

**UJI SELEKTIVITAS SENSOR KIMIA  $Pb^{2+}$  TERHADAP LOGAM  
 $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , DAN  $Zn^{2+}$  MENGGUNAKAN REAGEN  
1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTHOL (PAN)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ITA NUR AMALIYAH**  
**NIM. 11630027**



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

**UJI SELEKTIVITAS SENSOR KIMIA  $Pb^{2+}$  TERHADAP LOGAM  
 $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , DAN  $Zn^{2+}$  MENGGUNAKAN REAGEN  
1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTHOL (PAN)**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**ITA NUR AMALIYAH  
NIM. 11630027**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri 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**

**UJI SELEKTIVITAS SENSOR KIMIA  $Pb^{2+}$  TERHADAP LOGAM  
 $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , DAN  $Zn^{2+}$  MENGGUNAKAN REAGEN  
1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTHOL (PAN)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ITA NUR AMALIYAH**  
NIM.11630027

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:  
Tanggal: 05 Januari 2016

**Pembimbing I**

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

**Pembimbing II**

**Nur Aini, M.Si**  
NIPT. 20130902 2 316

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia

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

**UJI SELEKTIVITAS SENSOR KIMIA Pb<sup>2+</sup> TERHADAP LOGAM  
Cu<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, DAN Zn<sup>2+</sup> MENGGUNAKAN REAGEN  
1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTHOL (PAN)**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**ITA NUR AMALIYAH**  
**NIM.11630027**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 05 Januari 2016**

**Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si ( ..... )  
NIP. 19810811200801 2 010**

**Ketua Penguji : Arief Rahmatulloh, M.Si ( ..... )  
LB. 63027**

**Sekretaris Penguji : Eny Yulianti, M.Si ( ..... )  
NIP. 19760611 200501 2 006**

**Anggota Penguji : Nur Aini, M.Si ( ..... )  
NIPT. 20130902 2 316**

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia**

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

## SURAT PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ita Nur Amaliyah

NIM : 11630027

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Uji Selektivitas Sensor Kimia  $Pb^{2+}$  terhadap Logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  Menggunakan Reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (Pan)

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan 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 bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 06 Januari 2016  
Yang Membuat Pernyataan,

Ita Nur Amaliyah  
NIM. 11630027

## KATA PENGANTAR



Puji syukur kehadiran Allah SWT atas Rahmat dan Hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **UJI SELEKTIVITAS SENSOR KIMIA  $Pb^{2+}$  TERHADAP LOGAM  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , DAN  $Zn^{2+}$  MENGGUNAKAN REAGEN 1-(2-PYRIDYLAZO)-2-NAPHTHOL (PAN)**. Skripsi disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam memperoleh gelar sarjana S-1 di Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulisan skripsi tidak luput dari bimbingan, nasihat, petunjuk, serta bantuan dari semua pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Umik (Hj. Nur Asia) dan Aba (H. Abdul Fatah (Alm)) yang dengan penuh kasih sayang dan keikhlasan telah menjaga dan merawat penulis, serta memberikan motivasi dan telah mendoakan penulis.
2. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Bayyinatul Muchtaromah, drh. M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Eny Yulianti, M.Si selaku dosen Pembimbing I serta dosen wali yang telah ikhlas membimbing, memberi pengarahan, motivasi beserta ilmu yang insyaAllah akan manfaat dikemudian hari.
6. Nur Aini, M.Si selaku dosen Pembimbing II yang telah ikhlas membimbing agama dalam kepentingan skripsi ini, serta pelajaran dan wejangan-wejangannya yang InsyaAllah akan manfaat dikemudian hari.
7. Arief Rahmatulloh, M.Si selaku konsultan yang telah ikhlas selalu memberikan pengarahan, dan ilmu dalam penelitian dan penulisan naskah.
8. Rachmawati Ningsih, M.Si selaku penguji yang telah memberikan motivasi beserta ilmu yang insyaAllah akan manfaat.

9. Segenap dosen pengajar di Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu kepada penulis selama menempuh pendidikan di UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
10. Seluruh Ustadz dan Ustadzah PKPBA G2 UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengajar dan memberikan bekal hidup di dunia dan akhirat.
11. Seluruh orang terdekat penulis saudara, adek Ahmad Rizal Firmansyah, sahabat, dan keluarga besar LJC, yang tidak pernah ada kata lelah dalam memotivasi.
12. Keluarga besar ARKIMA 2011, keluarga besar kontrakan (Agustin, Alvi, Anis, Dia, Dzawil, Imas, Iva, Mbak Ima, Lina, Sarah) dan tim sensor (Dzawil, Vivi, dan Viky), sudah menjadi teman, dan sahabat yang telah banyak memberikan motivasi, semangat, dan berbagi ilmu.

Penulis menyadari dalam penulisan dan penyusunan skripsi ini begitu jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun agar menjadi lebih baik lagi. Akhir kata penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi hazanah pengembangan keilmuan, terutama dalam bidang kimia. *Amin Ya Rabbal 'Alamin.*

Malang, 06 Januari 2016

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiv</b>
ملخص .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Timbal (Pb).....	6
2.1.1 Bahaya Logam Berat (Pb) pada Lingkungan dan Kesehatan .....	6
2.2 Tembaga (Cu).....	7
2.3 Besi (Fe) .....	8
2.4 Zinc (Zn).....	8
2.5 Sensor .....	9
2.6 Metode Sol Gel.....	11
2.7 Senyawa Koordinasi .....	13
2.8 Ligan.....	13
2.8.1 Senyawa <i>1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol</i> (PAN).....	14
2.9 Spektrofotometer UV-Vis.....	15
2.10 Spektrofotometer IR.....	16
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	19
3.2 Alat dan Bahan .....	19
3.2.1 Alat .....	19
3.2.2 Bahan .....	19
3.3 Rancangan Penelitian.....	20
3.4 Optimasi Pembentukan Kompleks $[Pb(PAN)_2]$ .....	20
3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen <i>1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol</i> (PAN) .....	20

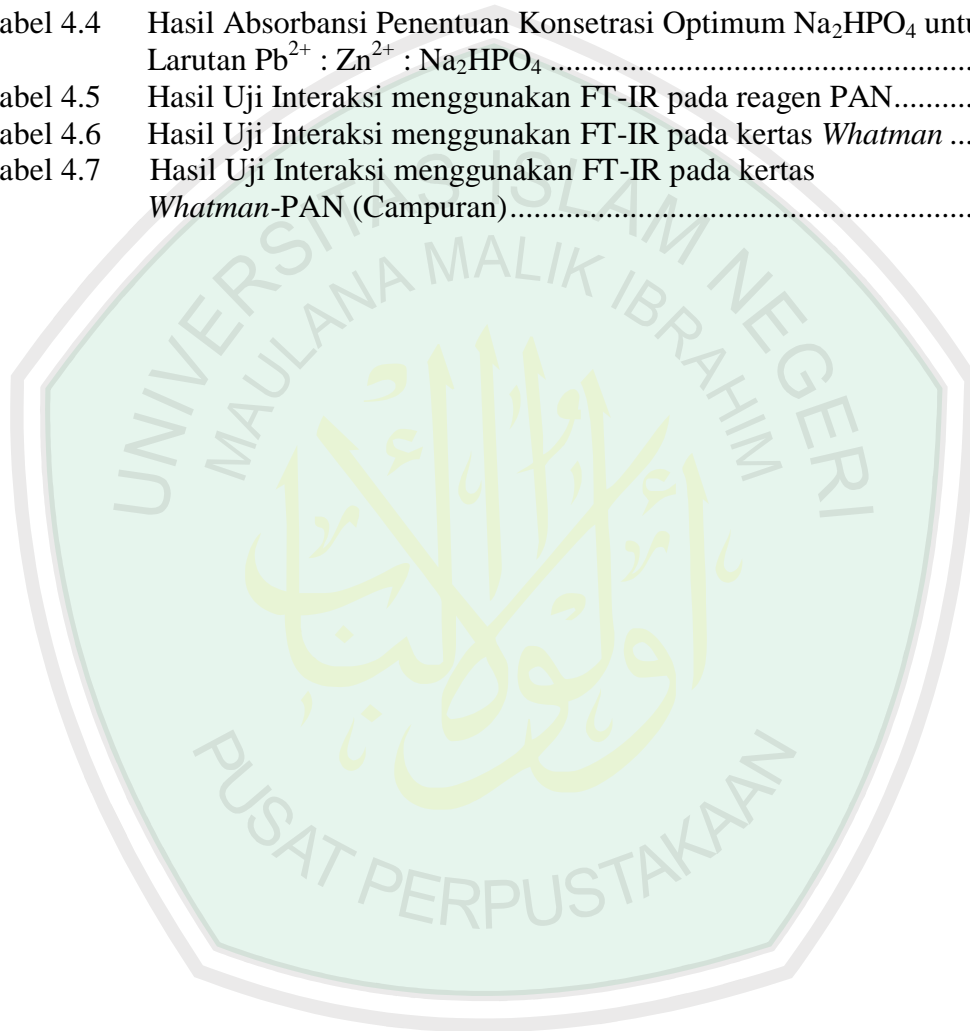
3.4.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] .....	21
3.4.3	Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks .....	21
3.4.4	Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) .....	21
3.4.5	Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] .....	22
3.5	Uji Selektivitas .....	22
3.5.1	Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH, Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> sebagai Pengendap Logam Pengganggu (Cu <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , dan Zn <sup>2+</sup> ).....	23
3.6	Pembuatan Sensor Kimia Pb <sup>2+</sup> Bentuk Stik Tes .....	24
3.7	Uji Interaksi Sensor Stik dengan Metode Spektroskopi <i>Infra Red</i> (FT-IR) .....	24
3.8	Waktu Respon .....	25
3.9	Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap berbagai Konsentrasi Pb <sup>2+</sup> .....	25
<b>BAB IV</b>	<b>PEMBAHASAN</b>	
4.1	Optimasi Pembentukan Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] .....	26
4.1.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN).....	26
4.1.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ].....	28
4.1.3	Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ].....	30
4.1.4	Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) .....	31
4.1.5	Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] .....	32
4.2	Uji Selektivitas .....	34
4.2.1	Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH, Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> sebagai Pengendap Logam pengganggu (Cu <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , dan Zn <sup>2+</sup> ).....	37
4.3	Pembuatan Sensor Kimia Pb <sup>2+</sup> Bentuk Stik Tes .....	39
4.4	Uji Interaksi Sensor Stik dengan Metode Spektrofotometer <i>Infra Red</i> (FT-IR).....	40
4.5	Waktu Respon .....	44
4.6	Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi Pb <sup>2+</sup> .....	44
4.7	Uji Selektivitas Sensor Kimia Stik terhadap Logam Cu <sup>2+</sup> , Fe <sup>3+</sup> , dan Zn <sup>2+</sup> menggunakan Reagen PAN dalam Perspektif Islam .....	45
<b>BAB V</b>	<b>PENUTUP</b>	
5.1	Kesimpulan .....	48
5.2	Saran .....	48
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>50</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>54</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Deret Intensitas Warna Sensor Kimia Cr <sup>6+</sup> (Rahmatulloh.2011) ....	11
Gambar 2.2	Reaksi Umum Metode Sol-Gel .....	12
Gambar 2.3	Reaksi Hidrolisis TEOS.....	12
Gambar 2.4	Struktur Senyawa 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN).....	14
Gambar 2.5	Reagen PAN sebagai Ligan Tridentat .....	14
Gambar 2.6	Dugaan reaksi antara ion logam Pb <sup>2+</sup> dengan reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) .....	15
Gambar 2.7	Spektra IR <i>diphenylcarbazine</i> , <i>Whatman</i> , dan <i>Whatman- diphenylcarbazine</i> .....	18
Gambar 4.1	Panjang Gelombang Maksimum Reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) .....	27
Gambar 4.2	Struktur Senyawa 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN).....	27
Gambar 4.3	Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ].....	28
Gambar 4.4	Spektra gabungan antara reagen 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) dan senyawa kompleksnya.....	28
Gambar 4.5	Transisi elektron dari [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] .....	29
Gambar 4.6	Grafik Absorbansi Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ]dengan variasi waktu ....	30
Gambar 4.7	Grafik Optimasi Konsentrasi Reagen PAN dengan variasi konsentrasi .....	31
Gambar 4.8	Dugaan Reaksi logam Pb <sup>2+</sup> dengan ligan PAN membentuk Senyawa[Pb(PAN) <sub>2</sub> ].....	32
Gambar 4.9	Penentuan pH Optimum Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] dengan variasi pH .....	33
Gambar 4.10	Struktur reagen PAN dalam keadaan asam .....	34
Gambar 4.11	Hasil Spektra IR reagen PAN, <i>Whatman</i> , dan <i>Whatman</i> -reagen ....	41
Gambar 4.12	Deret Intensitas Warna Senyawa Kompleks [Pb(PAN) <sub>2</sub> ] dengan variasi konsentrasi Pb <sup>2+</sup> .....	44

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil pengukuran Uji Selektivitas berdasarkan nilai RGB .....	36
Tabel 4.2	Hasil pengukuran Absorbansi Uji Selektivitas .....	37
Tabel 4.3	Hasil Absorbansi Penentuan Konsetrasi Optimum NaOH untuk Larutan $Pb^{2+}$ : $Cu^{2+}$ : NaOH dan $Pb^{2+}$ : $Fe^{3+}$ : NaOH.....	38
Tabel 4.4	Hasil Absorbansi Penentuan Konsetrasi Optimum $Na_2HPO_4$ untuk Larutan $Pb^{2+}$ : $Zn^{2+}$ : $Na_2HPO_4$ .....	39
Tabel 4.5	Hasil Uji Interaksi menggunakan FT-IR pada reagen PAN.....	42
Tabel 4.6	Hasil Uji Interaksi menggunakan FT-IR pada kertas <i>Whatman</i> .....	42
Tabel 4.7	Hasil Uji Interaksi menggunakan FT-IR pada kertas <i>Whatman-PAN</i> (Campuran).....	43



## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 4.1 Reaksi Hidrolisis .....	40
Persamaan 4.2 Reaksi Kondensasi .....	40



## DAFTAR LAMPIRAN

<i>Lampiran 1. Rancangan Penelitian</i> .....	54
<i>Lampiran 2. Skema Kera Penelitian</i> .....	55
<i>Lampiran 3. Perhitungan</i> .....	65
<i>Lampiran 4. Data Tabel</i> .....	75
<i>Lampiran 5. Hasil Analisis Menggunakan UV-Vis</i> .....	76
<i>Lampiran 6. Analisis Data UV-Vis dan Perhitungan</i> .....	81
<i>Lampiran 7. Spektra Hasil FT-IR</i> .....	85
<i>Lampiran 8. Dokumentasi</i> .....	86



## ABSTRAK

Amaliyah, I.N. 2015. Uji Selektivitas Sensor Kimia  $Pb^{2+}$  terhadap Logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  Menggunakan Reagen *1-2(pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN). Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II: Nur Aini, M.Si, Konsultan: Arief Rahmatulloh, M.Si

**Kata Kunci** : Sensor kimia, Timbal(II), *1-2(Pyridylazo)-2-Naphthol*

Penelitian ini telah dibuat sensor kimia stik menggunakan reagen *1-2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) pada  $Pb^{2+}$ . Tujuan penelitian untuk menentukan kondisi optimum pembentukan  $[Pb(PAN)_2]$ , serta kemampuan sensor kimia stik berdasarkan selektivitas reagen PAN dengan logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  pada *range* konsentrasi  $Pb^{2+}$  0,1 – 4,0 ppm. Pembuatan sensor kimia stik diawali dengan optimasi pembentukan  $[Pb(PAN)_2]$ . Selektivitas sensor diuji dengan menambahkan logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$ , dengan perbandingan 1:1; 1:10; 1:100. Sensor stik dibuat dengan metode sol-gel. Uji interaksi antara reagen dengan kertas saring *Whatman* menggunakan FT-IR, dan waktu respon. Hasil optimasi pembentukan  $[Pb(PAN)_2]$ , yaitu  $[Pb(PAN)_2]$  stabil pada menit ke-30 – 120 menit, dengan konsentrasi optimum 8,0 ppm dan pH optimum 6,0. Logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  mulai mengganggu pada perbandingan 1:1. Gangguan logam  $Cu^{2+}$ , dan  $Fe^{3+}$  dapat dikurangi dengan penambahan 1,0 M dan 0,01 M NaOH, dan 0,25 M  $Na_2HPO_4$  untuk  $Zn^{2+}$ . Hasil uji interaksi FT-IR menunjukkan interaksi yang terjadi antara reagen dengan kertas saring *Whatman* adalah interaksi fisik. Sensor kimia stik memberikan respon pada detik ke-30.

## ABSTRACT

Amaliyah, I.N. 2015. The Selectivity of Chemical Stick Sensor toward  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , and  $\text{Zn}^{2+}$  with 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) Reagent. Thesis. Chemistry Department Faculty of Science and Technology Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang State. 1<sup>st</sup> Supervisor: Eny Yulianti, M.Sc; 2<sup>st</sup> Supervisor: Nur Aini, M.Sc; Consultant: Arief Rahmatulloh, M.Sc

**Keywords:** Chemical sensors, Lead(II), 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol

This study has been carried out the manufacture of chemical sensors stick using 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) reagent to detect  $\text{Pb}^{2+}$ . The aim of this study was to determine the optimum conditions of formation  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  compound, and determine the selectivity performance of the PAN reagents with interference ion  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  in  $\text{Pb}^{2+}$  concentration range from 0,1 to 4,0 ppm. Sensor produced begin with  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  form optimized, selectivity test toward  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , and  $\text{Zn}^{2+}$  interference, sensor manufactured with sol gel process, interaction test between PAN reagent with Whatman paper by FT-IR, and response time. The results  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  formed optimization were  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  stable at 30 – 120 minutes and optimum concentration of PAN is 8,0 ppm at 6,0 pH. Selectivity analysis showed  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , and  $\text{Zn}^{2+}$  interfere at 1:1 ratio. The NaOH optimum concentration to handling  $\text{Cu}^{2+}$  was 1,0 M, and  $\text{Fe}^{3+}$  was 0,01 ppm, although 0,25 M  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  to handling  $\text{Zn}^{2+}$ . FT-IR characterization showed that the bonding that occurs between the reagent and Whatman paper is the physical bonds. Chemical sensor stick extend at 30 second.

## المخلص

أمالية. إيتا نور. ٢٠١٥ اختبار الانتقائية من محسس الكيمياء العصي الزئبق لكشف عن النحاس و الحديد و الزنك باستخدام ١-٢ (بيريديل أزو)-٢- نفتول (PAN). المشرفة الأولى: أنى يوليانتى الماجستير. المشرفة الثانية: نور عيني الماجستير. المستشر: عارف رحمة الله الماجستير.

كامات البحث : الشوكولاتة ,  $Pb^{2+}$  , محسس الكيمياء , (PAN),

هذا البحث قد صنع المحسس الكيمياء العصي باستخدام PAN لكشف عن الزئبق ( $Pb^{2+}$ ). وكانت الهدف من هذا البحث هي لمعرفة أفضل الظروف لتشكيل  $[Pb(PAN)_2]$  و لمعرفة المحسس الكيمياء لانتقائية عن (PAN) في العينات النحاس و الحديد و الزنك بتركيز ٠,٠٦ - ٠,١ جزء في المليون. وقد أجري تحقيق الأمثلة لتشكيل  $[Pb(PAN)_2]$  بتحديد التركيز الأوج ودرجة الحموضة الأوجة من PAN ووقت الأسنقرار من  $[Pb(PAN)_2]$ . وأجري اختبار الانتقائية لمعرفة تأثير من النحاس و الحديد و الزنك بالنسبات ١:١,٠ و ١:١٠ و ١:١٠٠. يمكن أن ينقص تأثير من النحاس و الحديد هذا بزيادة هيدروكسد الصوديوم (NaOH), و ينقص تأثير من الزنك بزيادة هيدروكسد فوسفات الصوديوم ( $Na_2HPO_4$ ). وقد صنع المحسس الكيمياء العصي باستخدام PAN بطريقة الصول-الهلام بمركب TEOS كالبادة للمطبوقة في ورقة واثمين. التفاعل بين PAN وورقة واثمين مميز باستخدام FTIR. ثم اختبرت قدرة المحسس على وقت الرد و اختبار الانتقائية. وأظهرت نتيجة البحث أن تركيز الأوج لتشكيل  $[Pb(PAN)_2]$  هو ٠,٠٨ جزء في المليون ودرجة الحموضة هي ٠,٦ ووقت الإسنقرار هو ٣٠ دقيقة إلى ١٢٠ دقيقة. إزعج عن النحاس و الحديد و الزنك فى النسبة ١:١ فى اختبار الانتقائية. وتركيز الأوج من NaOH لنقص تأثير النحاس و الحديد هو ٠,١ و ٠,٠١ مولار و تركيز الأوج ( $Na_2HPO_4$ ) لنقص تأثير الزنك هو ٠,٢٥. بالنسبة إلى تحديد FTIR التفاعل بين PAN وورقة واثمين هو تفاعل طبيعي. رد المحسس فى ٣٠ ثلثية.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Logam Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang tidak dibutuhkan oleh tubuh. Pb dalam persenyawaan divalent ( $Pb^{2+}$ ), menurut Palar (1994) dapat menggantikan ion  $Ca^{2+}$  dalam jaringan tulang,  $Pb^{2+}$  juga bisa mengakibatkan keracunan. Akibatnya bersifat akumulatif dan mempengaruhi hampir pada semua organ tubuh (ginjal, hati, dan juga sistem reproduksi).

Agustini (2010), dan Sarawati (2011) melakukan analisa logam timbal (Pb) dengan sensor kimia membran. Metode ini membutuhkan waktu yang lama dalam pembuatan membrannya. Pada penelitian ini akan dibuat suatu alat yaitu berupa sensor kimia stik untuk analisis  $Pb^{2+}$ , yang waktu pembuatannya relatif lebih cepat. Kuswandi (2010) menyatakan bahwa prinsip kerja dari sensor kimia adalah adanya perubahan warna yang diakibatkan adanya reaksi kimia.

