. 1997. *Inorganic and Organometallic Reaction Mechanism*. Second edition. ISBN: 978-0-471-18897-1. 328 pages : Wiley-VCH
- Brinker, C. J., dan George W. S. 1990. *SOL-GEL SCIENCE: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego: ACADEMIC PRESS, INC.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2006. *Air Minum dalam Kemasan*. SNI 01-3553-2006.
- Cahyono, R. 2007. *Dampak Limbah Cair PT. Kertas Basuki Rachmat Banyuwangi Terhadap Kesehatan Masyarakat*. Tesis. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Cheng, K.L dan Roger H, B. 1955. 1-(2-pyridylazo)2-naphthol as a Possible Analytical Reagent. *Journal Anal.Chem*, 1955. 27 (5). pp 782 – 785. University of Lilinois Urbana, III
- De palma. 1978. *Moral Development*. New York: Lawrence Erlbaum Associates.
- Effendy. 2007. *Perpektif Baru Kimia Koordinasi*. Malang: Bayu Media.
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel* (Makalah). Padang: Universitas Andalas.
- Gottsching, L; dan Pakarinen, H, 2000. *Recycled Fiber and Deinking, Papermaking Science and Technology*, penerbit TAPPI.

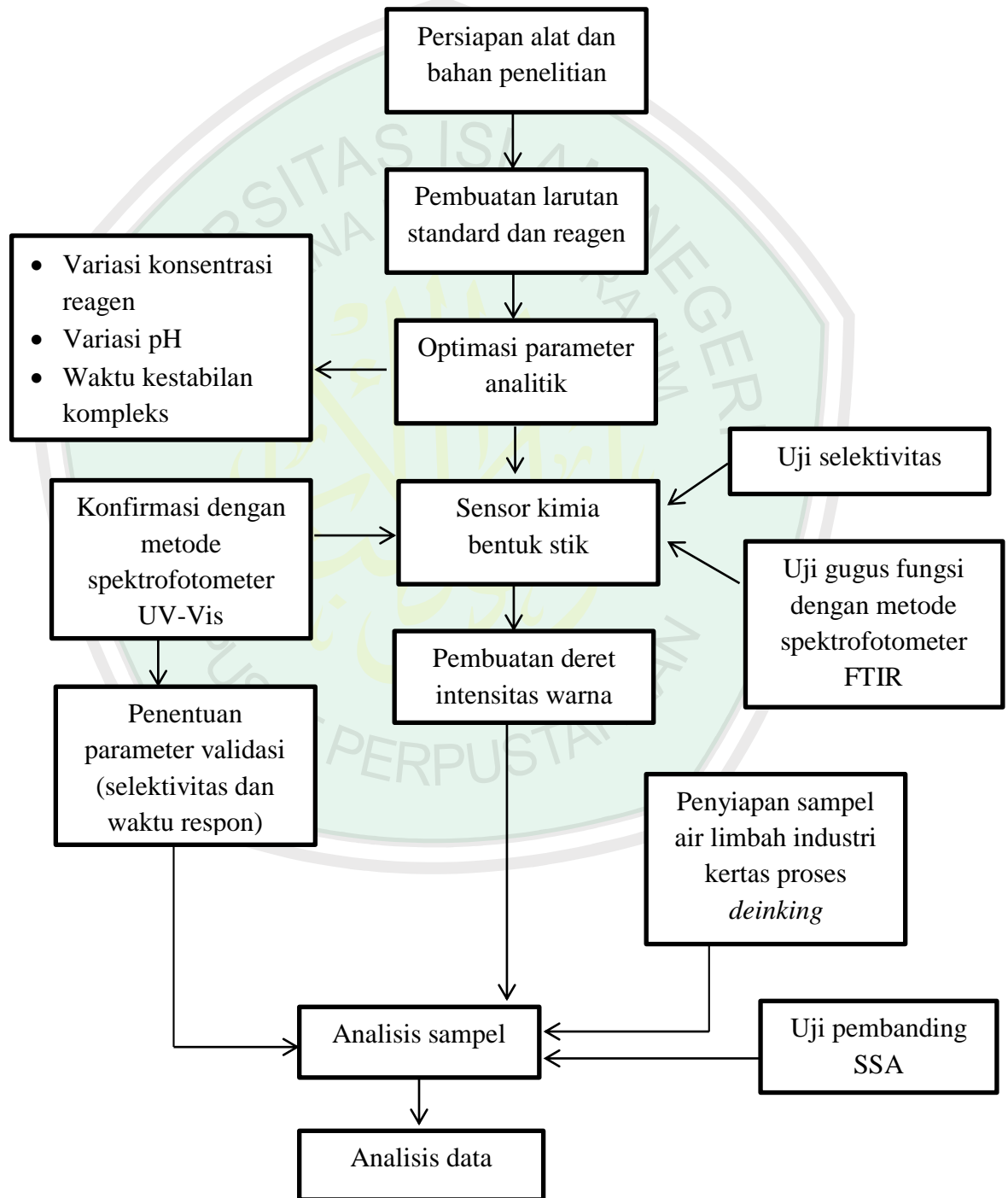
- Hardiani.H. 2011 “Pemulihan Lahan Terkontaminasi Limbah B3 dari Proses Deinking Industri Kertas Secara Fitoremediasi “, *Jurnal Riset Industri*. Vol. 2. No.2. Agustus 2008, ISSN. 1978-5852, Hal. 64 – 75.
- Hench, L.L dan West, J.K. 1990. *Principles of Electronic Ceramics*, J. Wiley & Sons.
- House, J.E. 2008. *Inorganic Chemistry*. USA: Academic Press.
- Housecroft, C.E., dan Sharpe, A.G. 2012. *Inorganic Chemistry Fourth Edition*. Canada: Pearson.
- Hulanicki, A., Stanislaw G., dan Folke I. 1991. Chemical Sensor Definition and Classification. *Great Britain IUPAC*.
- Hussein, K.B. 2008. Preparation and Characterization of Trivalent Lanthanide Ion Complexes With Tridentate Mono Azo Ligan. *Wasit Journal For Sains And Medicine*. Vol 1 no. 2: 31 – 34.
- Jonnata, M., Katzir. A., dan Mizaikoff, B. 2002. Sol-gel Coated Mid-Infrared Fiber-Optic Sensors. *Georgia Institute of Technology*. Volume 57 nomor 7.
- Karipcin, F. dan Eser, K. 2007. Spectroscopic and Thermal Studies on Solid Copexes of 4-(2-Pyridylazo)Resorcinol With Some Transition Metals. *Acta Chaim*. No. 54: 242 – 247.
- Kessel, I dan O’Connor, J.T. (1997) *Getting the Lead out: The Complete Resource on How to Prevent and Cope with Lead Poisoning*, Published by Plenum Trade, New York, www.questia.com/library/book/getting-the-lead-out-the-complete-resource-on-how-to-preventand-cope-with-lead-poisoning-by-irene-kessel-john-t-oconnor.jsp.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
- Kuswandi, B. 2010. *Sensor Kimia*. Jember: Jember University Press.
- Lalena, J. N., David A. C., Everett E. C., dan Nancy F. D. 2008. *Inorganic Materials Synthesis and Fabrication*. Canada: John Wiley and Sons, Inc.
- Marczenko, Z. dan Maria. 2000. Separation, Preconcentration and Spectrophotometry in Inorganic Analysis. *Analytical Spectroscopy Library*. Volume 10.
- Miessler, G dan Donald A.T.1998. *Inorganic chemistry, second edition*.New Jersey : hlm 312 – 331.
- Milea, C.A., C. Bogatu, dan A. Duta. 2011. The Influence of Parameters in Silica Sol-Gel Process. *Transilvania*. Volume 4, Nomor 1: 59-66.

- Morrison, G. H., dan Freiser, H., 1957. *Solvent Extraction In Analytical Chemistry*. John Willey And Sons Inc: New York.
- Niko, H. 2008. "Teknologi Sol Gel". Kumpulan Jurnal Kampus ITB, <http://Wordpress.com>. (diakses tanggal 1 April 2011).
- Palar, H., 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta: Jakarta.
- [PP] Peraturan Pemerintah. 2001. *Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air dan Pengendalian Pencemaran Air Nomor 82*.
- Rahmatulloh, A. 2011. Sensor Kimia Untuk Mendeteksi Kromium (Vi) dalam Air Limbah Elektroplating Menggunakan Reagen *Diphenylcarbazide*. *Skripsi*. Surabaya: Departemen Kimia Fsaintek UNAIR.
- Rahmayani, F. 2009. Analisa Kadar Besi (Fe) dan Tembaga (Cu) dalam Air Zamzam secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Karya Ilmiah*. Medan: FMIPA USU.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka pelajar.
- Sarawati. 2011. Pembuatan dan Karakterisasi Sensor Kimia Impregnasi PAN (1-(2-Pyridylazo) -2- Naphthol) Pada Membran Kitosan Untuk analisis Ion Pb^{2+} . *Skripsi*. Surabaya: Departemen Kimia Fsaintek UNAIR.
- Sharma, R.L dan Singh H.B. 1989. Derivative Spectrophotometric Determination of Mercury (II) with PAN in The Aqueous Phase. *Talanta*. Vol. 36, no. 4, pp.457 – 461.
- Shriner, R.L, Capsi, A, dan Roberts, B.W. 1998. *The Systematic Identification of Organic Compound*. John Willey and sons Inc: New York.
- Shriver, D.F., Atkins, P.W., dan Langford, C.H. 1994. *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Socrates, G. 2007. *Infrared Characteristic Group Frequencies*. New York: John Willey and Sons.
- Soomro, G.A, 2004. SPECTROFOTOMETRIC DETERMINATION OF METALS WITH SUITABLE CHELATING AGENT IN MICELLAR MEDIA. *Thesis*. Department of chemistry syah abdul latif university. Khairpurmir's Sindh. Pakistan.
- Sugiyarto, K. H. 2011. *Dasar – Dasar Kimia Anorganik Transisi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Szabo, L., Herman, K., Mircescu, N.E., Falamas, A., Leopold, L.F., Leopold, N., Bzumurga, C., dan Chis, V. 2012. SERS and DFT investigation of 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol and its metal complexes with Al(III), Mn(II), Fe(III), Cu(II), Zn(II), and Pb(II). *Spectrochimica Acta Part A* 93. 266 – 273.

