



LAPORAN PENELITIAN  
DIK SUPLEMEN UNIVERSITAS AIRLANGGA  
TAHUN 2004

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ELEKTRODE SELEKTIF  
ION (ESI) SALBUTAMOL BERBASIS MEMBRAN  
TIPE KAWAT TERLAPIS**

Peneliti :  
**RIESTA PRIMAHARINASTITI**

**LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Dibiayai oleh : Dana DIK Suplemen Universitas Airlangga

SK Rektor No : 4223/JO3/PP/2004

Nomor urut : 14

FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
NOPEMBER 2008

sel cas



KKB.  
KK  
LP11/109.  
PTI  
P

LAPORAN PENELITIAN  
DIK SUPLEMEN UNIVERSITAS AIRLANGGA  
TAHUN 2004

MILIK  
PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ELEKTRODE SELEKTIF  
ION (ESI) SALBUTAMOL BERBASIS MEMBRAN  
TIPE KAWAT TERLAPIS**

Peneliti :  
**RIESTA PRIMAHARINASTITI**

**LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Dibiayai oleh : Dana DIK Suplemen Universitas Airlangga

SK Rektor No : 4223/JO3/PP/2004

Nomor urut : 14

FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
NOPEMBER 2008

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN  
LAPORAN AKHIR PENELITIAN**

1.	a.	Judul Penelitian	:	Pembuatan dan Karakterisasi Elektrode Selektif Ion (ESI) Salbutamol Berbasis Membran Tipe Kawat Terlapis
	b.	Macam Penelitian	:	<input type="checkbox"/> Fundamental <input type="checkbox"/> Terapan <input type="checkbox"/> Pengembangan <input type="checkbox"/> Instiusional
	c.	Kategori Penelitian	:	<input type="checkbox"/> I <input type="checkbox"/> II <input type="checkbox"/> III <input type="checkbox"/> IV
2.		Kepala Proyek Penelitian	:	
	a.	Nama Lengkap dg. Gelar	:	Riesta Primaharinastiti, S.Si.,Apt.
	b.	Jenis Kelamin	:	L/P
	c.	Pangkat/Gol dan NIP	:	Penata /IIIc 132170739
	d.	Jabatan sekarang	:	Staf Pengajar
	e.	Fakultas/Puslit/Jurusan	:	Farmasi
	f.	Univ./Inst./Akademi	:	Airlangga
	g.	Bidang Ilmu yg Diteliti	:	Ilmu Kimia Analitik
3.		Jumlah Peneliti	:	- orang
4.		Lokasi Penelitian	:	Laboratorium Multipurpose II Fakultas Farmasi Universitas Airlangga
5.		Kerjasama Dengan Instansi Lain	:	
	a.	Nama Instansi	:	-
	b.	A l a m a t	:	-
6.		Jangka Waktu Penelitian	:	6 (enam) bulan
7.		Biaya Yang Diperlukan	:	Rp. 5.000.000,00
8.		Seminar Hasil Penelitian	:	
	a.	Dilaksanakan Tanggal	:	
	b.	Hasil Penelitian	:	<input type="checkbox"/> Baik Sekali <input type="checkbox"/> Baik <input type="checkbox"/> Sedang <input type="checkbox"/> Kurang

Surabaya, Nopember 2008

Mengetahui/Mengesahkan :

a.n. Rektor

Ketua Lembaga Penelitian,



*(Handwritten Signature)*  
Prof. Dr. Bambang Sektiari L., DEA., Drh.  
NIP. 131 837 004

## RINGKASAN

Salbutamol adalah agonis  $\beta_2$  adrenergik yang mempunyai aktifitas sebagai *bronchodilator*. Agonis  $\beta_2$  adrenergik merupakan *bronchodilator* yang paling efektif, sehingga dapat dijadikan *drug of choice* untuk terapi asma. Dibandingkan dengan *bronchodilator* lain efek samping obat golongan agonis  $\beta_2$  adrenergik relatif lebih kecil. Jika diberikan per inhalasi obat golongan agonis  $\beta_2$  adrenergik tidak menimbulkan efek samping terhadap sistem kardiovaskuler, sehingga aman digunakan oleh penderita hipertensi ataupun pasien dengan kelainan jantung. Oleh karena penggunaan salbutamol di masyarakat cukup luas maka diperlukan adanya pengawasan yang ketat. Beberapa metode analisis yang telah digunakan untuk penentuan Salbutamol adalah KCKT, KCKT-MS, GC-MS, Kromatografi elektrokinetik, spektrofotometri, voltametri dan polarografi, dimana metode analisis tersebut relatif mahal sehingga mempengaruhi pula harga jual produk obat yang dihasilkan. Di Indonesia harga jual obat yang tinggi tidak dapat terjangkau oleh masyarakat ekonomi bawah. Untuk itu diperlukan metode analisis alternatif yang lebih efisien sehingga dapat diterapkan dalam analisis salbutamol dalam produk obat.