Manusia merupakan makhluk paling sempurna dibanding makhluk lainnya. Kesempurnaan dilihat dari sisi kelebihan manusia, yaitu akal. Allah menganugrahkan akal supaya manusia dapat berfikir tentang apa-apa yang sudah diciptakanNya, yang berada di langit, di bumi, dan apa yang berada diantara keduanya. Perintah ini dijelaskan dalam surat Al-Imran ayat 190 – 191:

﴿لَقَدْ خَلَقْنَا الْإِنسَانَ فِي أَحْسَنِ تَقْوِيمٍ ۚ ثُمَّ رَدَدْنَاهُ أَسْفَلَ سَافِلِينَ إِلَّا الَّذِينَ آمَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ ۚ سُبْحَانَ اللَّهِ عَمَّا يُشْرِكُونَ﴾



*Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (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."*

*"Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia"*, tidak terkecuali Allah memberikan manusia berupa akal. Analisis logam  $Pb^{2+}$  dengan sensor kimia stik merupakan salah satu bentuk berfikir manusia terhadap ciptaanNya. Juga bentuk bersyukur manusia dengan apa yang sudah didapat yaitu akal. Sensor kimia stik termasuk dalam metode baru yang dapat digunakan dalam analisis logam  $Pb^{2+}$ .

Pembuatan sensor kimia stik dibutuhkan suatu reagen yang sesuai dan sensitif terhadap analit, yaitu reagen *1-(2-Pyridilazo)-2-Naphthol* (PAN). Soomro (2009) menuturkan bahwa reagen PAN termasuk dalam reagen kolorimetri untuk mendeteksi logam berat. Reagen PAN akan memberikan warna yang berbeda pada masing-masing logam. PAN jika direaksikan dengan  $Pb^{2+}$  akan membentuk khelat dan menghasilkan senyawa kompleks berwarna merah dan menyerap cahaya pada panjang gelombang 554 – 560 nm. Hal ini telah dibuktikan oleh Agustini (2010), dan Sarawati (2011) pada penelitian analisis logam  $Pb^{2+}$  dengan menggunakan reagen *1-(2-Pyridilazo)-2-Naphthol* (PAN) pada membran kitosan dan selulosa.

Reagen diharapkan dapat selektif terhadap  $Pb^{2+}$ . Selektivitas reagen ditinjau dari adanya logam pengganggu, yaitu:  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$ . Logam-logam ini menurut Darmono (1998), Dwiloka, dkk (2006) dan Handarsari (2010) sering ditemukan bersama dengan  $Pb^{2+}$  pada jeroan sapi, daging sapi, dan produk

olahan (dendeng, abon, cornet, dan bakso), dengan konsentrasi yang lebih besar dari  $Pb^{2+}$ . Konsentrasi ini akan mempengaruhi pembentukan antara reagen dengan logam yang akan dianalisis ( $Pb^{2+}$ ). Uji selektivitas dilakukan untuk mengetahui selektivitas reagen PAN terhadap analit yang akan dianalisis, dengan menambahkan logam lain.

Sensor kimia stik dibuat dengan menggunakan metode sol gel. Rahmatulloh (2011) menambahkan *Tetraetilortosilikat* (TEOS) sebagai material pendukung. Penambahan TEOS bertujuan untuk menjebak reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN), sehingga terbentuk sol dan semakin lama akan berubah menjadi gel. Menurut Milea dan Bogatu (2011) TEOS termasuk alkoksida golongan alkoksilan yang memiliki rantai pendek dibandingkan dengan alkoksilan yang lain, sehingga lebih mudah mengalami hidrolisis dan membentuk polimer yang homogen.

Milea dan Bogatu (2011) kelebihan dari metode sol-gel, yaitu prosesnya dapat dilakukan pada suhu rendah dalam air atau pelarut organik. Rahmatulloh (2011) juga menjelaskan bahwa kelebihan dari metode sol-gel yaitu pada proses pembuatannya yang sederhana. Sensor kimia yang akan dibuat dilakukan optimasi pH dan konsentrasi reagen *1-(2-Pyridilazo)-2-Naphthol* (PAN). Optimasi pH dilakukan dengan variasi pH 4,0 – 8,0, sedangkan optimasi konsentrasi dilakukan dengan variasi 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 dan 16,0 ppm.

Sensor kimia tersebut, dibuat agar dapat membantu dan mempermudah masyarakat dalam mengetahui adanya logam  $Pb^{2+}$ . Sensor kimia stik yang akan dibuat dalam penelitian ini dilakukan pada *range* konsentrasi  $Pb^{2+}$  0,1 – 4 ppm. *Range* konsentrasi ini adalah *range* konsentrasi sampel yang memiliki ambang

batas cemaran logam  $Pb^{2+}$ , yaitu 1,0 ppm.  $Pb^{2+}$  dalam pangan yang memiliki ambang batas 1,0 ppm adalah pangan dalam kategori daging dan produk daging ini meliputi: jeroan sapi, daging sapi dan hasil olahannya (SNI. 7387:2009).

Penentuan konsentrasi  $Pb^{2+}$  dapat diketahui berdasarkan deret intensitas warna yang diperoleh, sedangkan kinerja sensor kimia stik yang dibuat dapat diketahui dengan menentukan selektivitas, dan waktu respon.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Berapakah konsentrasi dan pH optimum reagen PAN, dalam analisis  $Pb^{2+}$  serta waktu kestabilan kompleks  $Pb^{2+}$  *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)?
2. Bagaimana karakteristik analitik sensor kimia dengan reagen PAN ditinjau dari selektivitas dan waktu respon, untuk mendeteksi ion logam  $Pb^{2+}$ ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui konsentrasi dan pH optimum reagen PAN dalam analisis  $Pb^{2+}$
2. Untuk mengetahui karakteristik analitik sensor kimia dengan reagen PAN ditinjau dari selektivitas dan waktu respon untuk mendeteksi ion logam  $Pb^{2+}$ .

## 1.4 Batasan Masalah

1. Reagen yang digunakan untuk pembuatan sensor kimia bentuk stik pada analisis  $Pb^{2+}$  adalah Reagen *1-(2-pyridilazo)-2-Naphthol* (PAN)
2. Pembuatan sensor kimia bentuk stik dengan metode sol gel menggunakan prekursor metaloksida TEOS

3. Analisa  $\text{Pb}^{2+}$  dilakukan pada *Range* konsentrasi  $\text{Pb}^{2+}$  yang adalah 0,1 – 4 ppm.
4. Keselectivan analisa logam  $\text{Pb}^{2+}$  diuji dengan menambahkan logam pengganggu  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ .

### 1.5 Manfaat Penelitian

1. Mampu menciptakan alat baru yang bisa dimanfaatkan dan mempermudah masyarakat dalam mendeteksi logam berat  $\text{Pb}^{2+}$
2. Mampu membuat sensor kimia stik  $\text{Pb}^{2+}$  yang selektif terhadap logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ .

## **BAB II STUDI PUSTAKA**

### **2.1 Timbal (Pb)**

Plumbum atau 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. Pb dicampur dengan logam lain akan terbentuk logam campuran yang lebih bagus dari pada logam murninya, serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Pb meleleh pada suhu  $328^{\circ}\text{C}$  ( $662^{\circ}\text{F}$ ), titik didih  $1.740^{\circ}\text{C}$  ( $3.164^{\circ}\text{F}$ ), bentuk sulfid dan memiliki gravitasi 11,34 dengan berat atom 207,20 (Widowati, 2008). Menurut Lu (1995) Timbal (Pb) lebih dikenal dibandingkan logam toksik lainnya, kadarnya dalam lingkungan meningkat karena penambangan, peleburan, pembersihan dan berbagai penggunaan dalam industri.

Agustini (2010) Timbal jarang ditemukan dalam keadaan murni, kebanyakan merupakan senyawa mineral, seperti galena ( $\text{PbS}$ ), kerusit ( $\text{PbCO}_3$ ), wulfenite ( $\text{PbMoO}_4$ ), kromit ( $\text{PbCrO}_4$ ), piromorfit ( $\text{PbCl}_2 \cdot 3\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$ ), dan dalam bentuk garam-garam sulfo, silikat, vanadate, arsenat, dan lain-lain.

#### **2.1.1 Bahaya Logam Berat (Pb) pada Lingkungan dan Kesehatan**

Logam berat timbal (Pb) tidak dapat didegradasi maupun dihancurkan dan dapat masuk ke dalam tubuh manusia lewat makanan, air minum, atau udara. Logam berat yang bersifat racun di dalam tubuh akan membahayakan kesehatan bahkan menyebabkan kematian (Murniasih, 2013).

Keracunan timbal karena pencemaran pada umumnya bersifat kronis. Biasanya orang yang keracunan logam timbal mengkonsumsi sekitar 0,2 – 2,0

mg/hari (De Palma, 1978). Pada jaringan atau organ tubuh logam timbal akan cenderung terakumulasi pada tulang. Karena dalam bentuk ion  $Pb^{2+}$ , logam ini mampu menggantikan keberadaan ion  $Ca^{2+}$  yang terdapat pada jaringan tulang (Palar, 1994). Darmono (1995) menyatakan Pb juga dapat menyebabkan kerusakan jaringan yaitu pada sistem ekskresi terutama hati dan ginjal. Beberapa penelitian juga mendapatkan bahwa timbal dapat merusak jaringan saraf, fungsi ginjal, menurunkan kemampuan belajar dan membuat anak hiperaktif.

Deteksi kadar  $Pb^{2+}$  ini merupakan suatu langkah untuk menjaga kesehatan. Seperti Rasulullah Saw selalu menganjurkan untuk menjaga kesehatan, sebagaimana sabda beliau:

قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ لِرَجُلٍ وَهُوَ يَعْظُهُ : "إِغْتَنِمْ خَمْسًا قَبْلَ خَمْسٍ : شَبَابَكَ قَبْلَ هَرَمِكَ، وَصِحَّتَكَ قَبْلَ سَقَمِكَ، وَغِنَاءَكَ قَبْلَ فُقْرِكَ، وَفِرَاحَكَ قَبْلَ شُغْلِكَ، وَحَيَاتَكَ قَبْلَ مَوْتِكَ" (هَذَا حَدِيثٌ صَحِيحٌ عَلَى شَرْطِ الشَّيْخَانِ وَلَمْ يُخْرَجْ)

*“Rasulullah bersabda, seraya menasehati seseorang: Jagalah olehmu lima perkara sebelum datang lima perkara yang lainnya, jaga masa mudamu sebelum masa tuamu, jaga sehatmu sebelum sakitmu, jaga kayamu sebelum miskinmu, jaga waktu luangmu sebelum sibukmu, dan jaga hidupmu sebelum matimu”* (HR. Bukhori dan Muslim).

## 2.2 Tembaga (Cu)

Tembaga (Cu) merupakan salah satu golongan transisi dengan bilangan oksidasi +1 dan +2. Bilangan oksidasi +2 merupakan bentuk yang paling stabil dari tembaga (Cu).  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  dan beberapa garam tembaga terhidrasi berwarna biru. Cu efisien sebagai katalis untuk beberapa jenis reaksi kimia dan dapat membentuk senyawa kompleks. Bentuk senyawa atau ion kompleks, tembaga umumnya dalam bentuk  $Cu^+$  dan  $Cu^{2+}$  (Lee, 1994 dalam Suwanto, 2006).

Menurut Poedjiadi dan Titin (2006), tembaga dibutuhkan oleh tubuh dalam kadar tertentu dan dapat menjadi racun jika berlebih. Kadar maksimum tembaga bagi dewasa sebesar  $\pm 2$  mg / hari, serta bagi bayi dan anak-anak  $\pm 0,005 - 0,1$  mg / kg berat badan per hari. Banerjee (2009) tembaga (Cu) meracuni secara berlebih pada apapun yang termasuk bagian dalam bumi, terutama apa yang ada di laut dengan adanya garam tembaga.

### 2.3 Besi (Fe)

Besi merupakan logam transisi dengan bilangan oksidasi +2 dan +3. Besi (III) atau ferri lebih stabil dibandingkan dengan besi (II) atau ferro dalam air. Hal tersebut ditunjukkan dengan mudahnya besi (II) teroksidasi menjadi besi (III) di perairan alami. Senyawaan besi di alam adalah berupa hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), pirit ( $\text{FeS}_2$ ), dan siderit ( $\text{FeCO}_3$ ) (Sunardi, 2006). Menurut Poedjiadi dan Titin (2006), kebutuhan besi bagi manusia adalah 12 – 18 mg yaitu sepuluh kali kebutuhan akan tembaga. Besi merupakan unsur esensial bagi makhluk hidup baik manusia, tumbuhan, maupun hewan. Soemirat (2003) besi dalam jumlah yang berlebih juga berbahaya dikarenakan tubuh manusia tidak dapat mengekskresikan besi. Dampaknya besi akan terakumulasi di dalam alveoli dan usus.

### 2.4 Zinc (Zn)

Zinc merupakan salah satu unsur kimia dengan symbol Zn, nomor atom 30, dan menempati tempat pertama pada golongan XII unsur di dalam tabel periodik unsur. Secara kimia Zn memiliki sifat yang mirip dengan magnesium (Mn) karena memiliki ukuran atom yang hampir sama dengan bilangan oksidasi +2. Zink adalah logam yang putih kebiruan, berkilau, dan bersifat diamagnetik. Zink cukup

mudah ditempa dan liat pada 110 – 150 °C, zink melebur pada 410 °C dan mendidih pada 906 °C. Jari-jari ion zink dan magnesium juga hampir identik. Menurut Poedjadi dan Titin (2006) zink termasuk dalam mineral yang diperlukan tubuh dalam jumlah tertentu, yaitu kurang dari 100 mg per hari.

## 2.5 Sensor

Sensor secara umum didefinisikan sebagai alat yang mampu menangkap fenomena fisika atau kimia yang kemudian mengubahnya dalam bentuk sinyal elektrik. Sedangkan sensor kimia adalah suatu alat yang dapat mengubah informasi (terutama konsentrasi analit tertentu) menjadi suatu sinyal listrik analit yang dapat diukur.

Sensor kimia dapat digunakan untuk mengukur konsentrasi senyawa atau ion tertentu baik dalam bentuk gas atau cairan, perubahan panas selama berlangsungnya reaksi, analisis komposisi, kecepatan reaksi dan perubahan pH (Gunawan, 2010). Suatu sensor memiliki kemampuan baik dalam mengenali zat yang akan dideteksi. Kuswandi (2010) kemampuan mengenali analit yang dideteksi yaitu meliputi :

### 1.1 Selektivitas

Selektivitas yaitu salah satu parameter penting sensor kimia, dan parameter ini menentukan kelayakan sensor kimia digunakan dalam analisis suatu analit. IUPAC menyarankan metode penentuan selektivitas suatu sensor, yaitu metode interferensi.

### 1.2 Waktu Respon

Waktu respon, yaitu waktu yang dibutuhkan sensor untuk mengenali zat yang dideteksinya, atau biasa dinyatakan sebagai waktu antara

pertama kali sensor direaksikan dengan sampel (bisa dicelupkan, diekspos atau dialirkan). Semakin cepat waktu respon dan maka semakin baik sensor tersebut.

Penelitian sensor untuk mendeteksi logam  $Pb^{2+}$  yang sudah dilakukan yaitu pembuatan dan karakterisasi sensor kimia impregnasi *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) pada membara kitosan untuk analisis ion  $Pb^{+2}$  oleh Sarawati (2011). Pada tahun sebelumnya (2010) Agustini melakukan penelitian sensor kimia membran selulosa asetat *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) untuk analisis ion  $Pb^{+2}$ .

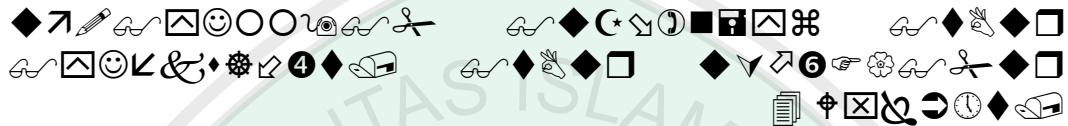
Sensor kimia bentuk stik digunakan untuk mendeteksi kadar suatu zat, dengan cara uji sensor yang sudah dilapis dengan reagen spesifik ke dalam sampel sehingga uji positif ditandai perubahan warna sensor. Rahmatulloh (2011) dalam penelitiannya menggunakan sensor kimia bentuk stik dengan reagen *Diphenylcarbazide* untuk mendeteksi kromium (VI) dalam air limbah elektroplating.

Sensor kimia bentuk stik dapat digunakan untuk menganalisis suatu analit secara kualitatif maupun semikuantitatif. Analisis secara kualitatif didasarkan pada perubahan warna kertas pada stik jika sampel tersebut positif mengandung analit. Analisis secara semikuantitatif didasarkan pada perbandingan warna pada stik dengan deret warna pada warna sensor yang telah dibuat, dalam rentang konsentrasi tertentu. Seperti halnya yang dilakukan oleh Rahmatulloh (2011) dalam penelitiannya dan dihasilkan deret intensitas warna. Dari Gambar 2.1 maka dapat diketahui bahwasannya semakin besar konsentrasi  $Cr^{6+}$  maka intensitas warnanya juga akan semakin pekat.

Konsentrasi $\text{Cr}^{6+}$ (ppm)					
0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

Gambar 2.1: Deret Intensitas Warna sensor kimia  $\text{Cr}^{6+}$  (Rahmatulloh, 2011)

Allah SWT berfirman surat Shaad : 27



*“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.”*

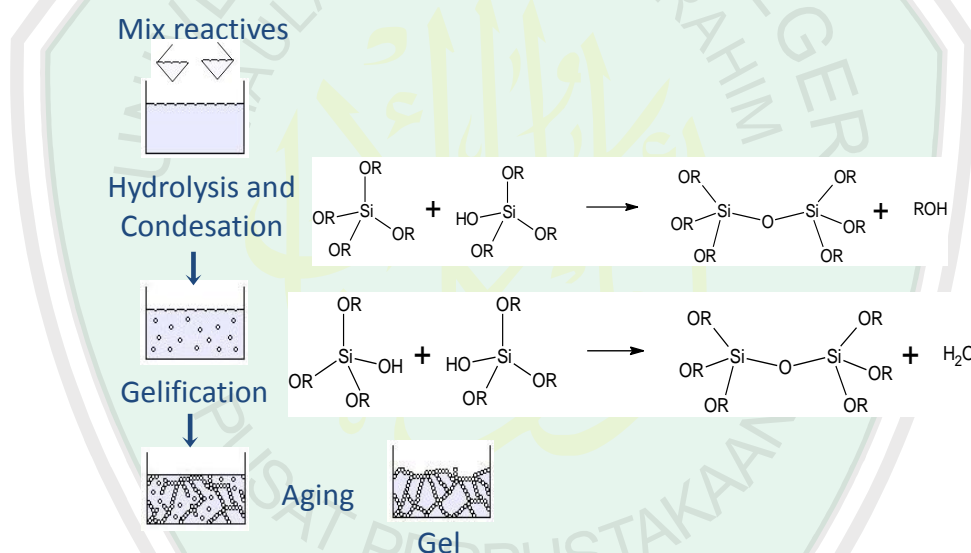
Berdasarkan ayat ini, Allah telah menjelaskan bahwa apa yang sudah diciptakanNya maka tidak ada yang sia-sia. Manusia merupakan makhluk paling sempurna dibanding makhluk lainnya. Kesempurnaan dilihat dari sisi kelebihan manusia, yaitu akal. Akal dianugerahkan Tuhan kepada manusia karena pada dasarnya manusia memiliki hak kebebasan yang tidak terbatas tapi tetap dengan penuh tanggung jawab. Dengan akal, Umat Islam diperintahkan untuk memikirkan ciptaan Allah SWT, yang berada di langit, di bumi, dan apa yang berada diantara keduanya. Seperti halnya penciptaan logam-logam  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ , yang memiliki hikmah. Manusia dapat mengambil manfaat darinya yaitu dengan membuat sensor kima stik  $\text{Pb}^{2+}$  dan menguji kemampuannya selektivitasnya, dimana yang demikian itu merupakan salah satu bentuk berfikir atas ciptaan Allah SWT.

## 2.6 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 medianya. Pada

metode sol-gel ini, 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 dari pada sol).

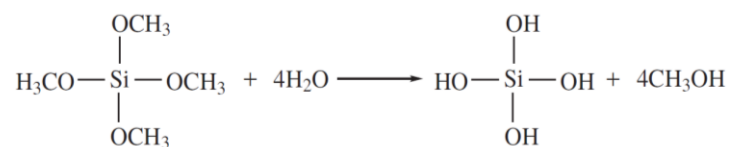
Milea dan Bogatu (2011) prekursor yang digunakan adalah alkoksida dan dari bermacam jenis alkoksida, alkoksilan merupakan alkoksida yang lebih stabil sehingga dalam pembentukan polimer hasilnya lebih homogen. Jenis alkoksilan yang sering digunakan dengan rantai pendek sehingga laju hidrolisis lebih cepat yaitu tetraetilortosilikat (TEOS).



Gambar 2.2 Reaksi umum Metode Sol-Gel (Brinker dan George, 1990)

Adapun tahapan-tahapan dalam pembentukan material sol-gel yaitu meliputi: (Lalena dkk, 2008)

1. Hidrolisis, dilakukan untuk Pembentukan sol dengan membentuk silanol.



Gambar 2.3 Reaksi Hidrolisis TEOS (Lalena dkk., 2008)

2. Kondensasi, proses polimerisasi anorganik dengan hasil berupa gel. Proses ini dari sol menjadi gel untuk memperoleh kondisi yang lebih stabil.
3. Pematangan (*Aging*), proses dilakukan dengan mendinginkan gel untuk memperoleh jaringan gel lebih kaku (*hydrogel*).
4. Pengeringan (*Drying*), penghilangan cairan dari gel untuk mendapatkan struktur gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Menurut Lalena, dkk. (2008) hasil dari proses *drying* ada 2, yaitu *aerogel* (cairan dihilangkan dari *hydrogel* menggunakan suhu tinggi) dan apabila pelarut dan *xerogel* (cairan dihilangkan dari *hydrogel* menggunakan suhu ruang).