- Wardhana, W.A., 1995, "*Dampak Pencemaran Lingkungan*", Andi Offset, Yogyakarta.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol Gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas. Di dalam: *Prosiding Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010*. Semarang: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro Semarang.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R. 2008. "*Efek Toksik Logam*" Pencegahan dan penanggulangan pencemaran. Penerbit ANDI Yogyakarta.
- Wolfbeis, O.S. 2000. "*Sensor kimia Serat-optik dan biosensor.*" Jakarta : Balai Pustaka. hlm 81-89.
- Wulandari, D. R. 2012. *Pembuatan Sensor Kimia Untuk Analisis Cu(II) dalam Air Limbah Industri Kertas dengan Teknik Spot Test Menggunakan Reagen 4-(2-Pyridylazo)resorcinol (PAR)* (Skripsi). Surabaya: Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
- Wulandari, E. A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*. Vol. 2, No.2
- Zhang dan Rothrock. 2007. Effects of Pb^{2+} on Supported Bilayer Membrane on a Glassy Carbon Electrode During Membrane Formation. *International Journal of Electrochemical Science*. 2,788-796.

LAMPIRAN

Lampiran I. Skema Penelitian



Lampiran 2. Skema Kerja penelitian

L 1. Pembuatan Larutan

1.1 Pembuatan Reagen 1-(2-pyridylazo)2-naphthol (PAN) 0,1 %

PAN

- ditimbang 0,05 g
- dilarutkan dalam 50 mL metanol

Larutan PAN 0,1 %

1.2 Pembuatan Larutan kerja PAN 16 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,32 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 25 ml

Larutan PAN 16 ppm

1.3 Pembuatan Larutan kerja PAN 14 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,28 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 25 ml

Larutan PAN 14 ppm

1.4 Pembuatan Larutan kerja PAN 12 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,24 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 25 ml

Larutan PAN 12 ppm

1.5 Pembuatan Larutan kerja PAN 10 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,2 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 25 ml

Larutan PAN 10 ppm

1.6 Pembuatan Larutan kerja PAN 8 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,64 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 100 ml

Larutan PAN 8 ppm

1.7 Pembuatan Larutan kerja PAN 6 ppm

Larutan PAN 0,1 %

- Diambil 0,12 ml dari larutan induk PAN 0,1 %
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 25 ml

Larutan PAN 6 ppm

1.8 Pembuatan Larutan Induk Pb²⁺ 100 ppm

Pb(NO₃)₂

- Ditimbang 0,159 gram Pb(NO₃)₂
- Dilarutkan dengan 10 ml HNO₃ pekat dalam gelas beker 100 ml
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 1000 ml

Larutan Pb²⁺ 100 ppm

1.9 Pembuatan Larutan kerja Pb²⁺ 10 ppm

Larutan Pb²⁺ 100 ppm

- Diambil 10 ml dari larutan induk Pb²⁺ 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 100 ml

Larutan Pb²⁺ 10 ppm

1.10 Pembuatan Larutan kerja Pb²⁺ 1 ppm

Larutan Pb²⁺ 10 ppm

- Diambil 10 ml dari larutan induk Pb²⁺ 10 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 100 ml

Larutan Pb²⁺ 1 ppm

1.11 Pembuatan Larutan kerja Pb^{2+} 0,1 ppm

Larutan Pb^{2+} 1 ppm

- Diambil 1 ml dari larutan induk Pb^{2+} 10 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 100 ml

Larutan Pb^{2+} 0,1 ppm

1.12 Pembuatan Larutan Induk Ni^{2+} 100 ppm

$NiSO_4 \cdot 7H_2O$

- Ditimbang 0,4786 gram $NiSO_4 \cdot 7H_2O$
- Dilarutkan dengan 100 ml akuades dalam gelas beker 100 ml
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 1000 ml

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

1.13 Pembuatan Larutan kerja Ni^{2+} 80 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

- Diambil 16 ml dari larutan induk Ni^{2+} 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 20 ml

Larutan Ni^{2+} 80 ppm

1.14 Pembuatan Larutan kerja Ni^{2+} 60 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

- Diambil 12 ml dari larutan induk Ni^{2+} 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 20 ml

Larutan Ni^{2+} 60 ppm

1.15 Pembuatan Larutan kerja Ni^{2+} 40 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

- Diambil 8 ml dari larutan induk Ni^{2+} 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 20 ml

Larutan Ni^{2+} 40 ppm

1.16 Pembuatan Larutan kerja Ni^{2+} 20 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

- Diambil 4 ml dari larutan induk Ni^{2+} 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 20 ml

Larutan Ni^{2+} 20 ppm

1.17 Pembuatan Larutan kerja Ni^{2+} 4 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm

- Diambil 0,8 ml dari larutan induk Ni^{2+} 100 ppm
- Diencerkan sampai tanda batas dengan akuades pada labu ukur 20 ml

Larutan Ni^{2+} 20 ppm

L 2. Analisis Reagen 1-(2-pyridylazo)2-naphthol (Sarawati, 2011)

2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen 1-(2-pyridylazo)2-naphthol

PAN 8 ppm

- Diambil 6,0 mL reagen PAN
- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis

Nilai absorbansi

2.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Pb^{2+} 1-(2-pyridylazo)2-naphthol

Larutan standar Pb^{2+} 4,0 ppm

- diambil 3,0 mL
- dimasukkan dalam tabung reaksi
- ditambahkan reagen 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol 8,0 ppm sebanyak 3,0 mL
- divortex hingga homogen
- diukur panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Pb^{2+} -1-(2-pyridylazo)-2-naphthol(PAN) dengan Spektrofotometer UV-Vis

Nilai absorbansi

L 3. Penentuan Parameter Analitik

3.1 Penentuan Waktu Kestabilan Senyawa Kompleks Pb^{2+} -*1*-(2-pyridylazo)2-naphthol

PAN 8,0 ppm

- diambil 3,0 mL
- dimasukkan dalam tabung reaksi
- ditambahkan larutan Pb^{2+} 4,0 ppm sebanyak 3,0 mL
- diukur absorbansi larutan dengan Spektrofotometer UV-Vis pada menit ke- 0; 1; 2; 3; 4; 5; 30, hingga 180 menit dengan interval 30 menit
- dibuat grafik absorbansi (sumbu Y), dengan waktu (sumbu X)

Hasil

3.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen *1*-(2-pyridylazo)2-naphthol

PAN

- dibuat variasi konsentrasi yaitu: 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; dan 16,0 ppm
- diambil masing-masing 3,0 mL, dan
- dimasukkan dalam 5 tabung reaksi yang berbeda
- ditambahkan larutan Pb^{2+} 4,0 ppm sebanyak 3,0 mL
- didiamkan selama (hasil 2.3)
- diukur nilai absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis

Nilai absorbansi

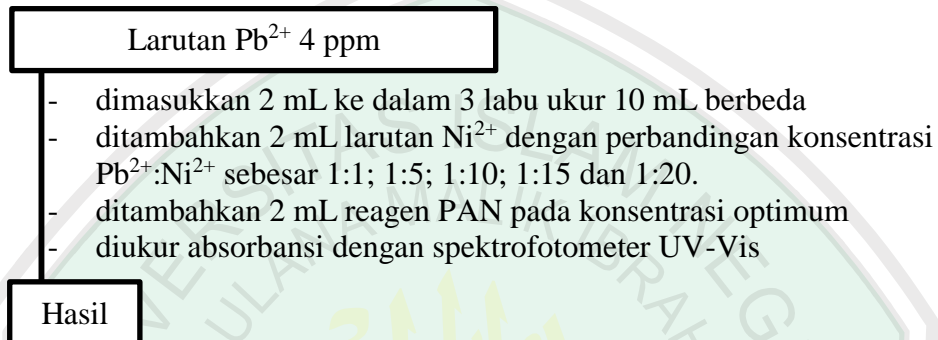
3.3 Penentuan pH Optimum Reagen *1*-(2-pyridylazo)2-naphthol

PAN 8,0 ppm

- diambil sebanyak 3,0 mL
- dimasukkan dalam tabung reaksi
- ditambahkan 3,0 mL larutan Pb^{2+} 4,0 ppm
- ditambahkan 2,0 mL larutan buffer borat dengan variasi pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; dan 8,0
- didiamkan selama 30 menit
- diukur nilai absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis

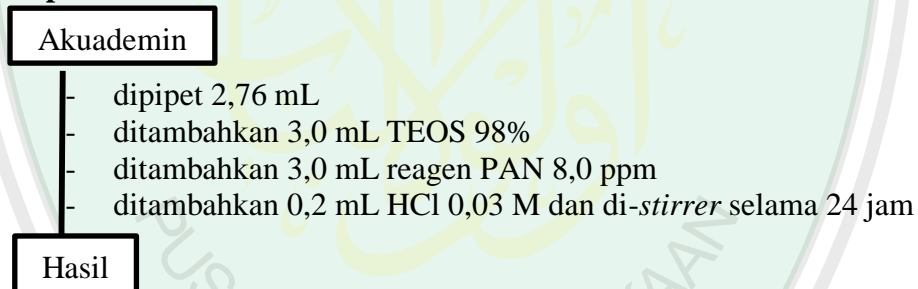
Hasil

3.4 Uji Selektifitas atau Uji Interferensi

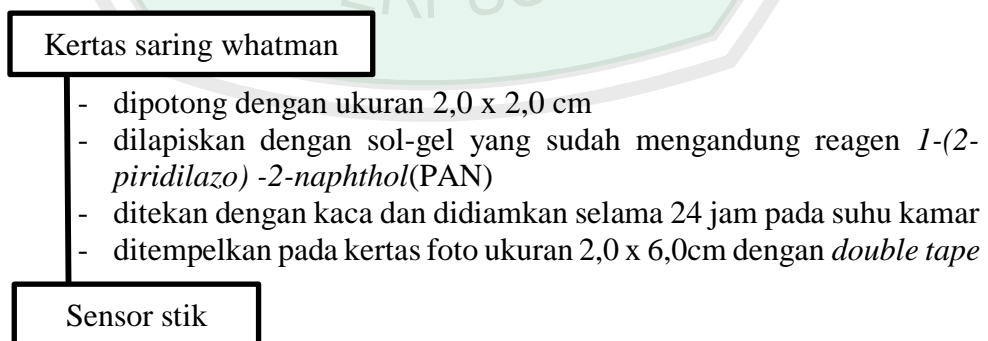


L 4. Pembuatan Sensor Kimia Pb^{2+} Bentuk Stik Tes

4.1 Preparasi Sol-Gel



4.2 Pembuatan Sensor Stik



L.5 Uji Interaksi Dengan Metode Spektroskopi Infra Red (IR)

Kertas saring whatman yang sudah dilapisi

- digerus dengan 10-100 mg KBr dalam keadaan bebas air
- dibuat dalam bentuk lempeng KBr
- diukur serapan pelet KBr dengan IR

Spektra IR

Kertas saring whatman

- digerus dengan 10-100 mg KBr dalam keadaan bebas air
- dibuat dalam bentuk lempeng KBr
- diukur serapan pelet KBr dengan

Spektra IR

L.6 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi

Sensor kimia bentuk stik

- dicelupkan ke dalam larutan standar 0,1; 0,5; 1; 2 dan 4 ppm
- difoto warna yang terbentuk
- dilakukan pengulangan 3 kali dengan stik yang berbeda
- dibuat daftar intensitas warna reagen terhadap konsentrasi Pb^{2+}

Deret

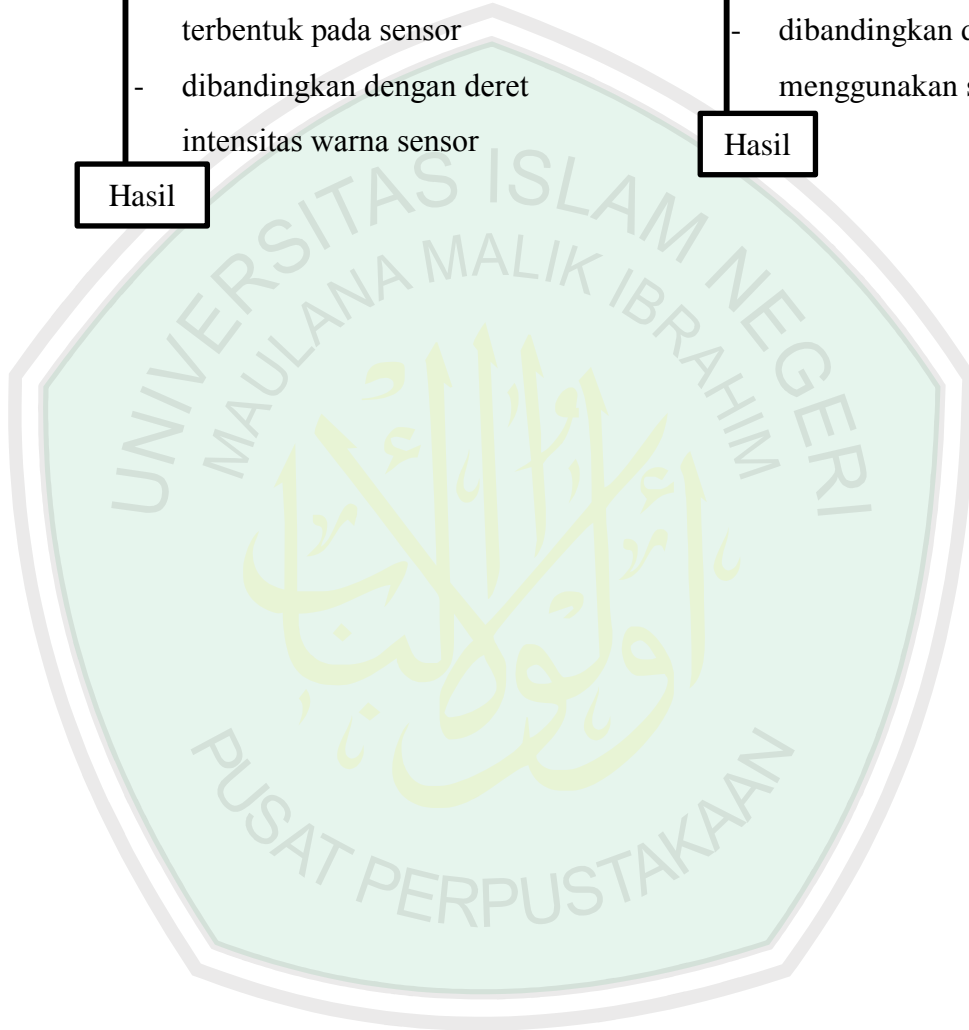
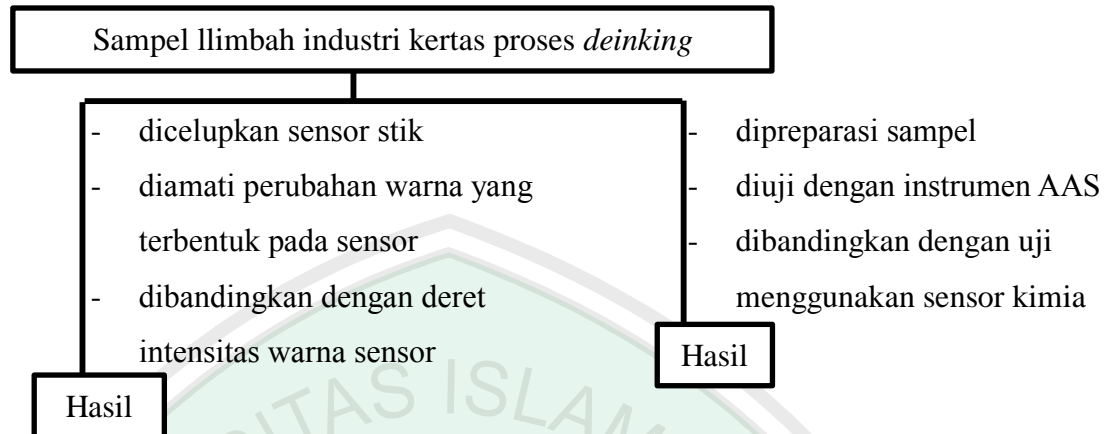
L.7 Waktu Respon

Larutan Pb^{2+} 4 ppm

- dicelupkan sensor stik
- dicatat waktu ketika terjadi perubahan warna
- dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali

Hasil

L.8 Analisis Sampel



Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Perhitungan preparasi bahan

1. Pembuatan Larutan Induk 1-(2-pyridylazo)2-naphthol (PAN) 0,1 %

Diketahui: $V = 50 \text{ mL}$

$$M = 0,1 \%$$

Ditanya : $w = \dots \text{ gram}$

$$\text{Jawab : } 0,1 \% = \frac{w}{50 \text{ mL}}$$

$$w = 0,1 \% \times 50 \text{ mL}$$

$$w = 0,05 \text{ g}$$

Cara pembuatan larutan reagen 1-(2-pyridylazo)2-naphthol (PAN) 0,1 % adalah ditimbang 0,05 gram dan ditandabatkan dengan akuades hingga volume 50 mL.

2. Pembuatan Larutan Kerja PAN 16 ppm

• PAN 0,1% dalam 50 mL

$$\rho = \frac{\text{massa}}{\text{Volume}}$$

$$1,25 \text{ g/mL} = \frac{\text{massa}}{50 \text{ mL}}$$

$$\text{massa} = 62,5 \text{ g}$$

$$\bullet \text{ \% berat PAN} = \frac{\text{berat zat terlarut}}{\text{berat larutan}} \times 100 \%$$

$$0,1 \% = \frac{w}{62,5 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$w = 0,0625 \text{ g} = 62,5 \text{ mg}$$

$$\bullet \text{ ppm PAN} = \frac{\text{mg}}{\text{volume}}$$

$$\text{ppm PAN} = \frac{62,5 \text{ mg}}{0,05 \text{ L}}$$

$$\text{PAN} = 1250 \text{ ppm}$$

$$\bullet \text{ } M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 16 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,32 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 16 ppm adalah dipipet 0,32 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

3. Pembuatan Larutan Kerja PAN 14 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 14 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,28 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 14 ppm adalah dipipet 0,28 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

4. Pembuatan Larutan Kerja PAN 12 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 12 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,24 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 12 ppm adalah dipipet 0,24 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

5. Pembuatan Larutan Kerja PAN 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 10 ppm adalah dipipet 0,2 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

6. Pembuatan Larutan Kerja PAN 8 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,64 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 8 ppm adalah dipipet 0,64 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

7. Pembuatan Larutan Kerja PAN 6 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,12 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan PAN 6 ppm adalah dipipet 0,12 mL larutan induk PAN 1250 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

8. Pembuatan Larutan Induk Pb²⁺ 10 ppm

Larutan Pb²⁺ 10 ppm sebanyak 100 mL

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$10 \text{ ppm} = \frac{w}{0,1 \text{ L}}$$

$$w \text{ Pb}^{2+} = 1 \text{ mg} = 0,001 \text{ g}$$

$$\text{Pb(NO)}_2 \rightarrow \text{Pb}^{2+} + 2 \text{ NO}_2^-$$

$$n \text{ Pb(NO)}_2 \approx n \text{ Pb}^{2+}$$

$$\frac{g}{M_r} = \frac{g}{A_r}$$

$$\frac{g}{331,9 \text{ g/mol}} = \frac{0,1 \text{ g}}{207,9 \text{ g/mol}}$$

$$g = 0,00159 \text{ g}$$

$$\text{mg} = 1,59 \text{ mg}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb²⁺ 10 ppm adalah ditimbang 1,59 mg Pb(NO)₂ dan ditanda bataskan dengan akuades hingga 100 mL.

