



UNIVERSITAS INDONESIA

STUDI PEMBUATAN PERANGKAT DGT (*DIFFUSIVE GRADIENT IN THIN FILM*) DAN MODIFIKASI RESIN GEL MENGGUNAKAN ZEOLIT ALAM KLINOPTILOLIT SERTA APLIKASINYA PADA PENGUKURAN LOGAM LABIL KADMIUM (II)

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**NADYA MEILINA
0606069155**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

Universitas Indonesia

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Nadya Meilina

NPM : 0606069155

Tanda Tangan : 

Tanggal : 8 Juli

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Nadya Meilina
NPM : 0606069155
Program Studi : Sarjana
Judul Skripsi : Studi Pembuatan Perangkat DGT (*Diffusive Gradient in Thin Film*) dan Modifikasi Resin Gel Menggunakan Zeolit Alam Klinoptilolit serta Aplikasinya pada Pengukuran Logam Labil Kadmium (II)

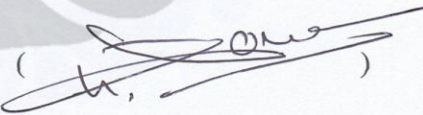
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

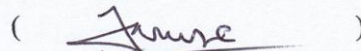
Pembimbing : Dr. Asep Saefumillah

()

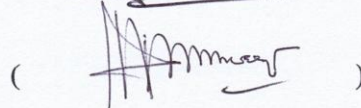
Penguji : Prof. Dr. Soleh Kosela

()

Penguji : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi

()

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si

()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 8 Juli 2011

KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang senantiasa memberikan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Sholawat serta salam semoga tercurah kepada Rasulullah Muhammad SAW.

Skripsi yang berjudul Studi Pembuatan Perangkat DGT (*Diffusive Gradient in Thin Film*) dan Modifikasi Resn Gel Menggunakan Zeolit Alam Klinoptilolit Serta Aplikasinya Pada Pengukuran Logam Labil Kadmium (II) disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program sarjana di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Ucapan terima kasih yang sangat mendalam ditujukan kepada Allah SWT atas berkah dan rahmat-Nya selama ini.

Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih atas segala bantuan yang telah diberikan kepada:

- (1) Dr. Asep Saefumillah selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran serta kesabaran dalam membimbing penulis sehingga skripsi ini dapat tersusun;
- (2) Dr. Ridla Bakri selaku Ketua Departemen Kimia UI, Drs. Riswiyanto M.Si selaku penasehat akademik, Dra. Tresye Utari selaku koordinator penelitian, dan seluruh staf pengajar Kimia UI yang telah memberikan Ilmu yang sangat berharga selama ini;
- (3) Dr. Yoki Yulizar, terima kasih untuk pemberian zeolit klinoptilolitnya;
- (4) Bu Barlah selaku Dosen Kimia Universitas Brawijaya terima kasih atas bantuannya;

- (5) Pak Hedi, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Trie, Mba Ema, Mba Indri, Mba Ati, Pak Trisno perpus, Pak Kiri, Pak Min, Pak Marji, dan Pak Hadi terimakasih atas bantuannya selama ini;
- (6) Mama dan Papa yang tiada hentinya memberikan perhatian, dukungan serta doa yang selalu dipanjatkan dengan setulus hati demi kelancaran penyusunan skripsi ini serta adikku Rendy dan Fikry dan seluruh keluarga besar penulis, terimakasih untuk perhatian dan bantuan yang diberikan
- (7) Rivo, terima kasih untuk omelannya, hal-hal yang selalu bikin rempong, and for everything.
- (8) Ka Rasyid, Ka Mila, Ka Novi, Ka Alfin dan Ka Febry, terimakasih atas bantuannya selama penulis melakukan pengukuran.
- (9) Narita, Nadiroh, Vania, Nissia, Feri, Putu, Diana, Sonia dan seluruh kimia 06 yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu terimakasih atas persahabatan yang terjalin selama ini serta keceriaan, perhatian dan semangat yang selalu diberikan
- (10) Wiwit, rekan seperjuangan yang selalu setia membagi penderitaan bersama
- (11) Ka Omi, Arif, Sopi, Yuda, Dante, Noval, Didit, Tirta, terima kasih untuk semangat, bantuan serta info-info yang diberikan;
- (12) Adik-adik angkatan 2007, 2008 dan 2009 terimakasih untuk dukungannya. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan namun penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2011

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nadya Meilina
NPM : 0606069155
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :
Studi Pembuatan Perangkat DGT (*Diffusive Gradient in Thin Film*) dan Modifikasi Resin Gel Menggunakan Zeolit Alam Klinoptilolit serta Aplikasinya pada Pengukuran Logam Labol Kadmium (II)

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 8 Juli 2011

Yang menyatakan

(.....
Nadya Meilina
.....)

ABSTRAK

Nama : Nadya Meilina
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Pembuatan Perangkat DGT (*Diffusive Gradient in Thin Film*) dan Modifikasi Resin Gel Menggunakan Zeolit Alam Klinoptilolit serta Aplikasinya pada Pengukuran Logam Labil Kadmium (II)

Indonesia merupakan negara yang padat penduduknya. Dengan kepadatan penduduk yang tinggi menyebabkan banyaknya kawasan industri rumah tangga maupun industri di kota-kota besar yang dapat menghasilkan berbagai macam limbah logam berat. Penelitian ini mempelajari proses pembuatan komponen DGT serta aplikasinya pada pengukuran sampel larutan Cd^{2+} . Komponen DGT berasal dari reaksi polimerisasi akrilamida yang menghasilkan diffusive gel serta resin chelex yang diimpreg ke dalam larutan gel menghasilkan resin gel. Selain itu dilakukan juga variasi resin gel dengan menggunakan zeolit yang menghasilkan zeolit gel. Pengukuran dalam penelitian ini menggunakan AAS. Waktu optimum yang diperlukan oleh resin gel dan zeolit gel untuk menyerap logam yaitu 24 jam sehingga didapatkan C_{DGT} 1,36 $\mu\text{g/ml}$ dan C_{DGT} oleh zeolit gel sebesar 0,825 $\mu\text{g/ml}$. Pada variasi konsentrasi, C_{DGT} maksimum resin gel yang diperoleh sebesar 59,950 $\mu\text{g/ml}$ dan 1,315 $\mu\text{g/ml}$ pada zeolit gel. Sedangkan pH optimum yang diperoleh pada penelitian ini baik chelex maupun zeolit pada pH 7 dengan nilai C_{DGT} 1,428 $\mu\text{g/ml}$ untuk resin gel dan 0,881 $\mu\text{g/ml}$ untuk zeolit gel. Adanya agen pengompleks EDTA mempengaruhi jumlah ion Cd^{2+} yang dapat diserap dan dapat dilihat dari kecilnya nilai C_{DGT} yaitu 0,0182 $\mu\text{g/ml}$ untuk resin gel dan 0,0148 $\mu\text{g/ml}$ untuk zeolit gel. Dilakukan juga uji homogenitas resin dan zeolit gel yang dilakukan dengan 3 kali pengukuran sehingga diperoleh nilai standar deviasi dan %RSD resin gel sebesar 0,0066 dan 0,345 % serta nilai standar deviasi dan %RSD zeolit gel sebesar 0,0083 dan 0,774 % yang menunjukkan material tersebut relatif cukup homogen untuk digunakan pada DGT.

Kata Kunci : DGT, logam berat, resin gel, *diffusive* gel, zeolit
xv+71halaman : 37 gambar; 11 tabel
Daftar Pustaka : 30 (1974-2011)

ABSTRACT

Name : Nadya Meilina
Program Study : Chemistry
Title : Study of Preparation of DGT (Diffusive Gradient in Thin Film) Device and Modification of Resin Gel Using Clinoptilolite Natural Zeolit and Its Application in Measurement of Labile Metal Cadmium (II)

Indonesia is a populous country. With a high population density causes many home industries and industries in large cities could produce various kinds of heavy metals waste. This research studies the process of making DGT components and its application to the measurement of sample solutions of Cd^{2+} . DGT components derived from acrylamide polymerization reactions that produce diffusive gel and chelex resins impregnated into the gel solution to produce the resin gel. Beside that, there are also variations in the resin gel by using zeolite that produces zeolite gel. Measurement in this study used the AAS. The optimum time required by the resin gel and zeolite gel to absorb the metal that is 24 hours so that got C_{DGT} 1.36 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for resin gel and C_{DGT} 0.825 $\mu\text{g}/\text{ml}$ by zeolite gel. On the variation of concentration, the maximum C_{DGT} resin gel obtained at 59.950 $\mu\text{g}/\text{ml}$ and 1.315 $\mu\text{g}/\text{ml}$ in the zeolite gel. While the optimum pH obtained in this study both Chelex and zeolite at pH 7 with C_{DGT} value 1.428 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for the resin gel and 0.881 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for zeolite gel. The presence of EDTA complexing agent affect the number of Cd^{2+} that can be absorbed and can be seen by the small value of C_{DGT} , ie 0.0182 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for resin gel and 0.0148 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for zeolite gel. Homogeneity tests were also carried out for the resin and zeolite gel for triplicate measurement with value of standard deviation and % RSD resin gel at 0.0066 and 0.345% and the standard deviation and % RSD zeolite gel at 0.0083 and 0.774% showing relative good homogen of the materials using for DGT.

Key Words : DGT, heavy metal, resin gel, diffusive gel, zeolite
xv+71 pages : 37 pictures; 11 tables
Bibliography : 30 (1974-2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vii
ABSTRAK	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Hipotesis	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Logam Berat.....	5
2.2 Logam Labil dan Bioavailabilitas.....	8
2.3 Kadmium.....	8
2.4 Difusi.....	9
2.5 DGT(<i>Diffusive Gradient in Thin Film</i>).....	10
2.4.1 Prinsip dan Perhitungan DGT.....	12
2.4.2 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Kinerja DGT.....	13
2.4.3 Pengukuran Spesiasi	15
2.6 Chelex.....	16
2.7 Akrilamida.....	16
2.8 TEMED.....	17
2.9 Amonium persulfat.....	18
2.10 Zeolit.....	18
2.11 Spektrofotometer Serapan Atom.....	21
3. METODE PENELITIAN	25
3.1 Metode Penelitian.....	25
3.2 Alat dan Bahan.....	26
3.2.1 Alat.....	26
3.2.2 Bahan.....	26
3.3 Prosedur Kerja.....	26
3.3.1 Preparasi Komponen DGT.....	26
3.3.1.1 Pembuatan Larutan Gel.....	26
3.3.1.2 Pembuatan Diffusive Gel.....	27
3.3.1.3 Pembuatan Resin Gel.....	27
3.3.1.4 Pembuatan zeolit Gel.....	28
3.3.1.5 Pemasangan Komponen DGT.....	29
3.3.2 Uji Kemampuan resin pada larutan Cd ²⁺ sintetik.....	30

3.3.3 Aplikasi Unit DGT pada Larutan Cd ²⁺ dengan Resin Gel..	30
3.3.3.1 Variasi Waktu.....	30
3.3.3.2. Uji Homogenitas Resin Chelex.....	30
3.3.3.3 Variasi Konsentrasi.....	31
3.3.3.4 Variasi pH.....	31
3.3.3.5 Variasi pH dan EDTA.....	32
3.3.4 Aplikasi Unit DGT pada Larutan Cd ²⁺ dengan Zeolit Gel..	32
PEMBAHASAN.....	33
4.1 Pembuatan Perangkat DGT.....	33
4.1.1 Pembuatan Larutan Gel.....	33
4.1.2 Pembuatan <i>Diffusive</i> Gel.....	33
4.1.3 Pembuatan Resin Gel.....	35
4.1.4 Pembuatan Zeolit Gel.....	36
4.2 Karakterisasi Gel.....	38
4.3 Uji Kemampuan Resin Chelex dalam Larutan Logam Cd ²⁺	40
4.4 Aplikasi DGT pada Larutan Cd ²⁺ dengan Menggunakan Resin Gel	42
4.4.1 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Waktu.....	43
4.4.2 Uji Homogenitas Resin Gel.....	44
4.4.3 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Konsentrasi.....	45
4.4.5 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi pH.....	47
4.4.5 Aplikasi Unit DGT Variasi Perbandingan pH dan EDTA....	49
4.5 Aplikasi DGT pada Larutan Cd ²⁺ dengan Menggunakan Zeolit Gel	52
4.5.1 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Waktu.....	52
4.5.2 Uji Homogenitas Zeolit Gel.....	53
4.5.3 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Konsentrasi.....	54
4.5.4 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi pH.....	55
4.5.5 Aplikasi Unit DGT Variasi pH dan perbandingan EDTA....	57
5. KESIMPULAN DAN SARAN	59
5.1 Kesimpulan.....	59
5.2 Saran.....	59
DAFTAR REFERENSI	61
LAMPIRAN.....	64

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Data Kemampuan Resin Chelex dalam Mengikat ion Cd^{2+}	41
Tabel 4.2	Data C_{DGT} pada Variasi Waktu.....	43
Tabel 4.3	Data C_{DGT} pada Uji Homogenitas.....	45
Tabel 4.4	Data C_{DGT} pada variasi konsentrasi.....	46
Tabel 4.5	Data C_{DGT} pada variasi pH.....	47
Tabel 4.6	Data C_{DGT} pada variasi pH dan perbandingan EDTA.....	50
Tabel 4.7	Data C_{DGT} pada variasi waktu oleh zeolit gel.....	52
Tabel 4.8	Data C_{DGT} pada uji homonitas zeolit gel.....	53
Tabel 4.9	Data C_{DGT} yang diperoleh pada variasi konsentrasi zeolit gel.....	54
Tabel 4.10	Data C_{DGT} yang diperoleh pada variasi pH oleh zeolit gel.....	56
Tabel 4.11	Data C_{DGT} pada variasi pH dan EDTA oleh zeolit gel.....	57

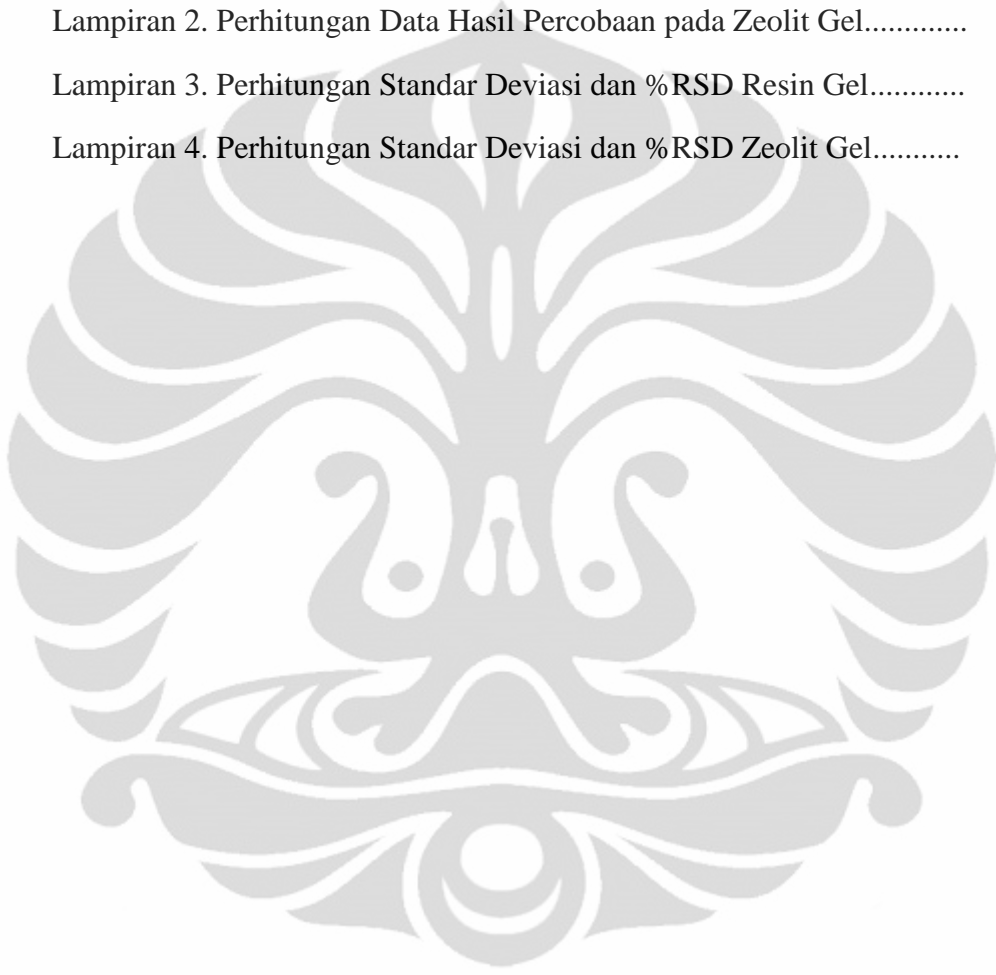
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Peristiwa difusi.....	9
Gambar 2.2	Ilustrasi alat DGT.....	12
Gambar 2.3	Skema gradien konsentrasi kompleks MeL dan ion logam.....	15
Gambar 2.4	Perubahan struktur gugus asam iminodiasetat akibat perubahan..	15
Gambar 2.5	Struktur akrilamida.....	16
Gambar 2.6	Struktur TEMED.....	17
Gambar 2.7	Struktur Ammonium per sulfat.....	17
Gambar 2.8	Rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dan 1 atom...	18
Gambar 2.9	Struktur kristal zeolit.....	19
Gambar 2.10	Skema Umum Komponen pada Alat SSA.....	22
Gambar 2.11	Lampu katoda berongga.....	22
Gambar 2.12	Photo Multiplier Tube.....	24
Gambar 3.1	Bagan Penelitian.....	25
Gambar 3.2	Penampang melintang komponen DGT.....	29
Gambar 4.1	Larutan gel.....	33
Gambar 4.2	Reaksi pembentukan radikal.....	34
Gambar 4.3	Reaksi polimerisasi akrilamida.....	34
Gambar 4.4	<i>Diffusive</i> gel yang telah terbentuk.....	35
Gambar 4.5	Larutan resin gel.....	36
Gambar 4.6	Zeolit Gel.....	38
Gambar 4.7	Spektra FTIR <i>diffusive</i> dan resin gel dalam KBr.....	38
Gambar 4.8	Spektrum FTIR Zeolit dan zeolit gel dalam KBr.....	39
Gambar 4.9	Resin yang dielusikan dalam HNO ₃	41
Gambar 4.10	Grafik massa logam Cd yang diserap terhadap waktu.....	42

Gambar 4.11	Grafik C_{DGT} yang diperoleh pada variasi waktu.....	44
Gambar 4.12	Unit DGT dalam larutan Cd^{2+}	44
Gambar 4.13	Grafik C_{DGT} yang diperoleh terhadap banyaknya pengulangan.....	45
Gambar 4.14	Grafik C_{DGT} terhadap variasi konsentrasi.....	46
Gambar 4.15	Grafik C_{DGT} terhadap variasi pH.....	49
Gambar 4.16	Fraksi EDTA sebagai fungsi pH.....	49
Gambar 4.17	Reaksi ion Cd^{2+} dengan EDTA.....	51
Gambar 4.18	Grafik C_{DGT} terhadap variasi pH dan perbandingan EDTA.....	51
Gambar 4.19	Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap waktu.....	53
Gambar 4.20	Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap pengulangan.....	54
Gambar 4.21	Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap variasi konsentrasi.....	55
Gambar 4.22	Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap pH.....	57
Gambar 4.23	Grafik C_{DGT} zeolit gel terhadap perubahan pH dan EDTA.....	58

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Data Hasil Percobaan pada Resin Gel.....	64
Lampiran 2. Perhitungan Data Hasil Percobaan pada Zeolit Gel.....	67
Lampiran 3. Perhitungan Standar Deviasi dan %RSD Resin Gel.....	70
Lampiran 4. Perhitungan Standar Deviasi dan %RSD Zeolit Gel.....	71



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang padat penduduknya. Dengan jumlah penduduk yang terus meningkat menyebabkan semakin meluasnya kawasan pemukiman penduduk dan semakin meningkatnya produk industri rumah tangga, serta semakin berkembangnya kawasan industri di kota besar, akan memicu terjadinya peningkatan pencemaran pada perairan pantai dan laut. Hal ini disebabkan karena semua limbah dari daratan, baik yang berasal dari pemukiman perkotaan maupun yang bersumber dari kawasan industri, pada akhirnya bermuara ke pantai.

Limbah domestik yang berasal dari rumah tangga, perhotelan, rumah sakit dan industri rumah tangga yang terbawa oleh air sisa-sisa pencucian akan terbuang ke saluran drainase dan masuk ke kanal dan selanjutnya terbawa ke pantai. Limbah yang dibuang pada tempat pembuangan sampah akan terkikis oleh air hujan dan terbawa masuk ke kanal atau sungai dan selanjutnya juga bermuara ke pantai. Limbah yang berasal dari kawasan industri baik yang sudah diolah maupun yang belum, juga pada akhirnya akan terbuang ke perairan pantai.

Pencemaran logam-logam berat yang terjadi di perairan pantai dapat mempengaruhi dan menyebabkan penyakit pada makhluk hidup. Logam berat sendiri sebenarnya merupakan unsur esensial yang sangat dibutuhkan setiap makhluk hidup, namun beberapa di antaranya (dalam kadar tertentu) bersifat racun. Di alam, unsur ini biasanya terdapat dalam bentuk terlarut atau tersuspensi (terikat dengan zat padat). Melalui berbagai perantara, seperti udara, makanan, maupun air yang terkontaminasi oleh logam berat, logam tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasikan. Jika keadaan ini berlangsung terus menerus, dalam jangka waktu lama dapat mencapai jumlah yang membahayakan kesehatan manusia.

Salah satu jenis logam berat yang berbahaya yaitu kadmium. Kadmium berbahaya karena berisiko tinggi terhadap pembuluh darah. Elemen ini berpengaruh terhadap manusia dalam jangka waktu panjang dan dapat terakumulasi pada tubuh khususnya hati dan ginjal. Secara umum pada konsentrasi rendah berpengaruh terhadap gangguan paru-paru, emphysema dan renal tubular disease kronis.

Oleh karena pencemaran di perairan akibat logam berat tersebut tidak dapat dibiarkan begitu saja, karena bila tidak dilakukan pengendalian sejak dini dapat memberikan dampak yang sangat buruk terhadap kelangsungan hidup biota laut dan makhluk hidup sekitarnya maka perlu dilakukan pengukuran kadar logam berat di lingkungan perairan.

Penentuan kadar logam berat selama ini banyak dilakukan dengan menggunakan *Atomic Absorption Atom* (AAS). Sayangnya teknik ini hanya bisa digunakan untuk analisis logam secara total. Metoda lain seperti *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC), yang juga dapat digunakan untuk penentuan logam-logam umumnya dilakukan dengan teknik derivatisasi dan melalui proses prekonsentrasi kolom terlebih dahulu sehingga teknik ini relatif menjadi lebih rumit.