## 2.7 Senyawa Koordinasi

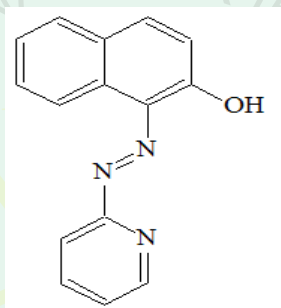
Senyawa koordinasi adalah senyawa yang pembentukannya melibatkan pembentukan ikatan kovalen koordinasi antara ion logam atau atom logam dengan atom nonlogam (Effendy, 2007). Senyawa koordinasi memberikan peranan penting dalam kehidupan sehari-hari yang meliputi bidang kesehatan, farmasi, industry, lingkungan, pertanian dan bidang lainnya.

## 2.8 Ligan

Menurut Miessler (1998) ligan adalah ion-ion atau molekul-molekul yang mendonorkan elektron-elektronnya pada atom pusat, biasanya ion atau molekul yang didonorkan merupakan pasangan elektron (*electron pair*). Effendy (2007) menuturkan ligan membentuk ikatan kovalen dengan atom logam atau ion logam melalui satu atau lebih atom yang terdapat pada ligan.

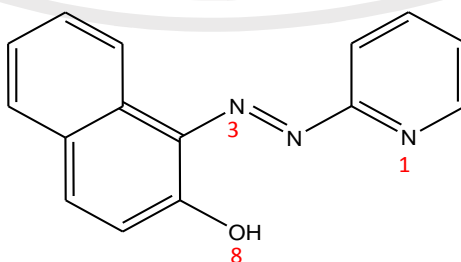
### 2.8.1 Senyawa *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)

Senyawa *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan rumus kimia  $C_{15}H_{11}N_3O$  merupakan padatan amorf berwarna orange merah, hampir tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik (misalnya kloroform) dan larutannya berwarna kuning dengan panjang gelombang 470 nm (Kuswandi, 2010). Morisson (1957) menyatakan senyawa PAN berfungsi sebagai reagen kolorimetri untuk mendeteksi logam berat, sedikit larut dalam asam dan alkali



Gambar 2.4 Struktur Senyawa *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) (Morisson, 1957)

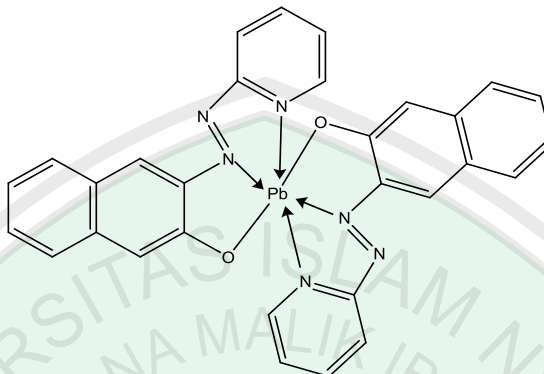
Senyawa *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) merupakan ligan yang diaplikasikan dalam analisis khelatometri dan spektrofotometri. PAN dapat menjadi ligan tridentat dengan atom donor  $N_1$ ,  $N_3$ , dan  $O_8$  (Starosta dkk, 2014).



Gambar 2.5 Reagen PAN sebagai Ligan Tridentat (Starosta dkk, 2014)

Berdasarkan pada penelitian Starosta, dkk (2014), maka dugaan awal reaksi yang terbentuk antara logam  $Pb^{2+}$  dan reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol*

(PAN) adalah ion logam  $Pb^{2+}$  akan menempati dan menggantikan atom hidrogen pada gugus hidroksi (-OH), seperti yang digambarkan dibawah ini:



Gambar 2.6 Dugaan reaksi antara ion logam  $Pb^{2+}$  dengan reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)

Struktur senyawa yang terbentuk antara ion logam  $Pb^{2+}$  dan reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN), terdapat cincin lima yang terbentuk, cincin tersebut menunjukkan terjadinya khelat yang menyebabkan suatu senyawa kompleks berwarna.

Agustini (2010) dan Sarawati (2011) membenarkan dalam penelitiannya bahwa PAN dapat digunakan sebagai reagen yang selektif dan juga sensitif untuk mendeteksi logam  $Pb^{2+}$  dalam suatu sampel, PAN akan membentuk senyawa khelat berwarna merah dengan logam  $Pb^{2+}$  dan memiliki panjang gelombang maksimum 555 nm.

## 2.9 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah salah satu bagian dari spektroskopi yaitu analisis analit berdasarkan fenomena hasil interaksi antara materi dengan sinar (radiasi elektromagnetik = REM). Daerah pengukuran spektro UV-Vis adalah pada panjang gelombang 180 – 380 nm untuk daerah ultraviolet (UV) dan

380 – 780 nm untuk daerah Visible (tampak). Dasar analisis kuantitatif metode spektrofotometri UV-Vis adalah besarnya sinar yang diserap yang sebanding dengan banyaknya partikel analit (Willard, 1974).

Spektrofotometri UV-Vis banyak digunakan oleh peneliti-peneliti sebelumnya untuk menentukan panjang gelombang suatu senyawa. Agustini (2010) dan Sarawati (2011) dalam penelitiannya didapatkan panjang gelombang maksimum untuk reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) yaitu 469 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] adalah 555 nm. Perubahan pada reagen PAN disebabkan adanya gugus kromofor, adapun gugus kromofor pada senyawa PAN yaitu  $-C=C$ ;  $N=N-$  yang menyebabkan terjadinya pergeseran  $\pi-\pi^*$ , sedangkan  $C=N$  akan menyebabkan pergeseran  $n-\pi^*$  dan  $\pi-\pi^*$ .

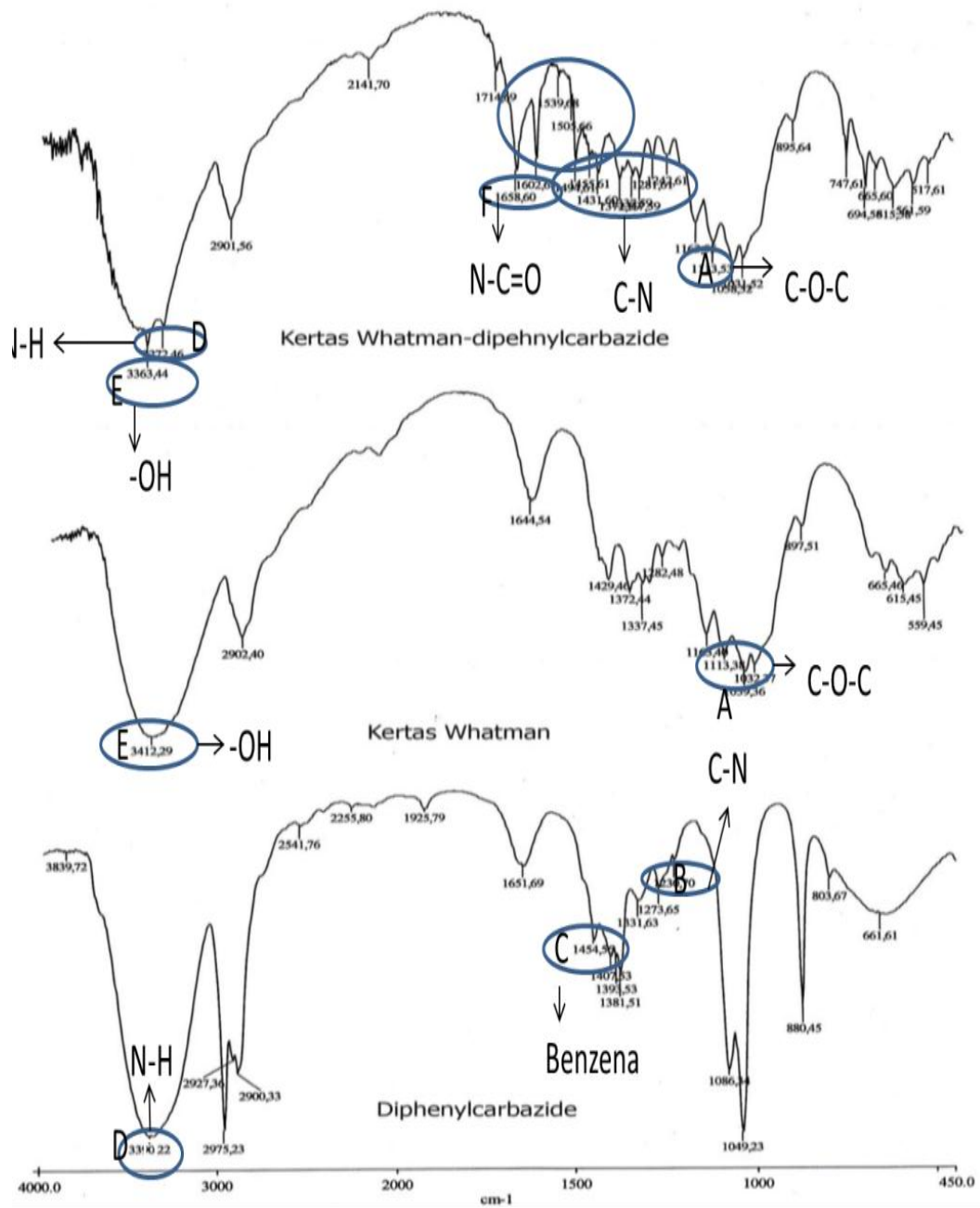
## 2.10 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR)

Spektroskopi Infra Red atau Infra Merah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 – 1.000  $\mu\text{m}$  atau pada Bilangan Gelombang 13.000 – 10  $\text{cm}^{-1}$ . Metode ini meliputi teknik serapan (absorption), teknik emisi (emission), teknik fluoresensi (fluorescence). Prinsip kerja dari alat ini yaitu, 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*) (Jonnata, 2002).

Penelitian yang dilakukan Rahmuatulloh (2011) dengan IR dalam menentukan ikatan yang terjadi antara kertas saring *whatman*, reagen, dan kertas saring *whatman*- reagen. Hasil spektra kertas saring *Whatman-diphenylcarbazide*

yang dihasilkan seperti Gambar 2.7, dapat diketahui pada bilangan gelombang  $1113,53 \text{ Cm}^{-1}$  merupakan gugus fungsi dari C-O-C. Begitu pula dengan spektra yang dihasilkan pada kertas saring Whatman yang ditunjukkan dengan huruf (a); gugus C-N *bend* pada daerah  $1200 \text{ cm}^{-1}$  dengan puncak  $1273.65 \text{ Cm}^{-1}$ , gugus C-N *bend* juga muncul pada spektra reagen *diphenylcarbazine* yang ditunjukkan dengan huruf (b); pada daerah panjang gelombang  $1600 - 1400$  menunjukkan hasil serapan dari senyawa benzena dengan puncak  $1455.61$ ,  $1494.01$ ,  $1505.66$ , dan  $1539.68 \text{ Cm}^{-1}$ , puncak benzena juga terdeteksi pada spektra reagen yaitu teradi pada puncak  $1407.53$  dan  $1454.50 \text{ Cm}^{-1}$ , sebagaimana yang ditunjukkan pada huruf (c); pada  $1658,60 \text{ Cm}^{-1}$  dalam spektra kertas saring-reagen terdapat gugus N-C=O yang ditunjukkan dengan huruf (f); spektra kertas saring-reagen menunjukkan gugus N-H *stretch* muncul pada puncak  $3272.46 \text{ Cm}^{-1}$ , gugus ini juga muncul pada spektra reagen *diphenylcarbazine* dengan puncak  $3390.22 \text{ Cm}^{-1}$ , seperti yang ditunjukkan pada huruf (d). Dan untuk gugus O-H *stretch* pada spektra kertas saring terbentuk pada serapan dengan puncak  $3412.29 \text{ Cm}^{-1}$ , dan pada spektra kertas saring-reagen gugus O-H *stretch* muncul pada puncak  $3363.44 \text{ Cm}^{-1}$ , seperti yang ditunjukkan oleh huruf (e).

Panjang gelombang elektromagnetik dapat menyebabkan terjadinya eksitasi tingkat-tingkat energi dalam molekul dapat berupa eksitasi elektronik, vibrasi, atau rotasi. Terdapat 2 macam daerah serapan pada analisis spektra IR yaitu daerah gugus fungsi pada rentang gelombang  $4000-1600 \text{ Cm}^{-1}$ , dan daerah sidik jari pada rentang gelombang  $1600-650 \text{ Cm}^{-1}$  (Shriner, 1998).



Gambar 2.7 (dari bawah) Spektra IR *diphenylcarbazine*, Whatman, dan Whatman *diphenylcarbazine* (Rahmatulloh, 2011)

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan juga Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun waktu pelaksanaannya yaitu mulai bulan Maret sampai Juli 2015.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian uji selektivitas sensor kimia stik  $Pb^{2+}$  terhadap logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  dengan menggunakan reagen PAN adalah antara lain: neraca analitik, pH meter, pipet skala, stirrer, hotplate, spektrofotometer UV-VIS (Varian), spektrofotometer FT-IR (Varian), serta peralatan gelas (labu ukur, gelas beaker).

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam uji selektivitas sensor kimia  $Pb^{2+}$  terhadap logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , dan  $Zn^{2+}$  dengan reagen PAN adalah: PAN (Sigma),  $Pb(NO_3)_2$  p.a (Merck),  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  p.a (Merck),  $HNO_3$  p.a (Merck),  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  p.a (Merck),  $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  p.a (Merck), TEOS 98 % (Aldrich), serta (semua bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini berderajat pro analisis), akuades, kertas saring *Whatman*.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Secara garis besar pada penelitian uji selektivitas sensor kimia stik  $\text{Pb}^{2+}$  terhadap logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan menggunakan reagen PAN antara lain: pembuatan larutan standar dan reagen. Selanjutnya optimasi pembentukan senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  dengan rentang konsentrasi kadar  $\text{Pb}^{2+}$  0,1 – 4,0 ppm, yang meliputi optimasi konsentrasi dan pH pada reagen, serta waktu kestabilan kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ . Setelah didapatkan nilai optimasi pembentukan kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , dilanjutkan dengan uji selektivitas, yaitu untuk mengetahui pengaruh dari logam lain. Uji selektivitas dilakukan dengan menambahkan logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan perbandingan 1:1; 1:10; dan 1:100. Kemudian dilanjutkan dengan pembuatan sensor kimia bentuk stik, menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TEOS yang dilapiskan pada kertas saring *Whatman*. Uji interaksi dengan FT-IR dilakukan untuk mengetahui interaksi yang terjadi antara sensor stik dengan reagen dan kertas saring *Whatman*. Kemampuan sensor diuji berdasarkan selektivitas sensor, dan waktu respon.

### 3.4 Optimasi Pembentukan Kompleks $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$

#### 3.4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN)

Reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan konsentrasi 8,0 ppm (b/v) diambil 3,0 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) 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 Senyawa Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Larutan standar Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm diambil sebanyak 3,0 mL dan dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan Reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) 8,0 ppm sebanyak 3,0 mL, keduanya di vortex hingga homogen. Perubahan warna yang terjadi diukur panjang gelombangnya sebagai panjang gelombang maksimum senyawa kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

### 3.4.3 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Larutan reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) 8,0 ppm (b/v) sebanyak 3,0 mL dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm sebanyak 3,0 mL, kemudian larutan diukur nilai absorbansinya pada menit ke- 0; 1; 2; 3; 4; 5; 30, hingga 180 menit dengan interval 30 menit dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai absorbansi tertinggi menunjukkan waktu kestabilan kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]. Waktu kestabilan ditentukan dengan dibuat grafik absorbansi (sumbu Y) terhadap waktu (sumbu X).

### 3.4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN)

Larutan reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan konsentrasi 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; dan 16,0 ppm dimasukkan dalam 5 tabung reaksi dengan masing-masing diambil 3,0 mL. kemudian ditambahkan larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm sebanyak 3,0 mL. Kemudian larutan didiamkan selama (hasil 3.4.3) agar warna yang terbentuk homogen. Selanjutnya nilai absorbansi diukur dengan spektrofotometer UV-VIS, dan nilai absorbansi tertinggi menunjukkan konstansi optimum reagen PAN

### 3.4.5 Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Larutan reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan konsentrasi optimum (3.4.4) diambil sebanyak 3,0 mL dan dimasukkan dalam tabung reaksi. Selanjutnya ditambahkan larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm sebanyak 3,0 mL, kemudian ditambahkan larutan buffer borat dengan variasi pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; dan 8,0 masing-masing sebanyak 2,0 mL. Larutan didiamkan selama (hasil 3.4.3) dan selanjutnya diukur nilai absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis. Nilai absorbansi tertinggi menunjukkan larutan reagen dengan pH optimum.

### 3.5 Uji Selektivitas

Selektivitas dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh logam-logam lain yang ditambahkan dalam reagen dan pH buffer optimum. Dipipet 2,0 mL larutan Pb<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 4,0 ppm kemudian dimasukkan ke 3 tabung reaksi berbeda, dan masing-masing ditambahkan larutan Cu<sup>2+</sup> sehingga perbandingan konsentrasi Pb<sup>2+</sup> dan Cu<sup>2+</sup> sebesar 1:1; 1:10; 1:100. Sebanyak 2,0 mL *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) pada konsentrasi optimum dan 2,0 mL larutan buffer borat pH optimum ditambahkan ke dalam larutan tersebut, dan larutan didiamkan selama 30 menit. Absorbansi setiap larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{maks}}$  557,9 nm. Hal yang sama dilakukan dengan menambahkan logam Fe<sup>3+</sup>, dan Zn<sup>2+</sup>.

Hasil absorbansi yang diperoleh dibandingkan dengan hasil pengukuran larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm dan reagen PAN pada konsentrasi 8,0 ppm tanpa penambahan logam pengganggu (Cu<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, dan Zn<sup>2+</sup>). Logam pengganggu ini dipilih dalam uji selektivitas dikarenakan logam-logam tersebut dalam beberapa

jurnal disebutkan logam yang paling sering ditemukan bersama dengan  $Pb^{2+}$  dalam makanan (jeroan sapi, daging sapi, dan produk hasil olahannya).

### 3.5.1 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH, $Na_2HPO_4$ sebagai Pengendap Logam Pengganggu ( $Cu^{2+}$ , $Fe^{3+}$ , dan $Zn^{2+}$ )

Mengurangi gangguan  $Cu^{2+}$  dapat dilakukan dengan pengendapan menggunakan perbedaan nilai  $K_{sp}$ . Larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm sebanyak 4,0 mL ditambahkan dengan 4,0 mL  $Cu^{2+}$  dengan konsentrasi 4,0 ppm pada beaker glass. Kemudian ditambahkan dengan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 1,0 M; 3,0 M, dan 5,0 M dan diaduk. Selanjutnya larutan disaring kedalam tabung reaksi, dan fitrat ditambahkan dengan reagen PAN optimum, dan pH optimum sebanyak 4,0 mL. Larutan didiamkan selama 30 menit agar warna yang terbentuk stabil. Kemudian diukur nilai absorbansi larutan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan  $\lambda_{maks}$  557,9 nm.

Gangguan  $Fe^{3+}$  dengan menggunakan NaOH dilakukan dengan variasi konsentrasi NaOH 0,01; 0,05; dan 0,1 M. Larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm sebanyak 4,0 mL ditambahkan dengan 4,0 mL  $Fe^{3+}$  dengan konsentrasi 4,0 ppm pada beaker glass. Kemudian ditambahkan dengan larutan NaOH (0,01; 0,05; dan 0,1 M), dan diaduk. Selanjutnya disaring dan ditambahkan reagen PAN dan pH optimum, kemudian didiamkan selama 30 menit dan diukur nilai absorbansinya.

$Na_2HPO_4$  digunakan untuk mengendapkan logam pengganggu  $Zn^{2+}$ , yang dilakukan dengan larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm sebanyak 4,0 mL ditambahkan dengan 4,0 mL  $Zn^{2+}$  dengan konsentrasi 4,0 ppm pada beaker glass. Kemudian ditambahkan  $Na_2HPO_4$  dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,50; 0,75 M dan diaduk, yang selanjutnya disaring dan ditambahkan reagen dan pH optimum. Selanjutnya didiamkan selama 30 menit dan diukur nilai absorbansinya. Hasil nilai absorbansi

dibandingkan dengan nilai absorbansi larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm dengan reagen PAN 8,0 ppm.

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

Pembuatan sensor stik diawali dengan preparasi sol gel, yang dilakukan dengan mencampurkan secara berurutan 2,76 mL akuademin, 3,0 mL TEOS 98%, reagen PAN konsentrasi 8,0 ppm 3,0 mL, dan HCl 0,03 M sebanyak 0,2 mL. Kemudian larutan di-*stirrer* selama 24 jam pada suhu kamar dengan kecepatan 8 rpm.

Selanjutnya disiapkan kertas saring *Whatman* kemudian dipotong dengan ukuran 2,0 cm x 2,0 cm. Sol yang dihasilkan dilapiskan pada kertas saring *Whatman* ukuran 2,0 cm x 2,0 cm. Lapisan ditekan dengan kaca dan didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar untuk mendapatkan lapisan dengan permukaan tipis dan kering. Kemudian kertas saring *Whatman* yang sudah dilapisi dan kering ditempelkan pada kertas foto ukuran 2,0 cm x 6,0 cm menggunakan *double tape*, sehingga diperoleh sensor kimia yang mengandung reagen PAN dalam bentuk stik seperti pH universal.

### 3.7 Uji Interaksi Sensor Stik dengan Spektroskopi *Infra Red* (FT-IR)

Untuk menguji interaksi yang terjadi antara reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan kertas saring *Whatman* dalam sensor stik, dilakukan dengan metode FT-IR. Kertas saring *Whatman* yang sudah mengandung reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) digerus dengan 10-100 mg KBr dalam keadaan bebas air dan dibuat pelet atau lempeng KBr. Kemudian pelet KBr ini diukur serapannya dengan FT-IR.