9. Pembuatan larutan kerja Pb²⁺ 4 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$4 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 4 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb²⁺ 4 ppm adalah dipipet 4 mL larutan standar Pb²⁺ 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

10. Pembuatan larutan kerja Pb²⁺ 2 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$2 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 2 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb^{2+} 2 ppm adalah dipipet 2 mL larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

11. Pembuatan larutan kerja Pb^{2+} 1 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 1 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb^{2+} 1 ppm adalah dipipet 1 mL larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

12. Pembuatan larutan kerja Pb^{2+} 0,5 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0,5 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,5 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb^{2+} 0,5 ppm adalah dipipet 0,5 mL larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

13. Pembuatan larutan kerja Pb^{2+} 0,1 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0,1 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,1 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan standar Pb^{2+} 0,1 ppm adalah dipipet 0,1 mL larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

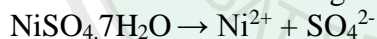
14. Pembuatan larutan induk Ni^{2+} 100 ppm

Larutan Ni^{2+} 100 ppm sebanyak 1000 mL

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\frac{\text{L}}{\text{w}}}$$

$$100 \text{ ppm} = \frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}}$$

$$w \text{ Ni}^{2+} = 100 \text{ mg} = 0,1 \text{ g}$$



$$n \text{ NiSO}_4 \approx n \text{ Ni}^{2+}$$

$$\frac{g}{\text{Mr}} = \frac{g}{\text{Ar}}$$

$$\frac{g}{280,9 \text{ g/mol}} = \frac{0,1 \text{ g}}{58,69 \text{ g/mol}}$$

$$g = 0,4786 \text{ g}$$

Cara pembuatan larutan standar Ni^{2+} 100 ppm adalah ditimbang 0,4786 gram $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan ditanda bataskan dengan akuades hingga 1000 mL.

15. Pembuatan larutan kerja Ni^{2+} 80 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$80 \text{ ppm} \times 20 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 16 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan kerja Ni^{2+} 80 ppm adalah dipipet 16 mL larutan standar Ni^{2+} 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

16. Pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 60 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$60 \text{ ppm} \times 20 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 12 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 60 ppm adalah dipipet 12 mL larutan standar Ni²⁺ 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

17. Pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 40 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$40 \text{ ppm} \times 20 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 8 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 40 ppm adalah dipipet 8 mL larutan standar Ni²⁺ 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

18. Pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 20 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$20 \text{ ppm} \times 20 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 4 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 20 ppm adalah dipipet 4 mL larutan standar Ni²⁺ 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

19. Pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 4 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$4 \text{ ppm} \times 20 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,8 \text{ ml}$$

Cara pembuatan larutan kerja Ni²⁺ 4 ppm adalah dipipet 0,8 mL larutan standar Ni²⁺ 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan ditanda bataskan dengan akuades.

20. Pembuatan Larutan HCl 0,03 M

Molaritas HCl 37 %

$$\rho = \frac{\text{massa}}{\text{Volume}} \\ \text{massa}$$

$$1,19 \text{ kg/L} = \frac{\quad}{1 \text{ L}}$$

$$\text{massa} = 1,19 \text{ kg} = 1190 \text{ g}$$

$$\bullet \text{ \% berat HCl} = \frac{\text{berat zat terlarut}}{\text{berat larutan}} \times 100 \%$$

$$37 \% = \frac{w}{1190 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$w = 440,30 \text{ g}$$

$$\bullet \text{ } M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\frac{w}{M_r}}{V}$$

$$M = \frac{\frac{440,30 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol}}}{1 \text{ L}}$$

$$M = 12,06 \text{ M}$$

Jadi, molaritas HCl 37 % adalah 12,06 M.

- $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $12,06 \text{ M} \times V_1 = 1,0 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$
 $V_1 = 0,83 \text{ mL}$
- $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $1,0 \text{ M} \times V_1 = 0,03 \text{ M} \times 10 \text{ mL}$
 $V_1 = 0,3 \text{ mL}$

Cara pembuatan larutan HCl 0,03 M adalah pertama mengencerkan larutan HCl 37 % menjadi 1,0 M, dengan cara larutan HCl 37 % dipipet sebanyak 0,83 mL dan ditandabatkan dalam 10 mL. Kemudian mengencerkan larutan HCl 1,0 menjadi 0,03 M, dengan cara larutan HCl 1,0 dipipet sebanyak 0,3 mL dan ditandabatkan dalam 10 mL.

21. Pembuatan Larutan HNO₃ 1% M

- $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $65\% \times V_1 = 1\% \text{ M} \times 20 \text{ mL}$
 $V_1 = 0,3 \text{ mL}$

Cara pembuatan larutan HNO₃ 1% adalah mengencerkan larutan HNO₃ 65 % menjadi 1%, dengan cara larutan HNO₃ 65 % dipipet sebanyak 0,3 mL dan ditandabatkan dalam 20 mL.

L.3.2 Perhitungan Rasio Mol Pb²⁺:PAN

- Pb²⁺ 4 ppm

$$\text{ppm} = \frac{w(\text{mg})}{V(\text{L})}$$

$$4 \text{ ppm} = \frac{w}{1 \text{ L}}$$

$$w \text{ Pb}^{2+} = 4 \text{ mg}$$

$$n \text{ Pb}^{2+} = \frac{4 \text{ mg}}{207,2 \text{ g/mol}} = 0,019 \text{ mmol}$$
- PAN 8 ppm dalam 1 L

$$\text{ppm} = \frac{w(\text{mg})}{V(\text{L})}$$

$$8 \text{ ppm} = \frac{w}{1 \text{ L}}$$

$$w \text{ PAN} = 8 \text{ mg}$$

$$n \text{ PAN} = \frac{8 \text{ mg}}{249,27 \text{ g/mol}} = 0,032 \text{ mmol}$$
- Rasio mol

$$\text{Pb}^{2+} : \text{PAN}$$

$$0,019 \text{ mmol} : 0,032 \text{ mmol}$$

$$1 : 2$$

Lampiran 4. Data Tabel

L.4.1 Tabel Hasil pengukuran absorbansi [Pb(PAN)₂] dengan variasi waktu

Waktu (menit)	Absorbansi (nm)
0	0,2411
1	0,2394
2	0,2351
3	0,2199
4	0,2081
5	0,2014
30	0,1424
60	0,1325
90	0,1253
120	0,1203
150	0,1177
180	0,1156

L.4.2 Tabel Hasil pengukuran absorbansi [Pb(PAN)₂] dengan variasi konsentrasi

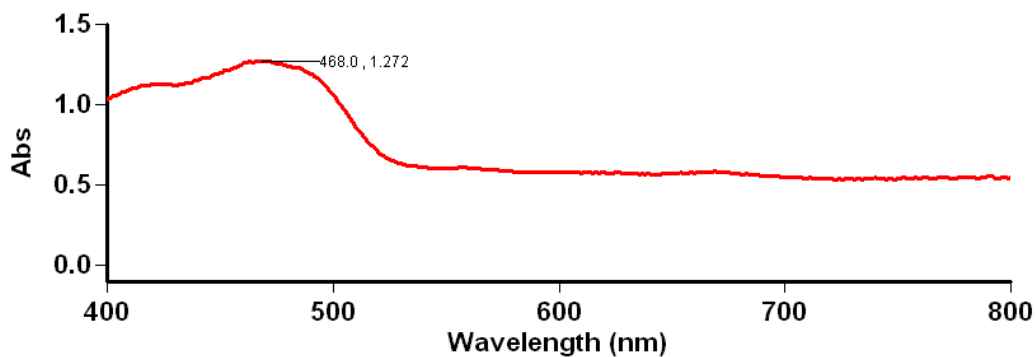
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (nm)
6,0	0,1425
8,0	0,3528
10,0	0,1970
12,0	0,3296
14,0	0,2684
16,0	0,2270