Teknik pengukuran logam berat yang lain yaitu DGT (*diffusive gradient in thin film*). Teknik ini telah dikembangkan oleh para peneliti selama lebih kurang lima belas tahun terakhir dengan mempublikasikan berbagai macam artikel tentang perkembangan dan aplikasi DGT. Teknik DGT telah dikembangkan untuk pengukuran secara in situ spesi logam yang labil pada lingkungan akuatik dan telah diaplikasikan pada air (e.g. Zhang and Davison 1995), sedimen (e.g. Zhang et al 1995, Widerlund and Davison 2007) dan tanah (e.g. Zhang et al. 2001). Pengukuran spesi logam labil ini sangat bermanfaat karena sifatnya yang mudah terdisosiasi menyebabkan spesi ini dapat dengan mudah berinteraksi dengan biota-biota air sehingga dapat membahayakan kelangsungan hidup mereka.

Dengan teknik pemisahan secara in situ, DGT memiliki keuntungan untuk meminimalkan perubahan spesiasi selama pengambilan sampel dan penyimpanan

(Lead et al 1997). Manfaat lebih lanjut adalah perangkat sampling sederhana untuk digunakan dan relatif murah karena pengguna tidak perlu peralatan mahal, dan dapat dikirim ke laboratorium komersial untuk analisis. Waktu efektif yang digunakan untuk penyebaran dan pengambilan relatif singkat. Hal ini memungkinkan pengukuran spesiasi secara simultan, misalnya beberapa lokasi dan kedalaman.

Unit DGT menawarkan berbagai macam aplikasi, diantaranya telah digunakan untuk berbagai macam studi seperti studi tentang bioavailabilitas dan toksisitas (Røyset et al 2005, Tusseau-Vuillemin et al.2004), pengukuran kuantitatif spesi organik labil dan spesi logam anorganik (Warnken et al. 2008), dan untuk mencari sumber-sumber pencemaran dalam sistem saluran pembuangan (Thomas 2009). Banyaknya aplikasi dari DGT menunjukkan bahwa DGT merupakan alat yang sangat berguna bagi para peneliti dari berbagai disiplin ilmu.

Mengingat keunggulan teknik analisis dengan DGT ini maka penulis tertarik untuk menggunakannya dalam penentuan kadar logam berat Cd pada larutan sintetik yang dibuat di laboratorium.

1.2 Perumusan Masalah

1. Apakah resin gel yang terbuat dari chelex-100 mampu mengikat kation dengan baik?
2. Bagaimanakah pengaruh waktu, konsentrasi larutan sampel, pH, agen pengompleks EDTA terhadap jumlah ion yang dapat diserap oleh resin gel?
3. Apakah resin gel yang terbuat dari zeolit juga mampu mengikat kation?
4. Bagaimanakah pengaruh waktu, konsentrasi larutan sampel, pH, agen pengompleks EDTA terhadap jumlah ion yang dapat diserap oleh zeolit gel?

1.3 Hipotesis

1. Resin gel yang terbuat dari chelex-100 dapat mengikat kation yang ada pada larutan sampel
2. Pengikatan kation pada resin gel dipengaruhi oleh waktu, konsentrasi larutan sampel, pH, dan agen pengompleks EDTA.
3. Resin gel yang terbuat dari zeolit gel juga mampu mengikat kation yang ada pada larutan sampel
4. Pengikatan kation pada zeolit gel juga dipengaruhi oleh waktu, konsentrasi larutan sampel, pH, dan agen pengompleks EDTA.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk :

1. Membuat komponen DGT berupa *diffusive* gel dan resin gel yang terbuat dari chelex.
2. Memodifikasi resin gel dengan cara mengganti resin chelex dengan zeolit
3. Menguji unit DGT yang telah selesai dipreparasi dengan mencobanya pada larutan sintetik Cd^{2+} yang dibuat di laboratorium dengan berbagai variasi (waktu, konsentrasi, pH, perbandingan pH dan EDTA, dan uji homogenitas).
4. Mengukur konsentrasi logam berat yang ada pada unit DGT dengan menggunakan alat AAS.
5. Membandingkan konsentrasi pada unit DGT yang menggunakan resin chelex dan zeolit

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam Berat

Logam berat adalah unsur-unsur kimia dengan berat jenis lebih besar dari 5 g/cm^3 , terletak di sudut kanan bawah sistem periodik, mempunyai afinitas yang tinggi terhadap unsur S (Miettinen, 1977). Sebagian logam berat seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), dan merkuri (Hg) merupakan zat pencemar yang berbahaya. Afinitas yang tinggi terhadap unsur S menyebabkan logam ini menyerang ikatan belerang dalam enzim, sehingga enzim bersangkutan menjadi tak aktif. Gugus karboksilat (-COOH) dan amina (-NH₂) juga bereaksi dengan logam berat. Kadmium, timbal, dan tembaga terikat pada sel-sel membran yang menghambat proses transformasi melalui dinding sel. Logam berat juga mengendapkan senyawa fosfat biologis atau mengkatalis penguraiannya (Manahan, 1977).

Logam berat merupakan unsur kimia yang sangat berpotensi menimbulkan masalah pencemaran lingkungan terutama yang berkaitan erat terhadap dampak kesehatan manusia. Terdapat sebanyak 80 jenis dari sejumlah 109 unsur kimia yang telah teridentifikasi di muka bumi ini termasuk ke dalam jenis logam berat, Dengan demikian sifat kimiawi logam berat dapat dikatakan mewakili sebagian besar golongan kimia anorganik. Logam berat biasanya didefinisikan berdasarkan sifat-sifat fisiknya dalam keadaan padat dengan menggunakan metode teknologi yang telah maju. Karakteristik logam berat adalah sebagai berikut:

- Memiliki rapatan relatif (spesifikasi gravitasi) yang sangat besar atau lebih dari 4
- Mempunyai nomor atom 22-34 dan 40-50 serta unsur-unsur lantanida dan aktinida
- Mempunyai respon biokimiawi khas/spesifik pada organisme hidup

Pada akhir-akhir ini bahaya yang ditimbulkan oleh logam berat merupakan isu lingkungan yang sangat menonjol. Berbagai limbah berbahaya saat ini dihasilkan dalam kegiatan manusia, dan menimbulkan masalah pada

penanganannya. Hal ini terutama karena bentuk limbah berbahaya bermacam-macam dan mempunyai kadar yang beragam pula. Bentuk limbah padat menimbulkan pengaruh relatif lokal, tetapi apabila bentuk limbah cair atau yang dapat menguap pengaruhnya lebih luas, dan lebih susah dicegah kontaminasinya.

Manusia adalah makhluk yang paling bertanggung jawab terhadap peningkatan mobilisasi, perpindahan dan akumulasi logam berat di lingkungan. Melalui berbagai kegiatan industri misalnya, logam berat masuk ke atmosfer, tanah dan perairan melebihi kemampuan alamiah untuk memprosesnya. Bahan-bahan demikian dikenal sebagai bahan xenobiotik atau antropogenik. Logam berat tersebut masuk ke ekosistem tanah dalam bentuk organik maupun anorganik.

Selain limbah pertambangan, logam berat juga dapat ditemui pada tubuh manusia, alat-alat rumah tangga (misalnya baterai), obat-obatan, rokok, alat-alat elektronik, insektisida, pipa air, bensin, udara, keramik, serta material lainnya. Konsentrasi logam berat pada barang-barang tersebut kecil dan tidak berbahaya. Namun menjadi berbahaya jika terakumulasi dalam tubuh.

Berdasarkan sifat kimia dan fisiknya, maka tingkat atau daya racun logam berat terhadap hewan air dapat diurutkan (dari tinggi ke rendah) sebagai berikut merkuri (Hg), kadmium (Cd), seng (Zn), timah hitam (Pb), krom (Cr), nikel (Ni), dan kobalt (Co) (Sutamihardja dkk, 1982). Menurut Darmono (1995) daftar urutan toksisitas logam paling tinggi ke paling rendah terhadap manusia yang mengkonsumsi ikan adalah sebagai berikut $Hg^{2+} > Cd^{2+} > Ag^{2+} > Ni^{2+} > Pb^{2+} > As^{2+} > Cr^{2+} > Sn^{2+} > Zn^{2+}$. Sedangkan menurut Kementrian Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup (1990) sifat toksisitas logam berat dapat dikelompokkan ke dalam 3 kelompok, yaitu :

1. Bersifat toksik tinggi yang terdiri dari atas unsur-unsur Hg, Cd, Pb, Cu, dan Zn.
2. Bersifat toksik sedang terdiri dari unsur-unsur Cr, Ni, dan Co.
3. Bersifat toksik rendah terdiri atas unsur Mn dan Fe.

Adanya logam berat di perairan, berbahaya baik secara langsung terhadap kehidupan organisme, maupun efeknya secara tidak langsung terhadap kesehatan manusia. Hal ini berkaitan dengan sifat-sifat logam berat (PPLH-IPB, 1997; Sutamihardja dkk, 1982) yaitu:

- Sulit didegradasi, sehingga mudah terakumulasi dalam lingkungan perairan dan keberadaannya secara alami sulit terurai (dihilangkan).
- Dapat terakumulasi dalam organisme termasuk kerang dan ikan, dan akan membahayakan kesehatan manusia yang mengkonsumsi organisme tersebut.
- Mudah terakumulasi di sedimen, sehingga konsentrasinya selalu lebih tinggi dari konsentrasi logam dalam air. Disamping itu sedimen mudah tersuspensi karena pergerakan masa air yang akan melarutkan kembali logam yang dikandungnya ke dalam air, sehingga sedimen menjadi sumber pencemar potensial dalam skala waktu tertentu.

Logam berat masih termasuk golongan logam-logam dengan kriteria-kriteria yang sama dengan logam-logam yang lain. Perbedaannya terletak dari pengaruh yang dihasilkan bila logam berat ini berikatan dan atau masuk kedalam tubuh organisme hidup. Sebagai contoh, bila unsur logam besi (Fe) masuk dalam tubuh, meski dalam jumlah agak berlebihan biasanya tidaklah menimbulkan pengaruh yang buruk terhadap tubuh karena unsur besi (Fe) dibutuhkan dalam darah untuk mengikat oksigen. Sedangkan unsur logam berat baik itu logam berat beracun yang dipentingkan seperti tembaga (Cu), bila masuk ke dalam tubuh dalam jumlah berlebihan akan menimbulkan pengaruh-pengaruh buruk terhadap fungsi fisiologis tubuh.

Niebor dan Richardson menggunakan istilah logam berat untuk menggantikan pengelompokan ion-ion logam ke dalam kelompok biologi dan kimia (bio-kimia). Pengelompokan tersebut adalah sebagai berikut:

1. Logam-logam yang dengan mudah mengalami reaksi kimia bila bertemu dengan juga dengan unsur oksigen atau disebut juga dengan oxygen-seeking metal.
2. Logam-logam yang dengan mudah mengalami reaksi kimia bila bertemu dengan unsur nitrogen dan atau unsur belerang (sulfur) atau disebut juga nitrogen/sulfur seeking metal.
3. Logam antara atau logam transisi yang memiliki sifat khusus sebagai logam pengganti (ion pengganti) untuk logam-logam atau ion-ion logam.

2.2 Logam Labil dan Bioavailabilitas

Berbagai spesies logam di perairan alami telah diidentifikasi, diantaranya dalam bentuk anorganik dan organik, mulai dari molekul hidrat sederhana sampai kompleks organik besar (INAP, 2002). Bioavailabilitas dan toksisitas logam dalam sistem perairan sangat tergantung pada sifat dari spesies logam ini. Oleh karena itu, menentukan bentuk kimia, atau spesiasi logam di lingkungan merupakan dasar untuk memprediksi dampak logam terhadap biota air.

Bioavailabilitas sebanding dengan aktivitas ion bebas (misalnya, ion Cu, Zn, Fe, Mn, Cd) dibandingkan konsentrasi totalnya (Anderson et al, 1978;. Campbell, 1995). Ion logam bebas berasal dari kompleks aquo terhidrat atau kompleks anorganik labil [ML] yang berdisosiasi, di mana kompleks ML yaitu kompleks yang dapat berdisosiasi dengan cepat. Ion logam bebas dapat segera diserap oleh biota air sedangkan partikulat dan senyawa kompleks inert tidak. Kompleksasi logam dalam sistem akuatik dapat terjadi melalui reaksi dengan anorganik terlarut (*e.g.* F⁻, Cl⁻, HCO₃⁻, SO₄²⁻, HPO₄²⁻, dll.) dan organik (*e.g.* , humat, fulfat). Jadi, yang termasuk dalam fraksi *bioavailable* logam yaitu ion logam bebas dan kompleks logam labil.

2.3 Kadmium

Kadmium adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Cd dan nomor atom 48. Kadmium ditemukan di Jerman 1817 oleh Friedrich Strohmeyer. Kadmium adalah logam yang berwarna putih keperakan, lunak dan tahan korosi. Oleh karena sifat-sifatnya, Kadmium banyak dipakai sebagai stabilizer dalam pembuatan polyvinilclorida. Kadmium adalah logam toksik yang umumnya ditemukan dalam pekerjaan-pekerjaan industri, proses elektroplating. Kadmium juga ditemukan dalam industri cat (OSHA, 2002. Umumnya kadmium terdapat dalam kombinasi dengan elemen lain seperti Oksigen (Cadmium Oxide), Chlorine (Cadmium Chloride) atau belerang (Cadmium Sulfide).

Kadmium adalah salah satu logam berat yang keberadaannya perlu mendapat perhatian khusus karena secara luas terdapat di lingkungan baik sebagai pencemar atau sebagai komponen dalam rokok yang dikonsumsi oleh masyarakat luas. Kasus toksisitas kadmium dilaporkan sejak pertengahan tahun 1980-an, dan kasus tersebut semakin meningkat sejalan dengan perkembangan ilmu kimia di akhir abad 20-an. Sampai sekarang diketahui bahwa Cd merupakan logam berat yang paling banyak menimbulkan toksisitas pada makhluk hidup (Darmono, 2001).

Kadmium dalam tubuh terakumulasi dalam ginjal dan hati terutama terikat dalam metallothionein. Metallothionein merupakan protein pengikat logam (metal-binding protein) yang berfungsi dan berperan dalam proses pengikatan ataupun pengekapan logam di dalam jaringan setiap makhluk hidup (Noël-Lambot *et al.* 1978; Langston & Zhou 1986; Bebianno *et al.* 1993). Metallothionein mengandung asam amino cystein dimana unsur Cd terikat dalam gugus sulfhydryl (-SH) dalam enzim karboksil sisteinil, histidil, hidroksil dan fosfatil dari protein dan purin. Kemungkinan besar pengaruh toksisitas Cd disebabkan oleh interaksi antara Cd dan protein tersebut, sehingga menimbulkan hambatan terhadap aktivitas kerja enzim (Darmono, 2001).

Nama kimia : kadmium

Rumus kimia : Cd

Massa molar : 112,4 g/mol

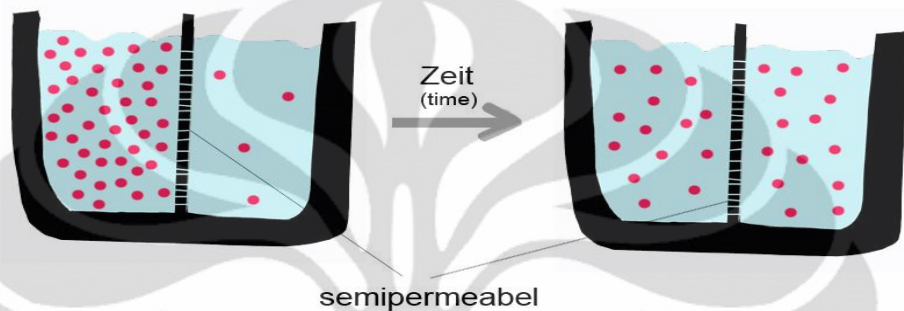
Warna : perak

Titik leleh : 320,9°C

Titik Didih : 765⁰C

2.4 Difusi

Difusi adalah peristiwa mengalirnya/berpindahannya suatu zat dalam pelarut dari bagian berkonsentrasi tinggi ke bagian yang berkonsentrasi rendah. Perbedaan konsentrasi yang ada pada dua larutan disebut gradien konsentrasi. Difusi akan terus terjadi hingga seluruh partikel tersebar luas secara merata atau mencapai keadaan kesetimbangan dimana perpindahan molekul tetap terjadi walaupun tidak ada perbedaan konsentrasi.



Gambar 2.1 Peristiwa difusi

[<http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/a/ac/Diffusion.jpg>]

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi kecepatan difusi, yaitu:

- Ukuran partikel. Semakin kecil ukuran partikel, semakin cepat partikel itu akan bergerak, sehingga kecepatan difusi semakin tinggi.
- Ketebalan membran. Semakin tebal membran, semakin lambat kecepatan difusi.
- Luas suatu area. Semakin besar luas area, semakin cepat kecepatan difusinya.
- Suhu. Semakin tinggi suhu, partikel mendapatkan energi untuk bergerak dengan lebih cepat. Maka, semakin cepat pula kecepatan difusinya.

2.5 DGT (Diffusive Gradients in Thin-Film)

Karya ilmiah pertama tentang teknik DGT diperkenalkan pada tahun 1994 oleh Prof William Davison dan Dr Hao Zhang dari Universitas Lancaster, Inggris (Davison dan Zhang 1994). Pada tahun 1998, DGT dengan adsorben ferrihidrite digunakan untuk mengukur fosfor yang reaktif (Zhang et al.1998). Sampai saat ini teknik DGT telah diterapkan pada hampir setiap benua oleh para peneliti di

seluruh dunia (misalnya Antartika: Larner et al 2006;. Asia: Aung et al 2008;. Australia: Warnken et al. 2004; Eropa: Ade et al. 2006; Amerika Utara: Balistrieri et al. 2007; Amerika Selatan: Wallner-Kersanach et al. 2009). Kelompok riset geologi di Lulea University of Technology telah menggunakan DGT sejak tahun 2002 (Dahlqvist et al 2002).

DGT terdiri dari membran penyaring, lapisan hidrogel dan lapisan pengikat (adsorben) yang terkemas dalam suatu alat plastik dengan bagian atas yang terbuka sebagai area kontak dengan sampel (Zhang dan Davison 1995). Analit yang berada dalam media sampel berdifusi melalui membran penyaring dan *diffusive* gel dan akhirnya terakumulasi di lapisan pengikat (resin). Hanya spesies yang kecil yang mampu melewati *diffusive* gel dan akhirnya terakumulasi. Akumulasi berlangsung terus menerus selama unit DGT diletakkan di lokasi sampling. Setelah pengambilan analit kemudian resin gel dilusikan dalam larutan HNO_3 dan diukur dengan menggunakan AAS. Dengan mengetahui massa yang terakumulasi dan koefisien difusi dari analit, serta waktu sampling dan suhu maka dapat dihitung konsentrasi unit DGT selama waktu sampling. Koefisien difusi ditentukan secara empiris di laboratorium dan harus disesuaikan dengan temperatur saat melakukan sampling.

Konsentrasi DGT tidak secara langsung berhubungan dengan konsentrasi analit yang terlarut atau total karena spesies yang terakumulasi pada DGT tergantung pada kelabilan dan ukuran. Ukurannya tergantung pada *diffusive* gel dan umumnya mempunyai ukuran 5 nm (Zhang and Davison, 1999). Hal ini berarti bahwa ion logam yang terhidrasi dan senyawa kompleks yang berukuran <5 nm berdifusi secara bebas dalam gel. Analit yang terikat pada ligan mungkin berdifusi melalui *diffusive* gel jika waktu *deployment* cukup bagi kompleks untuk berdisosiasi.

Untuk unsur yang memiliki kemampuan membentuk kompleks yang kecil di *natural water*, sebagai contoh Cd, Mn dan Zn, konsentrasi DGT biasanya sebanding dengan total konsentrasi yang terlarut (Warnken et al) 2007 and 2009, Forsberg et al. 2006, Sangi et al. 2002), dan penentuan hasil mendekati yang sebenarnya. Ni dan khususnya Cu pada umumnya menunjukkan konsentrasi DGT

yang lebih rendah dibandingkan pengukuran yang terlarut sebenarnya, yang disebabkan oleh efek kompleks organik (Warnken et al. 2009, Forsberg et al. 2006). Logam ion yang terkompleks berdifusi lebih lambat dibandingkan ion logam bebas (e.g. Scally et al. 2003).

2.4.1 Prinsip dan Perhitungan DGT

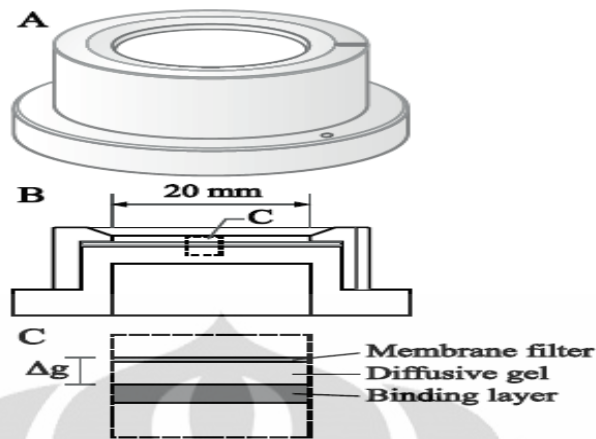
Lapisan pengikat (resin) dan lapisan difusi yang terpasang pada alat DGT dengan ketebalan yang telah diukur terdiri dari poliakrilamid dan membran filternya berinteraksi langsung dengan larutan sampel melalui bagian terbuka pada alat DGT. Umumnya DGT menggunakan resin penukar kation Chelex-100 yang diimpregnasi pada gel poliakrilamida. Chelex memiliki afinitas terhadap kation logam di- dan tri- valen (Bio-Rad, 2000), tetapi bahan yang lain juga telah digunakan dalam perkembangan DGT untuk mengukur analit lain. Analit berdifusi dari larutan sampel melalui lapisan difusi kemudian diadsorb pada lapisan pengikat. Dengan demikian gradien konsentrasi berubah pada lapisan difusi hingga konsentrasinya sama dengan konsentrasi pada larutan sampel.