Metode yang sama dilakukan untuk kertas saring *Whatman* yang belum mengandung reagen *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN), dan juga reagen. kemudian hasil dari keduanya dibandingkan. Analisis ini digunakan untuk menentukan interaksi antara gugus fungsi *1-(2-Pyridyazo)-2-Naphthol* (PAN) – kertas saring *Whatman*.

### **3.8 Waktu Respon**

Diuji sensor stik ke dalam larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm. Dicatat waktu ketika terjadi perubahan warna. Dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali.

### **3.9 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap berbagai Konsentrasi $Pb^{2+}$**

Sensor kimia yang sudah dibuat diuji ke dalam larutan standar  $Pb^{2+}$  0,1; 0,5; 1,0; 2,0; dan 4,0 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  $Pb^{2+}$  melalui warna pada stik (kertas saring *Whatman*)

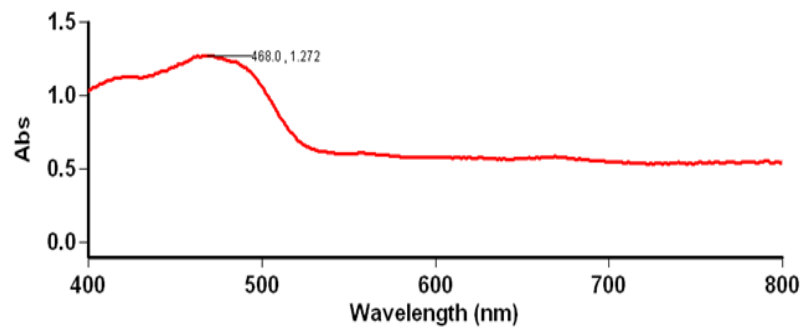
## **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian uji selektivitas sensor kimia stik  $\text{Pb}^{2+}$  terhadap logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  menggunakan reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) dilakukan dengan: optimasi pembentukan senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  dengan rentang konsentrasi  $\text{Pb}^{2+}$  0,1 – 4,0 ppm. Optimasi yang dilakukan yaitu optimasi konsentrasi dan pH pada reagen, serta waktu kestabilan kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ . Setelah didapatkan nilai optimasi pembentukan kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , dilanjutkan dengan uji selektivitas. Uji selektivitas dilakukan dengan menambahkan logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan perbandingan 1:1; 1:10; dan 1:100. Kemudian dilanjutkan dengan pembuatan sensor kimia bentuk stik, menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TEOS yang dilapiskan pada kertas saring *Whatman*. Uji interaksi dengan FT-IR dilakukan untuk mengetahui interaksi yang terjadi antara sensor stik dengan reagen dan kertas saring *Whatman*. Kemampuan sensor uji berdasarkan selektivitas reagen, dan waktu respon.

### **4.1 Optimasi Pembentukan Kompleks $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$**

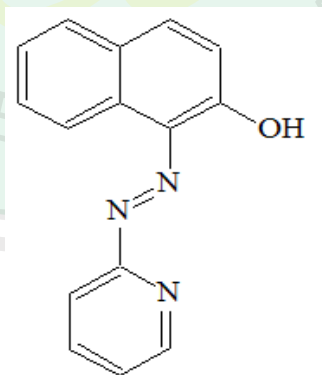
#### **4.1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)**

Penentuan Panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) reagen PAN dengan konsentrasi 8,0 ppm dalam pelarut metanol diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Panjang Gelombang Maksimum reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)

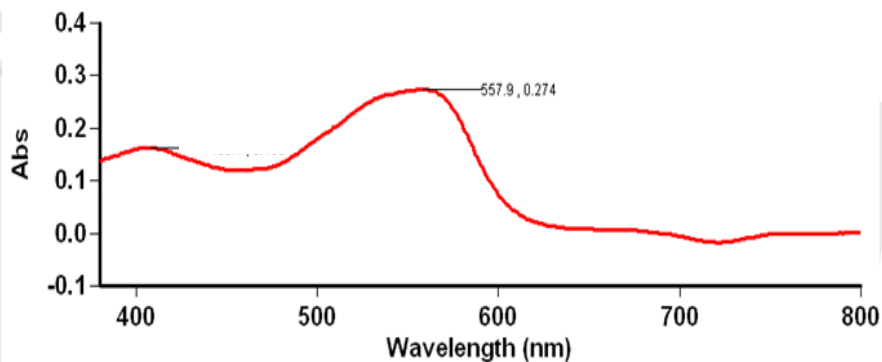
Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum reagen PAN sebesar 468,0 nm. Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Sarawati (2011), yaitu 469,0 nm. Menurut Kuswandi (2010) reagen PAN dalam pelarut organik memiliki panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) pada 470,0 nm. Warna yang terbentuk dari senyawa reagen PAN disebabkan oleh adanya transisi elektron dari  $n$  ke  $\pi^*$  dan  $\pi$  ke  $\pi^*$  pada gugus azo ( $-\text{N}=\text{N}-$ ) dan  $-\text{C}=\text{C}-$  (Marczenko, 2000).



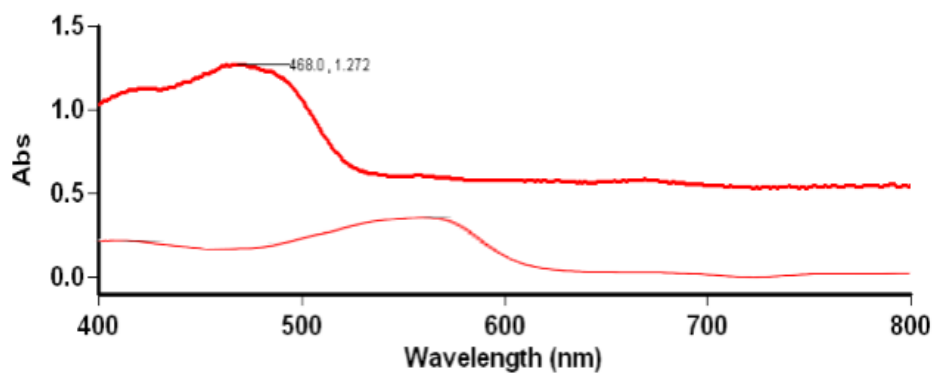
Gambar 4.2 Struktur Senyawa *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) (Morisson, 1957)

#### 4.1.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Panjang gelombang maksimum senyawa kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] ditentukan dengan mengukur absorbansi senyawa kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>], dengan konsentrasi Pb<sup>2+</sup> sebesar 4,0 ppm; dan konsentrasi reagen PAN sebesar 8,0 ppm. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dan didapatkan hasil seperti pada Gambar 4.3

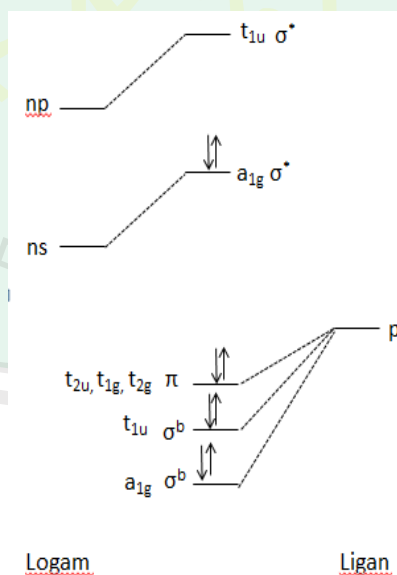


Gambar 4.3 Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]



Gambar 4.4 Spektra gabungan antara *1*-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) dan senyawa kompleksnya

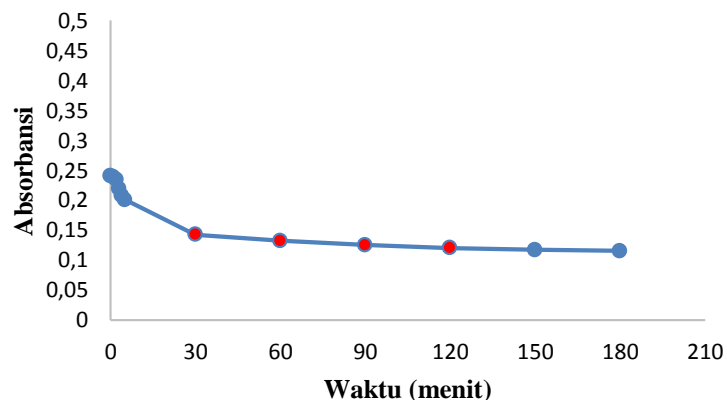
Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa panjang gelombang maksimum untuk senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  yaitu sebesar 557,9 nm. Hasil ini menunjukkan bahwa antara reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) dengan logam  $\text{Pb}^{2+}$  telah terbentuk senyawa kompleks. Hal ini dapat dibuktikan dari perubahan panjang gelombang reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) (Gambar 4.3). Reagen PAN mempunyai gugus Azo, dimana gugus tersebut memiliki elektron bebas dan juga ikatan  $\pi$  yang akan menyebabkan terjadinya transisi elektron dari  $n$  ke  $\pi^*$  dan  $\pi$  ke  $\pi^*$ . Panjang gelombang pada senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , disebabkan adanya transisi dari medan ligan, yaitu transfer muatan dari ligan ke logam (*Ligan to Metal Charge Transfer*). Transisi yang terjadi yaitu dari orbital  $\phi$  pada ligan ke orbital p dari logam.



Gambar 4.5 Transisi elektron dari  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  (Oldenburg, 1993)

#### 4.1.3 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Penentuan waktu kestabilan kompleks dilakukan dengan mengamati absorbansi senyawa kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] pada rentang waktu 0 – 180 menit dengan interval 30 menit. Senyawa kompleks dikatakan stabil apabila absorbansi kompleks pada rentang waktu tertentu tidak mengalami perubahan yang signifikan. Pengukuran waktu kestabilan dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] yaitu 557,9 nm. Panjang gelombang maksimum digunakan untuk memperkecil kesalahan dalam pengukuran. Hasil dari pengukuran dapat dilihat pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Grafik absorbansi kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] dengan variasi waktu

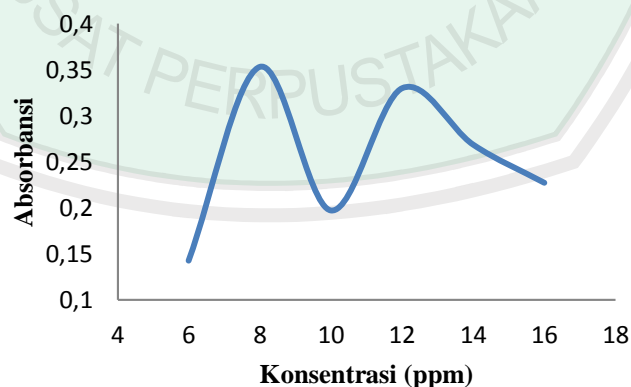
Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa pada menit ke-0 sampai menit ke-5 nilai absorbansi menurun, dan pada menit ke-30 sampai menit ke-120 nilai absorbansi menurun akan tetapi tidak terlalu signifikan, sedangkan pada menit ke-150 dan menit ke-190 nilai absorbansi terjadi penurunan yang signifikan. Diduga bahwa waktu kestabilan untuk kompleks [Pb(PAN)<sub>2</sub>] adalah pada menit ke-30 sampai

menit ke-120, pada waktu tersebut merupakan waktu yang aman untuk dilakukan analisis.

#### 4.1.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN)

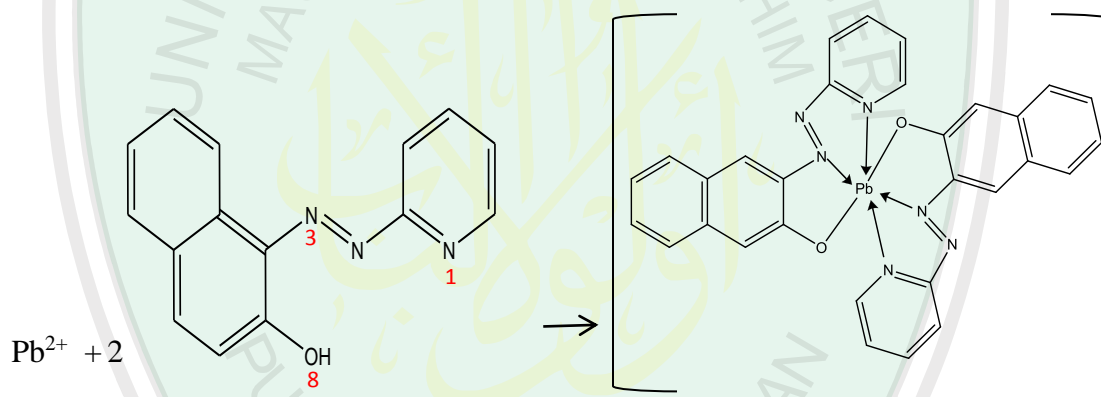
Penentuan konsentrasi optimum reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) dilakukan untuk mengetahui konsentrasi optimum reagen PAN dalam membentuk senyawa kompleks yang paling baik dengan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm. Hal ini didasarkan pada salah satu syarat dalam pembentukan kompleks yaitu dipengaruhi oleh konsentrasi reagen. Penentuan ini dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan reagen PAN yaitu; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; dan 16,0 ppm.

Larutan didiamkan selama 30 menit sebelum dilakukan pengukuran nilai absorbansi. Pengukurannya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan menggunakan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks  $[Pb(PAN)_2]$ . Hasil penentuan konsentrasi optimum ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Grafik Optimasi Konsentrasi reagen PAN dengan variasi konsentrasi

Berdasarkan Gambar 4.7 dapat diketahui bahwa konsentrasi optimum reagen PAN dalam membentuk senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  yaitu pada konsentrasi 8,0 ppm, hal ini ditunjukkan dengan nilai absorbansi tertinggi. Konsentrasi tersebut memiliki perbandingan mol 1:2, dengan artian bahwa logam  $\text{Pb}^{2+}$  akan lebih stabil dengan mengikat 2 senyawa PAN. Hal ini sesuai dengan yang dikatakan oleh Soomro (2009) bahwa perbandingan mol pada senyawa kompleks dengan ligan PAN yaitu  $(\text{ML}_2)$  1:2 lebih stabil. Menurut Starosta, dkk (2014) reagen PAN menjadi ligan tridentat dengan mendonorkan elektron pada atom  $\text{N}_1$ ,  $\text{N}_3$ , dan  $\text{O}_8$  (Starosta, dkk 2014) reaksinya sebagai berikut:

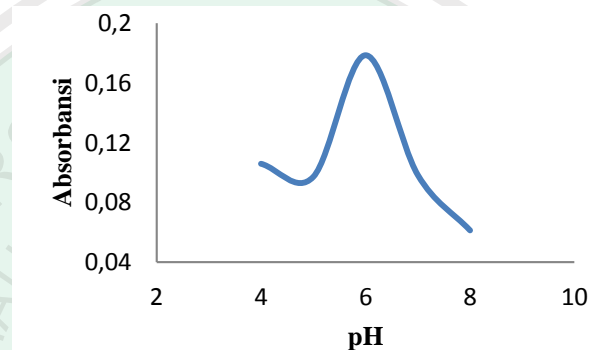


Gambar 4.8 Dugaan Reaksi logam  $\text{Pb}^{2+}$  dengan ligan PAN membentuk senyawa  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$

#### 4.1.5 Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$

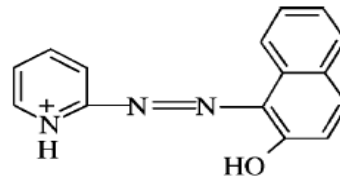
Pembentukan senyawa kompleks sangat dipengaruhi oleh kondisi pH. Penentuan kondisi pH optimum dapat dilakukan dengan menambahkan larutan buffer. Larutan buffer mengandung komponen asam dan basa dengan asam dan basa konjugasinya, sehingga dapat mengikat baik ion  $\text{H}^+$  maupun ion  $\text{OH}^-$ . Penambahan sedikit asam kuat atau basa kuat tidak mengubah pH-nya secara signifikan.

Penentuan pH optimum dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan kompleks dengan penambahan buffer borat dengan variasi kondisi pH 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; dan 8,0. Kemudian larutan didiamkan selama 30 menit. Hasil pengukuran absorbansinya ditunjukkan pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Grafik absorbansi kompleks  $Pb^{2+}$  1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN) terhadap variasi pH

Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa nilai absorbansi menurun pada pH 4,0 dan pH 5,0, kemudian pada pH 6,0 mengalami peningkatan nilai absorbansi, dan selanjutnya pada pH 7,0 dan 8,0 mengalami penurunan kembali. Berdasarkan hasil ini maka senyawa kompleks  $[Pb(PAN)_2]$  dapat stabil menggunakan buffer borat dengan kondisi pH 6,0. Hal ini dapat dilihat berdasarkan nilai absorbansi tertinggi, dan akan menurun pada pH 7,0. Penyebabnya yaitu ion  $Pb^{2+}$  akan membentuk endapan pada suasana basa dan menghasilkan konsentrasi  $Pb^{2+}$  dalam larutan berkurang dan nilai absorbansi menurun, sedangkan dalam pH asam menurut Alizadeh (2002), N pada gugus piridin dalam reagen PAN mengikat  $H^+$  sehingga membentuk senyawa seperti pada Gambar 4.10. Hal ini mengakibatkan pembentukan  $[Pb(PAN)_2]$  tidak stabil dan penurunan nilai absorbansi.



Gambar 4.10 Struktur reagen PAN dalam keadaan asam (Alizadeh, 2002)

#### 4.2 Uji Selektivitas

Uji selektivitas dilakukan untuk mengetahui kemampuan reagen PAN dalam mendeteksi logam  $Pb^{2+}$  dengan adanya logam lain. Logam lain yang berpotensi tinggi mengganggu dalam proses analisis  $Pb^{2+}$  dalam  $[Pb(PAN)_2]$  adalah logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ . Logam-logam ini sering ditemukan bersamaan dengan  $Pb^{2+}$  pada makanan seperti: coklat, daging, hati, usus sapi beserta hasil olahannya. Menurut Marczenko (2000) logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  dan  $Zn^{2+}$  memiliki absorptivitas molar yang lebih besar dari  $Pb^{2+}$  ( $4,9 \times 10^4$ ) yaitu  $7,3 \times 10^4$ ;  $5,2 \times 10^4$ ; dan  $5,6 \times 10^4$ .

Hukum Lambert-Beer menyatakan absorptivitas molar berbanding terbalik dengan nilai absorbansi. Semakin tinggi absorptivitas molar, maka semakin tinggi absorbansi. Selain itu, dapat pula dilihat berdasarkan jari-jari atom pusat, semakin kecil jari-jari atom, jarak antara inti atom dengan elektron semakin dekat, dan ikatannya semakin pendek, menyebabkan interaksi yang terjadi semakin kuat. Jari-jari atom berbanding lurus dengan rapat muatan. Saito (1996) rapat muatan atom pusat (perbandingan muatan dengan jari-jari atom) merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi stabilitas kompleks. Hasil rapat muatan secara berurutan untuk logam  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ , dan  $Pb^{2+}$  dengan jari-jari atomnya 128 pm, 126 pm, 134 pm, dan 175 pm adalah  $0,0156 \text{ pm}^{-1}$ ;  $0,0238 \text{ pm}^{-1}$ ;  $0,0149 \text{ pm}^{-1}$ ; dan  $0,0114 \text{ pm}^{-1}$ .

Menurut hasil rapat muatan tersebut, maka atom pusat yang memiliki stabilitas kompleks yang lebih besar dalam berikatan dengan ligan adalah  $\text{Fe}^{3+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Zn}^{2+} > \text{Pb}^{2+}$ . Oleh karena itu, diduga logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dapat mengganggu pembentukan  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , dan pembacaan absorbansi kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ .

Berdasarkan informasi tersebut, maka dilakukan pengukuran absorbansi terhadap larutan  $\text{Pb}^{2+}$  1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol (PAN), dengan ditambahkan larutan logam  $\text{Cu}^{2+}$ . Adapun perbandingan konsentrasi antara  $\text{Pb}^{2+}$  dengan logam-logam pengganggu ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Zn}^{2+}$ ) adalah masing-masing: 1:1; 1:10; dan 1:100, selanjutnya larutan didiamkan selama 30 menit, dan diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Logam  $\text{Cu}^{2+}$  memberikan perubahan fisik, berupa warna yang terlihat tidak signifikan dalam  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  (Lampiran 8). Hal ini dikarenakan logam  $\text{Cu}^{2+}$  sendiri memberikan warna yang sama dengan logam  $\text{Pb}^{2+}$  terhadap reagen PAN (Lampiran 8), yaitu berwarna merah ungu. Selain itu juga dapat dikarenakan reagen PAN habis bereaksi dengan  $\text{Pb}^{2+}$  sehingga ketika ditambahkan logam  $\text{Cu}^{2+}$  tidak terjadi perubahan warna. Perubahan warna antara  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  dan  $[\text{Cu-PAN}]$  dapat dilihat perbedaannya dari nilai *Mean RGB (Red, Green, Blue)*, yaitu pada  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  99,33 dan untuk  $[\text{Cu-PAN}]$  93. Berdasarkan nilai RGB ini terlihat jelas bahwa warna yang dihasilkan  $[\text{Cu-PAN}]$  hampir sama dengan  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ .

Hasil penambahan logam  $\text{Fe}^{3+}$  terhadap  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  memberikan perubahan warna yaitu dari merah ungu menjadi semakin pudar. Hal ini dikarenakan  $\text{Fe}^{3+}$  bereaksi dengan reagen PAN, selain itu  $[\text{Fe-PAN}]$  mempunyai nilai absorptivitas molar yang lebih besar dibandingkan dengan  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , sehingga menyebabkan

turunnya intensitas warna dari  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ . Hal ini dapat ditunjukkan dari nilai RGB dan juga nilai absorbansi.

