

RINGKASAN

Klorida adalah salah satu ion yang penting bagi tubuh karena merupakan anion yang paling berperan dalam mempertahankan keseimbangan elektrolit. Klorida juga banyak terdapat pada sediaan farmasi, misalkan infus NaCl 0,9 %, minuman isotonis pengganti ion, tablet *effervescent*, bedak pemutih, deodoran, larutan pencuci mulut, dan desinfektan. Mengingat pentingnya ion klorida, diperlukan suatu kontrol kualitas terhadap sediaan farmasi yang mengandung ion klorida agar terjamin keamanan, efektifitas, dan stabilitasnya. Kontrol kualitas dilakukan dengan menganalisis kadar klorida dalam sampel yang mengandung klorida. Metode analisis yang umumnya digunakan adalah gravimetri, titrimetri, spektrofotometri UV/Vis, dan spektrofotometri absorpsi atom.

Potensiometer dengan menggunakan Elektrode Selektif Ion klorida (ESI klorida) dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk analisis ion klorida yang hanya selektif terhadap ion klorida. Wenck dan Honer (1989) telah memperkenalkan pensil sebagai alternatif elektrode selektif ion untuk menganalisis ion kadmium, perak, sulfida dan klor. Penelitian tentang pensil sebagai alternatif elektrode selektif ion juga telah dilakukan oleh Santosa (2001) untuk menganalisis ion kadmium dan Windratiara (2002) untuk menganalisis ion iodida. Dalam penelitian ini dibuat ESI klorida dengan menggunakan grafit pensil yang dihubungkan pada membran kristal AgCl/Ag₂S. ESI klorida yang dibuat dikarakterisasi untuk mengetahui validitasnya. Karakter tersebut meliputi faktor Nernst dan trayek pengukuran, sensitivitas elektrode, waktu jawab, koefisien selektivitas, serta akurasi dan presisi. Selanjutnya aplikasi ESI klorida tersebut digunakan untuk menentukan kadar ion klorida dalam sampel.

Pembuatan ESI klorida meliputi pembuatan bahan membran elektroaktif AgCl/Ag₂S yang dibuat dengan mereaksikan larutan AgNO₃, NaCl, dan Na₂S.9H₂O dengan perbandingan mol 4 : 2: 1. Bahan membran lalu dikempa menggunakan pompa hidrolis dengan tekanan 7000 kg/cm² selama 5 menit dan membran dilekatkan pada bagian dasar teflon. Kemudian pensil yang dikelupas kedua ujungnya dimasukkan ke dalam teflon hingga menyentuh membran, pada lubang bagian atas teflon dipasang konektor RCA, lalu disambung dengan kabel koaksial RG 58, dan terakhir dihubungkan ke konektor BNC hingga menjadi sebuah ESI klorida. Pensil yang terdiri dari arang (grafit) pensil dan kayu digunakan sebagai badan elektrode. Arang (grafit) pensil berfungsi sebagai konduktor dan kayu pensil berfungsi sebagai mantel. Teflon digunakan untuk melindungi pensil dari gangguan mekanik serta mencegah kontak langsung antara kayu pensil dengan larutan analit.

Elektrode selektif ion klorida yang telah dibuat memiliki karakter sebagai berikut. Harga faktor Nernst, trayek pengukuran, dan waktu jawab untuk larutan baku NaCl tanpa penambahan ISAB larutan KNO₃ 1 M adalah sebagai berikut : -58,8119 mV/dekade, 10⁻⁴ – 10⁰ mol/Liter, dan 20 detik sampai 6 menit. Sedangkan harga faktor Nernst, trayek pengukuran, dan waktu jawab untuk larutan baku NaCl dengan penambahan ISAB larutan KNO₃ 1 M adalah sebagai berikut : -58,7533 mV/dekade, 5.10⁻⁵ – 5.10⁻¹ mol/Liter, dan 20 detik sampai 3 menit. Harga sensitivitas, akurasi, dan presisi ESI klorida adalah : 5x10⁻⁵

mol/Liter, 99,95 %, dan 2,57 %. Selektivitas ESI klorida terhadap ion asing mempunyai urutan sebagai berikut : $\text{Br}^- < \text{I}^- < \text{F}^-$.

Elektrode selektif ion klorida yang telah dikarakterisasi kemudian diterapkan untuk mengukur kadar klorida dalam sampel, digunakan infus *Ringer Lactat*. Hasil pengukuran sampel diperoleh kadar klorida sebesar 105,6 mM, 109,8 mM, dan 109,8 mM. Sebagai perbandingan, kadar sampel diukur menggunakan metode titrimetri dan diperoleh kadar sampel sebesar 109,9 mM, 109,4 mM, dan 109,4 mM. Dari hasil uji statistik *paired-samples t test* dengan $\alpha = 0,05$ diperoleh kesimpulan bahwa tidak ada perbedaan bermakna antara hasil pengukuran kadar klorida infus RL menggunakan metode potensiometri dengan metode titrimetri.

Karakterisasi dalam aspek selektivitas perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan ion-ion pengganggu lain yang sering ditemukan dalam sampel. Selain itu, perlu dilakukan aspek pengaruh pH untuk mengetahui rentang pH optimal pengukuran. Penentuan usia pemakaian elektrode hendaknya juga dilakukan pada penelitian selanjutnya.



ABSTRACT

Construction and Characterization of Graphite Type Chloride Ion Selective Electrode Using AgCl/Ag₂S Heterogeneous Membrane

A graphite type ion selective electrode for chloride based on a heterogeneous membrane from mixture of silver chloride and silver sulfide crystals was constructed. In the present study, chloride ion selective electrode was simply made by using graphite as a conductor. The mole composition of silver chloride and silver sulfide crystals was 2:1. Prior to measurements, the chloride selective electrode was characterized in the case of linearity, Nernst factor, sensitivity, response time, selectivity coefficient, precision and accuracy. The linearity and response time were studied either with or without addition of potassium nitrate solution as Ion Strength Adjustment Buffer (ISAB) solution. Without the addition of ISAB solution, the electrode gave a linear correlation between the potential (mV) and log activity in the range of the concentration from 10^{-4} M to 10^0 M of chloride ion, yielding the Nernst factor of -58.8119 mV per decade with the response time ranging from 20 sec to 6 minutes. Using ISAB solution of 1 M potassium nitrate solution, the electrode gave a linear correlation between the potential (mV) and log concentration in the range of the concentration between $5 \cdot 10^{-5}$ M and $5 \cdot 10^{-1}$ M of chloride ion, resulting the Nernst factor of -58.7533 mV per decade with the response time between 20 sec and 3 minutes. The detection limit of the electrode was 5×10^{-5} M, whilst the accuracy and precision were 99.95 % and 2.57 %, respectively. The presence of bromide and iodide ion over 10^{-4} M in the chloride solution of 0.01 M interfered the electrode with their coefficient of selectivity greater than 1. The validity of potentiometric-ISE chloride was also studied for the determination of chloride ion in the Ringer Lactat infusion and the results were compared with the titrimetric method for the same samples. Using *paired-samples t test* $\alpha = 0.05$, there was no significant difference of the results from those methods, so that the electrode was proposed for the determination of chloride content in the Ringer Lactate infusion.

Key words : ion selective electrode, heterogeneous membrane, chloride, graphite.