Fluks, J , melalui lapisan difusi dapat dijelaskan oleh hukum pertama Fick tentang difusi:

$$J = D \frac{dC}{dx}$$

persamaan (1)

Dimana D adalah koefisien difusi, C konsentrasi, x jarak, dan dC / dx adalah gradien konsentrasi. Koefisien difusi ditentukan berdasarkan waktu saat percobaan dan berbeda untuk masing-masing analit



Gambar 2.2 Ilustrasi alat DGT

[Hao Zhang, 1995]

Karena koefisien difusi tergantung temperatur maka D juga harus dikoreksi dengan suhu saat peletakkan alat DGT pada lokasi sampel, T (Zhang and Davison 1995):

$$\log D = \frac{1.37023(T - 25) + 8.36 \cdot 10^{-4}(T - 25)^2}{109 + T} + \log \frac{D_{25}(273 + T)}{298} \quad \text{persamaan (2)}$$

Dimana D dan D_{25} adalah koefisien difusi saat temperatur ketika melakukan percobaan dan saat temperatur 25°C . Jika Δg adalah ketebalan lapisan difusi maka flux dapat ditentukan berdasarkan persamaan berikut ini:

$$J = D \frac{C}{\Delta g} \quad \text{persamaan (3)}$$

Perangkat DGT diletakkan pada larutan sampel untuk waktu yang diketahui, t . Setelah alat DGT diambil kemudian analitnya dielusikan dari resin gel dengan menggunakan asam nitrat yang direkomendasikan sebagai eluen. Berbagai konsentrasi dan volume telah dicoba untuk menghasilkan efisiensi elusi f_e , yang harus diperhitungkan dalam menghitung massa yang terakumulasi, M :

$$M = C_e \frac{V_g + V_e}{f_e}$$

persamaan (4)

Dimana C_e adalah konsentrasi analit yang terukur dalam eluen, V_g adalah volume gel lapisan pengikat dan V_e adalah volume eluen. M dapat digunakan untuk menghitung flux (perubahan) yang terjadi pada lapisan difusi dengan area kontak A selama waktu peletakkan DGT pada sampel.

$$J = \frac{M}{A \cdot t}$$

persamaan (5)

Dengan mengkombinasikan persamaan 3 dan 5, maka konsentrasi analit dari larutan sampel yang terdapat pada alat DGT:

$$C = \frac{M \cdot \Delta g}{D \cdot t \cdot A}$$

persamaan (6)

2.4.2 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Kinerja DGT

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi kinerja DGT, diantaranya:

1. Lapisan Pengikat

DGT dapat diaplikasikan pada analit yang sesuai dengan lapisan pengikat, Misalnya dengan mengganti penukar kation chelex dengan ferrihydrite sintetis, DGT dapat digunakan untuk menentukan anionik fosfat yang labil (Zhang et al. 1998). Ferrihidrit (FH) juga dapat digunakan untuk Se di tanah (Sogn et al 2008) dan untuk P, As, V, W, Mo, Sb. Selain itu campuran lapisan pengikat Chelex dan FH dapat digunakan untuk mengukur kation (Mn, Cu, Zn, Cd) dan anion (Fosfat dan molibdat) secara simultan (Mason et al 2005).

2. Faktor yang Mempengaruhi Presisi dan Akurasi

Kesalahan pengukuran DGT mungkin disebabkan oleh beberapa faktor misalnya variasi temperatur selama peletakkan DGT pada sampel, variasi ketebalan *diffusive gel*, faktor elusi, koefisien difusi dan *diffusive boundary layer*.

a) *Diffusive Boundary Layer (DBL)*

DGT idealnya diletakkan dalam air yang mengalir karena pada antarmuka antara membran filter dan air di sekitarnya, berkembang *diffusive boundary layer* (DBL). DBL bersifat stagnan dan lebih besar pada air yang mengalir lambat.

b) Biofouling

Peletakkan alat DGT di air dapat menyebabkan berkembangnya biofilm pada alat dan pelindung membran filter, disebabkan oleh kolonisasi mikroorganisme. Biofilm dapat menyerap analit atau berperan sebagai perpanjangan lapisan difusi, menyebabkan penurunan konsentrasi DGT (Pitchette et al 2007, Murdock et al. 2001).

c) Temperatur

Koefisien difusi umumnya ditentukan pada temperatur ruang dan selanjutnya disesuaikan dengan temperatur saat percobaan dengan menggunakan persamaan (2) (Zhang dan Davison 1995). Verifikasi persamaan ini dilakukan oleh Zhang dan Davison (1995) pada range temperatur 5-35⁰C.

3. pH

Pengukuran DGT dapat dilakukan pada rentang pH yang luas. Keterbatasannya adalah terkait dengan agen pengikat dan *diffusive gel*. Resin chelex terdiri dari kopolimer stirena divinilbenzena yang mengandung ikatan kimia asam iminodiasetat (IDA). IDA membentuk kelat bidentat dengan kation polivalen dan memiliki afinitas yang tinggi terhadap ion logam (BioRad 2000). Pada pH rendah IDA menjadi terprotonasi, dan efisiensi pengkelat menjadi terganggu. pH pada saat terjadi penurunan adsorpsi berbeda pada masing-masing analit dan tergantung pada selektivitas IDA.

2.4.3 Pengukuran Spesiasi

Pengukuran Kompleks Labil

Akumulasi analit dalam lapisan pengikat tergantung pada ukuran dan kelabilan suatu kompleks. Ukurannya dibatasi oleh diameter dan pori *diffusive* gel (± 5 nm). Hal ini memungkinkan kation terhidrasi (Zhang dan Davison 1995) dan kompleks kecil (Scally et al 2003) berpindah dengan bebas.

Perhatikan reaksi kestimbangan ion logam (analit), Me dan ligan, L, dan kompleks, MeL:



Konsentrasi Me terus berkurang karena adsorpsi pada lapisan pengikat, kesetimbangan dalam lapisan difusi diganggu oleh disosiasi MeL. Pada gambar 2.2 ditunjukkan skema gradien konsentrasi dari kompleks MeL dan ion logam. Gambar tersebut menunjukkan bahwa ion logam dan kompleks sepenuhnya labil (Zhang dan Davison 1995). Kompleks MeL terdisosiasi sehingga tidak hanya ion logam bebas tetapi juga semua ion logam yang awalnya membentuk kompleks teradsorpsi pada lapisan pengikat.



Gambar 2.3 Skema gradien konsentrasi kompleks MeL dan ion logam

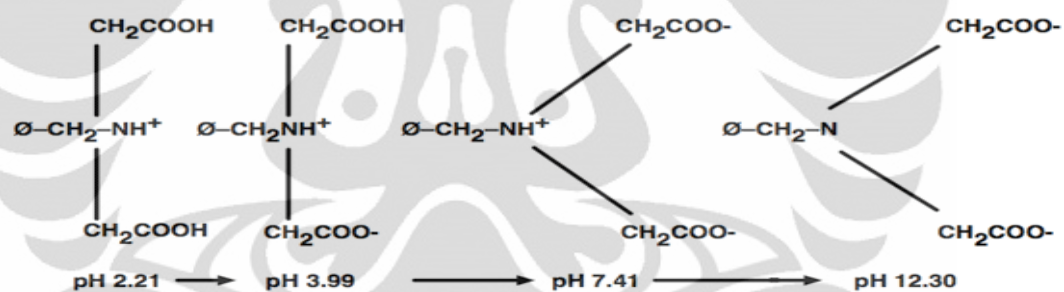
[Hao Zhang, 1995]

2.6 Chelex

Chelex 100 adalah resin pengkelat digunakan untuk memurnikan senyawa lain melalui pertukaran ion. Hal ini disebabkan oleh kemampuannya dalam mengikat ion logam transisi.

Chelex-100 terdiri dari kopolimer stirena-divinilbenzena yang mengandung sepasang gugus asam iminodiasetat, yang bertindak sebagai gugus pengkelat dalam mengikat ion polivalen. Chelex 100 memiliki selektivitas tinggi untuk mengikat ion logam tembaga, besi, dan ion logam berat lain melebihi kation monovalen seperti natrium dan kalium. Chelex 100 memiliki daya tarik yang tinggi untuk logam transisi, bahkan dalam larutan garam yang pekat.

Di bawah ini merupakan perubahan struktur gugus asam iminodiasetat akibat perubahan pH:



Gambar 2.4 Perubahan struktur gugus asam iminodiasetat akibat perubahan pH

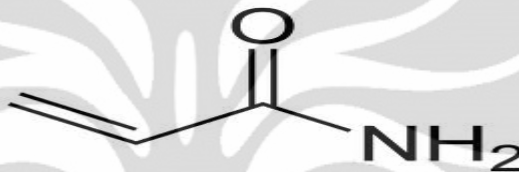
[<http://www.biorad.com/prd/en/US/adirect/biorad>]

2.6 Akrilamida

Akrilamida (atau amida akrilat) adalah senyawa organik sederhana yang berpotensi berbahaya bagi kesehatan (menyebabkan kanker atau karsinogenik). Dalam bentuk murni berwujud padatan kristal putih dan tidak berbau. Pada suhu ruang, akrilamida larut dalam air, etanol, eter, dan kloroform. Dalam keadaan

normal akan terdekomposisi menjadi amonia tanpa pemanasan, atau menjadi karbon dioksida, karbon monoksida, dan oksida nitrogen dengan pemanasan

Akrilamida dapat membentuk rantai polimer panjang yang dikenal sebagai poliakrilamida. Dalam laboratorium biokimia poliakrilamida dipakai sebagai fase diam dalam elektroforesis gel. Akrilamida juga dipakai dalam penanganan limbah cair, pembuatan kertas, pengolahan bijih besi, dan dalam pembuatan bahan pengepres. Beberapa akrilamida dipakai dalam pembuatan zat pewarna, atau untuk membentuk monomer lain.



Gambar 2.5 Struktur akrilamida

[<http://id.wikipedia.org/wiki/Akrilamida>]

Nama IUPAC : 2-propenamida

Rumus molekul : C_3H_5NO

Massa molar : 71.08 g mol^{-1}

Massa Jenis : 1.13 g/cm^3

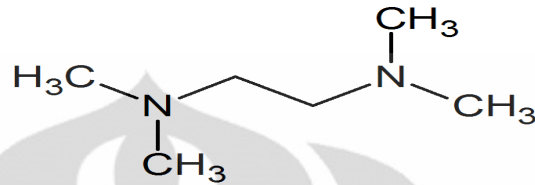
Titik Leleh : $84,5^{\circ}\text{C}$

Kelarutan dalam air : $204 \text{ g/100 ml (25 }^{\circ}\text{C)}$

2.7 Tetrametiletildiamin (TEMED)

Tetrametiletildiamin adalah senyawa kimia dengan rumus $(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$. Spesies ini berasal dari etildiamin oleh penggantian empat kelompok NH dengan empat kelompok N-metil.

Tetrametiletilendiamin digunakan bersama amonium persulfat untuk mengkatalisis polimerisasi akrilamida ketika membuat gel poliakrilamid.



Gambar 2.6 Struktur TEMED

[<http://en.wikipedia.org/wiki/Tetramethylethylenediamine>]

Nama IUPAC : N,N,N',N'-tetrametil-etan-1,2-diamin

Rumus molekul : C₆H₁₆N₂

Massa molar : 116.24 g/mo

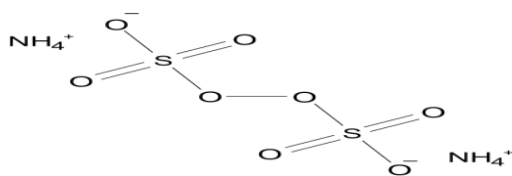
Massa jenis : 0.78 g/cm³

Titik leleh : -55 °C (218 K)

Titik didih : 120-122⁰C (393-395 K)

2.8 Amonium persulfat

Amonium persulfat adalah agen pengoksidasi (oksidator) kuat. Amonium persulfat sangat larut dalam air dan proses pelarutannya berlangsung secara endoterm. Amonium persulfat merupakan inisiator radikal.



Gambar 2.7 Struktur Amonium persulfat

[http://en.wikipedia.org/wiki/Ammonium_persulfate]

Sinonim : Amonium peroksidisulfat

Rumus molekul : $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

Massa molar : 228.18 g/mol

Massa jenis : 1.98 g/cm³

Titik leleh : 120 °C (393 K)

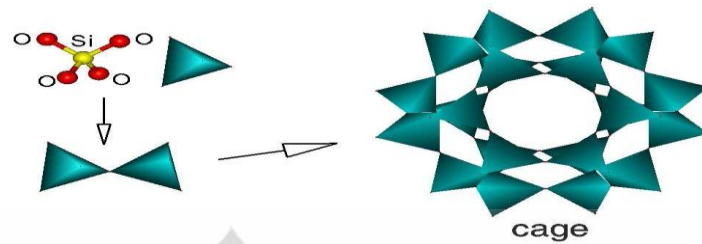
Kelarutan dalam air : 80 g/100 ml (25 °C)

2.9 Zeolit

Zeolit adalah senyawa kimia alumino-silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi yang kaku, berongga dan terdiri dari saluran yang terhubung satu sama lain. Ion-ion logam tersebut dapat dipertukarkan dengan kation lain tanpa merusak struktur zeolit sehingga memungkinkan zeolit memiliki kemampuan melakukan pertukaran ion. Keistimewaan dari struktur zeolit yaitu ukuran pori dan salurannya seragam sehingga menjadikan zeolit sebagai penyaring molekul (*molecular sieve*), dimana hanya molekul dengan ukuran yang cocok yang dapat masuk ke dalam pori zeolit.

Secara umum, zeolit memiliki molekular struktur yang unik dimana atom silikon dikelilingi oleh 4 atom oksigen sehingga membentuk semacam jaringan dengan pola yang teratur (gambar 2.8). Di beberapa tempat di jaringan ini, atom silikon digantikan dengan atom aluminium yang hanya terkoordinasi dengan 3 atom oksigen. Atom aluminium ini hanya memiliki muatan 3+, sedangkan Silikon memiliki muatan 4+. Keberadaan atom aluminium ini secara keseluruhan akan menyebabkan zeolit memiliki muatan negatif. Muatan negatif inilah yang

menyebabkan zeolit mampu mengikat kation.



Gambar 2.8 Rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si

[\[http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf\]](http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf)

Zeolit mempunyai beberapa sifat diantaranya dehidrasi, adsorben dan penyaring molekul, katalisator dan penukar ion. Sifat dehidrasi pada zeolit disebabkan zeolit mudah melepas air akibat pemanasan tetapi juga mudah mengikat kembali molekul air dalam udara lembab. Sifat zeolit sebagai adsorben dan penyaring molekul, dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga, sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya. Zeolit dengan ukuran rongga tertentu dapat digunakan sebagai katalis untuk mengubah alkohol menjadi hidrokarbon sehingga alkohol dapat digunakan sebagai bensin. Sifat zeolit sebagai penukar kation disebabkan zeolit mudah melepas kation dan diganti dengan kation lainnya.

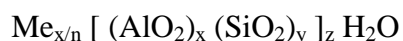
Unit-unit pembentuk struktur zeolit secara garis besar dapat dibagi dua, yaitu:

a) Unit Bangun Primer

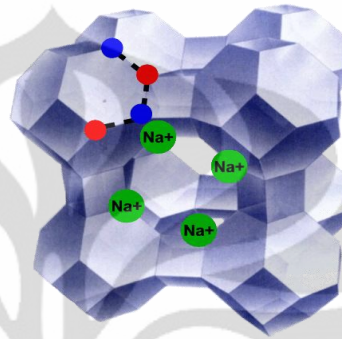
Unit bangun primer merupakan tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 .

b) Unit Bangun Sekunder

Unit bangun sekunder zeolit merupakan gabungan unit-unit bangun primer yang dapat membentuk berbagai cincin. Secara umum, unit sel zeolit ditulis sebagai berikut:



dimana: Me = kation alkali atau alkali tanah
n = valensi dari kation
x = bilangan tertentu (2 s.d. 10)
y = bilangan tertentu (2 s.d. 7)
z = bilangan tertentu



Gambar 2.9 Struktur kristal zeolit

[\[http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf\]](http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf)

Menurut proses pembentukannya zeolit dibedakan menjadi dua jenis, yaitu:

a. Zeolit Alam

Zeolit alam dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Mineral ini biasanya dijumpai mengisi celah-celah ataupun rekahan dari batuan tersebut. Selain itu zeolit juga merupakan endapan dari aktivitas vulkanik yang banyak mengandung silika.

Komposisi kimia zeolit bergantung pada komposisi hidrotermal lingkungan lokal, seperti suhu, tekanan uap air setempat, pH dan aktivitas dari ion-ion tertentu dan komposisi air tanah lokasi kejadiannya. Pada umumnya, zeolit dibentuk oleh reaksi dari air pori dengan berbagai material seperti gelas, poorly crystalline clay, plagioklas, ataupun silika. Bentuk zeolit mengandung perbandingan yang besar dari M^{2+} dan H^+ pada Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} . Contoh zeolit alam adalah *clinoptilolite*, *chabazite*, *mordenite*, *phillipsite*, *erionite*, *analcime*, dan *ferrierite*. Zeolit alam yang paling melimpah keberadaannya adalah

clinoptilolite dan umumnya zeolit alam Indonesia kaya akan *clinoptilolite* dan *mordenite*.

b. Zeolit Sintesis

Zeolit mempunyai sifat yang unik maka banyak dilakukan pembuatan zeolit sintesis yang mempunyai sifat khusus sesuai dengan kebutuhan dengan memodifikasi komposisi aluminium dan silika dalam zeolit menggunakan proses kimia tertentu. Zeolit sintesis memiliki kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan zeolit alam dan memiliki rasio Si/Al yang dapat disusun sesuai kebutuhan. Penggunaan zeolit sintetis memiliki sifat yang lebih baik dibanding dengan zeolit alam. Perbedaan terbesar antara zeolit sintesis dengan zeolit alam adalah:

- 1) Zeolit sintetis dibuat dari bahan kimia dan bahan-bahan alam yang kemudian diproses dari tubuh bijih alam.
- 2) Zeolit sintetis memiliki perbandingan silika dan alumina yaitu 1:1 dan sedangkan pada zeolit alam hingga 5:1.
- 3) Zeolit alam tidak terpisah dalam lingkungan asam seperti halnya zeolit sintetis (Saputra, R, 2006).

2.10 Spektrofotometer Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometer*)

Spektrometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrometri ialah Spektrometri Serapan Atom (SSA), merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan absorpsi radiasi gelombang elektromagnetik oleh atom-atom. Atom mempunyai dua tingkat keadaan energi, yaitu energi keadaan dasar (ground state) dan keadaan tereksitasi (excited state). Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dan sumber cahaya yang dipancarkan lampu katoda (*Hallow Cathoda Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan,

Kelahiran SSA sendiri pada tahun 1955, ketika publikasi yang ditulis oleh Walsh dan Alkemade & Milatz muncul. Dalam publikasi ini SSA direkomendasikan sebagai metode analisis yang dapat diaplikasikan secara umum (Weltz, 1976). Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan

pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Jika suatu cahaya dengan intensitas I_0 melewati suatu medium dengan panjang l yang mengandung atom-atom dengan konsentrasi C maka intensitas cahaya tersebut akan berkurang menjadi I_t . Hubungan antara I_0 dengan I_t dirumuskan dengan:

$$I_t = I_0 \cdot e^{-(\epsilon bc)}, \text{ atau}$$

$$A = -\log I_t/I_0 = \epsilon bc$$

Dimana :

I_0 = Intensitas sumber sinar

I_t = Intensitas sinar yang diteruskan

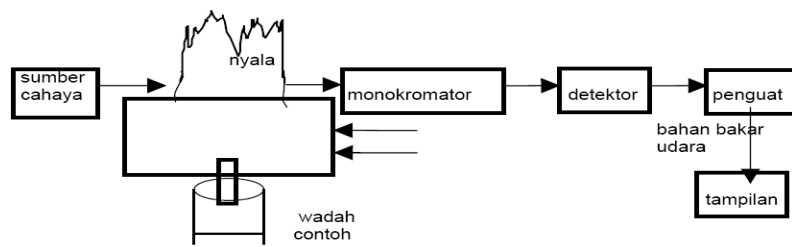
ϵ = Absorptivitas molar

b = Panjang medium

c = Konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = Absorbansi

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989). Skema umum dari alat SSA adalah sebagai berikut:



Gambar 2.10 Skema Umum Komponen pada Alat SSA

[Haswel, 1991]

1. Sumber Radiasi

Sumber radiasi, yang akan memancarkan sinar radiasi elektromagnet pada panjang gelombang yang diinginkan. Sumber radiasi yang kini banyak digunakan ialah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri dari suatu katoda dan anoda yang terletak dalam suatu silinder gelas berongga yang terbuat dari kwarsa. Katoda terbuat dari logam yang akan dianalisis. Silinder gelas berisi suatu gas lembam pada tekanan rendah. Ketika diberikan potensial listrik maka muatan positif ion gas akan menumbuk katoda sehingga terjadi pemancaran spektrum garis logam yang bersangkutan.



Gambar 2.11 Lampu katoda berongga

[http://www_azwestern_edu-chemnasa-AASprimerweb_files-image002_jpg.htm]

2. Atomizer, yang terdiri dari:

- a. Nebulizer, yaitu alat yang langsung kontak dengan larutan contoh yang biasanya mengandung asam-asam. Nebulizer berfungsi untuk mengubah menjadi aerosol. Sistem nebulizer-burner adalah jantungnya AAS, karena disinilah efisiensi pengatoman ditentukan, jadi langsung akan berpengaruh terhadap kepekaan analisis.

- b. Spray Chamber, yaitu bagian alat dalam AAS untuk membuat campuran yang sehomogen mungkin antara gas oksidan, bahan bakar, serta aerosol yang mengandung contoh sebelum mencapai burner (nyala). Desain spray chamber amat mempengaruhi kepekaan analisis yang dapat dicapai. Desain ini dibuat sedemikian rupa sehingga butir-butir cairan yang lebih besar dari 5 mikron akan mengembun kembali dan dibuang melalui drain. Butir-butir yang kecil akan menghasilkan kepekaan yang tinggi karena lebih mudah diuapkan pelarutnya dan lebih mudah untuk diatomisasikan.
- c. Burner, dimana desainnya harus dapat mencegah bahaya blow black (masuknya nyala ke dalam spray chamber). Burner harus selalu bersih untuk menjamin kepekaan yang tinggi dan kedadapatulangan yang baik. Populasi atom terbanyak berada dalam nyala 0,5-1 cm dari dasar nyala.

3. Sistem Optik

Sistem optik yang berfungsi mengumpulkan cahaya dari sumbernya, melewatkan ke sampel dan kemudian ke monokromator. Sistem optik dapat berupa single beam maupun double beam.

4. Monokromator

Monokromator dalam alat AAS akan memisahkan, mengisolasi dan mengontrol intensitas energi yang diteruskan ke detektor. Monokromator yang biasa digunakan ialah monokromator difraksi *grating*.