L.4.3 Tabel Hasil pengukuran absorbansi [Pb(PAN)₂] dengan variasi pH

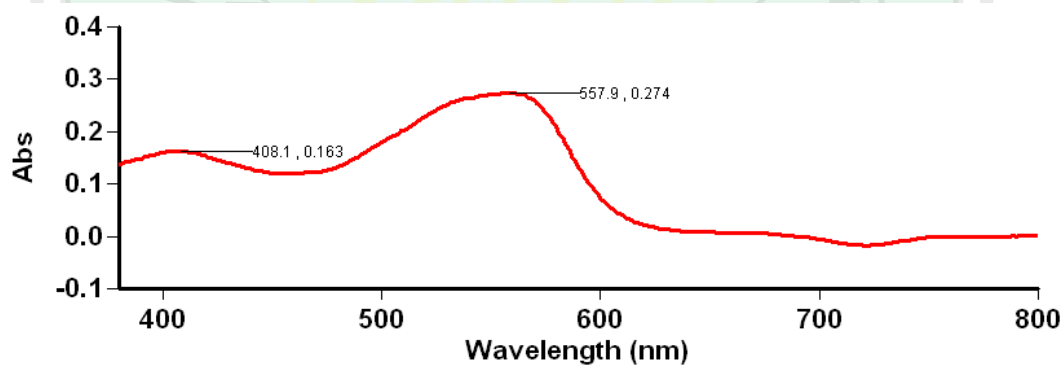
pH larutan	Absorbansi (nm)
4,0	0,1058
5,0	0,0970
6,0	0,1784
7,0	0,0983
8,0	0,0612

Lampiran 5. Hasil Analisis menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis

L.5.1 Panjang Gelombang Maksimum Reagen PAN



L.5.2 Panjang Gelombang Maksimum Senyawa [Pb(PAN)₂]



L.5.3 Penentuan Waktu Kestabilan Senyawa [Pb(PAN)₂]

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	557.9
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Sample averaging	OFF

Comments:

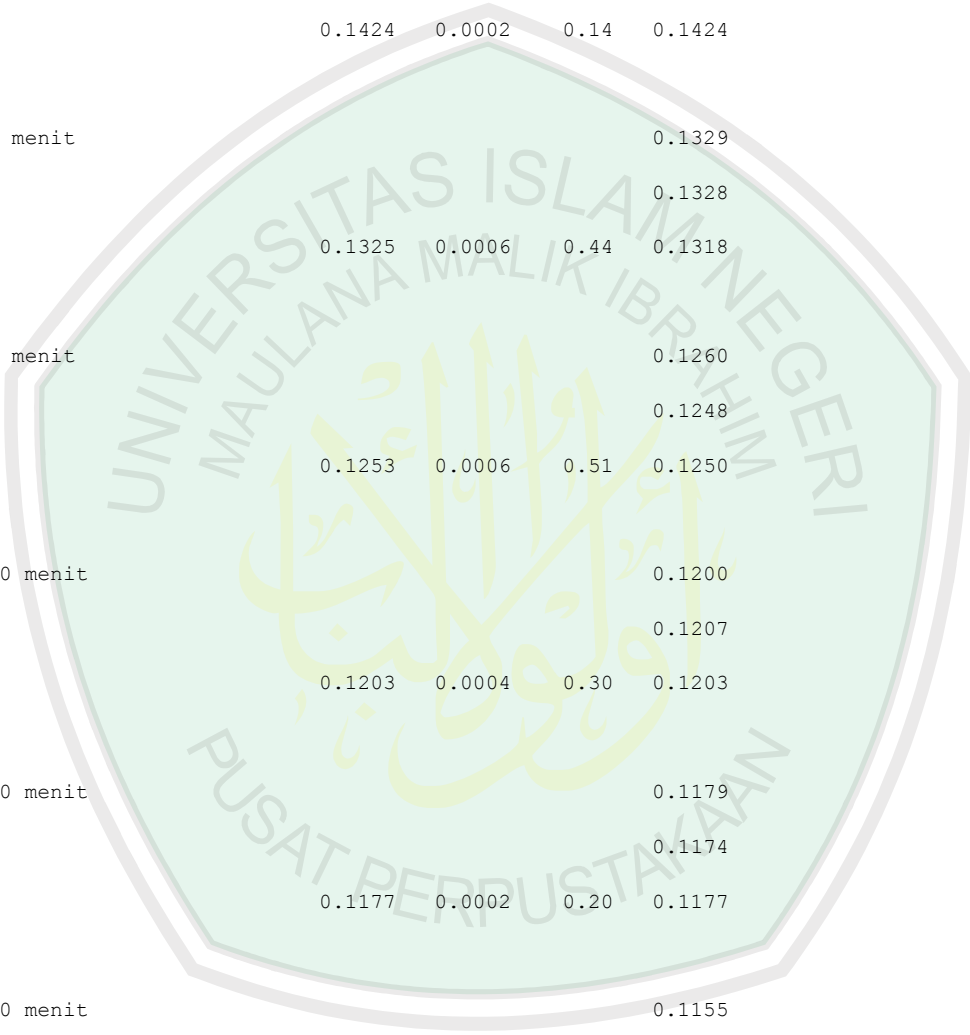
Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0939)	557.9

Analysis

Collection time 5/8/2015 9:51:32 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
0 menit					0.2395
					0.2413
		0.2411	0.0015	0.63	0.2425
1 menit					0.2398
					0.2386
		0.2394	0.0007	0.29	0.2399
2 menit					0.2341
					0.2341
		0.2351	0.0018	0.76	0.2372
3 menit					0.2204
					0.2205
		0.2199	0.0008	0.38	0.2190
4 menit					0.2083
					0.2079
		0.2081	0.0002	0.09	0.2081
5 menit					0.2012



				0.2015
	0.2014	0.0002	0.09	0.2016
30 menit				0.1421
				0.1425
	0.1424	0.0002	0.14	0.1424
60 menit				0.1329
				0.1328
	0.1325	0.0006	0.44	0.1318
90 menit				0.1260
				0.1248
	0.1253	0.0006	0.51	0.1250
120 menit				0.1200
				0.1207
	0.1203	0.0004	0.30	0.1203
150 menit				0.1179
				0.1174
	0.1177	0.0002	0.20	0.1177
180 menit				0.1155
				0.1160
	0.1156	0.0003	0.27	0.1155

L.5.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	557.9
Ordinate Mode	Abs

Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0990)	557.9

Analysis

Collection time 5/15/2015 10:59:25 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
6A					0.1427
					0.1479
		0.1451	0.0026	1.83	0.1445
6B					0.1435
					0.1438
		0.1435	0.0002	0.15	0.1433
6C					0.1381
					0.1386
		0.1389	0.0009	0.67	0.1399
8A					0.3539
					0.3580
		0.3555	0.0022	0.61	0.3547

8B				0.3549
				0.3544
	0.3542	0.0009	0.25	0.3532
8C				0.3493
				0.3483
	0.3492	0.0008	0.24	0.3499
10A				0.1916
				0.1922
	0.1914	0.0010	0.50	0.1904
10B				0.1986
				0.1993
	0.1989	0.0004	0.21	0.1986
10C				0.2002
				0.2000
	0.2007	0.0010	0.49	0.2018
12A				0.3130
				0.3138
	0.3133	0.0004	0.13	0.3131
12B				0.3550
				0.3556
	0.3554	0.0004	0.11	0.3557
12C				0.3193
				0.3207
	0.3201	0.0010	0.28	0.3205
14A				0.2696

				0.2692
	0.2707	0.0022	0.83	0.2732
14B				0.2681
				0.2689
	0.2683	0.0006	0.23	0.2677
14C				0.2691
				0.2672
	0.2663	0.0033	1.23	0.2627
16A				0.2379
				0.2375
	0.2349	0.0049	2.10	0.2292
16B				0.2148
				0.2133
	0.2137	0.0010	0.46	0.2130
16C				0.2359
				0.2332
	0.2325	0.0038	1.64	0.2284

L.5.5 Penentuan pH Optimum Pembentukan Senyawa [Pb(PAN)₂]

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	557.9
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Sample averaging	OFF

Comments:

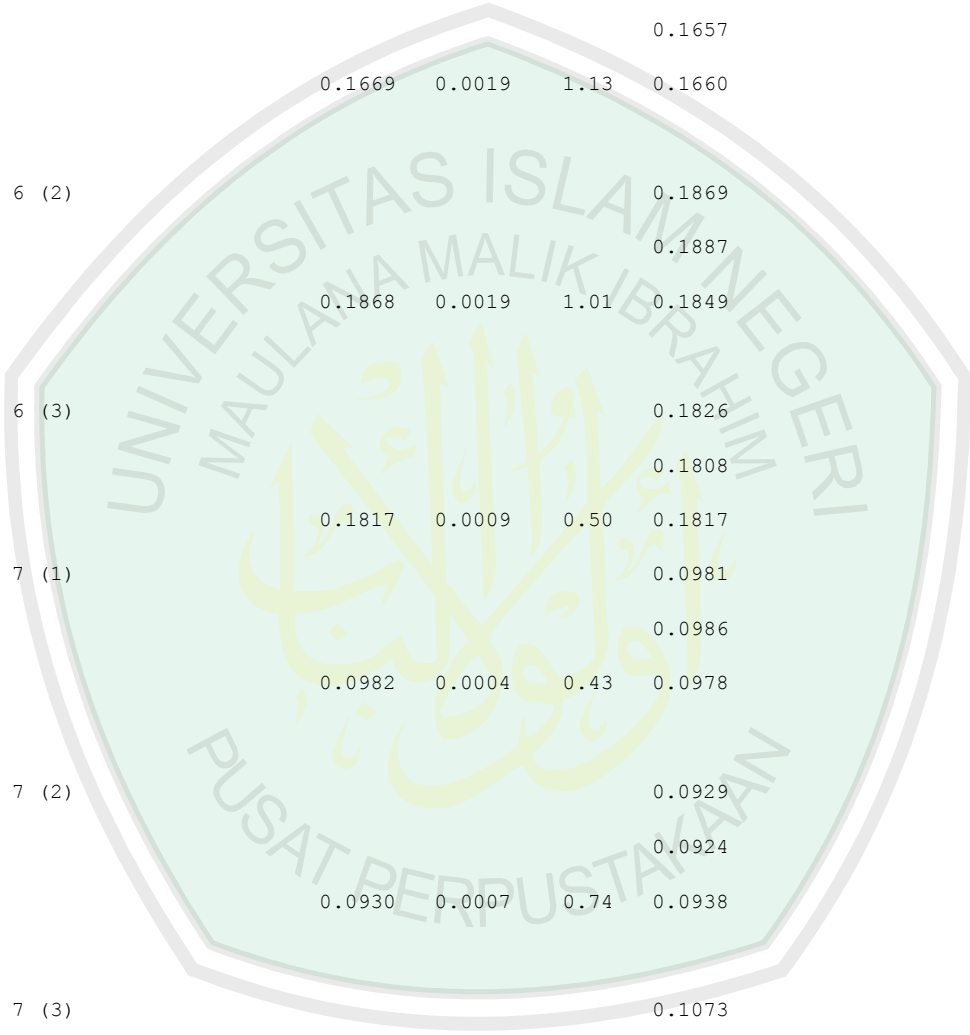
Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0975)	557.9