Hasil penambahan logam  $\text{Zn}^{2+}$  terhadap  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  menghasilkan perubahan warna yaitu dari merah ungu menjadi merah muda, hal ini dikarenakan  $\text{Zn}^{2+}$  bereaksi dengan reagen PAN, dan juga memiliki absorptivitas molar sebesar  $5,2 \times 10^{-4}$  (Marczenko, 2000), lebih besar dibandingkan dengan absorptivitas molar  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , sehingga menurunkan intensitas warna dari  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ .

Menurut nilai RGB untuk uji selektivitas logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan perbandingan 1:1; 1:10; 1:100, didapatkan nilai yang semakin besar dari nilai  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , yang menandakan warna yang dihasilkan juga semakin cerah. Semakin besar nilai RGB  $= (255, 255, 255)$  maka intensitas warnanya semakin kecil atau semakin mendekati warna putih, dan sebaliknya jika warna RGB  $(0, 0, 0) =$  hitam (Tompunu dan Kusumanto, 2011).

Tabel 4.1 Hasil Pengukuran Uji Selektivitas berdasarkan *Mean* RGB

Logam	Perbandingan	Red (R)	Green (G)	Blue (B)	Mean RGB
$\text{Pb}^{2+}$	1:0	133	53	112	99,33
$\text{Pb}^{2+} : \text{Cu}^{2+}$	1:1	143	95	145	127,667
	1:10	141	90	147	126
	1:100	140	98	144	127,33
$\text{Pb}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$	1:1	148	108	132	129,333
	1:10	144	117	129	130
	1:100	142	112	116	123,333
$\text{Pb}^{2+} : \text{Zn}^{2+}$	1:1	148	99	121	122,666
	1:10	145	95	115	118,333
	1:100	143	46	63	84

Hasil pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada uji selektivitas logam  $\text{Cu}^{2+}$ , dan dengan spektronik pada uji selektivitas logam  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  didapatkan nilai absorbansi seperti pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Absorbansi Uji Selektivitas

Logam	Absorbansi pada perbandingan konsentrasi (ppm)			
	1:0	1:1	1:10	1:100
Pb:Cu		0,2759	0,2809	0,2893
Pb:Fe	0,2916	0,2066	0,2433	0,2833
Pb:Zn		0,2266	0,2533	0,2800

Berdasarkan hasil pengukuran *Mean* RGB (Tabel 4.1), dan nilai absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis dan juga spektronik (Tabel 4.2) dapat diketahui bahwa pada perbandingan 1:1 logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dapat mengganggu pembentukan kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ . Hal tersebut diketahui berdasarkan kenaikan nilai RGB yaitu dari 93 pada  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , dan ketika ditambahkan  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan perbandingan 1:1 menjadi 127,667; 129,333; 122,666. Hasil pengukuran nilai absorbansi didapatkan penurunan nilai absorbansi dari 0,2916 menjadi 0,2759; 0,2066; 0,2266 secara berurutan, ketika ditambahkan dengan logam pengganggu ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ ).

#### 4.2.1 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH, $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ sebagai Pengendap Logam pengganggu

Hasil yang didapat pada 4.2 dapat diketahui bahwa logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  mengganggu pembentukan senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ . Penentuan konsentrasi optimum NaOH, dan  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  dilakukan sebagai perlakuan khusus untuk mengurangi logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ . NaOH dipilih karena dapat mengendapkan  $\text{Cu}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  terlebih dahulu daripada  $\text{Pb}^{2+}$ , hal ini didasarkan perbandingan nilai  $K_{sp}$ . Zumdahl dan Donald (2013) mengatakan bahwa nilai  $K_{sp}$  dari  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3 < \text{Pb}(\text{OH})_2$ , yaitu  $(2 \times 10^{-19}, 6 \times 10^{-38} < 4 \times 10^{-15})$ .

Optimasi NaOH untuk mengendapkan logam  $\text{Cu}^{2+}$  dilakukan dengan variasi konsentrasi 1,0 M; 3,0 M; dan 5,0 M, sedangkan untuk logam  $\text{Fe}^{3+}$  yaitu 0,01; 0,05; dan 0,1 M. Zumdahl dan Donald (2013) menyatakan, bahwa penambahan basa NaOH pada larutan logam akan mengendapkan logam, sehingga larutan disaring dan selanjutnya ditambahkan dengan reagen PAN (Lampiran 8). Absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan spektronik.

Tabel 4.3 Hasil Absorbansi Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH untuk Larutan  $\text{Pb}^{2+} : \text{Cu}^{2+} : \text{NaOH}$  dan  $\text{Pb}^{2+} : \text{Fe}^{3+} : \text{NaOH}$

No	Konsentrasi NaOH (M) untuk $\text{Pb} : \text{Cu} : \text{NaOH}$	Abs	Konsentrasi NaOH (M) untuk $\text{Pb} : \text{Fe} : \text{NaOH}$	Abs
1.	1: 0: 0	0,2916	1: 0: 0	0,2916
2.	1: 1: 0,0 M	0,2737	1: 1: 0,0 M	0,2066
3.	1: 1: 1,0 M	0,3008	1: 1: 0,01 M	0,2866
4.	1: 1: 3,0 M	0,1405	1: 1: 0,05 M	0,2266
5.	1: 1: 5,0 M	0,1344	1: 1: 0,10 M	0,2066

Hasil absorbansi untuk senyawa kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  adalah 0,2916, dapat diketahui bahwa konsentrasi optimum NaOH untuk logam  $\text{Cu}^{2+}$  yang lebih mendekati nilai absorbansi senyawa  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  adalah 1,0 M, dan untuk mengendapkan logam  $\text{Fe}^{3+}$  adalah 0,01 M. Berdasarkan hasil tersebut semakin besar konsentrasi NaOH yang ditambahkan, maka akan menurunkan nilai absorbansi larutan. Hal tersebut dikarenakan semakin banyak NaOH yang mengendapkan ion logam dalam larutan ( $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , dan juga  $\text{Fe}^{3+}$ ).

Logam  $\text{Zn}^{2+}$  dapat dikurangi dengan menambahkan  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,05; dan 0,75 M, kemudian disaring dan ditambahkan reagen PAN. Zumdahl dan Donald (2013) mengatakan bahwa nilai  $K_{sp} \text{Zn}(\text{PO})_4 < \text{Pb}(\text{PO})_4$  yaitu

$9,0 \times 10^{-33} < 6,2 \times 10^{-12}$ , sehingga  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  akan mengendapkan Zn terlebih dahulu, dan dilanjutkan dengan pengukuran absorbansi menggunakan spektrometri.

Tabel 4.4 Hasil Absorbansi Penentuan Konsentrasi Optimum  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  untuk Larutan  $\text{Pb}^{2+} : \text{Zn}^{2+} : \text{Na}_2\text{HPO}_4$

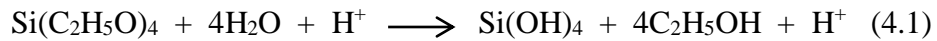
No	Konsentrasi $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ (M)	Absorbansi
	untuk $\text{Pb} : \text{Zn} : \text{Na}_2\text{HPO}_4$	
1.	1: 0: 0	0,2916
2.	1: 1: 0,0 M	0,2266
3.	1: 1: 0,25 M	0,2566
4.	1: 1: 0,50 M	0,2033
5.	1: 1: 0,75 M	0,1866

Berdasarkan Tabel 4.4 konsentrasi optimum  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  untuk mengurangi  $\text{Zn}^{2+}$  adalah 0,25 M. Hal ini dikarenakan pada konsentrasi 0,25 M nilai absorbansi yang dihasilkan lebih mendekati nilai absorbansi  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  yaitu 0,2916.

#### 4.3 Pembuatan Sensor Kimia $\text{Pb}^{2+}$ Bentuk Stik Tes

Pembuatan sensor kimia bentuk stik ini dilakukan dengan menggunakan metode sol gel. Proses pembuatannya yaitu di-*stirrer* selama 24 jam dengan kecepatan 8 rpm campuran akuademin, TEOS, reagen PAN dan HCl.

Penambahan TEOS pada pembuatan sol gel berfungsi sebagai penjebak reagen dalam larutan dan menjadikan larutan campuran menjadi bentuk koloid sol, yang mengalami 2 tahapan reaksi, yaitu: reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Penambahan HCl sendiri berfungsi sebagai katalis asam untuk meningkatkan laju hidrolisis (Gunduz, 2011). Berikut adalah reaksi hidrolisis antara TEOS dengan katalis HCl (Daekim, 1999):



Proses hidrolisis tersebut mengganti seluruh gugus alkoksi pada alkoksida silika menjadi gugus hidroksil, sehingga terbentuk silanol (Yunianti, 2012). Sedangkan untuk reaksi kondensasi dilakukan dengan tujuan membentuk polimer (jaringan terpadu), sehingga larutan reagen (PAN) dapat terjebak di dalamnya. Adapun reaksinya sebagaimana berikut:



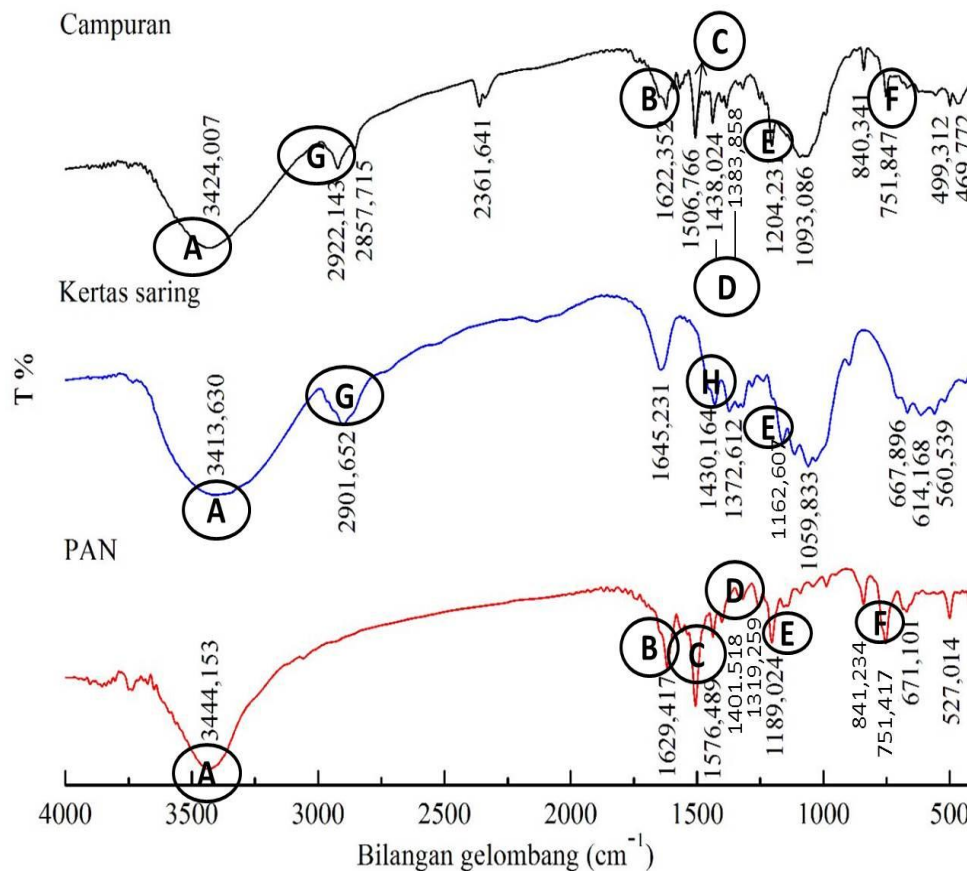
Pada reaksi kondensasi tersebut melibatkan gugus hidroksil pada silanol dalam pembentukan polimer yaitu dengan ikatan siloksan (Si-O-Si) (Fahmiati 2006 dan Fernandez 2011). Setelah larutan homogen, selanjutnya diimpregnasi (dilapisi) ke kertas saring *Whatman*, dan didiamkan selama 24 jam dengan tujuan sensor yang terbentuk kering dan homogen.

Pembuatan stik sensor dilakukan dengan cara kertas saring *Whatman* yang sudah dipotong dengan ukuran 2,0 cm x 2,0 cm, kemudian dilapisi dengan gel, lapisan ditekan dengan kaca dan didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar agar didapatkan lapisan dengan permukaan tipis dan kering. Selanjutnya kertas saring *Whatman* yang sudah dilapisi dan kering ditempelkan pada kertas foto dengan menggunakan *double tape*. Sehingga sensor kimia bentuk stik tes yang dihasilkan seperti pH Universal.

#### 4.4 Uji Interaksi Sensor Stik dengan Spektrofotometer *Infra Red* (FT-IR)

Uji interaksi sensor stik dengan metode Spektrofotometer *Infra Red* (FT-IR) ini bertujuan untuk mengetahui interaksi yang terjadi antara reagen PAN dengan

kertas saring *Whatman* dalam sensor stik. Uji ini dapat diketahui dengan mengidentifikasi gugus fungsi dari rentang bilangan gelombang dan intensitas pada puncak yang muncul. Analisa dengan Spektrofotometer FT-IR ini dilakukan dengan menggunakan metode pellet KBr dan pada bilangan gelombang 4000 – 400  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 4.11 Hasil spektra FT-IR kertas saring *Whatman*-reagen PAN, kertas saring *Whatman*, reagen PAN

Berdasarkan hasil spektra FT-IR pada Gambar 4.11 dapat diidentifikasi gugus fungsi pada reagen PAN adalah:

Tabel 4.5 Hasil uji interaksi menggunakan FT-IR pada reagen PAN

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Gugus Fungsi
Literatur	Hasil Penelitian	
3575 – 3125*	3444,113 (A)	-OH
1615 - 1575*	1629,417 (B)	Ring piridin
1575-1480*	1576,489 (C)	monosubstituen piridin
1477 dan 1384***	1401,518 dan 1319,259 (D)	N=N azo
1400-1000*	1189,024 (E)	C-O (O dari OH)
780-730*	751,417 (F)	subtituen benzena orto

\* Socrates, 2007

\*\*\* Husein, 2008

Tabel 4.5 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang 3444,113 cm<sup>-1</sup>, ring piridin pada bilangan gelombang 1629,417 cm<sup>-1</sup>, monosubstituen piridin (*stretch*) pada bilangan gelombang 1576,489 cm<sup>-1</sup>, N=N azo pada bilangan gelombang 1401,518 dan 1319,259 cm<sup>-1</sup>, C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1189,024 cm<sup>-1</sup>, dan subtituen benzena orto pada bilangan gelombang 751,417cm<sup>-1</sup>.

Hasil uji interaksi menggunakan FT-IR pada kertas saring *Whatman* dapat dilihat pada Tabel 4.6:

Tabel 4.6 Hasil uji interaksi menggunakan FT-IR pada kertas saring *Whatman*

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Gugus Fungsi
Literatur	Hasil Penelitian	
3575 – 3125*	3413,630 (A)	-OH
3000 – 2850*	2901,652 (G)	C-H (sp <sup>3</sup> )
1480 – 1430*	1430,164 (H)	CH <sub>2</sub> -
1400-1000*	1162,607 (E)	C-O (O dari OH)

\* Socrates, 2007

Tabel 4.6 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang 3413,63 cm<sup>-1</sup>, C-H (sp<sup>3</sup>) pada bilangan gelombang 2901,652 cm<sup>-1</sup>, CH<sub>2</sub>-

pada bilangan gelombang 1430,164  $\text{cm}^{-1}$ , dan C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1162,607  $\text{cm}^{-1}$ .

Hasil uji interaksi menggunakan FT-IR pada kertas saring *Whatman*-PAN (Campuran) dapat dilihat pada Tabel 4.7:

Tabel 4.7 Hasil uji interaksi menggunakan FT-IR pada Campuran

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Gugus Fungsi
Socrates, 2007	Hasil Penelitian	
3575 – 3125*	3424,007	(A) -OH
3000 – 2850*	2922,143	(A) C-H ( $\text{sp}^3$ )
1615 - 1575*	1622,352	(B) Ring piridin
1575-1480*	1506.766	(C) monosubstituen piridin
1477 dan 1384***	1438,024 dan 1383,858	(C) N=N azo
1400-1000*	1204,23	(D) C-O (O dari OH)
780-730*	751,847	substituen benzena orto

\* Socrates, 2007  
 \*\* Karipcin, 2007  
 \*\*\* Husein, 2008

Tabel 4.7 menunjukkan adanya gugus -OH (melebar) pada bilangan gelombang 3424,007  $\text{cm}^{-1}$ , C-H ( $\text{sp}^3$ ) pada bilangan gelombang 2922,143  $\text{cm}^{-1}$ , 1622,352  $\text{cm}^{-1}$  ring piridin, 1506.766  $\text{cm}^{-1}$  monosubstituen piridin, N=N azo 1438,024 dan 1383,858  $\text{cm}^{-1}$ , C-O (O dari OH) alkohol sekunder (*stretch*) pada bilangan gelombang 1204,23  $\text{cm}^{-1}$ , dan substituen benzena orto pada bilangan gelombang 751,847  $\text{cm}^{-1}$ .

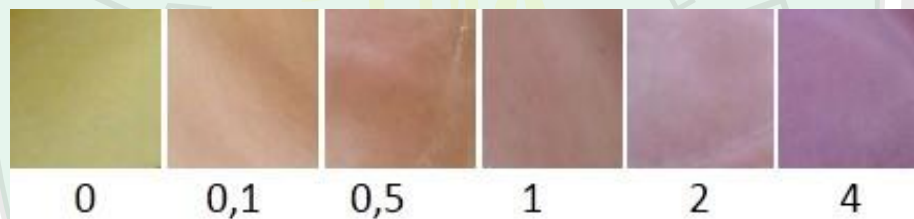
Spektra FT-IR kertas saring *Whatman*-PAN menunjukkan bahwa interaksi yang terjadi antara kertas saring *Whatman* dan reagen PAN adalah interaksi fisik. Hal ini ditunjukkan dengan tidak terdapatnya puncak baru yang muncul.

#### 4.5 Waktu Respon

Waktu respon ini dilakukan untuk mengetahui waktu pertama kali sensor stik mengalami perubahan warna. Hal tersebut disebabkan adanya reaksi antara reagen PAN dengan analit ( $\text{Pb}^{2+}$ ). Proses penentuan waktu respon yaitu, dengan uji sensor stik ke dalam larutan analit  $\text{Pb}^{2+}$ . Warna pertama kali muncul setelah 30 detik.

#### 4.6 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap Berbagai Konsentrasi

Deret intensitas warna dibuat dengan variasi konsentrasi larutan  $\text{Pb}^{2+}$  sebesar 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; dan 4,0 ppm, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Deret Intensitas Warna Senyawa Kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$ , dengan variasi konsentrasi  $\text{Pb}^{2+}$

Berdasarkan Gambar 4.12 dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi  $\text{Pb}^{2+}$ , maka akan semakin meningkat intensitas warna yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan semakin banyak  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  yang terbentuk. Deret intensitas ini selanjutnya dapat digunakan untuk analisis kandungan  $\text{Pb}^{2+}$  secara kualitatif dan semikuantitatif.

#### 4.7 Uji Selektivitas Sensor Kimia Stik terhadap Logam $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Fe}^{3+}$ , dan $\text{Zn}^{2+}$ menggunakan Reagen PAN dalam Perspektif Islam.

Manusia merupakan makhluk paling sempurna dibanding makhluk lainnya. Kesempurnaan dilihat dari sisi kelebihan manusia, yaitu akal. Akal dianugerahkan Tuhan kepada manusia karena pada dasarnya manusia memiliki hak kebebasan yang tidak terbatas tapi tetap dengan penuh tanggung jawab. Melalui akal manusia dapat menjadi makhluk yang paling mulia melebihi Malaikat atau menjadi makhluk yang paling hina melebihi Iblis. Semua itu tergantung pada kepatuhan manusia terhadap petunjuk Tuhannya. Dengan akal, Umat Islam diperintahkan untuk memikirkan ciptaan Allah SWT, yang berada di langit, di bumi, dan apa yang berada diantara keduanya. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Ali Imran : 190 – 191, yang artinya:

*“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal. (Yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.”*

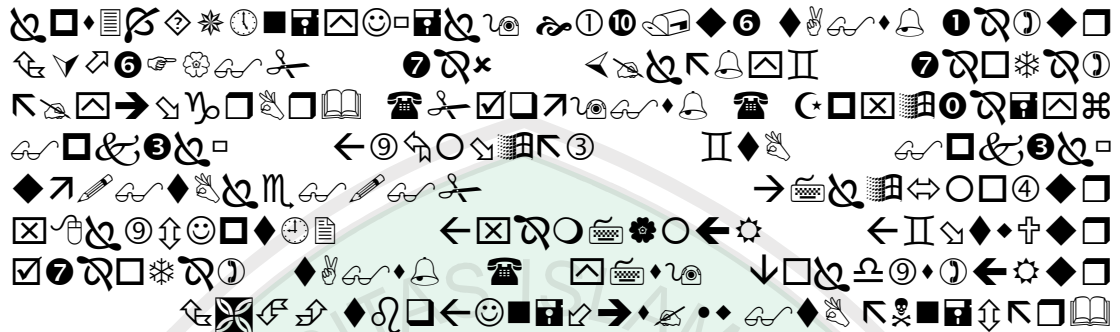
Dan Allah SWT menegaskan kembali dalam surat Shaad : 27



*“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.”*

Salah satu bentuk berfikir terhadap ciptaan Allah SWT, adalah sensor kimia stik yang merupakan metode baru dalam mengidentifikasi adanya logam  $\text{Pb}^{2+}$ . Manusia satu-satunya makhluk ciptaan Allah yang diistimewakan, sehingga Allah

SWT memilih manusia sebagai *Khalifah fii al-ardhi* dengan misi ibadah dan memelihara bumi beserta isinya. Sebagaimana firman Allah surat Al-Baqarah : 30



*"Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal Kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui."*

Menurut tafsir Jalalain, kedudukan manusia di muka bumi ini adalah sebagai khalifah Allah, yang mewakilinya dalam melaksanakan hukum-hukum atau peraturan-peraturanNya kepada Adam. Manusia diberi tugas untuk memelihara dan melestarikan alam, mengambil manfaat, serta mengelolah kekayaan alamnya sehingga terwujud kesejahteraan segenap manusia.