5. Detektor

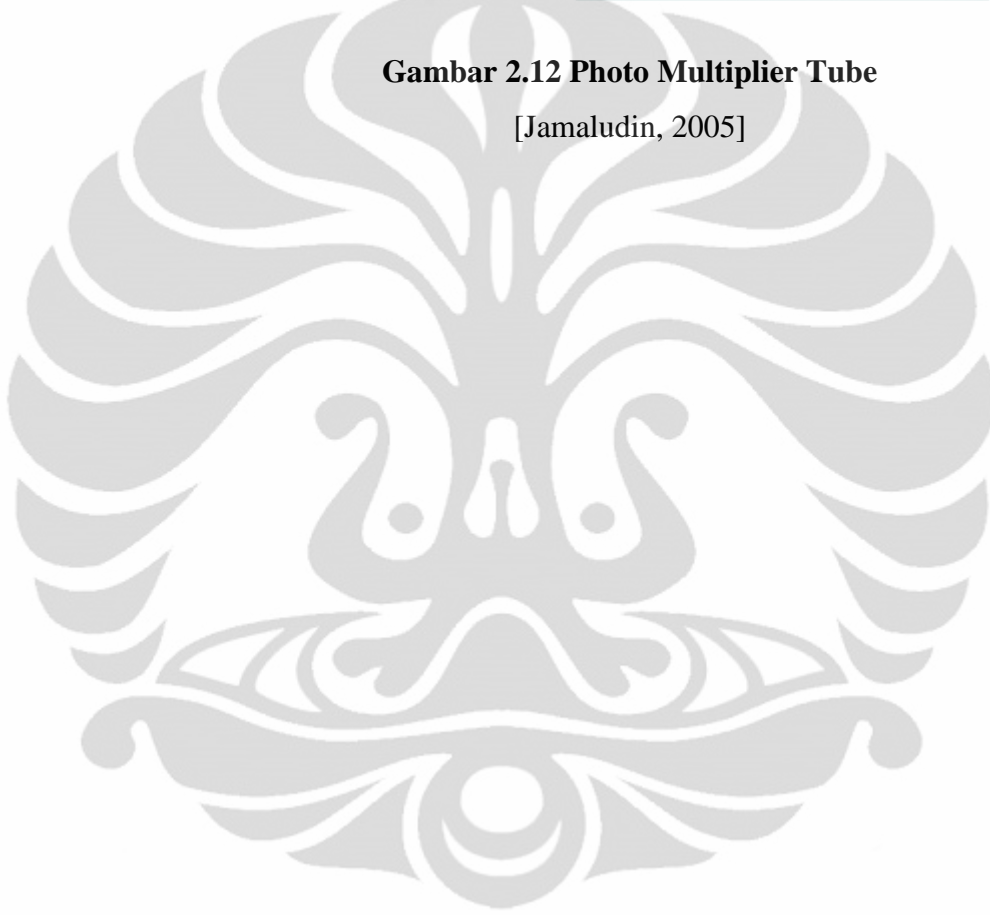
Tipe detektor pada AAS biasanya dipakai adalah tabung pengganda foton (*photomultiplier tube*), terdiri dari katoda yang dilapisi senyawa yang bersifat peka cahaya dan suatu anoda yang mampu mengumpulkan elektron. foton menumbuk katoda maka elektron akan dipancarkan, dan bergerak menuju anoda. Antara katoda dan anoda terdapat dinoda-dinoda yang mampu menggandakan elektron. Sehingga intensitas elektron yang sampai menuju anoda besar dan akhirnya dapat dibaca sebagai sinyal listrik. Untuk menambah kinerja alat maka digunakan suatu mikroprosesor, baik pada instrumen utama maupun pada alat bantu lain seperti *autosampler* Tenaga listrik yang dihasilkan dari detektor kemudian diteruskan ke amplifier setelah itu baru diteruskan ke sistem

pembacaan. Skala yang dibaca dalam satuan %T atau absorbans yang dapat dibaca dalam read out.



Gambar 2.12 Photo Multiplier Tube

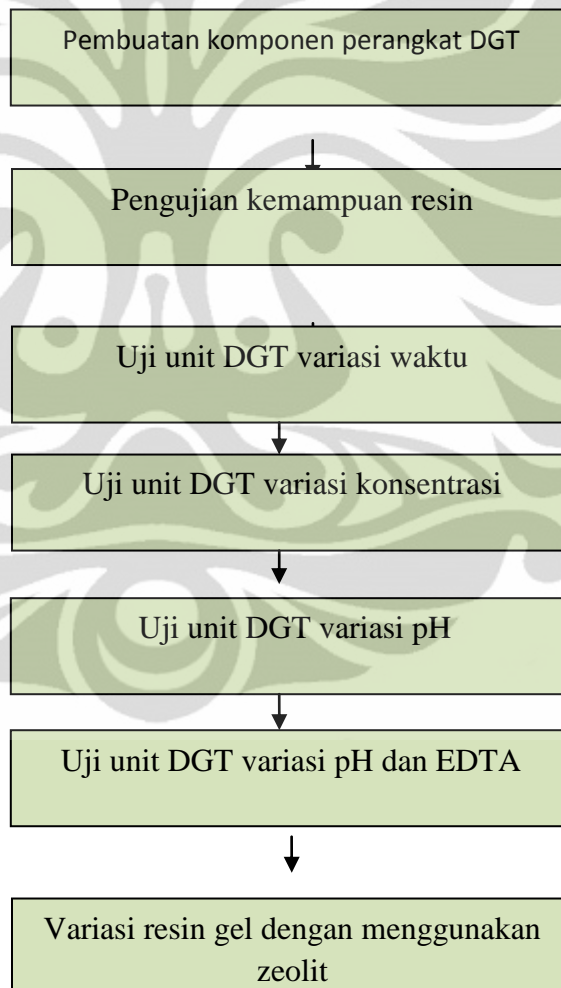
[Jamaludin, 2005]



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu tahap pembuatan komponen DGT yang terdiri dari *diffusive* gel dan resin gel baik yang terbuat dari chelex maupun zeolit, pengujian kemampuan resin, dan aplikasi unit DGT yang telah dipreparasi pada larutan sintetik yang telah dibuat di laboratorium. Alur pembuatan komponen DGT dan aplikasinya ditunjukkan pada bagan di bawah ini:



Gambar 3.1 Bagan Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah unit DGT, pipet tetes, pipet gondok, pipet mikro, pipet volumetri, timbangan, beaker glass, termometer, tabung reaksi, *stopwatch*, pH meter, pinset, lempengan gelas, pengaduk kaca, spatula, botol timbang, stirrer, gelas ukur, labu ukur, dan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS).

3.2.2 Bahan

- Acrylamide 40%
- Aquademin
- Cross linker
- Amonium persulphate (10%)
- N,N,N'N'-Tetramethylethylenediamine (TEMED), 99%
- Membran selulosa nitrat
- NaNO_3 0,01M
- Resin Chelex
- Zeolit
- HNO_3 pekat
- NaOH
- Larutan baku CdSO_4 1000 ppm
- Zeolit klinoptilolit

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi Komponen DGT

3.3.1.1 Pembuatan Larutan Gel

Pembuatan 40 mL larutan gel dimulai dengan mencampurkan 6 mL *DGT cross-linker* dan 19 mL aquademin bersama-sama pada beaker glass yang bersih kemudian campuran diaduk dengan menggunakan batang pengaduk. Setelah itu 15 mL larutan akrilamid 40% dimasukkan ke dalam campuran tersebut hingga homogen (*personal communication*). Namun, dalam penelitian ini untuk menghindari berlebihnya jumlah larutan gel yang dibuat, maka jumlah bahan yang digunakan sebanyak 1/8 prosedur.

3.3.1.2 Pembuatan *Diffusive Gel*

Pembuatan *diffusive* gel dilakukan dengan menambahkan 35 μL amonium persulfat ke dalam 5 mL larutan gel pada beaker glass yang bersih sambil diaduk dengan menggunakan batang pengaduk kemudian ditambahkan 12,5 μL larutan TEMED ke dalam campuran tersebut sambil terus diaduk agar homogen. Setelah itu larutan gel dipipet dan dimasukkan ke dalam cetakan kaca yang telah dibuat dengan hati-hati sehingga membentuk struktur yang halus. Setelah itu, larutan gel dipanaskan dalam oven pada suhu 42 – 46°C selama satu jam sehingga terbentuk gel. Kemudian gel yang telah terbentuk dicuci dengan aquademin dan direndam untuk hidrasi. Setelah beberapa jam direndam, aquademin yang digunakan diganti sehingga total penggantian aquademin sebanyak 3 – 4 kali selama 24 jam. Kemudian gel disimpan dalam aquademin. Setelah itu sebelum digunakan gel dicetak dengan menggunakan cetakan dengan diameter 2,5 cm.

3.3.1.3 Pembuatan Resin Gel

Dalam membuat resin gel hal pertama yang dilakukan yaitu merendam resin chelex-100 dalam aquademin selama 1 jam, kemudian didekantasi. Setelah itu 5 mL larutan gel dipipet ke dalam beaker glass yang bersih dan ditambahkan 2 gram resin chelex yang telah didekantasi dan diaduk sampai homogen. Kemudian campuran ditambahkan 30 μL ammonium persulfat dan 7,5 μL TEMED sambil diaduk hingga homogen dan memastikan resin tersuspensi. Setelah itu campuran resin dimasukkan ke dalam cetakan kaca yang telah dibuat dengan hati-hati sehingga terbentuk struktur halus. Kemudian campuran resin dipanaskan dalam oven pada suhu 42 – 46°C selama satu jam hingga terbentuk gel. Resin gel yang terbentuk direndam dalam aquademin untuk hidrasi. Setelah beberapa jam direndam, aquademin yang digunakan diganti sehingga total penggantian aquademin sebanyak 3 – 4 kali selama 24 jam. Kemudian resin gel disimpan dalam aquademin. Setelah itu sebelum digunakan resin gel dicetak dengan menggunakan cetakan dengan diameter 2,5 cm.

3.3.1.4 Pembuatan Zeolit Gel

Dalam membuat zeolit gel hal pertama yang dilakukan yaitu mengaktivasi zeolit klinoptilolit. Zeolit klinoptilolit yang digunakan pada penelitian ini berasal

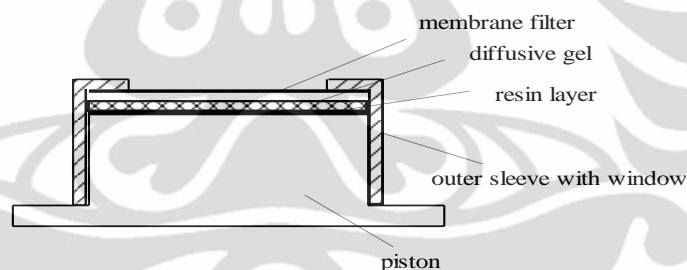
dari daerah Bayah, Jawa Barat dan diproduksi oleh CV Transindo Utama. Aktivasi zeolit klinoptilolit ini dilakukan melalui dua proses yaitu proses fisika dan proses kimia. Pada proses fisika, zeolit klinoptilolit didispersikan dalam aquademin dengan perbandingan volume 1:3 kemudian diaduk selama 1 jam pada suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$ dengan pengaduk magnetik. Setelah itu zeolit dibiarkan mengendap, lalu didekantasi untuk membuang pelarutnya. Hal ini dilakukan sebanyak tiga kali untuk hasil pembersihan maksimal. Kemudian zeolit klinoptilolit dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C hingga zeolit benar-benar kering. Pada proses kimia perlakuan dilakukan dalam suasana asam dan basa, Untuk suasana asam zeolit klinoptilolit yang sudah kering pada proses fisika didispersikan dalam campuran larutan aquademin dan HCl 0,05 M dengan perbandingan 2 : 1 diaduk selama 1 jam pada suhu 50°C dengan pengaduk magnetik. Selanjutnya didekantasi untuk membuang pelarutnya, lalu zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur 80°C sampai benar-benar kering.

Setelah zeolit kering, aktivasi secara basa dilakukan dengan mendispersikan zeolit dalam campuran larutan aquademin dan NaOH 0,05 M dengan perbandingan 2 : 1 diaduk selama 1 jam pada suhu 50°C . Selanjutnya didekantasi untuk membuang pelarutnya, lalu zeolit dikeringkan dalam oven pada temperatur 80°C sampai benar-benar kering. Kemudian dilakukan penyeragaman kation pada zeolit, yaitu dengan mendispersikan 8,0 g zeolit dalam 214 mL NaCl 1 M kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 6 jam pada temperatur 60°C . Setelah itu didekantasi untuk membuang pelarutnya, kemudian zeolit tersebut dicuci dengan menggunakan aquademin panas lalu didekantasi lagi. Hal ini dilakukan hingga tiga kali untuk mengoptimalkan penyeragaman kation. Setelah itu zeolit dikalsinasi pada temperatur 300°C selama 2 jam. Setelah siap, zeolit yang sudah diaktivasi tersebut ditimbang sebanyak 2 gr. Setelah itu 5 mL larutan gel dipipet ke dalam beaker glass yang bersih dan ditambahkan 2 gram zeolit sambil diaduk sampai homogen. Kemudian campuran ditambahkan $30\ \mu\text{L}$ amonium persulfat dan $7,5\ \mu\text{L}$ TEMED sambil diaduk hingga homogen dan memastikan zeolit tersuspensi. Setelah itu campuran dimasukkan ke dalam cetakan kaca yang telah dibuat dengan hati-hati kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu $42 - 46^{\circ}\text{C}$ selama satu jam hingga terbentuk gel. Zeolit gel yang

terbentuk direndam dalam aquademin untuk hidrasi. Setelah beberapa jam direndam, aquademin yang digunakan diganti sehingga total penggantian aquademin sebanyak 3 – 4 kali selama 24 jam. Kemudian zeolit gel disimpan dalam aquademin. Setelah itu sebelum digunakan resin gel dicetak dengan menggunakan cetakan dengan diameter 2,5 cm.

3.3.1.5 Pemasangan Komponen DGT

Untuk memasang komponen DGT, hal pertama yang harus dilakukan yaitu membran filter selulosa nitrat (dengan ukuran diameter 2,5 cm dan pori-pori 0,45 μm) dibasahi dengan aquademin. Kemudian gel dan membran filter disusun seperti yang terlihat pada gambar. Resin gel diletakkan pada posisi paling dasar dengan bagian yang kasar menghadap ke atas kemudian *diffusive* gel diletakkan di atas resin gel dan diikuti oleh membran filter. Kemudian alat DGT ditutup dengan hati-hati secara horizontal setelah itu ditekan ke bawah sampai dasar.



Gambar 3.2 Penampang melintang komponen DGT

3.3.2 Uji Kemampuan resin pada larutan Cd^{2+} sintetik

Resin gel yang telah dihidrasi dipotong dengan ukuran 1x1 cm. Kemudian resin gel yang telah dipotong tersebut dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL yang masing-masing berisi 10 mL larutan logam Cd^{2+} 1,5 ppm dengan variasi waktu 1, 2, 3, dan 4 jam. Setelah itu resin dielusikan dalam 2 mL larutan HNO_3 1 M selama 24 jam. Kemudian eluen HNO_3 diambil aliquot 1 mL dan diencerkan sampai 10 mL. Setelah itu diukur dengan menggunakan alat AAS untuk diketahui

konsentrasi logam Cd^{2+} yang ada dalam eluen tersebut. Konsentrasi awal larutan logam Cd^{2+} juga diukur untuk mengetahui efisiensi massa analit yang diserap oleh resin.

3.3.3 Aplikasi unit DGT pada Larutan Cd^{2+} dengan Resin Gel

3.3.3.1 Variasi waktu

Untuk menguji kemampuan unit DGT pada larutan logam sintetik di laboratorium hal pertama yang harus dilakukan yaitu membuat 800 mL larutan logam Cd^{2+} 1,5 ppm dalam beaker glass 1 L. Setelah itu diambil aliquot 10 mL agar dapat diketahui konsentrasi larutan awal dengan tepat. Kemudian alat DGT yang telah diisi dengan resin gel, *diffusive* gel, dan membran filter dimasukkan dalam beaker dengan posisi melayang dengan cara mengikat alat DGT tersebut dengan benang dan diaduk dengan menggunakan pengaduk magnetik. Saat meletakkan alat DGT dicatat waktu dan temperaturnya. Dilakukan variasi waktu selama 6, 12, dan 24 jam. Setelah dilakukan variasi waktu tersebut, alat DGT diangkat dan dicatat temperaturnya. Kemudian permukaan unit DGT dicuci dengan aquademin dan resin gel yang ada dalam unit DGT dielusikan dalam 3 mL larutan HNO_3 1 M selama 24 jam. Setelah itu, diambil aliquot eluen HNO_3 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS sehingga dapat diketahui konsentrasi logam Cd^{2+} dalam unit DGT.

3.3.3.2 Uji Homogenitas Resin Gel

Uji homogenitas ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan, yaitu dengan membuat 3 larutan logam Cd^{2+} 1,5 ppm dalam beaker glass 1 L sebanyak 800 mL. Setelah itu diambil aliquot 10 mL agar dapat diketahui konsentrasi larutan awal dengan tepat. Kemudian alat DGT yang telah diisi dengan resin gel, *diffusive* gel, dan membran filter dimasukkan dalam beaker dengan posisi melayang dengan cara mengikat alat DGT tersebut dengan benang. Saat meletakkan alat DGT dicatat waktu dan temperaturnya. Kemudian ketiganya diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam. Setelah selesai alat DGT diangkat dan dicatat temperaturnya. Kemudian permukaan unit DGT dicuci dengan aquademin dan resin gel yang ada dalam unit DGT dielusikan dalam 3 mL larutan HNO_3 1 M

selama 24 jam. Setelah itu, diambil aliquot eluen HNO_3 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS sehingga dapat diketahui konsentrasi Cd^{2+} dalam unit DGT.

3.3.3.3 Variasi Konsentrasi

Variasi konsentrasi ini dilakukan dengan cara membuat larutan Cd^{2+} dengan konsentrasi 1, 5, 25, 50, dan 100 ppm dalam beaker glass. Setelah itu diambil aliquot larutan awal agar dapat diketahui konsentrasi larutan awal dengan tepat. Kemudian alat DGT yang telah diisi dengan resin gel, *diffusive gel*, dan membran filter dimasukkan dalam beaker dengan posisi melayang dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam, serta dicatat suhu dan waktu saat peletakkan dan pengangkatan alat DGT. Kemudian permukaan unit DGT dicuci dengan aquademin dan resin gel yang ada dalam unit DGT dielusikan dalam 3 mL larutan HNO_3 1 M selama 24 jam. Setelah itu, diambil aliquot eluen HNO_3 sebanyak 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS sehingga dapat diketahui konsentrasi Cd^{2+} dalam unit DGT.

3.3.3.4 Variasi pH

Variasi pH dilakukan dengan cara membuat larutan Cd^{2+} dengan pH 2, 4, 7, dan 11 dalam beaker glass 1 L. Setelah itu diambil aliquot larutan awal agar dapat diketahui konsentrasi larutan awal dengan tepat. Kemudian alat DGT yang telah diisi dengan resin gel, *diffusive gel*, dan membran filter dimasukkan dalam beaker dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 24 jam, serta dicatat waktu dan suhu saat peletakkan dan pengangkatan DGT. Setelah itu resin gel dielusikan dalam 3 mL larutan HNO_3 1 M selama 1 hari. Setelah itu, diambil aliquot eluen HNO_3 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS sehingga dapat diketahui konsentrasi Cd^{2+} dalam unit DGT.

3.3.3.5 Variasi pH dan EDTA

Variasi pH dan perbandingan agen pengompleks EDTA dilakukan dengan membuat 800 mL larutan Cd^{2+} dengan pH 2 dan 11 dalam beaker glass 1 L. Kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan EDTA sebanyak 10,7 mL EDTA untuk perbandingan 1:1 dan 32,1 mL untuk perbandingan 1:3. Setelah itu diambil aliquot larutan awal agar dapat diketahui konsentrasi larutan awal dengan tepat. Kemudian alat DGT yang telah diisi dengan resin gel, *diffusive* gel, dan membran filter dimasukkan dalam beaker dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 24 jam, serta dicatat suhu dan waktu saat peletakkan dan pengangkatan alat DGT. Resin gel dielusikan dalam 3 mL larutan HNO_3 1 M selama 1 hari. Setelah itu, diambil aliquot eluen HNO_3 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS sehingga dapat diketahui konsentrasi logam Cd^{2+} dalam unit DGT.

3.3.4 Aplikasi Unit DGT pada Larutan Cd^{2+} dengan Zeolit Gel

Prosedur di atas diulangi dengan variasi waktu, konsentrasi, pH, pH dan EDTA, serta uji homogenitas menggunakan zeolit gel. Untuk variasi waktu, pH, pH dan EDTA, serta uji homogenitas dilakukan dengan variasi yang sama, tetapi untuk variasi konsentrasi dilakukan dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1.Pembuatan Perangkat DGT

4.1.1 Pembuatan Larutan Gel

Pembuatan larutan gel menggunakan bahan dasar akrilamida sehingga gel yang terbentuk merupakan gel yang berasal dari poliakrilamida. Proses pembuatannya diawali dengan mencampurkan 0,75 mL *DGT cross-linker* dan 2,35 mL aquademin bersama-sama sambil diaduk pada beaker glass. Penambahan aquademin ini bertujuan untuk mengubah konsentrasi *DGT cross linker* dari 2% menjadi 0,3%. Setelah larutan menjadi homogen dengan adanya pengadukan, ditambahkan larutan akrilamida 40% sebanyak 1,9 mL sambil terus diaduk sehingga campuran benar-benar homogen. Larutan gel yang terbentuk merupakan larutan bening yang kental. Larutan ini dapat digunakan untuk membuat *diffusive* maupun resin gel.



Gambar 4.1 Larutan gel

4.1.2 Pembuatan *Diffusive* Gel

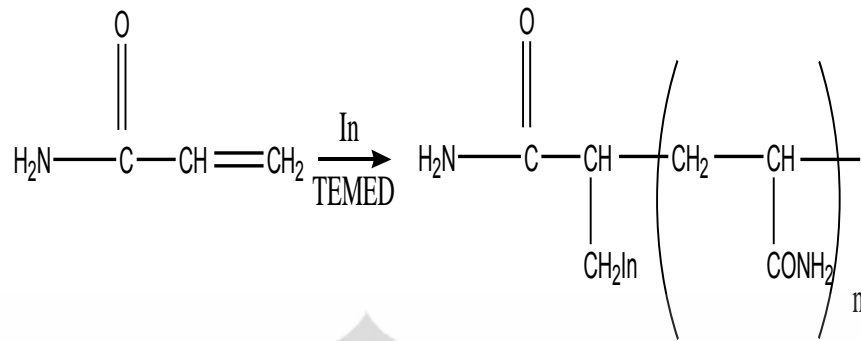
Larutan gel sebanyak 5 mL ditambahkan 35 μ L amonium persulfat sambil diaduk sekitar 30 detik kemudian ditambahkan 12,5 μ L larutan TEMED (tetrametiletildiamin) ke dalam campuran tersebut sambil diaduk agar homogen. Pengadukan ini dilakukan dengan menggunakan batang pengaduk kaca selama lebih kurang 15-20 detik karena bila dilakukan terlalu lama dapat menyebabkan terbentuknya gel terlebih dahulu sebelum larutan gel dimasukkan ke dalam

cetakan. Proses polimerisasi akrilamida menjadi gel poliakrilamida dimulai dengan adanya amonium per sulfat yang bertindak sebagai inisiator. Kehadiran TEMED dapat mempercepat laju pembentukan radikal bebas amonium persulfat dan mengkatalisis proses polimerisasi. Radikal bebas amonium persulfat mengkonversi monomer akrilamida menjadi ion radikal bebas sehingga dapat bereaksi dengan monomer akrilamida yang belum teraktivasi untuk memulai reaksi polimerisasi berantai (Shi dan Jackowski 1998).