Analysis

Collection time 5/15/2015 11:12:53 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
pH 4 (1)					0.1210
					0.1346
		0.1337	0.0123	9.20	0.1455
pH 4 (2)					0.0940
					0.0923
		0.0925	0.0014	1.54	0.0912
pH 4 (3)					0.0938
					0.0903
		0.0914	0.0020	2.24	0.0902
pH 5 (1)					0.0679
					0.0669
		0.0673	0.0005	0.72	0.0672
pH 5 (2)					0.0654
					0.0672
		0.0680	0.0030	4.47	0.0713



pH 5 (3)				0.1568
				0.1576
	0.1570	0.0005	0.29	0.1568
pH 6 (1)				0.1691
				0.1657
	0.1669	0.0019	1.13	0.1660
pH 6 (2)				0.1869
				0.1887
	0.1868	0.0019	1.01	0.1849
pH 6 (3)				0.1826
				0.1808
	0.1817	0.0009	0.50	0.1817
pH 7 (1)				0.0981
				0.0986
	0.0982	0.0004	0.43	0.0978
pH 7 (2)				0.0929
				0.0924
	0.0930	0.0007	0.74	0.0938
pH 7 (3)				0.1073
				0.1042
	0.1039	0.0036	3.42	0.1002
pH 8 (1)				0.0587
				0.0579
	0.0582	0.0004	0.75	0.0580
pH 8 (2)				0.0666
				0.0650
	0.0654	0.0010	1.57	0.0646

pH 8 (3) 0.0601
 0.0606
 0.0601 0.0005 0.82 0.0596

L.5.6 Uji Selektivitas

L.5.6.1 Ni²⁺

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 557.9
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read Abs nm
 Zero (0.0972) 557.9

Analysis

Collection time 6/5/2015 1:01:43 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Pb-PAN					0.1079
					0.1091
		0.1088	0.0008	0.71	0.1093
PbNi 1:1 a					0.1112

				0.1113
	0.1113	0.0001	0.08	0.1113
PbNi 1:1 b				0.1125
				0.1123
	0.1125	0.0001	0.12	0.1125
PbNi 1:1 c				0.1083
				0.1086
	0.1084	0.0002	0.19	0.1083
PbNi 1:5 a				0.1053
				0.1056
	0.1057	0.0004	0.35	0.1061
PbNi 1:5 b				0.1057
				0.1064
	0.1063	0.0005	0.46	0.1067
PbNi 1:5 c				0.1078
				0.1102
	0.1081	0.0019	1.76	0.1064
PbNi 1:10 a				0.1042
				0.1040
	0.1042	0.0002	0.23	0.1045
PbNi 1:10 b				0.1019
				0.1018
	0.1017	0.0001	0.14	0.1016
PbNi 1:10 c				0.1040
				0.1040

	0.1041	0.0002	0.15	0.1043
PbNi 1:15 a				0.1005
				0.0993
	0.0999	0.0006	0.64	0.0997
PbNi 1:15 b				0.1008
				0.1008
	0.1005	0.0006	0.61	0.0998
PbNi 1:15 c				0.1019
				0.1020
	0.1019	0.0002	0.17	0.1017
PbNi 1:20 a				0.1051
				0.1043
	0.1043	0.0008	0.76	0.1035
PbNi 1:20 b				0.1017
				0.1028
	0.1029	0.0012	1.16	0.1041
PbNi 1:20 c				0.0866
				0.0867
	0.0865	0.0003	0.32	0.0862

L.5.6.2 Zn²⁺

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	557.9
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000

Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0972)	557.9

Analysis

Collection time 6/5/2015 1:01:43 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Pb-PAN					0.1079 0.1091 0.1093
	0.1088		0.0008	0.71	
PbZn 1:1 a					0.0526 0.0543
	0.0538		0.0011	1.96	0.0545
PbZn 1:1 b					0.0480 0.0486
	0.0485		0.0005	1.04	0.0490
PbZn 1:1 c					0.0473 0.0470
	0.0474		0.0005	1.01	0.0479
PbZn 1:2 a					0.0479 0.0478

	0.0481	0.0004	0.80	0.0485
PbZn 1:2 b				0.0486
				0.0488
	0.0487	0.0002	0.35	0.0485
PbZn 1:2 c				0.0470
				0.0471
	0.0470	0.0001	0.20	0.0469
PbZn 1:3 a				0.0479
				0.0484
	0.0481	0.0003	0.52	0.0480
PbZn 1:3 b				0.0500
				0.0500
	0.0501	0.0002	0.42	0.0503
PbZn 1:3 c				0.0512
				0.0495
	0.0503	0.0008	1.63	0.0503
PbZn 1:4 a				0.0482
				0.0480
	0.0480	0.0002	0.36	0.0478
PbZn 1:4 b				0.0507
				0.0495
	0.0498	0.0008	1.54	0.0493
PbZn 1:4 c				0.0481
				0.0486
	0.0484	0.0003	0.54	0.0485

PbZn 1:5 a

				0.0483
				0.0486
	0.0483	0.0003	0.58	0.0481

PbZn 1:5 b

				0.0519
				0.0501
	0.0503	0.0016	3.17	0.0487

PbZn 1:5 c

				0.0495
				0.0497
	0.0495	0.0002	0.42	0.0493

Results Flags Legend

R = Repeat reading



Lampiran 6. Analisis data UV-Vis dan Perhitungan

L.6.1 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN

Konsentrasi PAN (ppm)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
6,0	0,1451	0,1435	0,1389	0,1425
8,0	0,3555	0,3542	0,3492	0,3529
10,0	0,1914	0,1989	0,2007	0,1970
12,0	0,3193	0,3207	0,3205	0,3201
14,0	0,2707	0,2683	0,2663	0,2684
16,0	0,2349	0,2137	0,2325	0,2270

1. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 6,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,1451+0,1435+0,1389}{3} = 0,1425$$

2. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 8,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,3555+0,3542+0,3492}{3} = 0,3529$$

3. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 10,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,1914+0,1989+0,2007}{3} = 0,1970$$

4. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 12,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,3193+0,3207+0,3205}{3} = 0,3201$$

5. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 14,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,2707+0,2683+0,2663}{3} = 0,2684$$

6. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) PAN 16,0 ppm

$$A_{rata2} = \frac{0,2349+0,2137+0,2325}{3} = 0,2270$$

L 6.2 Penentuan pH Optimum Pembentukan Senyawa $[Pb(PAN)_2]$

pH	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
4	0,1337	0,0925	0,0914	0,1058
5	0,0673	0,0680	0,1570	0,0970
6	0,1669	0,1868	0,1817	0,1784
7	0,0982	0,0930	0,1039	0,0983
8	0,0582	0,0654	0,0601	0,0612

1. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) pH 4,0

$$A_{rata2} = \frac{0,1337+0,0925+0,0914}{3} = 0,1058$$

2. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) pH 5,0

$$A_{rata2} = \frac{0,0673+0,0680+0,1570}{3} = 0,0970$$

3. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) pH 6,0

$$A_{rata2} = \frac{0,1669 + 0,1868 + 0,1817}{3} = 0,1784$$

4. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) pH 7,0

$$A_{rata2} = \frac{0,0982 + 0,0930 + 0,1039}{3} = 0,0983$$

5. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) pH 8,0

$$A_{rata2} = \frac{0,0582 + 0,0654 + 0,0601}{3} = 0,0612$$

L 6.3 Uji Selektifitas

$Pb^{2+}:Ni^{2+}$	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
1:1	0,1113	0,1125	0,1084	0,1107
1:5	0,1057	0,1063	0,1081	0,1067
1:10	0,1042	0,1017	0,1041	0,1033
1:15	0,0999	0,1005	0,1019	0,1007
1:20	0,1043	0,1029	0,0865	0,0979

1. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) 1:1

$$A_{rata2} = \frac{0,1113 + 0,1125 + 0,1084}{3} = 0,1107$$

2. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) 1:5

$$A_{rata2} = \frac{0,1057 + 0,1063 + 0,1081}{3} = 0,1067$$

3. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) 1:10

$$A_{rata2} = \frac{0,1042 + 0,1017 + 0,1041}{3} = 0,1033$$

4. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) 1:15

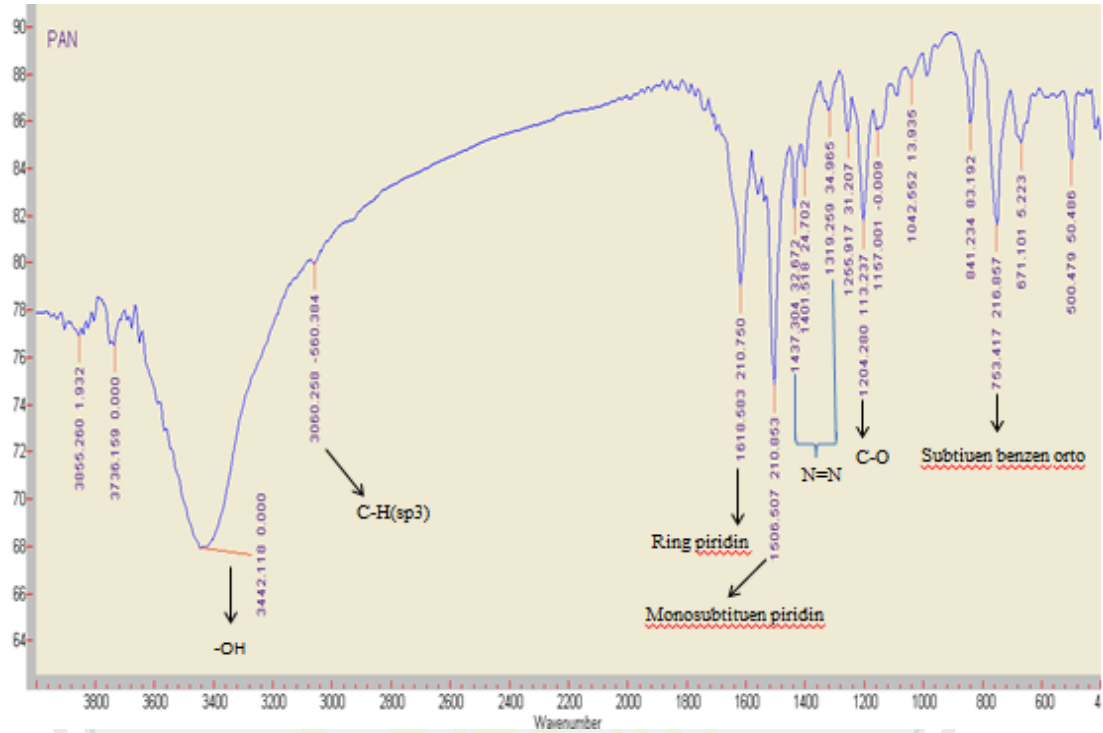
$$A_{rata2} = \frac{0,0999 + 0,1005 + 0,1019}{3} = 0,1007$$

5. Absorbansi Rata-rata (A_{rata2}) 1:20

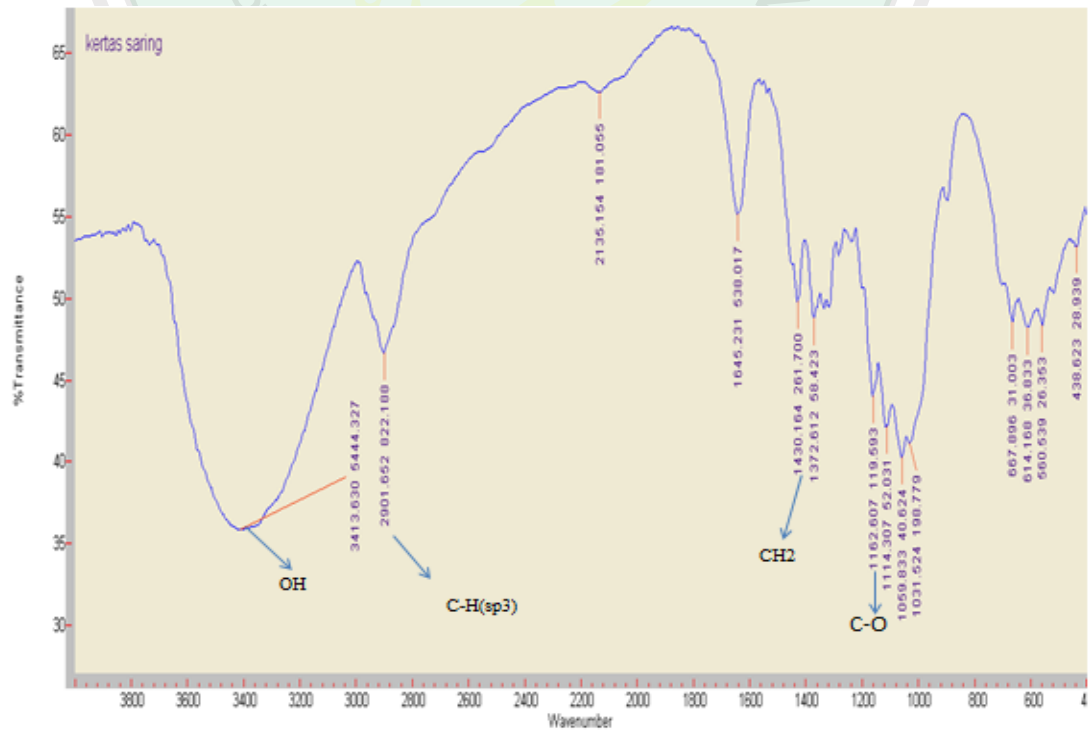
$$A_{rata2} = \frac{0,1043 + 0,1029 + 0,0865}{3} = 0,0979$$