Manusia sebagai khalifah juga memiliki kewajiban untuk *"Amar Ma'ruf Nahi Munkar"*, yaitu tanggung jawab untuk mengubah suatu kondisi sesuai dengan kemampuan masing-masing. Seorang penguasa bisa merubah dengan tangannya, dan seorang pelajar dapat mengaplikasikan ilmunya. Sebagaimana hadist yang diriwayatkan oleh Muslim:

عَنْ أَبِي سَعِيدٍ الْخُدْرِيِّ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ قَالَ : سَمِعْتُ رَسُولَ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ يَقُولُ : مَنْ رَأَى مِنْكُمْ مُنْكَرًا فَلْيُغَيِّرْهُ بِيَدِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِلِسَانِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِقَلْبِهِ وَذَلِكَ أَضْعَفُ الْإِيمَانِ

*“Dari Abi Sa’id Al-Khudlari radhiyallahu ‘anhu dia berkata : Saya mendengar Rasulullah shallallahu ‘alaihi wasallam bersabda: “ Barangsiapa diantara kamu yang melihat kemungkaran maka hendaklah ia mengubahnya dengan tangannya, jika ia tidak mampu maka dengan lidahnya, jika tidak mampu maka dengan hatinya dan itulah (mengubah kemungkaran dengan hati) selemah-lemah iman “ (HR.Muslim).*

Pembuatan sensor kimia stik terhadap logam  $Pb^{2+}$  merupakan upaya untuk ber *amar ma’ruf nahi munkar*, yaitu upaya pelajar dalam mengaplikasikan ilmunya. Sehingga dapat bermanfaat bagi masyarakat. Dengan adanya sensor kimia ini, bahaya dari logam  $Pb^{2+}$  dapat dideteksi sejak dini, dan selanjutnya dihindari. Upaya ini diharapkan dapat meminimalkan dampak bahaya pada masyarakat, dari logam  $Pb^{2+}$ , *Wallahu a’lam.*

## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Pada pembentukan senyawa  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]$  konsentrasi optimum reagen *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) adalah 8,0 ppm, dengan pH optimum 6,0. Hasil waktu kestabilan senyawa kompleks  $\text{Pb}^{2+}$  *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol* (PAN) adalah 30 sampai 120 menit.
2. Karakteristik sensor kimia  $\text{Pb}^{2+}$  dengan reagen PAN dapat ditinjau dari 2 aspek yaitu: selektivitas, dan waktu respon. Selektivitas sensor  $\text{Pb}^{2+}$  dengan PAN terganggu oleh keberadaan logam ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ ). Sensor kimia dengan reagen PAN memberikan respon setelah 30 detik terhadap logam  $\text{Pb}^{2+}$ .

### 5.2 Saran

1. Metode lain yang dapat digunakan untuk mengurangi logam  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$  adalah metode penopengan (*masking agent*) menggunakan reagen Kalium Sianida.
2. Sensor kimia  $\text{Pb}^{2+}$  perlu ditentukan uji kemampuan lanjutan seperti: presisi, akurasi, limit deteksi, sensitivitas, dan juga cara penyimpanan sensor agar tidak mudah rusak.

3. Penentuan absorbansi pada senyawa kompleks yang masing-masing memberikan warna, disarankan untuk melakukan pengukuran absorbansi pada masing-masing senyawa pembentuk, sehingga didapatkan absorbansi terkoreksi.



## DARTAR PUSTAKA

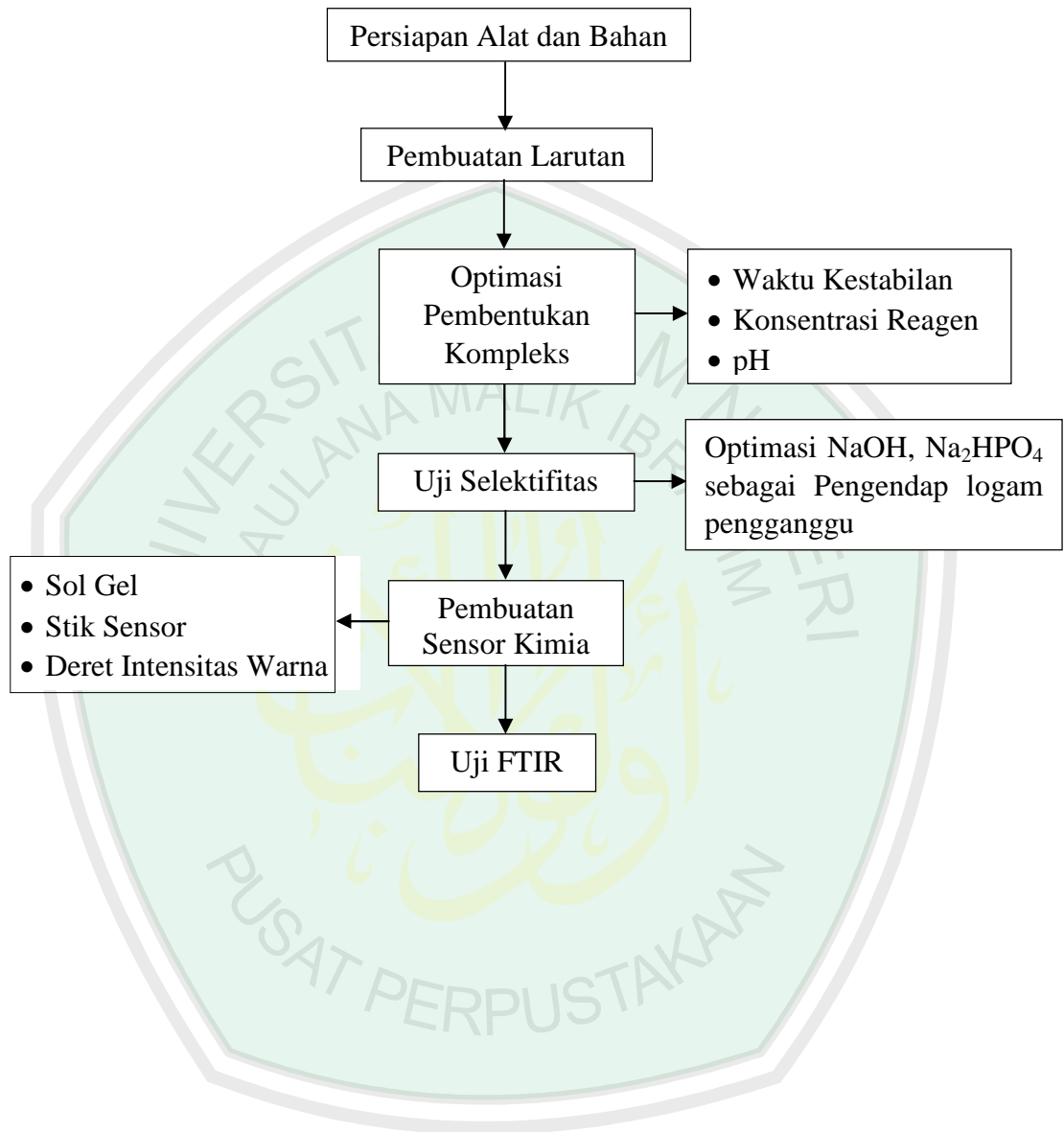
- Anderson, R. G., dan Nickless, G. 1967. The Analyst Heterocyclic Azo Dyestuffs in Analytical Chemistry A Review. *View Article Online/Journal Homepage/Table Of Contents for this issue*. Vol 92, No. 1093
- Alizadeh, N., dan Moemeni, A. 2002. Poly(Vinyl chloride)-membrane ion-selective bulk optode based on 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 and 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol for  $\text{Cu}^{2+}$  and  $\text{Pb}^{2+}$  ions. *Analytica Chimica Acta* 464 (2002)187-196
- Agustini, I. 2010. Sensor kimia Membran Selulosa Asetat/1-(2-piridilazo)2-naftol (PAN) untuk Analisis ion  $\text{Pb}^{2+}$ . *Skripsi*. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga: Surabaya.
- Banerjee, S. 2009. Acute Copper Toxicity in Garole Sheep – A Case Study. *World Applied Sciences Journal*. Volume 7, Nomor 12: 1547 – 1551.
- Brinker, C. J., dan George, W. S. 1990. *SOL-GEL SCIENCE: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego: ACADEMIC PRESS, INC
- Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, Cetakan Pertama. UI Press: Jakarta.
- Darmono. 1998. Konsentrasi Logam (Cu, Zn, Pb, Cd) dalam Daging Sapi dan Hasil Olahannya. *Prosiding Seminar Hasil-Hasil Penelitian Veteriner: 207-212*
- Daekim, G. Dong-A, L., Ji-Wong, M., Jae Dong, K., dan Ji-Ae, P. 1999. Synthesis and Application of TEOS/ PDMS Hybrid Material by the Sol-Gel Process. *Applied Organometallic Chemistry*. Nomor 13: 361 - 372
- De Palma, Jr. 1978. *Drill's Pharmacology In Medicine, 4<sup>th</sup> edition*. New York: The Max Millan Publishing Company Inc.
- Dwiloka, B., Rasana'e, D., dan Rianto, E. (2006). Kandungan Logam Berat pada Hati dan Usus Sapi yang dipelihara di TPA JATIBARANG Semarang Setelah direbus dengan Daun Kumis Kucing (*Ortosiphon stamineus* Benth). *Risalah Seminar Ilmiah. Aplikasi Isotop Dan Radiasi*, 2, 33–42.
- Effendy. 2007. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Bayumedia Publishing: Malang.
- Fahmiati, N. dan Narsito. 2006. Termodinamika Adsorpsi Cd(II), Ni(II), dan Mg(II) pada Silika Gel yang Terimobilisasi Merkapto-1,2,4-triazol. *Indo. J. Chem*. Volume 6. Nomor 1: 52 - 55
- Fernandez, B. R. 2011. Sintesis Nanopartikel. *Makalah Universitas Andalas Padang*.

- Gunduz, B. C., dan Yakuphanoglu, F. 2011. *Quality Controlling of SiO<sub>2</sub> Thin Films by Sol-Gel Method*. 6<sup>th</sup> Internasional Advanced Technologies Symposium (IATS'11), 16-18 May 2011, Elanzg, Turkey
- Gunawan, B. 2010. *Teknologi Sensor*, Program Studi teknik Elektro, Universitas Muria Kudus
- Handarsari, H., dan Agustini, S. 2010. Analisis kadar zat gizi, uji cemaran logam dan organoleptik pada bakso dengan substituen ampas tahu. *Prosiding seminar nasioanl unimus 2010*. ISBN;978.979.704.883.9
- 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.
- Kuswandi, B. 2010. *Sensor Kimia Teori, Praktek, dan Aplikasi*. Jember: Jember University Press.
- Lalena, J. N., David A. C, Everett E. C., dan Nancy F. D. 2008. *Inorganic Materials Synthesis and Fabrication*. Canada: WILEY-INTERSCIENCE.
- Lu, F. C. 1995. *Toksikologi Dasar (Asas, organ Sasaran & Penilaian Resiko)*, edisi 2. Penerbit Universitas Indonesia: Jakarta.
- Marczenko, Z., dan Maria, B. 2000. *Separation, Preconcentration, and Spectrophotometry in Inorganic Analysis*. Amsterdam: Elsevier Science B. V.
- Miessler, G., dan Donald A.Tarr.1998. *Inorganic chemistry, second edition*. New Jersey: hlm 312 – 331
- Milea, C. A, dan Bogatu, C. 2011. The Influence of Parameters in Silica Sol-Gel Process. *Bulletin of Transilvania University of Brasov: Engineering Sciences*, 4(1), 59–66
- Murniasih, S., dan Agus, T. 2013. Evaluasi Hg, Cd, Co, Cr, Dan As dalam Sampel Produk Agroindustri Berdasarkan Keputusan BPOM Dan ADI (Accept Daily Intake). *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*. Vol. 16 No. 1, 26 - 37
- Morrison, G. H., dan Freiser, H. 1957. *Solvent Extraction In Analytical Chemistry*. John Willey And Sons Inc. New York

- Qardhawi, Y. 2000. *Halal dan Haram*. Rabbani Press. Jakarta
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta: Jakarta.
- Poedjiadi, A., dan Titin, S. 2006. *Dasar-Dasar Biokimia*. Jakarta: UI-Press.
- Rahmatulloh, A. 2011. Sensor Kimia untuk Mendeteksi Kromium (VI) dalam Air Limbah Elektroplating Menggunakan Reagen *Diphenylcarbazide*. *Skripsi*. Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga: Surabaya.
- Saito, T. 1996. *Kimia Anorganik*, diterjemahkan oleh Prof. Dr. Ismunandar. Iwanami Shoten, Publishers: Tokyo
- Sarawati, M. A. 2011. Pembuatan dan Karakterisasi Sensor Kimia Impregnasi PAN (1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol) pada Membran Kitosan Untuk Analisis Ion  $Pb^{2+}$ . *Skripsi*. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga: Surabaya.
- Suwanto, S. 2006. Studi Kinerja Optoda dari Oktitrietoksisilan dan Aminopropiltrimetoksisilan dengan Kromionofor 4-(2-Piridilazo)Resorcinol untuk Sensor Optik Ion Logam Cu(II) dan Cd(II). *Skripsi*. Surakarta: FMIPA Universitas Sebelas Maret. *MAKARA SAINS*.
- Sunardi. 2006. *116 Unsur Kimia*. Bandung: Yrama Widya
- Soemirat, J. 2003. *Toksikologi Lingkungan*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- SNI 7387:2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam dalam Pangan*. SNI (Standar Nasional Indonesia)
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah : Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati
- Shriner, R.L., Capsi, A., Roberts, B.W. 1998. *The Systematic Identification of Organic Compound*. John Willey and sons Inc: New York.
- Socrates, G. 2007. *Infrared Characteristic Group Frequencies*. New York: John Willey and Sons.
- Soomro, G.A. 2004. Spectrophotometric determination of metals with suitable chelating agents in micellar media. *Thesis*. Department of chemistryshah abdul latif university, khairpurmir's sindh, Pakistan
- Starosta, R., Nitek W., Komarnicka U.K., Stochel G., dan Kyziol A. 2014. Synthesis and Characterization of Copper (I) coordination compounds with (1-(2-pyridylazo)-2-naphthol) and (4-(2-pyridylazo) resorsinol. *Polyhedron*. Vol.68, hlm. 357-364

- Tompunu, A. N., dan Kusumanto, R. D. 2011. Pengolahan citra digital untuk mendeteksi obyek menggunakan pengolahan warna model normalisasi RGB. *Seminar Nasional Teknologi dan Informasi Terapan*.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R. 2008. “*Efek Toksik Logam*” Pencegahan dan penanggulangan pencemaran. Penerbit ANDI Yogyakarta.
- Willard, Hobart H., Lynnel Merrit, Jr., John A. dan Dean. 1974. *Instrumental Method of Analysis, 4th edition*, Litton Educational Publishing, Inc., New York.
- 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
- Zumdahl, S. S., Donald J., DeCoste. 2013. *Chemical Principles, Seventh Edition*. Canada: Nelson Education.

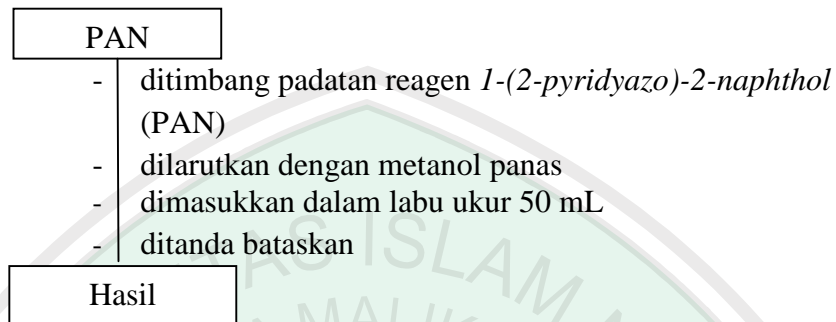
**Lampiran 1: Rancangan Penelitian**



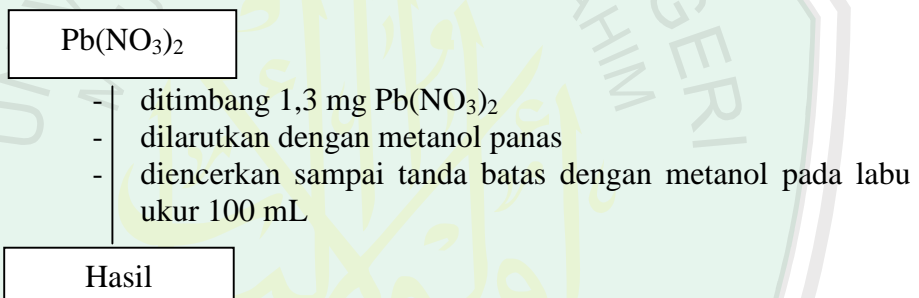
## Lampiran 2: Skema Kerja Penelitian

### 1. Penyiapan Larutan

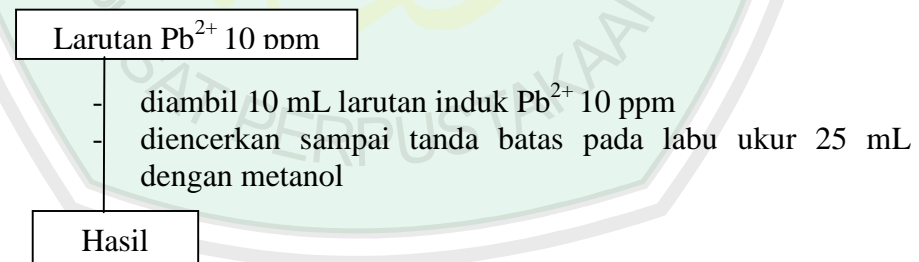
#### 1.1 Pembuatan Reagen *1-(2-pyridylazo)2-naphthol* (PAN) 0,1 %



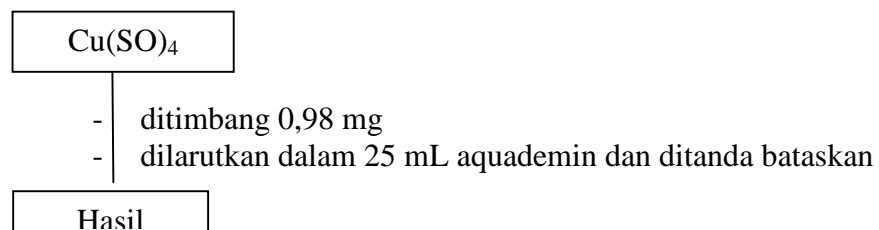
#### 1.2 Pembuatan Larutan Induk $\text{Pb}^{2+}$ 10,0 ppm



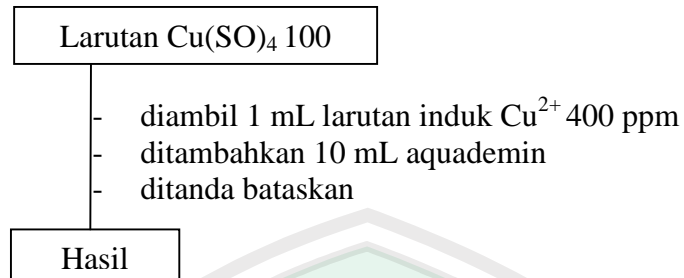
#### 1.3 Pembuatan Larutan kerja $\text{Pb}^{2+}$ 4,0 ppm



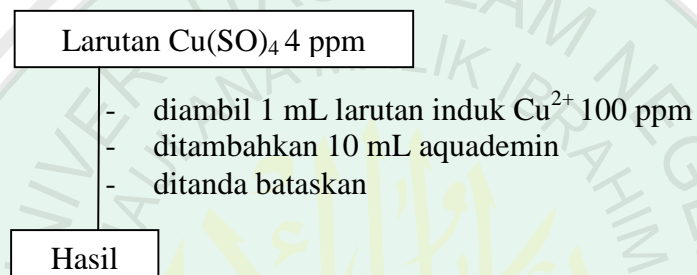
#### 1.4 Pembuatan Larutan Induk $\text{Cu}^{2+}$ 400 ppm



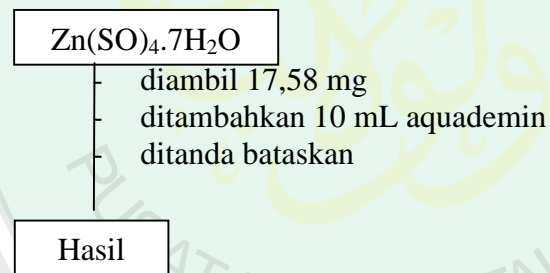
### 1.5 Pembuatan Larutan Kerja $\text{Cu}^{2+}$ 40 ppm



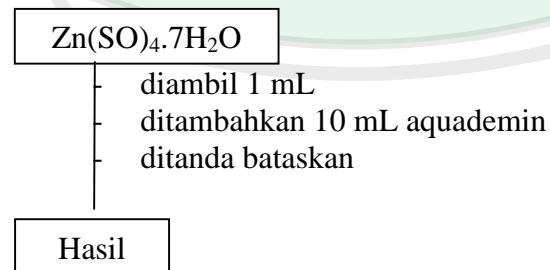
### 1.6 Pembuatan Larutan Kerja $\text{Cu}^{2+}$ 4,0 ppm