Gambar 4.2 Reaksi pembentukan radikal

Konsentrasi amonium persulfat yang digunakan yaitu 10% karena tingkat polimerisasi tergantung pada konsentrasi inisiator. Peningkatan konsentrasi inisiator dapat menyebabkan penurunan panjang rata-rata rantai polimer, meningkatnya kekeruhan gel, dan menurunnya elastisitas gel. Sedangkan dengan menurunnya konsentrasi inisiator dapat meningkatkan panjang rantai polimer, menurunkan kekeruhan gel, dan meningkatnya elastisitas gel. Sifat-sifat ini merupakan sifat yang diinginkan dalam pembuatan polimer. Namun, dengan konsentrasi inisiator yang terlalu rendah menyebabkan reaksi polimerisasi berjalan lambat. Jika reaksi polimerisasi berjalan terlalu lambat, oksigen akan mulai memasuki larutan monomer dan menghambat reaksi polimerisasi sehingga gel yang terbentuk terlalu berpori dan memiliki sifat yang mudah putus. Selain itu, amonium per sulfat yang digunakan harus selalu dalam keadaan *fresh* karena sifatnya yang higroskopis sehingga akumulasi air dalam amonium per sulfat dapat menyebabkan berkurangnya reaktivitas dengan cepat.



Gambar 4.3 Reaksi polimerisasi akrilamida

Setelah ditambahkan amonium per sulfat dan TEMED, larutan gel dimasukkan ke dalam cetakan kaca yang telah dibuat dengan hati-hati. Jika terbentuk gelembung pemipetan dihentikan dan dilanjutkan kembali saat tidak terbentuk gelembung lagi. Kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 42 – 46°C selama satu jam hingga terbentuk gel.

Setelah 1 jam, gel yang telah terbentuk dicuci dengan aquademin dan direndam untuk hidrasi. Lembaran *diffusive* gel yang terbentuk mempunyai sifat fisik yang halus, bening, dan elastis. Setelah beberapa jam direndam, aquademin yang digunakan diganti sehingga total penggantian aquademin sebanyak 3 – 4 kali selama 24 jam. Perendaman gel dalam aquademin ini bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa monomer yang tidak bereaksi. *Diffusive* gel disimpan dalam larutan aquademin dan jika ingin digunakan dicetak dengan menggunakan cetakan yang berdiameter 2,5 cm.



Gambar 4.4 *Diffusive* gel yang telah terbentuk

4.1.3 Pembuatan Resin Gel

Dalam membuat resin gel, prosedurnya tidak jauh berbeda dengan proses pembuatan *diffusive* gel. Hal pertama yang dilakukan dalam membuat resin gel yaitu merendam 2 gram resin chelex dalam aquademin selama 1 jam, kemudian didekantasi. Digunakan resin chelex karena chelex terdiri dari kopolimer stiren divinilbenzena yang memiliki gugus asam iminodiasetat sehingga dapat bertindak sebagai ion pengkelat dalam mengikat kation polivalen.

Setelah itu, dipipet 5 mL larutan gel ke dalam beaker glass dan ditambahkan resin gel yang telah didekantasi kemudian diaduk hingga homogen. Larutan yang terbentuk berupa larutan kental yang berwarna putih. Setelah itu ditambahkan 30 μ L amonium persulfat dan 7,5 μ L TEMED sambil diaduk hingga homogen. Setelah semua resin telah tersuspensi dengan baik, larutan resin dimasukkan ke dalam cetakan kaca dengan *spacer* yang berbeda dengan cetakan *diffusive* gel. Spacer pada resin gel lebih tipis dibandingkan spacer *diffusive* gel. Hal ini disebabkan ingin didapatkan ketebalan resin gel yang lebih tipis dari *diffusive* gel. Setelah itu, dimasukkan ke dalam oven pada suhu 42 – 46⁰C selama satu jam sampai terbentuk gel.

Resin gel yang terbentuk berwarna putih keruh, serta mempunyai permukaan yang halus dan kasar. Sisi kasar ini merupakan sisi resin karena pada saat dipanaskan dalam oven, resin terendapkan ke bawah karena adanya gaya gravitasi. Kemudian resin gel yang telah terbentuk direndam dalam aquademin untuk hidrasi. Selama 24 jam dilakukan 3-4 kali penggantian air aquademin. Sama seperti *diffusive* gel, perendaman resin gel dalam aquademin ini bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa monomer dan pereaksi yang tidak bereaksi dalam proses polimerisasi. Setelah itu resin gel disimpan dalam aquademin dan jika ingin digunakan resin gel dicetak dengan menggunakan cetakan yang berdiameter 2,5 cm.



Gambar 4.5 Larutan resin gel

4.1.4 Pembuatan Zeolit Gel

Pembuatan zeolit gel hampir sama dengan pembuatan resin gel, yang membedakan adalah substrat penukar ion yang digunakan. Pada resin gel substrat yang digunakan adalah resin chelex sedangkan pada zeolit gel substrat penukar ionnya adalah zeolit. Zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion karena zeolit adalah senyawa kimia alumino-silikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah yang dapat dipertukarkan dengan kation lain tanpa merusak struktur zeolit sehingga memungkinkan zeolit memiliki kemampuan melakukan pertukaran ion.

Hal pertama yang dilakukan adalah menimbang 2 gram zeolit yang telah diaktivasi. Proses aktivasi ini dilakukan secara fisika dan kimia. Secara fisika zeolit klinoptilolit didispersikan dalam aquademin dan diaduk selama satu jam

pada suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$ dengan pengaduk magnetik. Proses tersebut bertujuan untuk membersihkan zeolit dari pengotor-pengotor fisik seperti tanah, pasir, dan lain sebagainya. Pemanasan bertujuan untuk membuka rongga dan pori zeolit agar pembersihan lebih optimal. Proses ini dilakukan sebanyak tiga kali agar pembersihan zeolit lebih optimal. Aktivasi zeolit dengan proses kimia dilakukan dalam suasana asam dan basa. Perlakuan dalam suasana asam menggunakan HCl 0,05 M sedangkan dalam suasana basa menggunakan NaOH 0,05 M. Pencucian dengan asam berfungsi untuk melarutkan pengotor yang bersifat asam sedangkan pencucian dengan basa bertujuan untuk melarutkan pengotor yang bersifat basa. Setelah itu dilakukan proses penyeragaman kation, pori dan rongga zeolit alam klinoptilolit terdapat beragam kation antara lain Mg^{2+} , Ca^{2+} , K^{+} , Fe^{3+} , dan Cu^{2+} sehingga dilakukan penyeragaman kation dengan menggunakan kation dari golongan alkali atau alkali tanah. Pada penelitian ini kation-kation di dalam rongga zeolit diseragamkan menggunakan kation Na^{+} ,

Setelah itu, dipipet 5 mL larutan gel ke dalam beaker glass dan ditambahkan 2 gram zeolit yang telah ditimbang kemudian diaduk hingga homogen. Larutan yang terbentuk berupa larutan kental yang berwarna coklat. Setelah itu ditambahkan 15 μL amonium persulfat dan 7,5 μL TEMED sambil diaduk hingga homogen. Sama seperti pada pembuatan resin gel, amonium persulfat berfungsi sebagai inisiator dan TEMED sebagai katalis.

Setelah semua zeolit telah tersuspensi dengan baik, larutan dimasukkan ke dalam cetakan kaca dengan *spacer* yang berbeda dengan cetakan *diffusive* gel. Cetakan kaca yang digunakan untuk membuat zeolit gel sama dengan cetakan yang digunakan untuk membuat resin gel. Setelah itu, dimasukkan ke dalam oven pada suhu 42 – 46 $^{\circ}\text{C}$ selama satu jam hingga terbentuk gel. Zeolit gel yang terbentuk berwarna coklat, dan mempunyai sisi kasar dan halus. Sama seperti resin, sisi kasar ini merupakan sisi zeolit karena selama di dalam oven, zeolit terendapkan ke bawah.

Zeolit gel yang telah terbentuk direndam dalam aquademin untuk hidrasi. selama 24 jam. Sama seperti *diffusive* gel dan resin gel, perendaman zeolit gel dalam aquademin ini bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa monomer dan

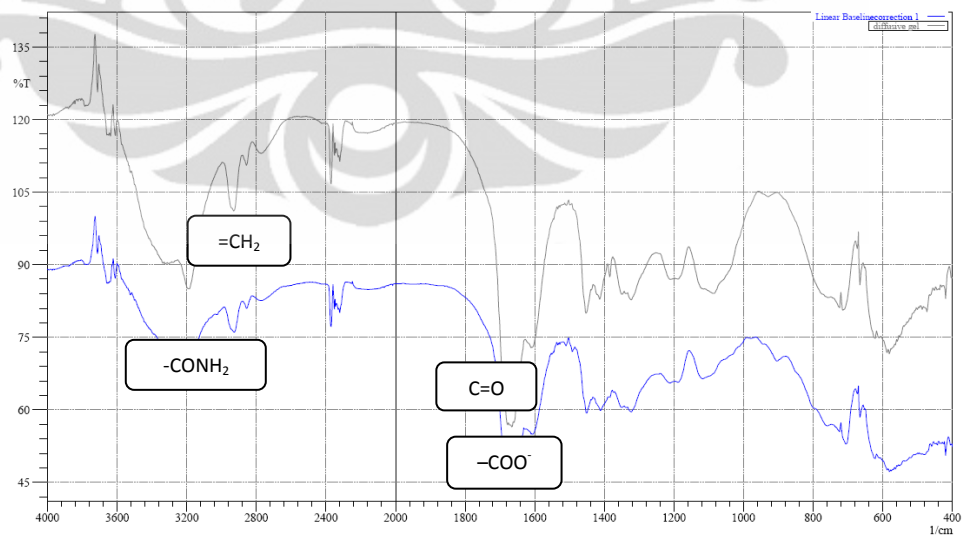
pereaksi yang tidak bereaksi dalam proses polimerisasi. Zeolit gel disimpan dalam akuademin dan jika ingin digunakan dicetak dengan menggunakan cetakan yang berdiameter 2,5 cm.



Gambar 4.6 Zeolit gel

4.2 Karakterisasi Gel

Diffusive, resin, dan zeolit gel yang telah dibuat dianalisis dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada gel tersebut.

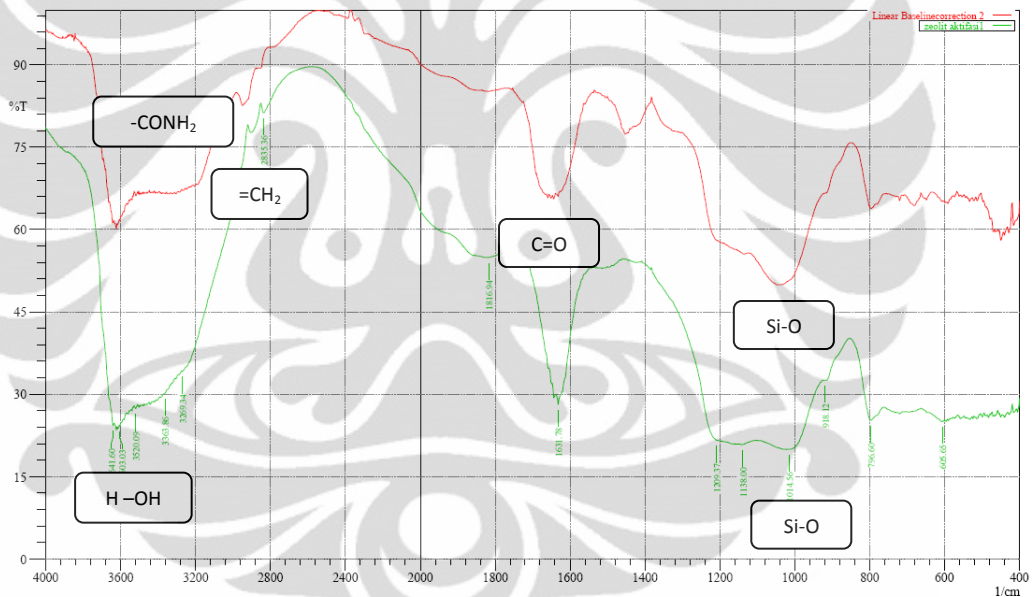


Gambar 4.7 Spektra FTIR *diffusive* dan resin gel dalam KBr

Pada spektrum FTIR yang dihasilkan dari resin gel tidak jauh berbeda dengan spektrum *diffusive* gel. Hal ini disebabkan baik *diffusive* gel maupun resin

gel terbuat dari poliakrilamida. Pada spektrum resin gel terdapat serapan pada daerah 1606 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus -COO^- yang berasal dari gugus iminodiasetat pada resin chelex.

Pada spektrum FTIR *diffusive* gel terlihat bahwa adanya serapan pada bilangan gelombang 3200 cm^{-1} yang menunjukkan adanya amida primer. Hal ini terjadi karena *diffusive* gel terbentuk dari poliakrilamida yang mengandung gugus amida primer. Selain itu, serapan pada bilangan gelombang 2960 cm^{-1} menunjukkan adanya uluran =CH_2 yang berasal dari rantai polimer. Bilangan gelombang 1672 cm^{-1} menunjukkan adanya uluran C=O yang berasal dari amida.



Gambar 4.8 Spektra FTIR zeolit dan zeolit gel dalam KBr

Pada spektrum FTIR zeolit terdapat serapan pada bilangan gelombang 2960 cm^{-1} menunjukkan adanya uluran =CH_2 yang berasal dari rantai polimer. Serapan pada bilangan gelombang 3603 yang menunjukkan adanya ikatan H-OH. Selain itu terdapat ikatan Si-O yang ditandai dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1014 cm^{-1} .

Pada spektrum FTIR zeolit gel terdapat serapan yang mirip dengan *diffusive* gel, yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang 2960 cm^{-1} menunjukkan

adanya uluran $=\text{CH}_2$. Selain itu adanya serapan pada bilangan gelombang 3200 cm^{-1} yang menunjukkan adanya amida primer. Bilangan gelombang 1672 cm^{-1} menunjukkan adanya uluran $\text{C}=\text{O}$. Serta adanya serapan pada bilangan gelombang 1050 cm^{-1} yang menunjukkan adanya $\text{Si}-\text{O}$.

4.3 Uji Kemampuan Resin Chelex dalam Larutan Cd^{2+}

Uji kemampuan resin dalam larutan Cd^{2+} ini bertujuan untuk mengetahui apakah resin gel yang telah dibuat benar-benar mampu menyerap ion-ion logam, dalam hal ini ion Cd^{2+} dan mengetahui apakah dalam jangka waktu 4 jam massa logam yang terserap pada resin chelex masih memberikan serapan linier atau sudah mencapai konstan.

Hal pertama yang dilakukan yaitu membuat larutan logam Cd^{2+} dengan konsentrasi 1,5 ppm dan dimasukkan masing-masing 10 mL ke dalam 4 erlenmeyer. Setelah itu resin gel yang telah dihidrasi dipotong dengan ukuran 1x1 cm. Dalam percobaan ini, tidak digunakan resin gel yang berdiameter 2,5 cm karena hanya ingin diketahui kemampuan resin yang telah dibuat dalam menyerap ion Cd^{2+} . Kemudian resin tersebut direndam dalam larutan Cd^{2+} yang telah dibuat dan dilakukan variasi waktu selama 1, 2, 3, dan 4 jam.



Gambar 4.9 Resin yang dielusikan dalam HNO_3

Setelah dilakukan variasi waktu tersebut, resin dielusikan dalam 2 mL larutan HNO_3 1 M selama 24 jam. Tujuan pengelusian dengan HNO_3 ini yaitu agar ion Cd^{2+} logam yang terserap dalam resin dapat terlepas dari resin dan larut dalam HNO_3 1 M. Hal ini dapat terjadi karena adanya larutan HNO_3 mengakibatkan suasana asam sehingga resin chelex menjadi terprotonasi dan ion

Cd^{2+} yang sebelumnya terikat dalam sepasang gugus karboksilat akan bertukar dengan ion H^+ yang berasal dari HNO_3 . Setelah proses elusi, eluen HNO_3 diambil aliquotnya sebanyak 1 mL dan diencerkan hingga menjadi 10 mL kemudian diukur dengan menggunakan alat AAS.

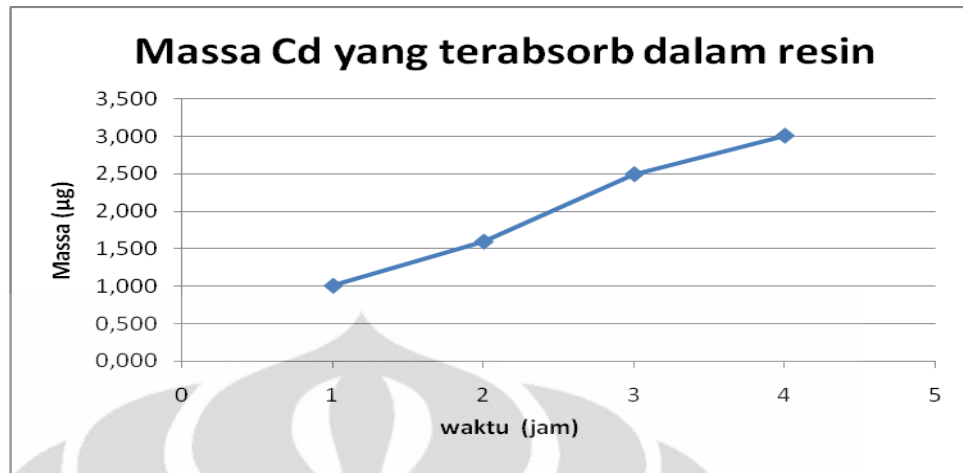
Dari hasil pengukuran yang telah dihitung dengan menggunakan persamaan (4) yang ada pada Bab 2, diperoleh data seperti yang terlihat pada tabel 4.1:

Tabel 4.1 Data Kemampuan Resin Chelex dalam Mengikat ion Cd^{2+}

Variasi Waktu (jam)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu\text{g/L}$)	Massa (μg)	Efisiensi (%)
1	392	1,007	6,76
2	621	1,595	10,7
3	971	2,494	16,73
4	1171	3,008	20,18

Dari data pada tabel 4.1 terlihat bahwa massa logam Cd yang terserap dalam resin semakin meningkat seiring dengan pertambahan waktu. Efisiensi resin diperoleh dari massa logam Cd dalam resin dibagi dengan massa logam Cd yang ada di dalam larutan awal yang telah dibuat yaitu 14,904 μg .

Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa dalam jangka waktu 4 jam, massa logam dalam resin masih memberikan serapan linier. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.10 di bawah ini:



Gambar 4.10 Grafik massa logam Cd yang diserap terhadap waktu

4.4 Aplikasi Unit DGT pada Larutan Cd^{2+} dengan Menggunakan Resin Gel

Untuk mengaplikasikan DGT pada larutan Cd^{2+} dengan menggunakan resin gel, hal pertama yang dilakukan adalah menyiapkan unit DGT yaitu dengan cara meletakkan resin gel dan *diffusive* gel yang telah dicetak, serta membran selulosa nitrat yang telah direndam dalam akuademin pada alat tersebut. Larutan sampel yang akan diuji terlebih dahulu diaduk menggunakan pengaduk magnetik untuk menghomogenkan larutan, kemudian diambil aliquot untuk mengetahui konsentrasi awal larutan. Kemudian unit DGT diletakkan pada larutan sampel dengan posisi melayang dan diikat dengan menggunakan benang dan diukur suhu saat peletakan dan pengangkatan unit DGT untuk menentukan koefisien difusi logam pada suhu tertentu.

4.4.1 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Waktu

Aplikasi unit DGT dengan variasi waktu ini dilakukan untuk mengetahui waktu optimum yang diperlukan oleh resin gel dalam menyerap ion Cd^{2+} yang ada di dalam larutan sehingga konsentrasi DGT (C_{DGT}) yang diperoleh mendekati konsentrasi larutan sebenarnya atau dengan kata lain C_{DGT} yang diperoleh

dinyatakan efektif. Syarat konsentrasi DGT dinyatakan efektif adalah C_{DGT} : $C_{larutan}$ minimal 90%, atau perbedaanya sebesar $\pm 10\%$.

Pada percobaan ini dilakukan variasi waktu selama 6, 12, dan 24 jam. Dari percobaan didapatkan data yang terlihat pada tabel 4.2 sebagai berikut:

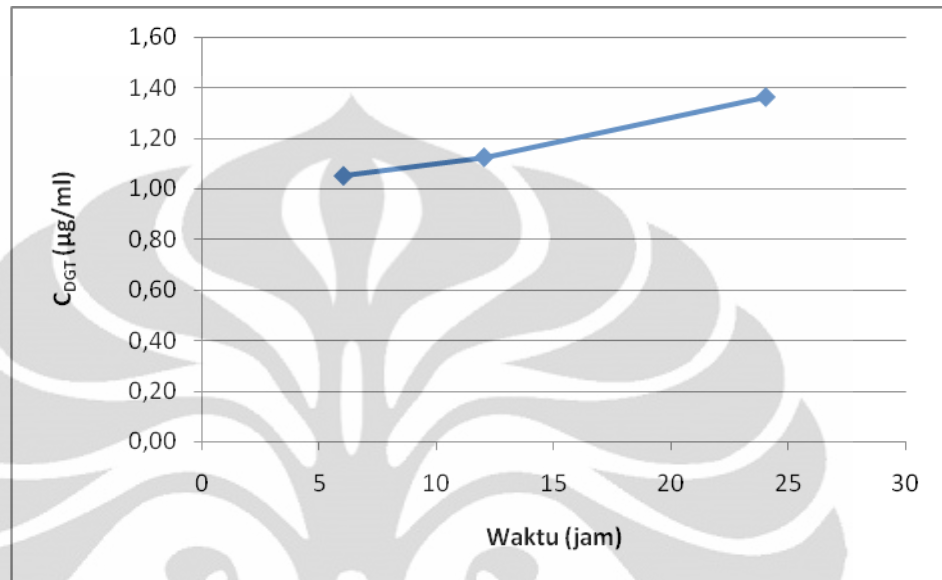
Tabel 4.2 Data C_{DGT} pada Variasi Waktu

Waktu (jam)	Konsentrasi awal (mg/L)	Konsentrasi eluen HNO_3 ($\mu g/L$)	Massa dalam resin (μg)	Konsentrasi DGT ($\mu g/mL$)	$C_{DGT} : C_{larutan}$ awal (%)
6	1,442	935,83	3,83	1,05	72,89
12	1,430	2002,67	8,19	1,12	78,65
24	1,448	4850,27	19,83	1,36	94,05

Dari data pada tabel 4.2 dapat dilihat bahwa variasi waktu peletakkan unit DGT pada larutan Cd^{2+} mempengaruhi banyaknya jumlah ion Cd^{2+} yang dapat diikat oleh resin gel. Hal ini disebabkan oleh waktu yang dibutuhkan oleh ion-ion Cd^{2+} untuk masuk melalui membran filter kemudian berdifusi melewati *diffusive* gel dan akhirnya mencapai resin gel. Resin gel dapat berperan sebagai lapisan pengikat karena mengandung resin chelex yang terdiri dari kopolimer stirena-divinilbenzena yang mengandung sepasang gugus asam iminodiasetat, yang dapat bertindak sebagai gugus pengkelat dalam mengikat ion polivalen. Ion-ion Cd^{2+} yang terdapat pada larutan akan terikat pada gugus asetat tersebut dan ketika resin gel direndam dalam larutan HNO_3 1 M, ion-ion Cd^{2+} yang terikat akan larut dalam HNO_3 karena adanya pertukaran ion antara Cd^{2+} dan H^+ .