Lampiran 7. Spektra Hasil Uji FTIR

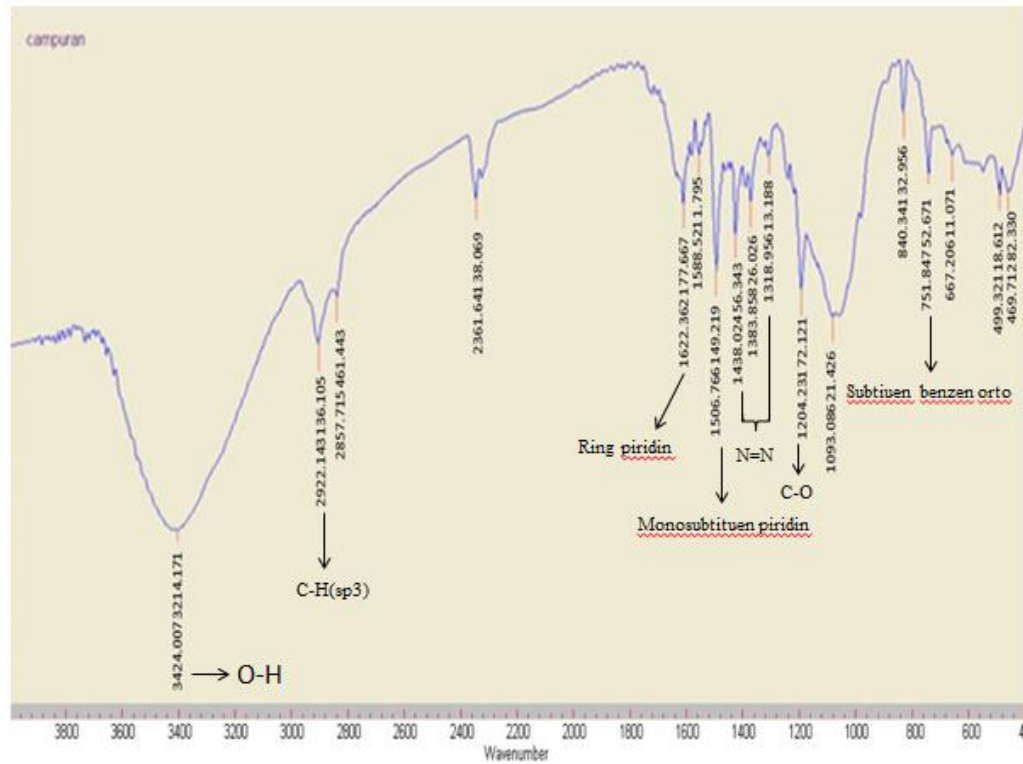
L 7.1 Spektra PAN



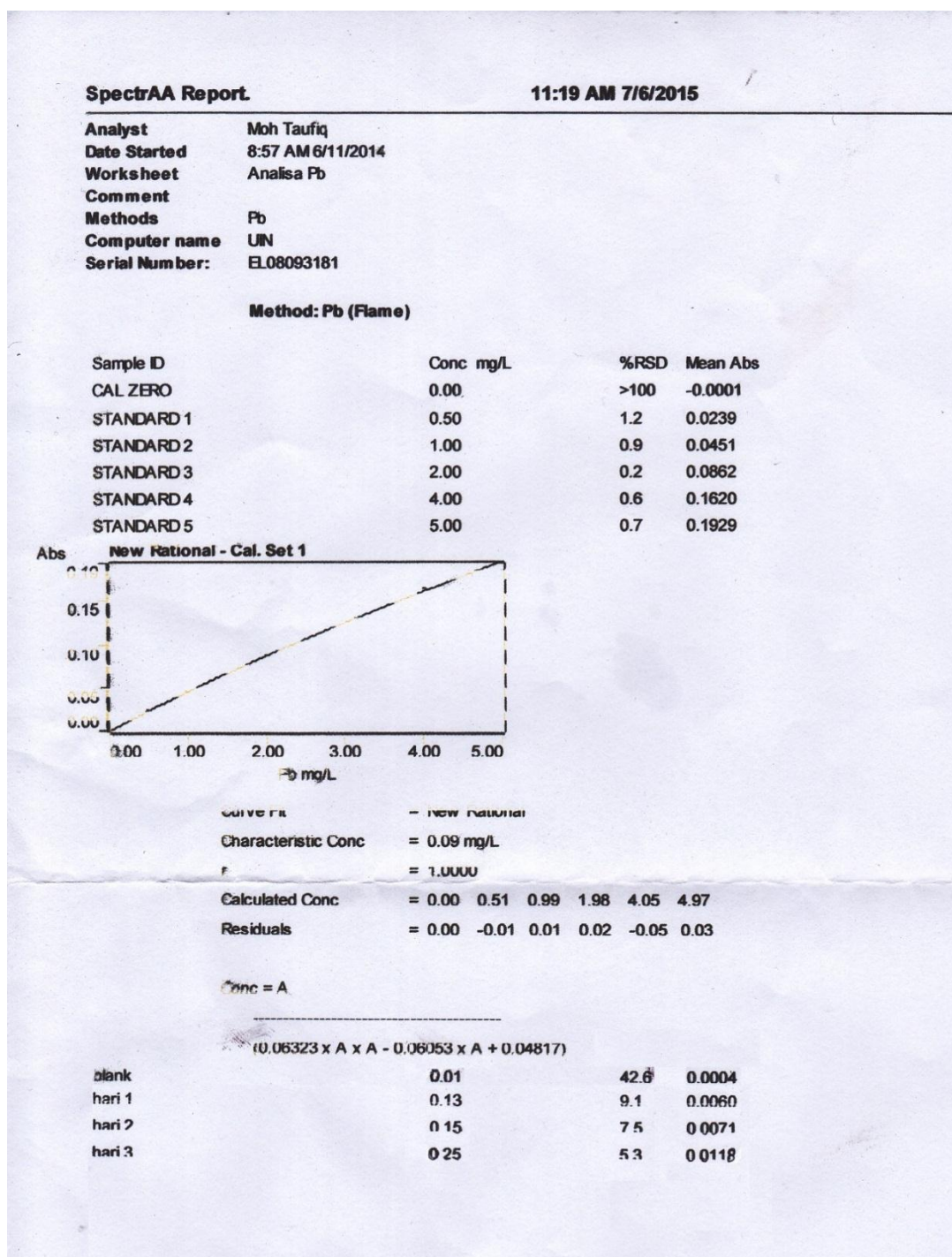
L 7.2 Spektra Kertas Whatman



L 7.3 Spektra Kertas Sensor



Lampiran 8. Hasil Analisis Sampel menggunakan SSA

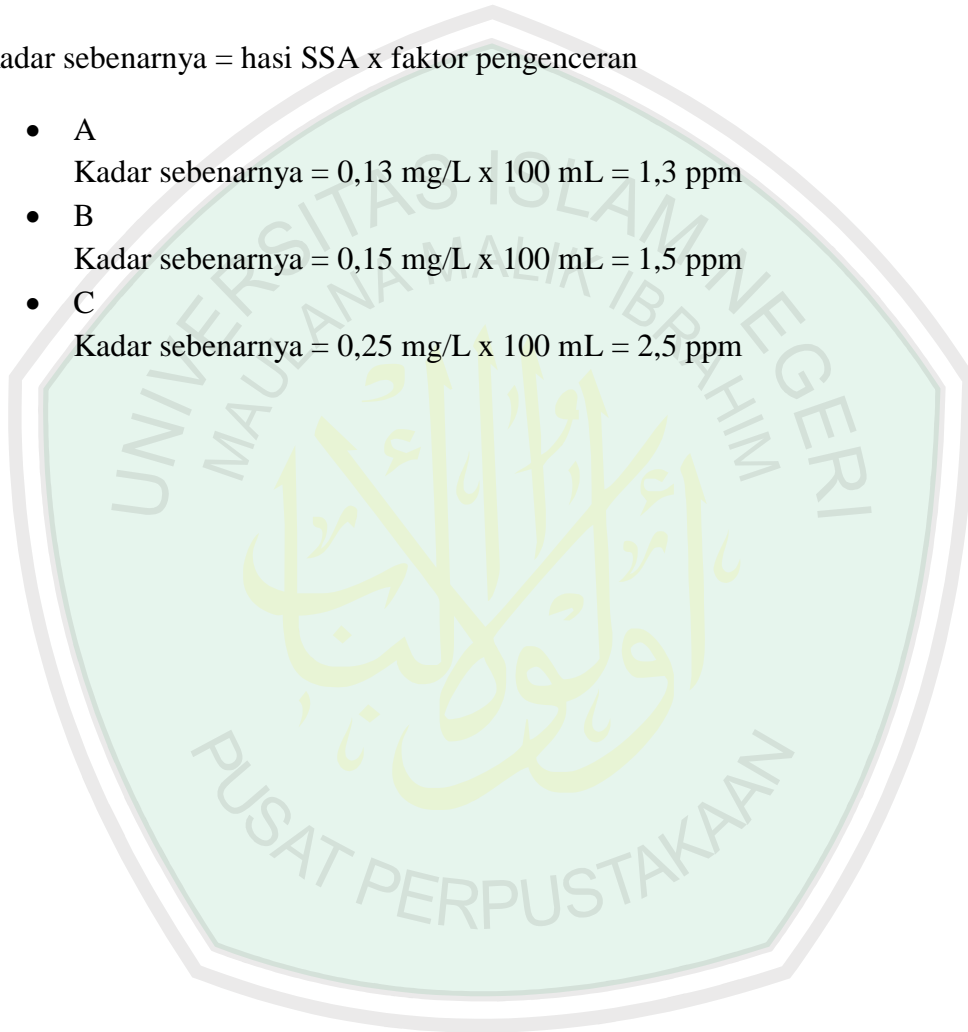


Lampiran 9. Analisis data dan perhitungan hasil SSA

Sampel	Konsentrasi Pb ²⁺ (ppm)
A	0,13
B	0,15
C	0,25

Kadar sebenarnya = hasil SSA x faktor pengenceran

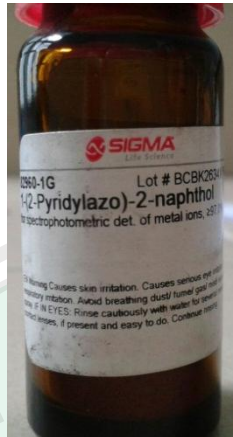
- A
Kadar sebenarnya = 0,13 mg/L x 100 mL = 1,3 ppm
- B
Kadar sebenarnya = 0,15 mg/L x 100 mL = 1,5 ppm
- C
Kadar sebenarnya = 0,25 mg/L x 100 mL = 2,5 ppm



Lampiran 10. Dokumentasi



TetraEtilOrtoSilikat
(TEOS)



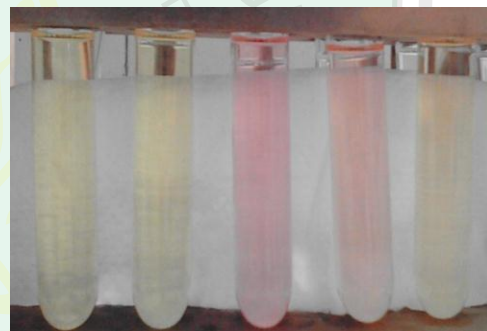
Reagen PAN



Kompleks
 $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$



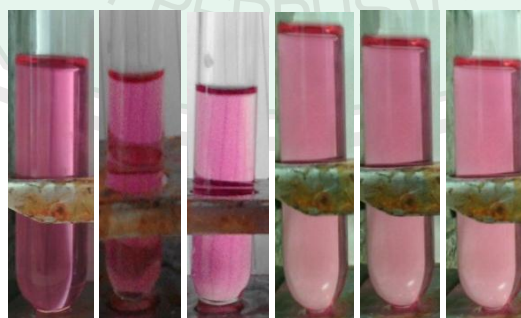
Penentuan konsentrasi optimum Kompleks
 $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$



Penentuan pH optimum Kompleks
 $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$



Reagen
dengan Ni^{2+}



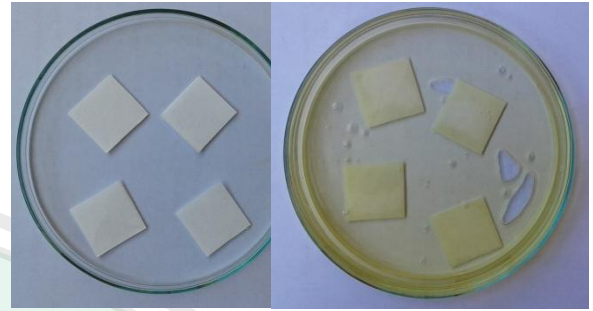
Selektivitas Kompleks
 $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$ dengan Ni^{2+} (Pb:Ni;
1:1; 1:5; 1:10; 1:15; 1:20)



Kertas Whatman



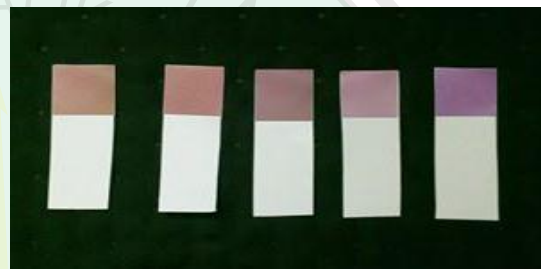
Proses stirrer dalam pembuatan sensor



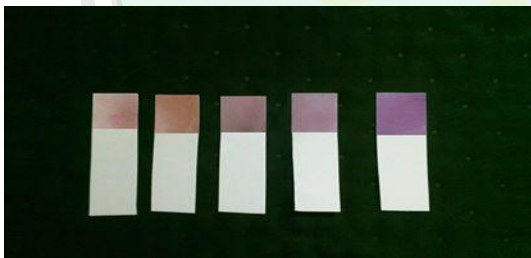
Proses pelapisan dalam pembuatan sensor



Pembuatan Deret Warna 1



Pembuatan Deret Warna 2



Pembuatan Deret Warna 3