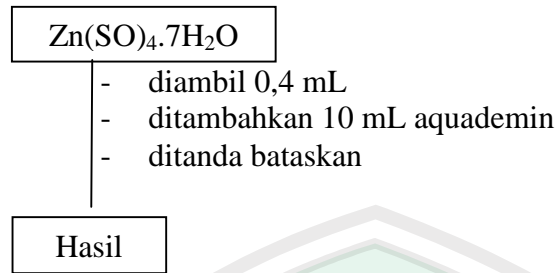
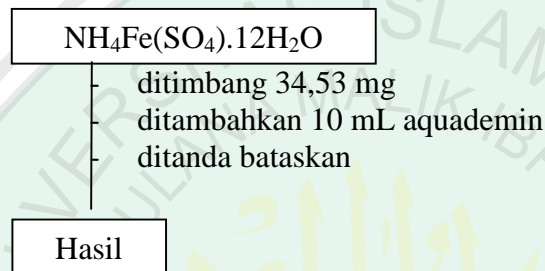
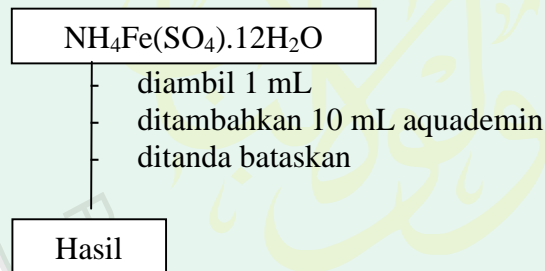
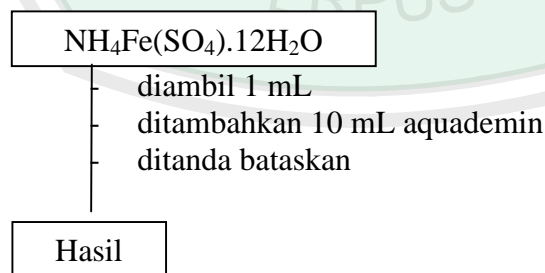


### 1.7 Pembuatan Larutan Induk $\text{Zn}^{2+}$ 400 ppm



### 1.8 Pembuatan Larutan Induk $\text{Zn}^{2+}$ 40 ppm



**1.9 Pembuatan Larutan Induk  $Zn^{2+}$  4,0 ppm****1.20 Pembuatan Larutan Induk  $Fe^{3+}$  400 ppm****1.21 Pembuatan Larutan Induk  $Fe^{3+}$  40 ppm****1.21 Pembuatan Larutan Induk  $Fe^{3+}$  4,0 ppm**

## 2. Parameter Analitik

### 2.1 Penentuan panjang gelombang maksimum reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol*

PAN 8,0 ppm

- diambil 3,0 mL reagen *1-(2-pyridyazo)-2-naphthol* dengan konsentrasi 8,0 ppm
- dimasukkan ke dalam tabung reaksi
- ditentukan panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis pada daerah visible 380 – 800 nm

Hasil

### 2.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks $Pb^{2+}$ -*1-(2-pyridyazo)-2-naphthol*(PAN)

$Pb^{2+}$  4,0 ppm

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

Hasil

### 2.3 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks $Pb^{2+}$ -*1-(2-pyridyazo)-2-naphthol*(PAN)

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

#### 2.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen *1-(2-piridilazo) -2-naphthol* (PAN)

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

Hasil

#### 2.5 Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks $Pb^{2+}$ -*1-(2-pyridyazo)2-naphthol*

PAN 8,0ppm

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. Uji Selektivitas

#### a. Logam Pengganggu $\text{Cu}^{2+}$

$\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm

dipipet 2,0 mL  
 dimasukkan ke dalam 3 tabung reaksi berbeda  
 ditambahkan larutan  $\text{Cu}^{2+}$  dengan perbandingan konsentrasi  
 $\text{Pb}^{2+} : \text{Cu}^{2+}$  1:1; 1:10; 1:100  
 ditambahkan 2,0 mL reagen PAN 8,0 ppm  
 ditambahkan 2,0 mL larutan buffer borat  
 didiamkan selama 30menit  
 diukur nilai absorbansi masing-masing larutan dengan  
 Spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{maks}}$  557,9 nm.  
 Hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi  
 campuran  $\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm tanpa  
 penambahan logam pengganggu  $\text{Cu}^{2+}$

Hasil

#### b. Logam Pengganggu $\text{Fe}^{3+}$

$\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm

dipipet 2,0 mL  
 dimasukkan ke dalam 3 tabung reaksi berbeda  
 ditambahkan larutan  $\text{Cu}^{2+}$  dengan perbandingan konsentrasi  
 $\text{Pb}^{2+} : \text{Fe}^{3+}$  1:1; 1:10; 1:100  
 ditambahkan 2,0 mL reagen PAN 8,0 ppm  
 ditambahkan 2,0 mL larutan buffer borat  
 didiamkan selama 30menit  
 diukur nilai absorbansi masing-masing larutan dengan  
 Spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{maks}}$  557,9 nm.  
 Hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi  
 campuran  $\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm tanpa  
 penambahan logam pengganggu  $\text{Fe}^{3+}$

Hasil

**c. Logam Pengganggu  $Zn^{2+}$**

$Pb^{2+}$  4,0 ppm

dipipet 2,0 mL  
 dimasukkan ke dalam 3 tabung reaksi berbeda  
 ditambahkan larutan  $Cu^{2+}$  dengan perbandingan konsentrasi  
 $Pb^{2+}: Zn^{2+}$  1:1; 1:10; 1:100  
 ditambahkan 2,0 mL reagen PAN 8,0 ppm  
 ditambahkan 2,0 mL larutan buffer borat  
 didiamkan selama 30menit  
 diukur nilai absorbansi masing-masing larutan dengan  
 Spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{maks}$  557,9 nm.  
 Hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi  
 campuran  $Pb^{2+}$  4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm tanpa  
 penambahan logam pengganggu  $Zn^{2+}$

Hasil

**3.1 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH,  $Na_2HPO_4$  sebagai Pengendap Logam pengganggu**

**a. NaOH untuk Logam  $Cu^{2+}$**

$Pb^{2+}$  4,0 ppm

- diambil 4,0 mL
- ditambahkan 4,0 mL  $Cu^{2+}$  4,0 ppm, dan dimasukkan dalam beaker glas
- ditambahkan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 1,0 M; 3,0 M; dan 5,0 M dan diaduk
- disaring dengan kertas saring whatman

Fitrat

ditambahkan dengan 4,0 mL reagen PAN 8,0 ppm  
 didiamkan selama 30 menit  
 diukur nilai absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis  
 hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi  
 larutan  $Pb^{2+}$  4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm

Hasil

**b. NaOH untuk Logam Fe<sup>3+</sup>**

Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm

- diambil 4,0 mL
- ditambahkan 4,0 mL Fe<sup>3+</sup> 4,0 ppm, dan dimasukkan dalam beaker glas
- ditambahkan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 0,01 M; 0,05 M; dan 0,1 M dan diaduk
- disaring dengan kertas saring whatman

Fitrat

- ditambahkan dengan 4,0 mL reagen PAN 8,0 ppm
- didiamkan selama 30 menit
- diukur nilai absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis
- hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm

Hasil

**c. Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> untuk Logam Zn<sup>2+</sup>**

Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm

- diambil 4,0 mL
- ditambahkan 4,0 mL Fe<sup>3+</sup> 4,0 ppm, dan dimasukkan dalam beaker glas
- ditambahkan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 0,01 M; 0,05 M; dan 0,1 M dan diaduk
- disaring dengan kertas saring whatman

Fitrat

- ditambahkan dengan 4,0 mL reagen PAN 8,0 ppm
- didiamkan selama 30 menit
- diukur nilai absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis
- hasil absorbansi dibandingkan dengan nilai absorbansi larutan Pb<sup>2+</sup> 4,0 ppm dan reagen PAN 8,0 ppm

Hasil

#### 4. Pembuatan Sensor Kimia Pb<sup>2+</sup> Bentuk Stik Tes

Akuademin

dipipet 2,76 mL  
ditambahkan 3,0 mL TEOS 98%  
ditambahkan 3,0 mL reagen PAN 8,0 ppm  
ditambahkan 0,2 mL HCl 0,03 M dan di-*stirrer* selama 24 jam

Hasil

Kertas Saring Whatman

dipotong dengan ukuran 2,0 x 2,0 cm  
dilapiskan dengan sol-gel yang sudah mengandung reagen *1-(2-piridilazo) -2-naphthol*(PAN)  
ditekan dengan kaca dan didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar  
ditempelkan pada kertas foto ukuran 2,0 x 6,0cm dengan *double tape*

Hasil

#### 4.3 Pembuatan Deret Intensitas Warna Terhadap berbagai Konsentrasi

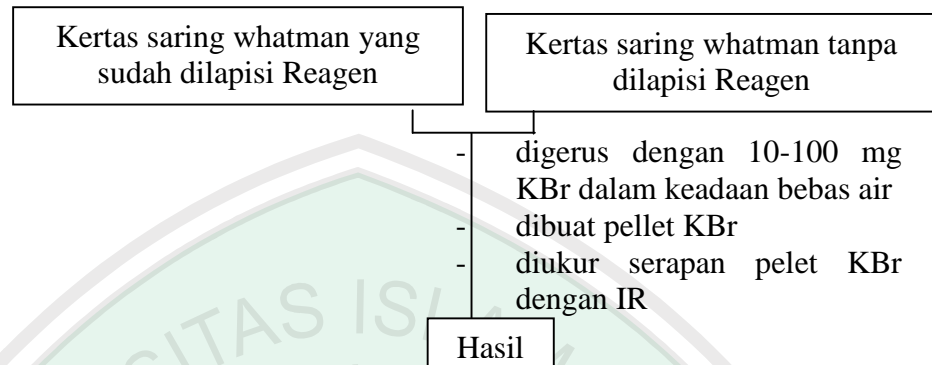
Kertas Saring Whatman

diuji ke dalam larutan standar Pb<sup>2+</sup> 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; dan 4,0 ppm  
difoto warna yang terbentuk, dan dilakukan replikasi sebanyak 3 kali

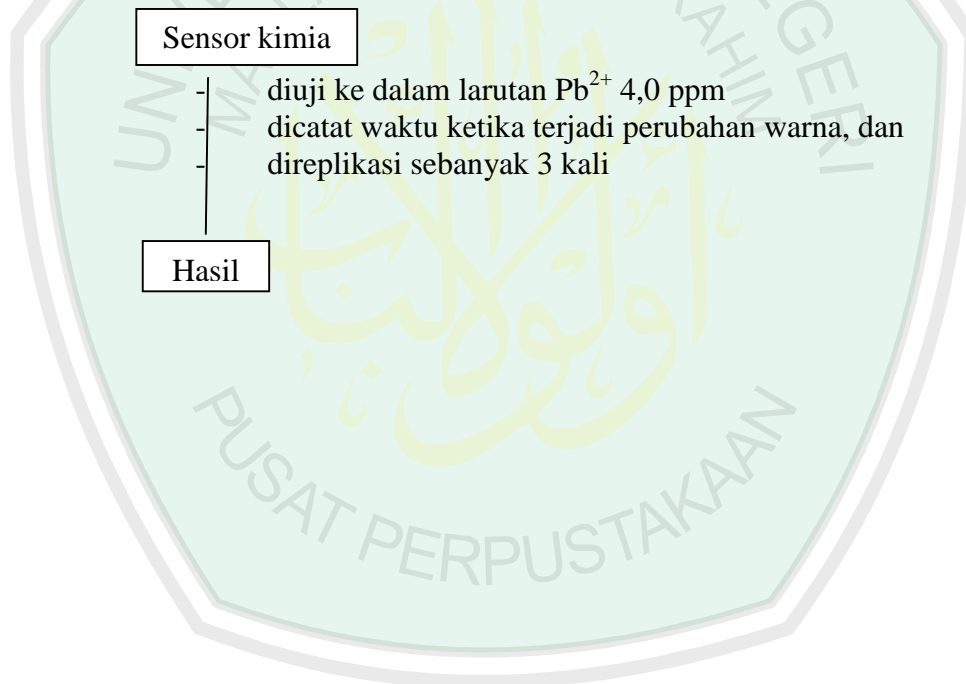
Hasil

#### 4.4 Uji Interaksi sensor stik dengan Metode Spektroskopi Infra Red

(IR)



#### 4.5 Waktu Respon



### Lampiran 3: Perhitungan (Preparasi Bahan)

#### 1. Pembuatan Larutan Induk *1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol*(PAN) 0,1%

Diketahui:  $V = 100 \text{ mL}$

$M = 0,1 \%$

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

$$\begin{aligned} \text{Jawab : } 0,1 \% &= \frac{w}{100 \text{ mL}} \\ w &= 0,1 \% \times 100 \text{ mL} \\ w &= 0,1 \text{ g} \end{aligned}$$

Cara pembuatan larutan reagen *1-(2-pyridylazo)2-naphthol* (PAN) 0,1 % adalah ditimbang 0,1 gram dan ditanda bataskan dengan metanol hingga volume 100 mL.

#### PAN 0,1% dalam 50 mL

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

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

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

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

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

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

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

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

$$\text{PAN } 0,1\% = 1250 \text{ ppm}$$

#### 2. Pembuatan Larutan Kerja PAN 6,0 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 6,0 ppm adalah dipipet 0,12 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**3. Pembuatan Larutan Kerja PAN 8,0 ppm**

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

$$1250 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

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

Cara pembuatan larutan PAN 8,0 ppm adalah dipipet 0,64 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**4. Pembuatan Larutan Kerja PAN 10,0 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 10,0 ppm adalah dipipet 0,2 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**5. Pembuatan Larutan Kerja PAN 12,0 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 12,0 ppm adalah dipipet 0,24 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**6. Pembuatan Larutan Kerja PAN 14,0 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 14,0 ppm adalah dipipet 0,28 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**7. Pembuatan Larutan Kerja PAN 16,0 ppm**

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

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

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

Cara pembuatan larutan PAN 16,0 ppm adalah dipipet 0,32 mL larutan induk PAN 0,1% (1250 ppm), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

### 8. Pembuatan Larutan Induk Pb<sup>2+</sup> 100 ppm

Larutan Pb<sup>2+</sup> 100 ppm sebanyak 50 mL

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

$$100 \text{ ppm} = \frac{w}{0,05 \text{ L}}$$

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



$$n \text{ Pb}(\text{NO}_3)_2 \approx n \text{ Pb}^{2+}$$

$$\frac{w \text{ Pb}(\text{NO}_3)_2}{M_r} = \frac{w(\text{mg})}{A_r}$$

$$\frac{w \text{ Pb}(\text{NO}_3)_2}{331,2 \text{ g/mol}} = \frac{2,0 \text{ mg}}{207,2 \text{ g/mol}}$$

$$w \text{ Pb}(\text{NO}_3)_2 = 3,19 \text{ mg}$$

Cara pembuatan larutan Pb<sup>2+</sup> 100 ppm adalah ditimbang 3,19 mg Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dan ditandabatkan dengan metanol hingga 50 mL.

### 9. Pembuatan Larutan Kerja Pb<sup>2+</sup> 10,0 ppm

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan Pb<sup>2+</sup> 10,0 ppm adalah dipipet 2,5 mL larutan induk Pb<sup>2+</sup> 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

### 10. Pembuatan Larutan Kerja Pb<sup>2+</sup> 0,1 ppm dari 10 ppm

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 0,1 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Pb}^{2+}$  1 ppm adalah dipipet 0,25 mL larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$  10 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**11. Pembuatan Larutan Kerja  $\text{Pb}^{2+}$  0,5 ppm dari 10 ppm**

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 0,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Pb}^{2+}$  0,5 ppm adalah dipipet 1,25 mL larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$  10 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**12. Pembuatan Larutan Kerja  $\text{Pb}^{2+}$  1,0 ppm dari 10 ppm**

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Pb}^{2+}$  1,0 ppm adalah dipipet 2,5 mL larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$  10 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**13. Pembuatan Larutan Kerja  $\text{Pb}^{2+}$  2,0 ppm dari 10 ppm**

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

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Pb}^{2+}$  2,0 ppm adalah dipipet 5 mL larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$  10 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

**14. Pembuatan Larutan Kerja  $\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm dari 100 ppm**

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

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Pb}^{2+}$  4,0 ppm adalah dipipet 1 mL larutan induk  $\text{Pb}^{2+}$  100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan metanol.

### 15. Pembuatan Larutan Kerja $\text{Cu}^{2+}$ 400 ppm

Larutan  $\text{Cu}^{2+}$  400 ppm sebanyak 25 mL

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

$$400 \text{ ppm} = \frac{w}{0,025 \text{ L}}$$

$$w \text{ Cu}^{2+} = 10 \text{ mg}$$



$$n \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad n \text{ Cu}^{2+}$$

$$\frac{w \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{w \text{ Cu}^{2+}}{\text{Ar}}$$

$$\frac{w \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{249,68 \text{ g/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{63,55 \text{ g/mol}}$$

$$w \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 39,28 \text{ mg}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Cu}^{2+}$  400 ppm adalah ditimbang 39,28 mg  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dan ditandabatkan dengan akuademin hingga 25 mL.

### 16. Pembuatan Larutan Induk $\text{Cu}^{2+}$ 40 ppm

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

$$400 \text{ ppm} \times V_1 = 40 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Cu}^{2+}$  40 ppm adalah dipipet 1 mL larutan induk  $\text{Cu}^{2+}$  400 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

### 17. Pembuatan Larutan Kerja $\text{Cu}^{2+}$ 4,0 ppm

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

$$40 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Cu}^{2+}$  4,0 ppm adalah dipipet 1 mL larutan kerja  $\text{Cu}^{2+}$  40 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

**18. Pembuatan Larutan Kerja  $Zn^{2+}$  400 ppm**

Larutan  $Zn^{2+}$  400 ppm sebanyak 10 mL

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

$$400 \text{ ppm} = \frac{w}{0,010 \text{ L}}$$

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



$$n \text{ ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \quad n \text{ Zn}^{2+}$$

$$\frac{w \text{ ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{M_r}$$

Mr

$$= \frac{w \text{ Zn}^{2+}}{A_r}$$

$$\frac{w \text{ ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{287,62 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = \frac{4 \text{ mg}}{65,41 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$w \text{ ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 17,58 \text{ mg}$$

Cara pembuatan larutan  $Zn^{2+}$  400 ppm adalah ditimbang 17,58 mg  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan ditandabatkan dengan akuademin hingga 10 mL.

**19. Pembuatan Larutan Induk  $Zn^{2+}$  40 ppm**

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

$$400 \text{ ppm} \times V_1 = 40 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $Zn^{2+}$  40 ppm adalah dipipet 1 mL larutan induk  $Zn^{2+}$  400 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

**20. Pembuatan Larutan Kerja  $Zn^{2+}$  4,0 ppm**

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

$$40 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $Zn^{2+}$  4,0 ppm adalah dipipet 1 mL larutan kerja  $Zn^{2+}$  40 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

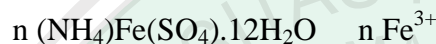
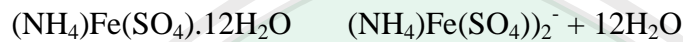
### 21. Pembuatan Larutan Kerja $\text{Fe}^{3+}$ 400 ppm

Larutan  $\text{Fe}^{3+}$  400 ppm sebanyak 10 mL

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

$$400 \text{ ppm} = \frac{w}{0,010 \text{ L}}$$

$$w \text{ Fe}^{3+} = 4 \text{ mg}$$



$$\frac{w (\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}}{M_r} = \frac{w \text{ Fe}^{3+}}{A_r}$$

$$\frac{w (\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}}{482,19 \text{ g/mol}}$$

$$= \frac{4 \text{ mg}}{55,85 \text{ g/mol}}$$

$$w (\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O} = 34,53 \text{ mg}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Fe}^{3+}$  400 ppm adalah ditimbang 34,53 mg  $(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  dan ditandabatkan dengan akuademin hingga 10 mL.

### 22. Pembuatan Larutan Induk $\text{Fe}^{3+}$ 40 ppm

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

$$400 \text{ ppm} \times V_1 = 40 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Fe}^{3+}$  40 ppm adalah dipipet 1 mL larutan induk  $\text{Fe}^{3+}$  400 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

### 23. Pembuatan Larutan Kerja $\text{Fe}^{2+}$ 4,0 ppm

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

$$40 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan  $\text{Fe}^{3+}$  4,0 ppm adalah dipipet 1 mL larutan kerja  $\text{Fe}^{3+}$  40 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuademin.

**24. Pembuatan Larutan NaOH 10,0 M**

$$M = \frac{n}{V}, \quad n = \frac{g}{Mr}$$

$$M = \frac{n}{0,02 \text{ L}}, \quad 0,2 = \frac{g}{40}$$

$$n = 0,2 \text{ mol}, \quad g = 8$$

$$M = \frac{g}{Mr} \times \frac{1000}{20 \text{ mL}}$$

$$10 = \frac{g}{40} \times \frac{1000}{20 \text{ mL}}$$

$$10 = \frac{1000 \times g}{800}, \quad g = 8000/1000 = 8 \text{ g}$$

Cara pembuatan larutan NaOH 10,0 M adalah ditimbang 8 g NaOH, kemudian di masukkan dalam labu ukur 20 mL, dan ditandabatkan dengan akuades.

**25. Pembuatan Larutan NaOH 1,0 M**

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

$$10,0 \text{ M} \times V_1 = 1,0 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan NaOH 1,0 M adalah dipipet 1 mL NaOH 10,0 M, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, dan ditandabatkan.

**26. Pembuatan Larutan NaOH 3,0 M**

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

$$10,0 \text{ M} \times V_1 = 3,0 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan NaOH 3,0 M adalah dipipet 3 mL NaOH 10,0 M, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, dan ditandabatkan.

**27. Pembuatan Larutan NaOH 5,0 M**

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

$$10,0 \text{ M} \times V_1 = 5,0 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan larutan NaOH 5,0 M adalah dipipet 5 mL NaOH 10,0 M, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, dan ditandabatkan.

**28. Pembuatan Larutan HCl 0,03 M**

Molaritas HCl 37 %

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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.