Pada variasi waktu 24 jam didapatkan C_{DGT} sebesar 1,36 $\mu g/mL$ dan perbandingan konsentrasi DGT telah mencapai 94,05%. Oleh karena itu C_{DGT} pada waktu 24 jam dinyatakan efektif dan pada variasi selanjutnya digunakan waktu selama 24 jam.

Hubungan antara C_{DGT} yang diperoleh terhadap waktu dapat dilihat pada gambar 4.11 di bawah ini:



Gambar 4.11 Grafik C_{DGT} yang diperoleh pada variasi waktu



Gambar 4.12 Unit DGT dalam larutan Cd^{2+}

4.4.2 Uji Homogenitas Resin Gel

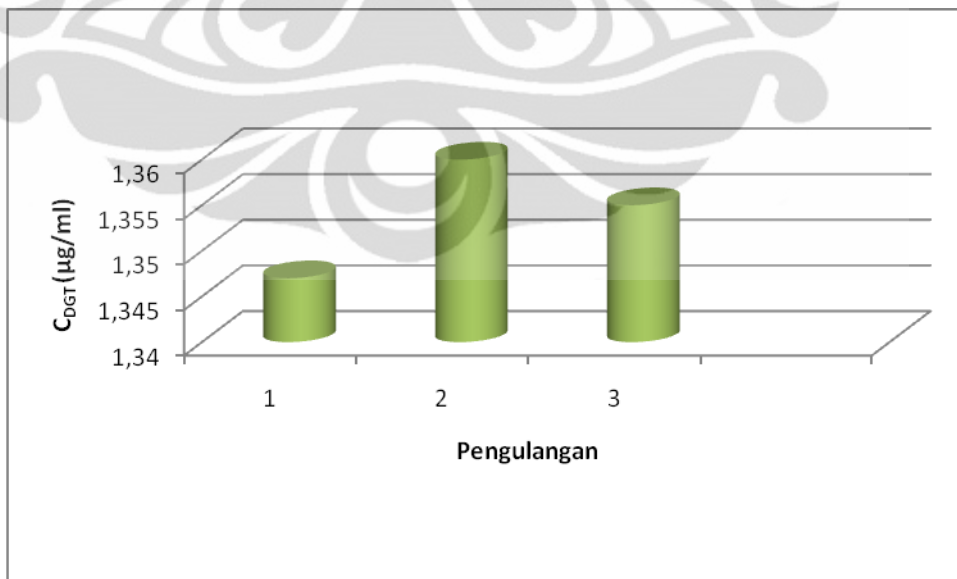
Uji homogenitas resin gel ini dilakukan untuk mengetahui resin gel yang telah dibuat mempunyai struktur yang homogen atau tidak. Uji ini dilakukan dengan cara membuat 3 larutan yang mempunyai konsentrasi 1,5 ppm dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 24 jam. Dari hasil percobaan diperoleh data yang tertera pada tabel 4.3 berikut:

Tabel 4.3 Data C_{DGT} pada Uji Homogenitas

Pengulangan ke	Konsentrasi Awal (ppm)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
1	1,446	19,61	1,347
2	1,445	19,80	1,360
3	1,448	19,73	1,355

Dari data pada tabel 4.3 dapat dilihat bahwa C_{DGT} yang diperoleh cukup dekat. Hal ini juga dapat dilihat dari nilai standar deviasi 0,0066 dan % RSD yang cukup kecil yaitu 0,345 % sehingga dapat disimpulkan bahwa resin gel yang dibuat cukup homogen.

Grafik tentang banyaknya pengulangan yang dilakukan terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.13:



Gambar 4.13 Grafik C_{DGT} yang diperoleh terhadap banyaknya pengulangan

4.4.3 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Konsentrasi

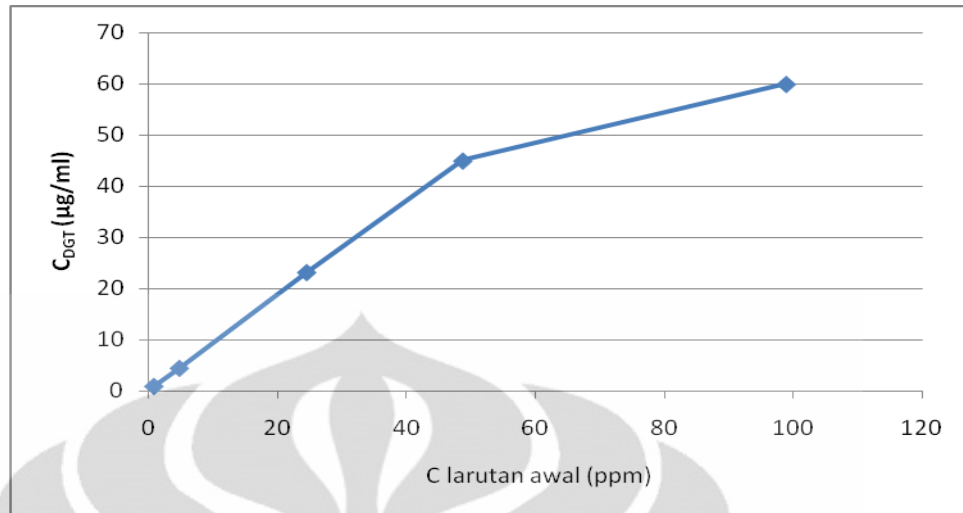
Variasi konsentrasi ini dilakukan untuk mengetahui berapa besar jumlah maksimum ion Cd^{2+} yang dapat diikat oleh resin chelex dan berapa C_{DGT} yang diperoleh pada berbagai konsentrasi larutan sampel.

Variasi ini dilakukan pada konsentrasi 1, 5, 25, 50, dan 100 ppm dan waktu peletakkan unit DGT masing-masing 24 jam. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.4 di bawah ini

Tabel 4.4 Data C_{DGT} pada variasi konsentrasi

Variasi Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi larutan Awal (ppm)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
1	0,939	12,2138	0,885
5	4,884	61,0084	4,419
25	24,596	337,183	23,162
50	48,772	654,574	44,965
100	98,842	872,717	59,950

Berdasarkan hasil percobaan variasi konsentrasi yang terlihat pada tabel 4.4, untuk 1 sampai 50 ppm masih menunjukkan adanya serapan linier terhadap jumlah ion Cd^{2+} yang dapat diserap oleh resin chelex. Namun pada variasi konsentrasi 100 ppm, C_{DGT} yang diperoleh hanya 59,950 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini menunjukkan resin chelex sudah mencapai kapasitas maksimumnya yaitu sudah mencapai jumlah maksimum massa logam Cd yang dapat diserap. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.14 dibawah ini:



Gambar 4.14 Grafik C_{DGT} terhadap variasi konsentrasi

Semakin tinggi konsentrasi, massa logam dalam resin akan semakin meningkat pula Adolf Fick (1829-1901), ditemukan bahwa laju difusi sebanding atau berbanding lurus dengan perbedaan konsentrasi. Semakin besar perbedaan konsentrasi, semakin besar laju aliran molekul-molekul zat. Sebaliknya, semakin kecil perbedaan konsentrasi, semakin kecil laju aliran molekul-molekul zat.

4.4.4 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi pH

Pada penelitian variasi pH ini bertujuan untuk mengetahui berapa besar jumlah ion Cd^{2+} yang dapat terserap dan C_{DGT} yang diperoleh jika dipengaruhi oleh pH tertentu. Penelitian ini dilakukan pada pH 2, 4, 7, dan 11. Variasi pH dilakukan dengan cara menambahkan HNO_3 untuk membuat pH asam maupun menambahkan $NaOH$ untuk membuat pH basa.

Pengukuran DGT dapat dilakukan pada rentang pH yang luas. Keterbatasannya adalah terkait dengan agen pengikat (resin) dan *diffusive gel*. Resin Chelex terdiri dari kopolimer stirena divinylbenzene ikatan kimia asam iminodiasetat (IDA). IDA membentuk kelat bidentat dengan kation polivalen dan memiliki afinitas yang tinggi terhadap ion logam (BioRad 2000). Pada pH rendah

IDA menjadi terprotonasi, dan efisiensi pengkelat menjadi terganggu. pH pada saat terjadi penurunan adsorpsi berbeda pada masing-masing analit dan tergantung pada selektivitas IDA. Data hasil pengukuran diperlihatkan pada tabel 4.5 di bawah ini:

Tabel 4.5 Data C_{DGT} pada variasi pH

Variasi pH	Konsentrasi Larutan Awal (ppm)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu g/L$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu g/mL$)
2,05	1,488	2361,290	9,652	0,681
4,05	1,476	4825,806	19,725	1,391
7,16	1,483	4954,839	20,253	1,428
11,0	0,721	1419,355	5,802	0,409

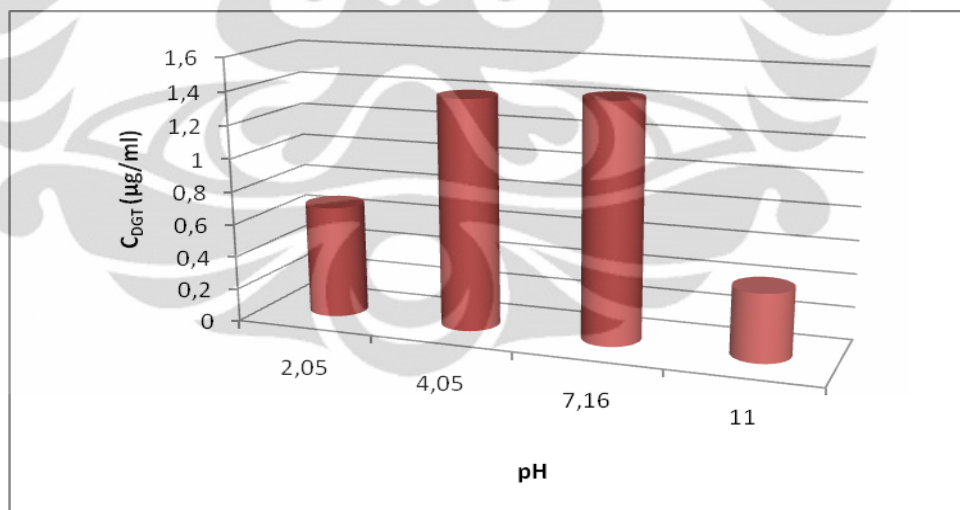
Dari data yang diperoleh pada tabel 4.5 didapatkan konsentrasi yang terukur oleh DGT pada pH 2,05 yaitu 0,681 $\mu g/mL$ sedangkan pada pH 4,05 didapatkan C_{DGT} yang lebih tinggi yaitu 1,391 $\mu g/mL$. Pada pH 7,16 didapatkan C_{DGT} yang paling tinggi yaitu 1,428 $\mu g/mL$. Hal ini disebabkan oleh pada pH asam resin chelex terprotonasi oleh ion-ion H^+ yang berasal dari larutan HNO_3 yang ditambahkan ketika mengatur pH larutan menjadi yang diinginkan yaitu pH 2 dan 4 sehingga kemampuan resin chelex dalam menyerap ion Cd^{2+} berkurang.

Pada pH 2,05, jumlah HNO_3 yang ditambahkan lebih banyak dibandingkan pada pH 4,05 sehingga lebih banyak ion H^+ yang berikatan dengan gugus iminodiasetat pada resin chelex yang menyebabkan berkurangnya kemampuan resin dalam mengikat ion Cd^{2+} . Itulah sebabnya C_{DGT} pada pH 4,05 lebih tinggi dibandingkan C_{DGT} pada pH 2,05.

C_{DGT} pada pH 7,16 paling tinggi karena tidak adanya ion-ion pengganggu yang dapat menyebabkan berkurangnya kemampuan resin chelex dalam mengikat ion Cd^{2+} .

Pada pH 11,0 C_{DGT} yang didapat paling kecil diantara yang lainnya. Hal ini disebabkan adanya ion-ion OH^- yang berasal dari larutan NaOH yang ditambahkan ketika mengatur pH larutan menjadi pH 11,0. Ion-ion OH^- ini bereaksi dengan ion Cd^{2+} yang ada di larutan sehingga membentuk $Cd(OH)_2$ yang berukuran lebih besar sehingga sulit untuk memasuki *diffusive* maupun resin gel. Selain itu adanya ion OH^- menyebabkan sebagian ion Cd^{2+} mengendap. Dapat dilihat dari adanya endapan putih yang terbentuk. Pengendapan ini terjadi karena nilai ksp $Cd(OH)_2$ yaitu $4,5 \times 10^{-15}$, lebih kecil dibandingkan hasil kali ion-ionnya yaitu $1,33 \times 10^{-14}$. Hal inilah yang menyebabkan konsentrasi awal larutan yang diukur dengan AAS hanya 0,721 ppm dan C_{DGT} yang terukur hanya 0,409 $\mu g/mL$.

Pengaruh perubahan pH terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.15 di bawah ini:

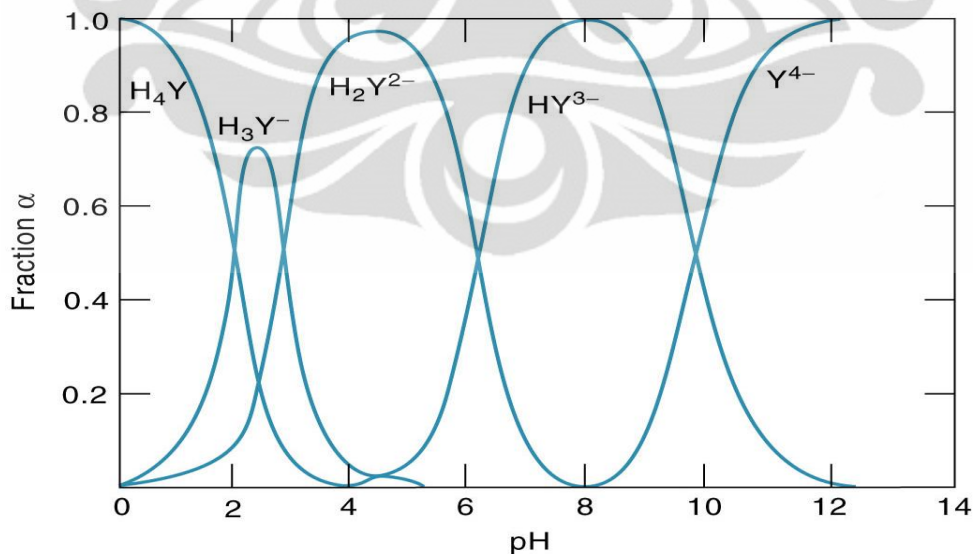


Gambar 4.15 Grafik C_{DGT} terhadap variasi pH

4.4.5 Aplikasi Unit DGT Variasi Perbandingan pH dan EDTA

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui apakah suatu ion kompleks mampu melewati membran filter untuk berdifusi ke *diffusive* gel hingga akhirnya mencapai resin gel dan berapa C_{DGT} yang diperoleh jika terdapat EDTA dalam larutan sampel. Pada percobaan ini dilakukan pengompleksan dengan EDTA yang diharapkan dapat mewakili agen pengompleks yang terdapat di perairan alami. EDTA dapat berperan sebagai agen pengompleks karena mempunyai enam sisi potensial yang dapat digunakan untuk mengikat ion logam; empat sisi yang berasal dari gugus karboksilat dan dua sisi lain berasal dari gugus amino yang masing-masing mempunyai satu pasang elektron bebas (Skoog West 8th edition, 2004)

Penelitian ini dilakukan dengan dua variasi pH yaitu pH 2 dan pH 11 dengan masing-masing perbandingan mol ion Cd^{2+} dan mol EDTA 1:1 dan 1:3. Hal ini dilakukan karena fraksi EDTA yang bereaksi dipengaruhi oleh pH larutan, yang dapat dilihat dari spesies-spesies EDTA yang terbentuk pada berbagai macam pH yaitu H_4Y , H_3Y^- , H_2Y^{2-} , HY^{3-} , dan Y^{4-} serta nilai α_4 yang berbeda pada setiap pH. Fraksi-fraksi EDTA tersebut dapat dilihat pada gambar 4.16 di bawah ini:



Gambar 4.16 Fraksi EDTA sebagai fungsi pH

Berdasarkan hasil percobaan, diperoleh data yang terlihat pada tabel 4.6 di bawah ini:

Tabel 4.6 Data C_{DGT} pada variasi pH dan perbandingan EDTA

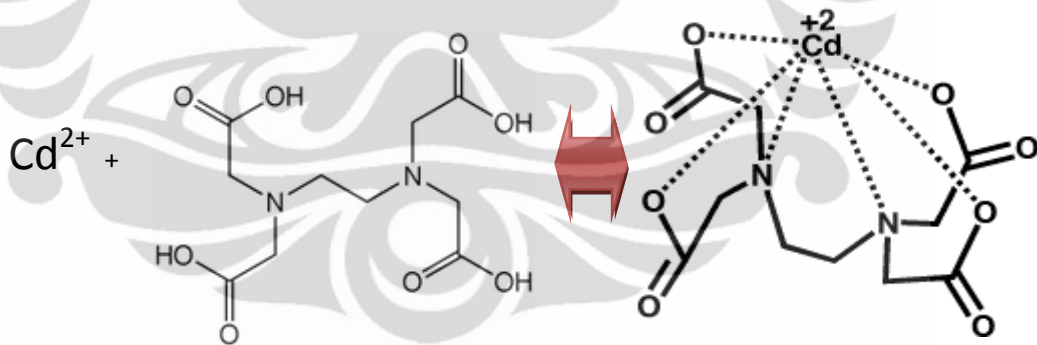
Variasi pH dan perbandingan EDTA	Konsentrasi larutan awal (mg/L)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu g/L$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu g/mL$)
pH 2,02 perbandingan 1:1	1,482	456,8345	1,8673	0,1283
pH 2,02 perbandingan 1:3	1,488	392,0863	1,6027	0,1101
pH 11,01 perbandingan 1:1	1,485	158,2734	0,6469	0,0444
pH 11,01 perbandingan 1:3	1,490	64,7482	0,2647	0,0182

Berdasarkan data yang diperoleh pada tabel 4.6 dapat dilihat bahwa pada pH 2,02 dengan perbandingan logam dan EDTA 1:1 didapat C_{DGT} sebesar 0,1283 $\mu g/mL$ sedangkan C_{DGT} pada pH 2,05 tanpa EDTA yang telah dibahas sebelumnya diperoleh C_{DGT} sebesar 0,681 $\mu g/mL$. Hal ini disebabkan oleh adanya EDTA menyebabkan terjadinya kompleks logam EDTA yang menghasilkan ukuran molekul yang lebih besar sehingga molekul tersebut tidak dapat masuk ke dalam resin gel.

Pada larutan pH 2,02 dengan perbandingan logam EDTA 1:3 diperoleh C_{DGT} sebesar 0,1101 $\mu g/mL$. C_{DGT} yang didapat lebih kecil jika dibandingkan dengan C_{DGT} larutan pH 2,02 dengan perbandingan 1:1 hal ini disebabkan oleh lebih banyaknya jumlah EDTA yang terdapat dalam larutan sehingga lebih banyak ion Cd^{2+} yang mengompleks dengan EDTA sehingga semakin sedikit ion Cd^{2+} yang masuk ke dalam resin gel.

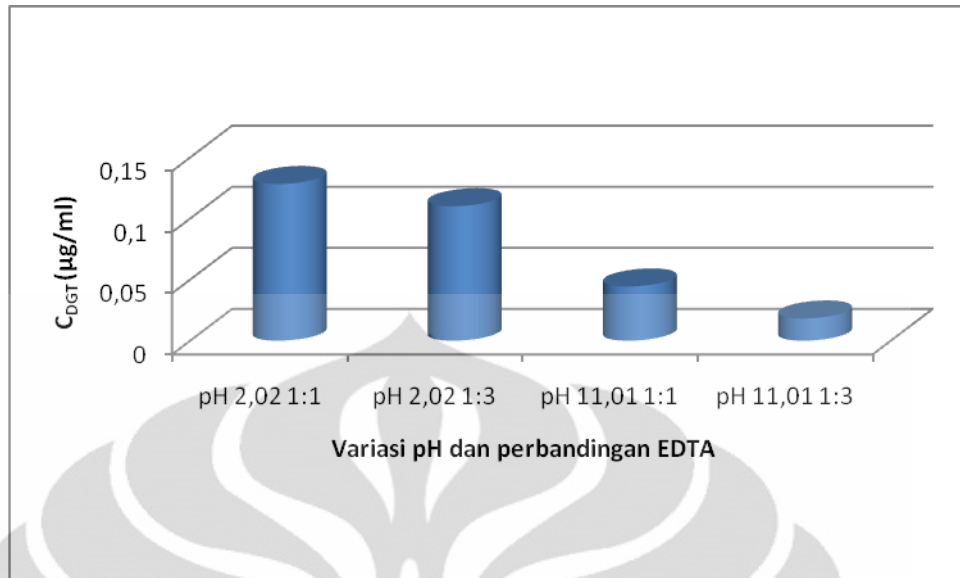
Untuk larutan pH 11,01 dengan perbandingan EDTA 1:1 diperoleh C_{DGT} sebesar 0,0444 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini disebabkan oleh pada pH 11 terbentuk fraksi Y^{4-} sehingga semakin besar kemampuan EDTA untuk mengkelat ion Cd^{2+} yang dapat membentuk molekul CdY^{2-} yang berukuran lebih besar dan tidak dapat masuk ke dalam resin gel. Hal ini dapat dibandingkan dengan C_{DGT} yang diperoleh pada pH 11,0 tanpa EDTA, didapatkan C_{DGT} yang lebih besar yaitu sebesar 0,409 $\mu\text{g/mL}$. Sedangkan pada larutan pH 11,01 dengan perbandingan mol logam EDTA 1:3 didapatkan C_{DGT} yang lebih kecil yaitu 0,0182 $\mu\text{g/mL}$ karena jumlah EDTA yang lebih besar menyebabkan semakin banyak pula EDTA yang bereaksi dengan ion Cd^{2+} membentuk kompleks logam CdY^{2-} .

Pada larutan pH 11 dengan adanya EDTA ini, tidak terbentuk endapan putih $\text{Cd}(\text{OH})_2$ karena nilai konstanta pembentukan kondisional CdY^{2-} lebih besar dibandingkan hasil kali ion-ionnya yang sudah melebihi nilai K_{sp} $\text{Cd}(\text{OH})_2$. Nilai konstanta pembentukan kondisional CdY^{2-} adalah $2,465 \times 10^{16}$ sedangkan hasil kali ion-ionnya sebesar $1,33 \times 10^{-14}$ sehingga ion Cd^{2+} cenderung mengompleks dibanding mengendap.



Gambar 4.17 Reaksi ion Cd^{2+} dengan EDTA

Pengaruh pH dan EDTA terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.18 di bawah ini:



Gambar 4.18 Grafik C_{DGT} terhadap variasi pH dan perbandingan EDTA

4.5 Aplikasi Unit DGT pada Larutan Cd^{2+} dengan Menggunakan Zeolit Gel

Untuk mengaplikasikan unit DGT pada larutan Cd^{2+} dengan menggunakan zeolit gel, hal yang dilakukan sama seperti saat melakukan penelitian dengan menggunakan resin gel, yang membedakan hanyalah digunakan zeolit sebagai substrat pengikat ion logam Cd^{2+} menggantikan resin chelex.

4.5.1 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Waktu

Aplikasi unit DGT dengan variasi waktu ini dilakukan untuk mengetahui berapa waktu optimum yang diperlukan oleh zeolit gel untuk menyerap ion Cd^{2+} yang ada dalam larutan sehingga diperoleh C_{DGT} yang mendekati konsentrasi larutan sebenarnya.

Variasi waktu yang digunakan dalam penelitian ini juga sama dengan variasi yang dilakukan pada resin gel yaitu 6, 12, dan 24 jam. Pengaruh waktu terhadap jumlah ion Cd^{2+} yang dapat teradsorpsi oleh zeolit dapat dilihat pada tabel 4.7 di bawah ini:

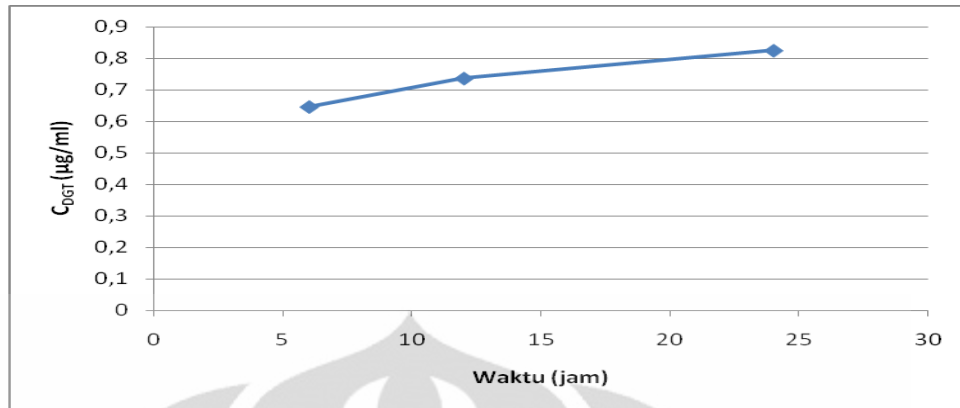
Tabel 4.7 Data C_{DGT} pada variasi waktu oleh zeolit gel

Waktu (jam)	Konsentrasi larutan awal (ppm)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu g/L$)	Massa dalam resin (μg)	C_{DGT} ($\mu g/mL$)
6	1,465	573,9437	2,346	0,645
12	1,468	1309,859	5,354	0,736
24	1,459	2861,450	11,696	0,825

Berdasarkan data yang tertera pada tabel 4.7, C_{DGT} yang paling tinggi didapat pada waktu peletakkan unit DGT selama 24 jam yaitu 0,825 $\mu g/mL$. Hal ini dapat disebabkan oleh lamanya waktu yang diperlukan oleh ion-ion Cd^{2+} untuk berjalan melewati membran kemudian *diffusive* gel dan akhirnya mencapai zeolit gel. Zeolit gel dapat mengadsorpsi ion-ion Cd^{2+} karena memiliki kemampuan sebagai penukar kation dengan adanya logam alkali di dalam kerangka zeolit yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain.

Selain itu di beberapa tempat pada kerangka zeolit, atom silikon digantikan dengan atom aluminium yang hanya terkoordinasi dengan 3 atom oksigen. Atom aluminium ini hanya memiliki muatan 3+, sedangkan Silikon memiliki muatan 4+. Keberadaan atom aluminium ini secara keseluruhan akan menyebabkan zeolit memiliki muatan negatif yang menyebabkan zeolit mampu mengikat ion Cd^{2+} .

Hubungan antara C_{DGT} yang diperoleh zeolit gel terhadap waktu dapat dilihat pada gambar 4.19 di bawah ini:



Gambar 4.19 Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap waktu

4.5.2 Uji Homogenitas Zeolit Gel

Uji homogenitas ini bertujuan untuk mengetahui zeolit gel yang telah dibuat membentuk struktur yang homogen atau tidak.

Uji ini dilakukan dengan cara membuat 3 larutan dengan konsentrasi yang sama kemudian distirrer dengan waktu yang sama pula yaitu 24 jam.

Dari hasil percobaan diperoleh data yang tertera pada tabel 4.8 sebagai berikut:

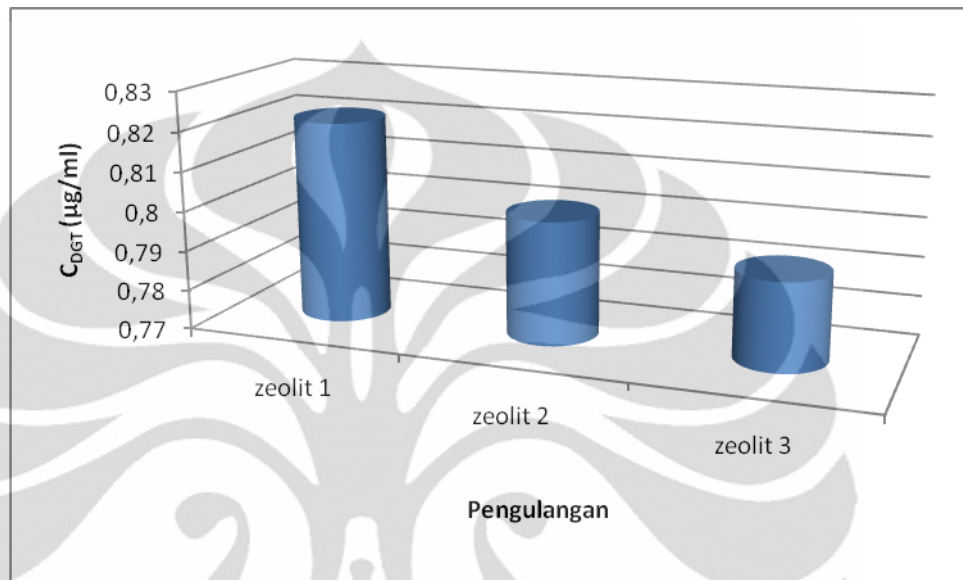
Tabel 4.8 Data C_{DGT} pada uji homonitas zeolit gel

Pengulangan ke:	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
1	11,644	0,821
2	11,584	0,817
3	11,418	0,805

Berdasarkan data yang diperoleh pada tabel 4.8 dapat dilihat bahwa C_{DGT} yang diperoleh tidak berbeda terlalu jauh. Nilai standar deviasi yang didapat

0,0083 dan % RSD yang diperoleh 0,774 % sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit gel yang telah dibuat cukup homogen.

Grafik tentang banyaknya pengulangan yang dilakukan terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.20 di bawah ini:



Gambar 4.20 Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap pengulangan

4.5.3 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi Konsentrasi

Aplikasi unit DGT dengan variasi konsentrasi ini bertujuan untuk mengetahui berapa banyak jumlah maksimum ion Cd^{2+} yang dapat teradsorp pada zeolit dan C_{DGT} yang diperoleh pada berbagai variasi konsentrasi larutan sampel.

Variasi konsentrasi dalam penelitian ini dilakukan pada konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm

Pengaruh variasi konsentrasi terhadap banyaknya ion Cd^{2+} yang dapat terserap dapat dilihat pada tabel 4.9 di bawah ini:

Tabel 4.9 Data C_{DGT} yang diperoleh pada variasi konsentrasi oleh zeolit gel

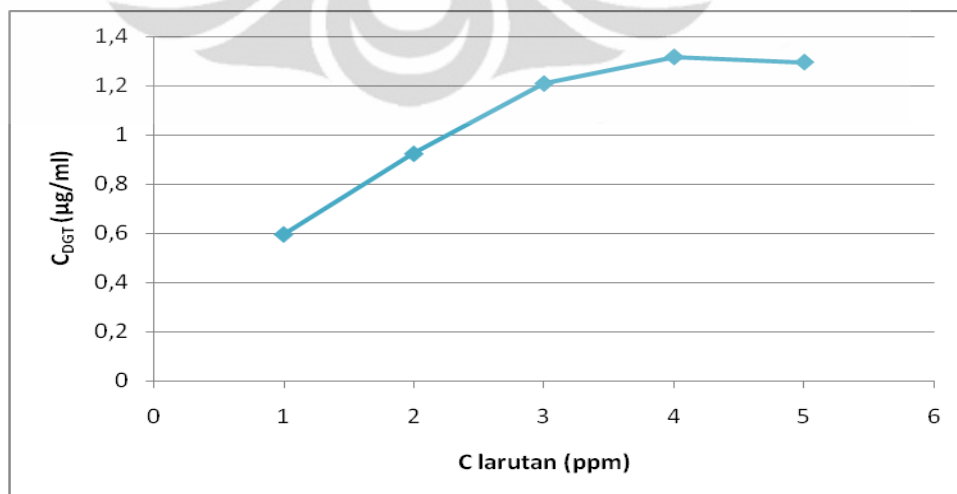
Variasi Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 (µg/L)	M (µg)	C_{DGT} (µg/mL)

1	2119,658	8,6641	0,595
2	3282,051	13,4154	0,922
3	4299,145	17,5728	1,207
4	4683,761	19,1449	1,315
5	4606,838	18,8304	1,294

Berdasarkan data yang diperoleh pada tabel 4.9 didapatkan C_{DGT} untuk konsentrasi 3 ppm sebesar 1,207 $\mu\text{g/mL}$ dan pada konsentrasi 4 ppm didapatkan C_{DGT} tertinggi sebesar 1,315 $\mu\text{g/mL}$ sedangkan pada konsentrasi 5 ppm didapatkan C_{DGT} sebesar 1,294 $\mu\text{g/mL}$, hanya turun sedikit sekali jika dibandingkan dengan konsentrasi 4 ppm oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa massa logam Cd yang terserap oleh zeolit gel sudah konstan.

C_{DGT} tertinggi yang diperoleh hanya mencapai 1,315 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini mungkin disebabkan oleh rongga yang terdapat pada zeolit tertutup oleh gel yang berasal dari polimer akrilamida sehingga mengurangi kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi ion Cd^{2+} .

Grafik yang menunjukkan hubungan antara C_{DGT} yang diperoleh terhadap konsentrasi larutan dapat dilihat pada gambar 4.21 di bawah ini:



Gambar 4.21 Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap variasi konsentrasi

4.5.4 Aplikasi Unit DGT dengan Variasi pH

Penelitian tentang variasi pH ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap penyerapan zeolit gel ketika mengadsorp ion Cd^{2+} . Variasi pH ini dilakukan pada pH 2, 4, 7 dan 11. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.10 di bawah ini:

Tabel 4.10 Data C_{DGT} yang diperoleh pada variasi pH oleh zeolit gel

Variasi pH	Konsentrasi Awal (ppm)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
2,02	1,489	1568,571	6,412	0,452
4,02	1,467	2660	10,873	0,767
7,08	1,486	3057,143	12,496	0,881
11,0	0,753	954,286	3,901	0,275

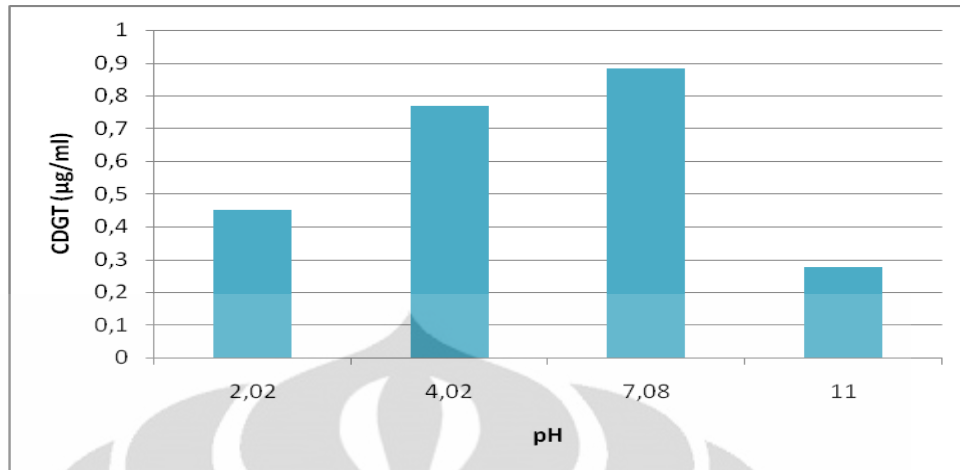
Berdasarkan data yang terlihat pada tabel 4.10, C_{DGT} pada pH 2,02 didapat hanya 0,452 $\mu\text{g/mL}$, hal ini mungkin disebabkan oleh pada pH 2,02 terdapat banyak ion H^+ sehingga logam alkali yang berada dalam zeolit cenderung bertukar dengan ion H^+ di larutan sehingga mengurangi kemampuan zeolit dalam mengadsorp ion Cd^{2+} .

Pada larutan dengan pH 4,02 diperoleh C_{DGT} yang lebih besar yaitu 0,767 $\mu\text{g/mL}$, ini disebabkan oleh semakin sedikitnya kadar H^+ yang ada di larutan menyebabkan semakin meningkatnya kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi ion Cd^{2+} .

Untuk pH 7,08 didapatkan C_{DGT} tertinggi yaitu 0,881 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini mungkin disebabkan oleh pada pH netral, tidak ada ion H^+ yang dapat bertukar dengan ion alkali dalam zeolit sehingga kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi ion Cd^{2+} mencapai kondisi optimum. Namun, meskipun dicapai C_{DGT} tertinggi, ion-ion Cd^{2+} yang ada di larutan tidak teradsorpsi sempurna oleh zeolit. Hal ini mungkin disebabkan oleh gel yang terdiri dari polimer akrilamida menutupi rongga-rongga zeolit sehingga mengurangi kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi ion Cd^{2+} .

Sedangkan pada pH 11,0 didapatkan C_{DGT} terkecil. Ini disebabkan oleh terdapat ion OH^- yang dapat bereaksi dengan ion Cd^{2+} dan membentuk $\text{Cd}(\text{OH})_2$. Molekul $\text{Cd}(\text{OH})_2$ ini berukuran lebih besar sehingga sulit bagi molekul tersebut untuk masuk dan melewati *diffusive* maupun zeolit gel yang mempunyai pori-pori sangat kecil. Adanya OH^- ini juga menyebabkan terbentuknya endapan putih yang disebabkan oleh hasil kali kelarutan ion-ionnya lebih besar dibandingkan ksp $\text{Cd}(\text{OH})_2$. Hasil kali kelarutan ion-ionnya sebesar $1,33 \times 10^{-14}$ sedangkan nilai ksp $\text{Cd}(\text{OH})_2$ sebesar $4,5 \times 10^{-15}$. Hal inilah yang menyebabkan konsentrasi awal larutan yang diukur dengan AAS hanya 0,753 ppm.

Pengaruh pH terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.22 di bawah ini:



Gambar 4.22 Grafik C_{DGT} oleh zeolit gel terhadap pH

4.5.5 Aplikasi Unit DGT Variasi pH dan perbandingan EDTA

Tujuan dilakukannya penelitian ini untuk mengetahui bagaimana pengaruh agen pengompleks EDTA terhadap banyaknya ion Cd^{2+} yang dapat diserap oleh zeolit.

Penelitian ini dilakukan dengan membuat dua variasi pH yaitu pH 2 dan 11 yang masing-masing ditambahkan EDTA dengan perbandingan mol logam: mol EDTA sebanyak 1:1 dan 1:3

Tabel 4.11 Data C_{DGT} pada variasi pH dan EDTA oleh zeolit gel

Variasi pH dan perbandingan EDTA	Konsentrasi larutan awal (ppm)	Konsentrasi dalam eluen HNO_3 ($\mu g/L$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu g/mL$)
pH 2,02 perbandingan 1:1	1,492	350,427	1,432	0,1010
pH 2,02 perbandingan 1:3	1,489	324,786	1,328	0,0936
pH 11,0 perbandingan 1:1	1,490	119,658	0,489	0,0345
pH 11,0	1,493	51,282	0,210	0,0148

perbandingan 1:3				
------------------	--	--	--	--

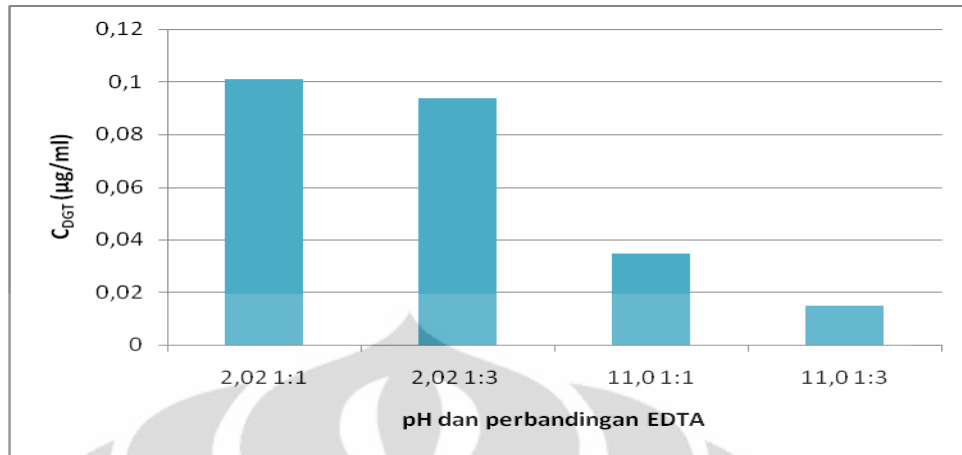
Berdasarkan data yang terlihat pada tabel 4.11 dapat disimpulkan bahwa dengan adanya agen pengompleks yaitu EDTA dapat menyebabkan semakin sedikitnya ion Cd^{2+} yang dapat diserap oleh zeolit.

C_{DGT} pada pH 2,02 dengan perbandingan 1:1 yaitu 0,1010 $\mu\text{g/mL}$ hal ini disebabkan oleh adanya ion H^+ yang dapat melakukan pertukaran ion dengan logam alkali yang ada pada zeolit. Kehadiran EDTA menyebabkan terbentuknya kompleks logam EDTA yang berukuran lebih besar sehingga semakin sulit untuk memasuki *diffusive* maupun zeolit gel. Hal ini dapat dibandingkan dengan C_{DGT} pada pH 2,02 tanpa EDTA yang telah dibahas sebelumnya didapatkan C_{DGT} yang lebih besar yaitu 0,452 $\mu\text{g/mL}$.

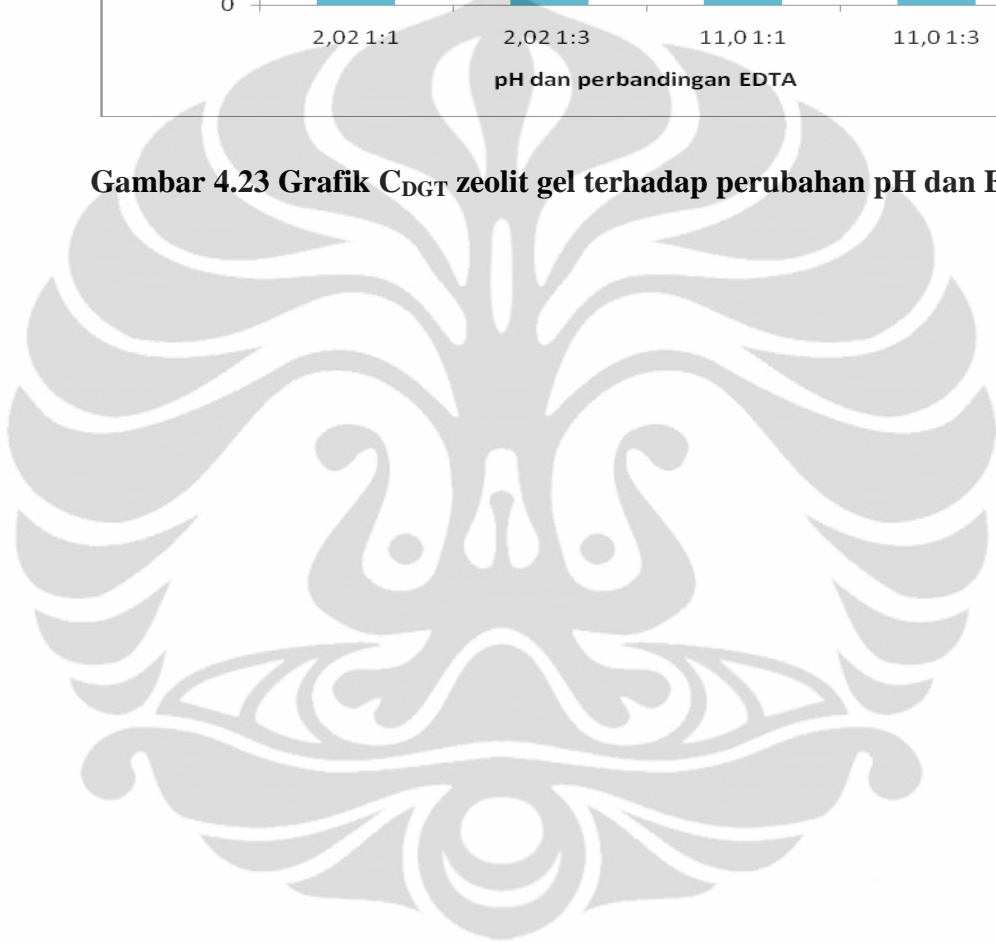
Untuk pH 2,02 dengan perbandingan logam EDTA 1:3 didapatkan C_{DGT} yang lebih kecil dibandingkan perbandingan 1:1 karena semakin banyaknya ion Cd^{2+} yang mengompleks dengan EDTA sehingga semakin sedikit pula ion Cd^{2+} yang masuk ke zeolit gel.