## 29. Pembuatan Larutan HNO<sub>3</sub> 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 HNO<sub>3</sub> 1% adalah mengencerkan larutan HNO<sub>3</sub> 65 % menjadi 1%, dengan cara larutan HNO<sub>3</sub> 65 % dipipet sebanyak 0,3 mL dan ditandabatkan dalam 20 mL.

### 30. Perhitungan Rasio Mol Pb<sup>2+</sup>:PAN

- Pb<sup>2+</sup> 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

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

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

#### Lampiran 4. Data Tabel

L.4.1 Tabel Hasil pengukuran absorbansi [Pb(PAN)<sub>2</sub>] 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)<sub>2</sub>] dengan variasi konsentrasi

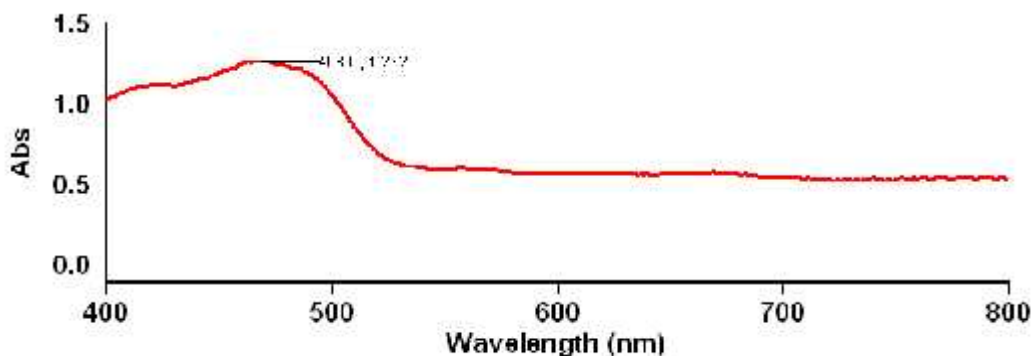
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (nm)
6,0	0,1425
8,0	0,3528
10,0	0,1970
12,0	0,3296
14,0	0,2684
16,0	0,2270

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

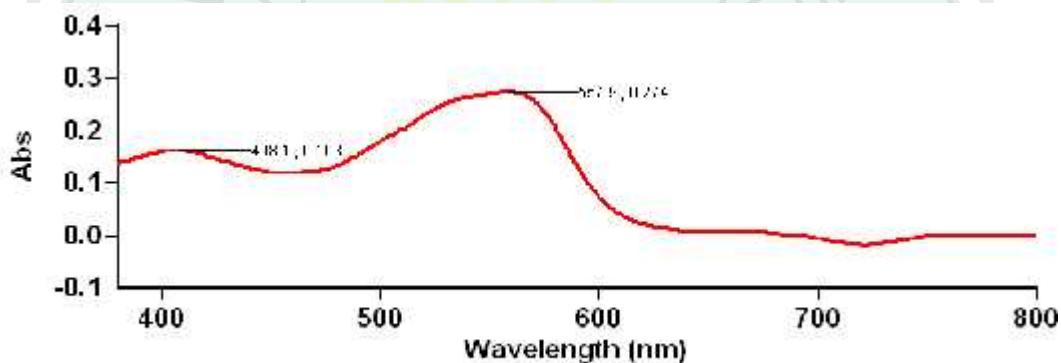
pH larutan	Absorbansi (nm)
4,0	0,1058
5,0	0,0970
6,0	0,1784
7,0	0,0983
8,0	0,0612

## 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)<sub>2</sub>]



### L.5.3 Penentuan Waktu Kestabilan Senyawa [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

#### 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

Sample	F	5/8/2015 9:51:32 AM			Readings
		Mean	SD	%RSD	
0 menit					0.2395
					0.2513
1 menit		0.2511	0.0015	0.63	0.2525
					0.2398
2 menit		0.2395	0.0007	0.29	0.2386
					0.2399
					0.2351

3 menit	0.2351	0.0018	0.76	0.2351 0.2372 0.2205 0.2205
5 menit	0.2199	0.0008	0.38	0.2190 0.2083 0.2079
5 menit	0.2081	0.0002	0.09	0.2081 0.2012 0.2015
30 menit	0.2015	0.0002	0.09	0.2016 0.1521 0.1525
60 menit	0.1525	0.0002	0.15	0.1525 0.1329 0.1328
90 menit	0.1325	0.0006	0.55	0.1318 0.1260 0.1258
120 menit	0.1253	0.0006	0.51	0.1250 0.1200 0.1207
150 menit	0.1203	0.0005	0.30	0.1203 0.1179 0.1175
180 menit	0.1177	0.0002	0.20	0.1177 0.1155 0.1160
	0.1156	0.0003	0.27	0.1155

### L.5.5 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					0.1527 0.1579
6B		0.1551	0.0026	1.83	0.1555 0.1535 0.1538
6C		0.1535	0.0002	0.15	0.1533 0.1381 0.1386
8A		0.1389	0.0009	0.67	0.1399 0.3539 0.3580
8B		0.3555	0.0022	0.61	0.3557 0.3559 0.3555
8C		0.3552	0.0009	0.25	0.3532 0.3593 0.3583
10A		0.3592	0.0008	0.25	0.3599 0.1916 0.1922

10B	0.1915	0.0010	0.50	0.1905 0.1986 0.1993
10C	0.1989	0.0005	0.21	0.1986 0.2002 0.2000
12A	0.2007	0.0010	0.59	0.2018 0.3130 0.3138
12B	0.3133	0.0005	0.13	0.3131 0.3550 0.3556
12C	0.3555	0.0005	0.11	0.3557 0.3193 0.3207
15A	0.3201	0.0010	0.28	0.3205 0.2696 0.2692
15B	0.2707	0.0022	0.83	0.2732 0.2681 0.2689
15C	0.2683	0.0006	0.23	0.2677 0.2691 0.2672
16A	0.2663	0.0033	1.23	0.2627 0.2379 0.2375
16B	0.2359	0.0059	2.10	0.2292 0.2158 0.2133
16C	0.2137	0.0010	0.56	0.2130 0.2359 0.2332
	0.2325	0.0038	1.65	0.2285

### L.5.5 Penentuan pH Optimum Pembentukan Senyawa [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

#### 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

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
pH 5 (1)					0.1210 0.1356
pH 5 (2)		0.1337	0.0123	9.20	0.1555 0.0950 0.0923
pH 5 (3)		0.0925	0.0015	1.55	0.0912 0.0938 0.0903
pH 5 (1)		0.0915	0.0020	2.25	0.0902 0.0679 0.0669
pH 5 (2)		0.0673	0.0005	0.72	0.0672 0.0655 0.0672
		0.0680	0.0030	5.57	0.0713

pH 5 (3)				0.1568
				0.1576
pH 6 (1)	0.1570	0.0005	0.29	0.1568
				0.1691
				0.1657
pH 6 (2)	0.1669	0.0019	1.13	0.1660
				0.1869
				0.1887
pH 6 (3)	0.1868	0.0019	1.01	0.1859
				0.1826
				0.1808
pH 7 (1)	0.1817	0.0009	0.50	0.1817
				0.0981
				0.0986
pH 7 (2)	0.0982	0.0005	0.53	0.0978
				0.0929
				0.0925
pH 7 (3)	0.0930	0.0007	0.75	0.0938
				0.1073
				0.1052
pH 8 (1)	0.1039	0.0036	3.52	0.1002
				0.0587
				0.0579
pH 8 (2)	0.0582	0.0005	0.75	0.0580
				0.0666
				0.0650
pH 8 (3)	0.0655	0.0010	1.57	0.0656
				0.0601
				0.0606
	0.0601	0.0005	0.82	0.0596

### L.5.6 Uji Selektivitas

#### Instrument Settings

Instrument Cary 50  
 Instrument version no. 3.00  
 Wavelength (nm) 557.0  
 Ordinate Mode Abs  
 Ave Time (sec) 0.1000  
 Replicates 3  
 Sample averaging OFF  
 Comments:

#### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0989)	557.9

#### Analysis

Collection time 8/10/2015 1:56:55 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Pb-PAN					0.2916
					0.2925
1:1 a		0.2915	0.0011	0.38	0.2902
					0.2752
					0.2755
1:1 b		0.2752	0.0002	0.07	0.2750
					0.2762
					0.2773
1:1 c		0.2765	0.0007	0.26	0.2758
					0.2775
					0.2768
1:10 a		0.2773	0.0005	0.15	0.2775
					0.2789
					0.2802
1:10 b		0.2793	0.0007	0.26	0.2789
					0.2785
					0.2787
1:10 c		0.2785	0.0002	0.08	0.2783
					0.2858
					0.2855
		0.2851	0.0009	0.33	0.2851

1:100 a				0.2911
				0.2900
	0.2903	0.0007	0.25	0.2898
1:100 b				0.2897
				0.2900
	0.2896	0.0005	0.15	0.2891
1:100 c				0.2878
				0.2881
	0.2881	0.0002	0.08	0.2883

### L.5.7 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH sebagai Pengendap $\text{Cu}^{2+}$

#### Instrument Settings

Instrument Cary 50  
 Instrument version no. 3.00  
 Wavelength (nm) 557.0  
 Ordinate Mode Abs  
 Ave Time (sec) 0.1000  
 Replicates 3  
 Sample averaging OFF  
 Comments:

#### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1002)	557.9

#### Analysis

Collection time	8/19/2015 2:53:11 PM				
Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
NaOH 1 M (1)					0.2722 0.2720
		0.2722	0.0002	0.07	0.2725
NaOH 1 M (2)					0.3181 0.3183
		0.3183	0.0002	0.05	0.3185
NaOH 1 M (3)					0.3117 0.3113
		0.3121	0.0011	0.35	0.3133
NaOH 3 M (1)					0.1836 0.1838
		0.1839	0.0005	0.19	0.1853
NaOH 3 M (2)					0.1382 0.1353
		0.1356	0.0023	1.71	0.1351
NaOH 3 M (3)					0.1022 0.1018
		0.1020	0.0003	0.25	0.1022
NaOH 5 M (1)					0.1181 0.1179
		0.1077	0.0005	0.25	0.1171
NaOH 5 M (2)					0.1692 0.1695
		0.1593	0.0002	0.09	0.1695
NaOH 5 M (3)					0.1165 0.1175
		0.1365	0.0007	0.17	0.1260

## Lampiran 6. Analisis data UV-Vis dan Perhitungan

### L.6.1 Penentuan Waktu Ketabilan [Pb(PAN)<sub>2</sub>]

Waktu (menit)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
0	0.2395	0.2413	0.2425	0,2411
1	0.2398	0.2386	0.2399	0,2394
2	0,2341	0,2341	0,2372	0,2351
3	0,2190	0,2083	0,2190	0,2199
4	0,2083	0,2079	0,2081	0,2081
5	0,2349	0,2137	0,2325	0,2014
30	0,1421	0,1425	0,1424	0,1424
60	0,1329	0,1328	0,1318	0,1325
90	0,1260	0,1248	0,1250	0,1253
120	0,1200	0,1207	0,1203	0,1203
150	0,1179	0,1174	0,1177	0,1177
180	0,1155	0,1160	0,1155	0,1156

### L.6.1 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen PAN

Konsentrasi (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)<sub>2</sub>]

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

#### L.6.3.1 Uji Selektivitas logam Pb<sup>2+</sup> dengan logam pengganggu Cu<sup>2+</sup>

Pb <sup>2+</sup> :Cu <sup>2+</sup>	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
1:1	0.2742	0.2764	0.2773	0.2759
1:10	0.2793	0.2785	0.2851	0.2809
1:100	0.2903	0.2896	0.2881	0.2893

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

$$A_{rata2} = \frac{0.2742+0.2764+0.2773}{3} = 0.2759$$

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

$$A_{rata2} = \frac{0.2793+0.2785+0.2851}{3} = 0.2809$$

3. Absorbansi Rata-rata ( $A_{rata2}$ ) 1:100

$$A_{rata2} = \frac{0.2903+0.2896+0.2881}{3} = 0.2881$$

**L.6.3.2 Uji Selektivitas logam Pb<sup>2+</sup> dengan logam pengganggu Fe<sup>3+</sup>  
Menggunakan Spektronik**

Pb <sup>2+</sup> :Fe <sup>3+</sup>	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
1:1	0,21	0,2	0,21	0,2066
1:10	0,24	0,25	0,24	0,2433
1:100	0,28	0,29	0,28	0,2833

1. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:1

$$A_{rata2} = \frac{0,21+0,2+0,21}{3} = 0,2066$$

2. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:10

$$A_{rata2} = \frac{0,24+0,25+0,24}{3} = 0,2433$$

3. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:100

$$A_{rata2} = \frac{0,28+0,29+0,28}{3} = 0,2833$$

**L.6.3.2 Uji Selektivitas logam Pb<sup>2+</sup> dengan logam pengganggu Zn<sup>2+</sup>  
Menggunakan Spektronik**

Pb <sup>2+</sup> :Zn <sup>2+</sup>	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
1:1	0,22	0,23	0,23	0,2266
1:10	0,26	0,25	0,26	0,2533
1:100	0,27	0,29	0,28	0,2800

1. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:1

$$A_{rata2} = \frac{0,22+0,23+0,23}{3} = 0,2266$$

2. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:10

$$A_{rata2} = \frac{0,26+0,25+0,26}{3} = 0,2533$$

3. Absorbansi Rata-rata (A<sub>rata2</sub>) 1:100

$$A_{rata2} = \frac{0,27+0,29+0,28}{3} = 0,2800$$

**L.6.4 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH sebagai Pengendap Cu<sup>2+</sup>**

Konsentrasi (M)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
1,0	0,2722	0,3183	0,3121	0,3008
3,0	0,1839	0,1356	0,1020	0,1405
5,0	0,1077	0,1593	0,1364	0,1344

1. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 1,0 M

$$A_{rata2} = \frac{0,2722+0,3183+0,3121}{3} = 0,3008$$

2. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 3,0 M

$$A_{rata2} = \frac{0,1839+0,1356+0,1020}{3} = 0,1405$$

3. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 5,0 M

$$A_{rata2} = \frac{0,1077+0,1593+0,1364}{3} = 0,1344$$

#### L.6.5 Penentuan Konsentrasi Optimum NaOH sebagai Pengendap Fe<sup>3+</sup> Menggunakan Spektrometri

Konsentrasi (M)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
0,01	0,28	0,29	0,28	0,2866
0,05	0,22	0,23	0,23	0,2266
0,1	0,21	0,20	0,21	0,2066

1. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,01 M

$$A_{rata2} = \frac{0,28+0,29+0,28}{3} = 0,2866$$

2. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,05 M

$$A_{rata2} = \frac{0,22+0,23+0,23}{3} = 0,2266$$

3. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,1 M

$$A_{rata2} = \frac{0,21+0,20+0,21}{3} = 0,2066$$

#### L.6.6 Penentuan Konsentrasi Optimum Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebagai Pengendap Zn<sup>2+</sup> Menggunakan Spektrometri

Konsentrasi (M)	Absorbansi 1	Absorbansi 2	Absorbansi 3	Absorbansi Rata-rata
0,25	0,25	0,26	0,26	0,2566
0,50	0,20	0,20	0,21	0,2033
0,75	0,19	0,18	0,19	0,1866

1. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,25 M

$$A_{rata2} = \frac{0,25+0,26+0,26}{3} = 0,2566$$

2. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,50 M

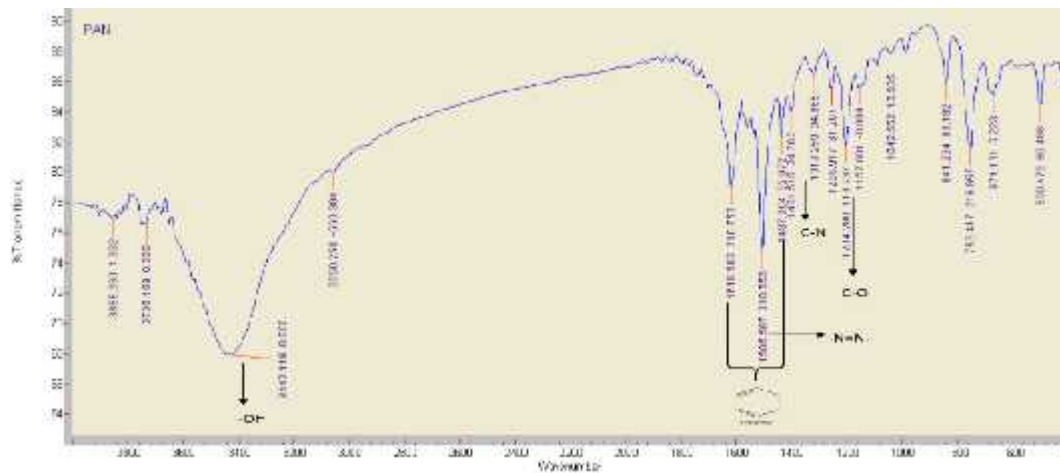
$$A_{rata2} = \frac{0,20+0,20+0,21}{3} = 0,2033$$

3. Absorbansi Rata-rata (Arata2) NaOH 0,1 M

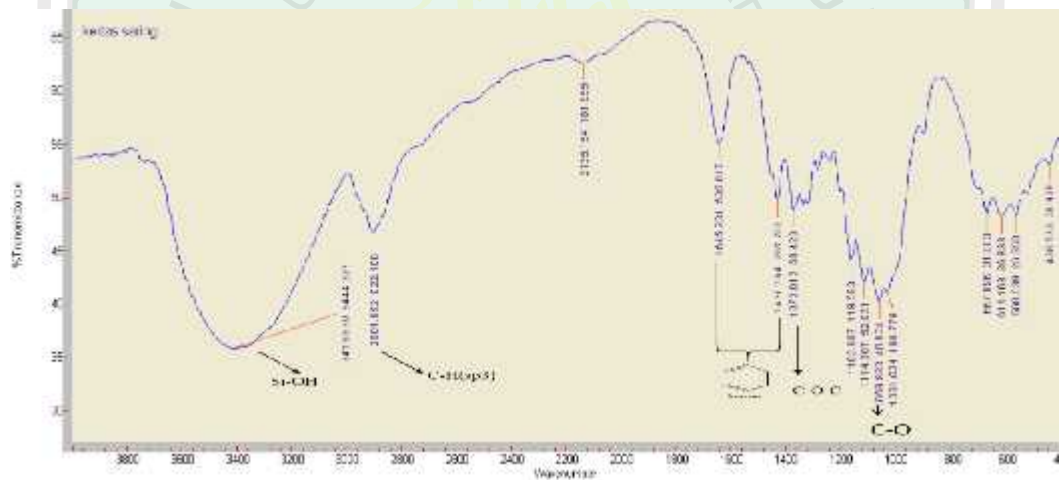
$$A_{rata2} = \frac{0,19+0,18+0,19}{3} = 0,1866$$

## Lampiran 7. Spektra Hasil Uji FTIR

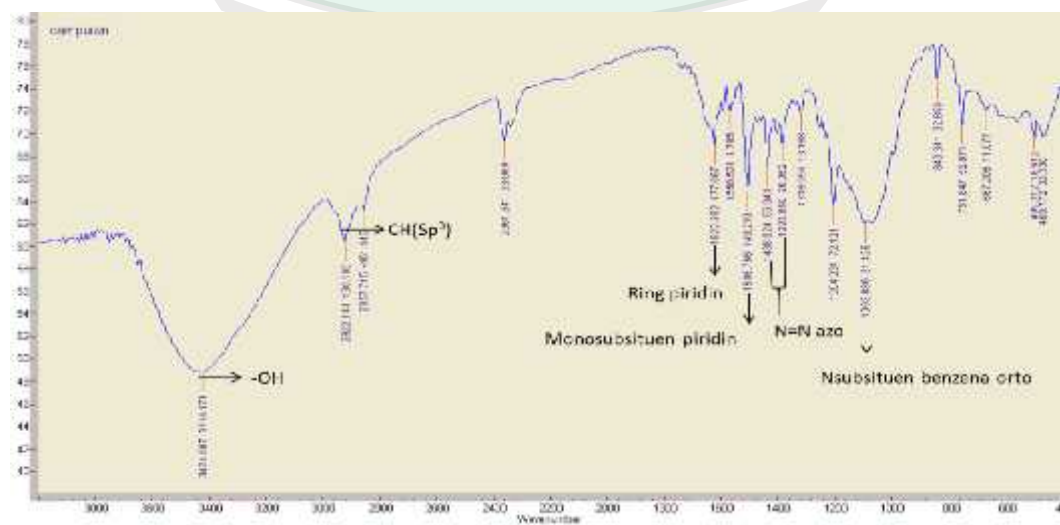
### L.7.1 Spektra PAN



### L.7.2 Spektra Kertas saring Whatman



### L.7.3 Spektra Kertas saring Whatman – PAN



### Lampiran 8: Dokumentasi



TetraEtilOrtoSilikat (TEOS)



Reagen PAN

Kompleks  
[Pb(PAN)<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>



Penentuan konsentrasi optimum Kompleks  
[Pb(PAN)<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>

Penentuan pH optimum Kompleks  
[Pb(PAN)<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>





Selektivitas reagen dengan  $\text{Cu}^{2+}$



Selektivitas Kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$  dengan  $\text{Cu}^{2+}$  (Pb:Cu; 1:1; 1:10; 1:100)



Pengendapan logam  $\text{Cu}^{2+}$  dengan NaOH (0 M, 1 M, 3M, 5 M)



Selektivitas Kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$  dengan  $\text{Fe}^{3+}$  (Pb:Fe; 1:1; 1:10; 1:100)



Selektivitas Kompleks  $[\text{Pb}(\text{PAN})_2]^{2+}$  dengan  $\text{Zn}^{2+}$  (Pb:Zn; 1:1; 1:10; 1:100)

Pengendapan logam  $\text{Fe}^{3+}$  dengan NaOH (0,01; 0,05; 0,1M)



Pengendapan logam  $\text{Zn}^{2+}$  dengan NaOH (0,25; 0,50; 0,75M)



Pembuatan Deret Warna 1



Pembuatan Deret Warna 2



Pembuatan Deret Warna 3