C_{DGT} terkecil didapat pada larutan pH 11,0 dengan perbandingan EDTA 1:3 karena pada pH 11 terbentuk fraksi EDTA Y^{4-} yang menyebabkan semakin meningkatnya kemampuan EDTA dalam mengikat ion Cd^{2+} sehingga semakin banyak kompleks CdY^{2-} yang terbentuk dan semakin sulit memasuki *diffusive* maupun zeolit gel karena ukurannya yang lebih besar.

Pengaruh pH dan EDTA terhadap C_{DGT} yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.23 di bawah ini:



Gambar 4.23 Grafik C_{DGT} zeolit gel terhadap perubahan pH dan EDTA



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

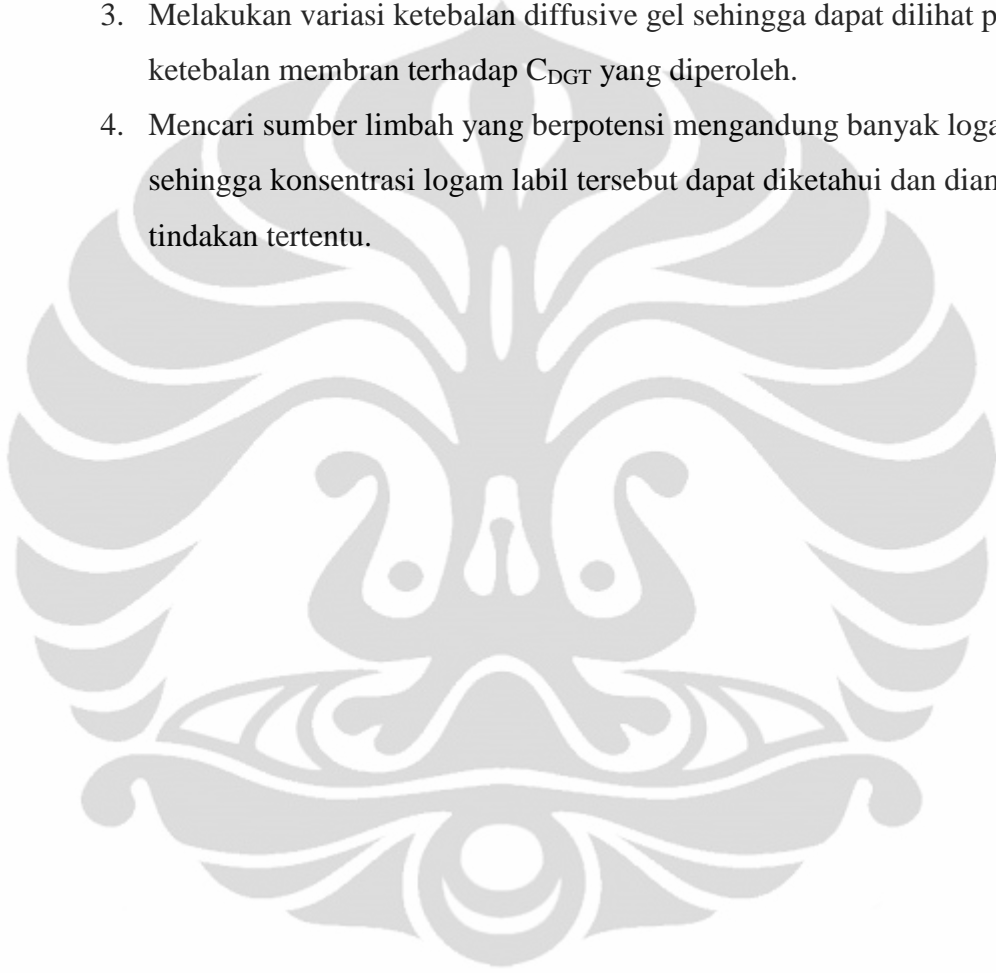
Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. *Binding* gel yang terbuat dari chelex maupun zeolit mampu mengikat ion Cd^{2+}
2. Jumlah ion Cd^{2+} yang diikat oleh resin chelex maupun zeolit meningkat seiring dengan bertambahnya waktu *deployment*.
3. Waktu optimum pengukuran dengan unit DGT dalam larutan Cd^{2+} selama 24 jam, yaitu didapatkan C_{DGT} oleh resin gel sebesar $1,36 \mu\text{g/ml}$ dan C_{DGT} oleh zeolit gel sebesar $0,825 \mu\text{g/ml}$.
4. pH optimum pengukuran dengan unit DGT oleh resin gel maupun zeolit gel pada pH 7, yaitu diperoleh C_{DGT} oleh resin gel sebesar $1,428 \mu\text{g/ml}$ dan C_{DGT} oleh zeolit gel sebesar $0,881 \mu\text{g/ml}$.
5. C_{DGT} maksimum yang diperoleh resin gel lebih besar dibandingkan C_{DGT} maksimum yang diperoleh zeolit gel yaitu $59,950 \mu\text{g/ml}$ untuk resin gel dan $1,315 \mu\text{g/ml}$ untuk zeolit gel.
6. Adanya agen pengompleks EDTA menyebabkan semakin sedikitnya ion Cd^{2+} yang masuk ke resin maupun zeolit gel yang dapat dilihat dari C_{DGT} yang diperoleh sangat kecil yaitu $0,0182 \mu\text{g/ml}$ untuk resin gel dan $0,0148 \mu\text{g/ml}$ untuk zeolit gel.
7. Baik resin gel maupun zeolit yang dibuat cukup homogen, dapat dilihat dari nilai standar deviasi dan % RSD resin gel yaitu 0,0066 dan 0,345 % sedangkan standar deviasi dan % RSD zeolit gel 0,0083 dan 0,774 %.

5.2 Saran

Saran yang bisa disampaikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Mencari modifikasi resin lain dalam rangka meningkatkan keefektifan unit DGT dalam mengikat logam labil di suatu perairan.
2. Mengaplikasikan unit DGT pada sampel air danau yang mengandung agen pengompleks alami.
3. Melakukan variasi ketebalan diffusive gel sehingga dapat dilihat pengaruh ketebalan membran terhadap C_{DGT} yang diperoleh.
4. Mencari sumber limbah yang berpotensi mengandung banyak logam labil sehingga konsentrasi logam labil tersebut dapat diketahui dan diambil tindakan tertentu.



DAFTAR REFERENSI

- Bodek, I. Lyman, W.J., Reehl, W.F., Rosenblat, D.H., 1988. *Environmental Inorganic Chemistry : Properties, Processes and Estimation Methods*. Pergamon Press. New York Oxford. Beijing. Frankfurt. Sao Paolo. Sidney. Tokyo. Toronto. P.7.1-7.15.1.
- Broecker W.S. 1974. *Chemical Oceanography : Orlando FL: Harcourt, Brace, and Jovanovic Publishers*
- Campbell P. G. C. (1995). Interactions between trace metals and aquatic organisms: a critique of the free-ion activity model : In *Metal Speciation and Bioavailability in Aquatic Systems*. 45-102.
- Chrambach, A. (1985). *The Practice of Quantitative Gel Electrophoresis*. Deerfield Beach .
- Darmono.1995. *Logam dalam sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta : UI Press.
- Day dan Al Underwood .2001. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Enam* .Jakarta: Erlangga
- Deely, J.M., Fergusson, J.E., 1994. *Heavy Metal and Organic matter concentration and distribution in deted sediments of a small estuary adjacent to a small urban area*. *Sci. Tot. Environ.*, 153 : 97-111.
- Fleming, Ian; Williams. 1995. *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*. London:Mc-Graw Hill Publishing Company
- Gimpel J., Zhang, H., Davison, W., Edwards, A.C., 2003. *In situ trace metal speciation in lake surface waters using DGT, dialysis, and filtration*. *Environ. Sci. Technol.* 37, 138-146.
- Hamilton Harbour Remedial Action Plan Writing Team. 1992. *Remedial action plan for Hamilton Harbour : Environmental Condition and problem definition*. 2nd. Ed. Of stage 1 report. Canada- Ontario Agreement Respecting Great Lake.
- International Network for Acid Prevention. (2002). *Diffusive Gradients in Thin-films (DGT) : A Technique for Determining Bioavailable Metal Concentrations*.

- Liken, Golda. 2010. *Doping Nanopartikel Au pada Zeolit Alam Klinoptilolit Termodifikasi TiO₂ untuk Degradasi Fotokatalitik Zat Warna*. Depok: Universitas Indonesia
- Noviantini, Ariana. 2007. *Spesiasi Logam Berat Pb dan Cr di Sedimen Muara Kamal, Muara Karang, dan Cengkareng Drain*. Depok: Universitas Indonesia.
- Österlund, Heléne. (2010). *Applications of the DGT Technique for Measurements of Anions and Cations in Natural Waters*. Swedia : Division of Geosciences Department of Chemical Engineering and Geosciences Luleå University of Technology.
- Scally, S.; Davison, W.; Zhang, H., 2006. *Diffusion coefficients of metals and metal complexes in hydrogels used in diffusive gradients in thin films*. *Anal. Chim. Acta* 558, 222-229.
- Shi Q. and Jackowski G. 1998. One-dimensional polyacrylamide gel electrophoresis. In *Gel electrophoresis of proteins: A practical approach*, 3rd edition (ed. B.D. Hames), pp. 1–52. IRL Press/Oxford University Press, New York.
- Skoog, Douglas. 2004. *Fundamental of Analytical Chemistry Eight Edition*. Canada: Thomson Learning Academic Resource Centre
- Sunardi. 2002. *Analisis Fotometri*. Departemen Kimia. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI .
- Sutamihardja, R.T.M., Adnan, K. dan Sanusi. (1982). *Perairan Teluik Jakarta Ditinjau dari Tingkat Pencemarannya*. Fakultas Pascasarjana, Jurusan PSL. IPB
- Warnken, Zhang, dan Davison. (2005). *Trace Metal Measurements in Low Ionic Strength Synthetic Solutions by Diffusive Gradients in Thin Films*. *Anal. Chem.*, 77, 5440-5446. Institute of Environmental and Natural Science, Lancaster University, Lancaster LA1-4YQ, United Kingdom.
- Zhang, H.; Davison, W., 1995. *Performance characteristics of diffusion gradients in thin films for the in situ measurement of trace metals in aqueous solutions*, *Anal. Chem.* 67, 3391-3400.

Zhang, Hao and Davison. 2000. *Direct In Situ Measurements of Labile Inorganic and Organically Bound Metal Species in Synthetic Solutions and Natural Waters Using Diffusive Gradients in Thin Films*. *Anal. Chem*, 72, 4447-4457, *Environmental Sciences*, IENS, Lancaster University, Lancaster LA1 4YQ, U.K.

Acrylamide Polymerization. November 14, 2010. Pk. 16:45 WIB

<http://www.biocompare.com/Articles/ApplicationNote/1089/Acrylamide-Polymerization-%E2%80%94-A-Practical-Approach.html>

Akrilamida. November 14, 2010 .pk. 16:39 WIB

<http://id.wikipedia.org/wiki/Akrilamida>

Ammonium per Sulfat. November 14, 2010. Pk. 18:02

http://en.wikipedia.org/wiki/Ammonium_persulfate

Kadmium. November 14, 2010. Pk.14:41 WIB

<http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/14425/1/09E01302.pdf>

Kompleks kadmium EDTA. Juni 29, 2011. Pk 15.30 WIB

<http://www.chemicaldictionary.org/Image/1>

Metalothionein. November 14, 2010. Pk.17:00 WIB

<http://www.damandiri.or.id/file/yassieranwaripbbab2.pdf>

TEMED. November 14, 2010. Pk. 17:50 WIB

<http://en.wikipedia.org/wiki/Tetramethylethylenediamine>

Zeolit. November 14, 2010. Pk. November 17, 2010. Pk. 15:15 WIB

<http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf>

Lampiran 1. Perhitungan Data Hasil Percobaan pada Resin Gel

L.1.1. Uji Kemampuan Resin Gel

Larutan sampel : 1,4904 mg/L = 1.4904×10^{-3} mg/mL

dalam 10 mL larutan sampel terdapat :

$$1.4904 \times 10^{-3} \text{ mg/mL} \times 10 \text{ mL} = 14.904 \times 10^{-3} \text{ mg} = 14.904 \mu\text{g}$$

Jumlah massa logam yang diikat oleh resin (M) dapat ditentukan dengan rumus :

$$M = C_e \frac{V_g + V_e}{f_e}$$

Dimana : C_e : konsentrasi logam dalam HNO₃ 1M

V_g : volume resin gel ($5,5 \times 10^{-5}$ L)

V_e : volume eluen HNO₃ 1M (2×10^{-3} L)

f_e : faktor elusi logam (0,8)

sedangkan untuk menghitung efisiensi resin dihitung dengan rumus :

$$\text{Efisiensi} = \frac{\text{massa logam yang diikat resin}}{\text{massa logam dalam larutan}} \times 100\%$$

Waktu (jam)	C_{resin} terukur (mg/L)	f_p	C_e ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	Effisiensi (%)
1	0,0392	10	392	1,007	6,76
2	0,0621	10	621	1,595	10,70
3	0,0971	10	971	2,494	16,73
4	0,1171	10	1171	3,008	20,18

L.1.2 Uji Homogenitas Resin Gel

Komponen DGT yang digunakan mempunyai ukuran:

$$t_{\text{resin}} = 0,055 \text{ cm} ; r_{\text{resin}} = 1,25 \text{ cm}$$

$$V_e = 3 \text{ mL} = 3 \times 10^{-3} \text{ L}$$

$$f_e = 0,8$$

$$\Delta g = 0,123 \text{ cm}$$

$$Vg = \pi \times r^2 \times t = 0,00027 \text{ L}$$

$$A = \pi \times r^2 = 3,14 \text{ cm}^2$$

Untuk uji homogenitas dilakukan dengan waktu 24 jam = 86.400 detik

Konsentrasi DGT (C_{DGT}) menggunakan rumus :

$$C = \frac{M \times \Delta g}{D \times t \times A}$$

Dimana : M : massa dalam resin

Δg : tebal diffusive gel + membran gel

D : koefisien difusi (bergantung pada suhu rata-rata percobaan)

A : luas permukaan yang kontak dengan larutan

Pengulangan	Suhu (°C)	C _{larutan awal} (mg/L)	Clogam terukur (mg/L)	Fp	Ce (µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (µg/mL)
1	28	1,446	0,4797	10	4796,79	19,61	1,347
2	28	1,445	0,4845	10	4844,92	19,80	1,360
3	28	1,448	0,4826	10	4826,20	19,73	1,355

L.1.3 Variasi waktu

Waktu (jam)	Suhu (°C)	C _{larutan awal} (mg/L)	Clogam terukur (mg/L)	Fp	Ce (µg/L)	Massa (µg)	C _{DGT} (µg/mL)	C _{DGT} : C _{larutan awal} (%)
6	28	1,442	0,0936	10	935,83	3,83	1,05	72,89
12	28	1,430	0,2003	10	2002,67	8,19	1,12	78,65
24	28	1,448	0,4850	10	4850,27	19,83	1,36	94,05

L.1.4 Variasi Konsentrasi

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi Konsentrasi (ppm)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	$C_{\text{larutan Awal}}$ (mg/L)	Clogam terukur (ppm)	Fp	Ce ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
1	26	0,939	0,2988	10	2988,10	12,2138	0,885
5	26	4,884	1,4926	10	14925,60	61,0084	4,419
25	28	24,596	0,8249	100	82491,23	337,183	23,162
50	28	48,772	1,6014	100	160140,4	654,574	44,965
100	28	98,842	2,1351	100	213508,8	872,717	59,950

L.1.5 Variasi pH

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi pH	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	$C_{\text{larutan Awal}}$ (mg/L)	Clogam terukur (mg/L)	Fp	Ce ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
2,05	27	1,488	0,236	10	2361,290	9,652	0,681
4,05	27	1,476	0,483	10	4825,806	19,725	1,391
7,16	27	1,483	0,495	10	4954,839	20,253	1,428
11,0	27	0,721	0,142	10	1419,355	5,802	0,409

L.1.6 Variasi pH dan EDTA

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi pH dan perbandingan EDTA	Suhu (°C)	C larutan Awal (mg/L)	C logam terukur (mg/L)	Fp	Ce ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C _{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
pH 2,02 perbandingan1:1	28	1,482	0,0457	10	456,8345	1,8673	0,1283
pH 2,02 perbandingan1:3	28	1,488	0,0392	10	392,0863	1,6027	0,1101
pH 11,01 perbandingan1:1	28	1,485	0,0158	10	158,2734	0,6469	0,0444
pH 11,01 perbandingan1:3	28	1,490	0,0065	10	64,7482	0.2647	0,0182

Lampiran 2. Perhitungan Data Hasil Percobaan pada Zeolit Gel

Rumus yang digunakan pada zeolit gel sama dengan yang digunakan pada resin gel, yaitu

Konsentrasi DGT (C_{DGT}) :

$$C = \frac{M \times \Delta g}{D \times t \times A}$$

Dimana : M : massa dalam resin

Δg : tebal diffusive gel + membran gel

D : koefisien difusi (bergantung pada suhu rata-rata percobaan)

A : luas permukaan yang kontak dengan larutan

$$t_{zeolit} = 0,055 \text{ cm} ; r_{zeolit} = 1,25 \text{ cm}$$

$$V_e = 3 \text{ mL} = 3 \times 10^{-3} \text{ L}$$

$$f_e = 0,8$$

$$\Delta g = 0,123 \text{ cm}$$

$$V_g = \pi \times r^2 \times t = 0,00027 \text{ L}$$

$$A = \pi \times r^2 = 3,14 \text{ cm}^2$$

L.2.1 Uji Homogenitas Zeolit Gel

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Pengulangan ke:	Suhu (°C)	C larutan Awal (mg/L)	C logam terukur (mg/L)	Fp	Ce (µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (µg/mL)
1	27	1,488	0,285	10	2848,708	11,644	0,821
2	27	1,485	0,283	10	2833,948	11,584	0,817
3	27	1,483	0,279	10	2793,358	11,418	0,805

L.2.2 Variasi Waktu

Waktu (jam)	Suhu (°C)	C larutan awal (mg/L)	C logam terukur (mg/L)	Fp	Ce (µg/L)	M (µg)	C _{DGT} (µg/mL)
6	28	1,465	0,0574	10	573,9437	2,346	0,645
12	28	1,468	0,1310	10	1309,859	5,354	0,736
24	28	1,459	0,2861	10	2861,450	11,696	0,825

\

L.2.3 Variasi Konsentrasi

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi Konsentrasi (mg/L)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	$C_{\text{larutan awal}}$ (mg/L)	$C_{\text{logam terukur}}$ (mg/L)	Fp	C_e ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
1	28	0,987	0,2120	10	2119,658	8,6641	0,595
2	28	1,995	0,3282	10	3282,051	13,4154	0,922
3	28	2,986	0,4299	10	4299,145	17,5728	1,207
4	28	3,990	0,4684	10	4683,761	19,1449	1,315
5	28	4,984	0,4607	10	4606,838	18,8304	1,294

L.2.4 Variasi pH

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi pH	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	$C_{\text{larutan awal}}$ (mg/L)	$C_{\text{logam terukur}}$ (mg/L)	Fp	C_e ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
2,02	27	1,489	0,1569	10	1568,571	6,412	0,452
4,02	27	1,467	0,2660	10	2660	10,873	0,767
7,08	27	1,486	0,3057	10	3057,143	12,496	0,881
11,0	27	0,753	0,0954	10	954,286	3,901	0,275

L.2.5 Variasi pH dan EDTA

Waktu 24 jam ($t = 86.400$ detik)

Variasi pH dan perbandingan EDTA	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	$C_{\text{larutan awal}}$ (mg/L)	C logam terukur (mg/L)	Fp	Ce ($\mu\text{g/L}$)	M (μg)	C_{DGT} ($\mu\text{g/mL}$)
pH 2,02 perbandingan1:1	27	1,492	0,0350	10	350,427	1,432	0,1010
pH 2,02 perbandingan1:3	27	1,489	0,0325	10	324,786	1,328	0,0936
pH 11,0 perbandingan1:1	27	1,490	0,0120	10	119,658	0,489	0,0345
pH 11,0 perbandingan1:3	27	1,493	0,0051	10	51,282	0,210	0,0148

Lampiran 3. Perhitungan Standar Deviasi dan %RSD Resin Gel

Pengulangan ke	C _{DGT} (µg/mL)
1	1,347
2	1,360
3	1,355

Untuk mencari nilai standar deviasi harus diketahui nilai \bar{x} terlebih dahulu:

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n} = 1,354$$

$$\begin{aligned} \text{deviasi rata-rata} = d_{\text{rata-rata}} &= \frac{\sum |X_i - (\bar{x})|}{n} \\ &= 0,00467 \end{aligned}$$

Standar deviasi:

$$s = \sqrt{\frac{\sum |X_i - (\bar{x})|^2}{n - 1}}$$

$$= 0,0066$$

$$\%RSD = \frac{(d \text{ rata} - \text{rata})}{(X \text{ rata} - \text{rata})} \times 100$$

$$= 0,345\%$$



Lampiran 4. Perhitungan Standar Deviasi dan %RSD Zeolit Gel

Pengulangan ke	C _{DGT} (µg/mL)
1	0,821
2	0,817
3	0,805

Untuk mencari nilai standar deviasi harus diketahui nilai \bar{x} terlebih dahulu:

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n} = 0,814$$

$$deviasi\ rata - rata = d\ rata - rata = \frac{\sum |x_i - (\bar{x})|}{n}$$
$$= 0,0063$$

Standar deviasi:

$$s = \sqrt{\frac{\sum |x_i - (\bar{x})|^2}{n - 1}}$$

$$= 0,0083$$

$$\%RSD = \frac{(d \text{ rata} - \text{rata})}{(X \text{ rata} - \text{rata})} \times 100$$

$$= 0,774\%$$