Potensiometri dengan Elektroda Selektif Ion dapat dikembangkan sebagai metode alternatif untuk analisis Salbutamol. Wenck dan Honer (1989) telah memperkenalkan pensil sebagai alternatif ESI untuk analisis ion kadmium, perak, sulfida dan klor. Santosa (2001) juga melakukan penelitian tentang pensil sebagai ESI untuk analisis ion kadmium. Sehingga muncul pertanyaan, apakah ESI salbutamol tipe kawat berlapis dengan grafit pensil sebagai konduktor dapat dibuat dan bagaimanakah karakteristiknya. Adapun tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui cara pembuatan, komposisi membran dan karakteristik Elektroda Selektif Ion (ESI) yang dibuat meliputi : faktor Nernstian, trayek pengukuran, waktu respon, koefisien selektifitas dan limit deteksi (sensitifitas).

Pembuatan ESI meliputi pembuatan bahan elektroaktif membran yang dibuat dengan mereaksikan asam fosfatungstat  $10^{-2}$  M dan salbutamol fosfat  $10^{-2}$  M. Kemudian bahan elektroaktif membran, PVC dan DOP (5 %: 47,5 %: 47,5 %)

dilarutkan dalam 10 ml THF. Pensil yang telah dihilangkan kayunya dibungkus kabel polietilen dengan menyisakan 1,5 cm pada masing-masing ujungnya. Bahan pembentuk membran dilapiskan pada grafit pensil sebanyak 5 kali, kemudian dibiarkan selama 24 jam. Setelah itu direndam dalam larutan salbutamol sulfat  $10^{-2}$  M selama 12 jam. Ujung pensil sisanya dipasang konektor RCA, lalu disambungkan dengan kebel koaksial RG 58 dan terakhir dihubungkan dengan konektor BNC yang akan terhubung dengan potensiometer.

ESI Salbutamol tipe kawat terlapis dengan grafit pensil sebagai konduktor memiliki karakter sebagai berikut: (a) Harga faktor Nernst : 58,68 mV/dekade, (b) Trayek pengukuran :  $10^{-1} - 4 \cdot 10^{-5}$  M, (c) Limit deteksi :  $4 \cdot 10^{-5}$  M, (d) Waktu respon : 10 detik sampai 1 menit pada rentang trayek pengukuran, (e) Usia pemakaian : hingga 22 hari masih menunjukkan respon yang baik, (f) Koefisien selektifitas : adanya ion  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dengan rentang konsentrasi  $10^{-1} - 10^{-4}$  M tidak mengganggu analisis salbutamol .

Hendaknya dilakukan karakterisasi lebih lanjut yaitu pengaruh pH dan ketebalan membran terhadap ESI Salbutamol tipe kawat terlapis agar dapat diketahui pH optimum pengukuran dan ketebalan optimum membran, serta koefisien selektifitas terhadap ion-ion yang lain yang kemungkinan dijumpai dalam sampel.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan anugerahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan laporan ini.

Penelitian berjudul : **Pembuatan dan Karakterisasi Elektrode Selektif Ion (ESI) Salbutamol Berbasis Membran Tipe Kawat Terlapis ini**, dilakukan sebagai upaya untuk mendapatkan data ilmiah penggunaan ESI potensiometri sebagai metode alternatif penentuan salbutamol. Dalam melaksanakan kegiatan ini demikian banyak bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak tak hentinya mendorong dan mendukung penulis hingga dapat menyelesaikannya dengan baik. Untuk itu ijin penulis menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Bambang Sektiari L., DEA., Drh., selaku pimpinan Lembaga Penelitian UNAIR
2. Prof. Dr. Achmad Syahrani, MS, Dekan Fakultas Farmasi UNAIR
3. Seluruh karyawan Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Farmasi UNAIR atas bantuan yang diberikan selama pelaksanaan penelitian.
4. Semua pihak yang tak dapat disebutkan satu per satu yang telah memberikan bantuan kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.

Semoga Allah SWT membalas segala budi baik yang diberikan dan semoga karya ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan.

PENULIS

**DAFTAR ISI**

Ringkasan	iii
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vi
Daftar Gambar	vii
Daftar Tabel	viii
Daftar Lampiran	ix
<b>BAB I</b>	<b>PENDAHULUAN</b>
	1.1.Latar Belakang
	1.2.Rumusan Masalah
<b>BAB II</b>	<b>TINJAUAN PUSTAKA</b>
	2.1. Tinjauan Tentang Metode Potensiometri
	2.2. Tinjauan Tentang Elektrode Selektif Ion
	2.3. Tinjauan Tentang Elektrode Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis
	2.4. Tinjauan Tentang Karakterisasi Elektrode Selektif Ion
	2.5. Tinjauan Tentang Membran Cair Penukar Ion
	2.6. Tinjauan Tentang Salbutamol
<b>BAB III</b>	<b>TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN</b>
<b>BAB IV</b>	<b>METODE PENELITIAN</b>
	4.1. Tempat Peneitian
	4.2. Alat dan Bahan Penelitian
	4.3. Diagram Alir
	4.4. Tahapan Analisis
	4.4.1. Pembuatan Bahan Elektroaktif Membran
	4.4.2. Pembuatan Badan Elektrode
	4.4.3. Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran
	4.4.4. Pembuatan Elektrode
	4.4.5. Karakterisasi ESI
<b>BAB V</b>	<b>HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>
	5.1. Pembuatan Elektrode Selektif Ion
	5.2. Optimasi Komposisi Bahan Penyusun ESI Salbutamol Tipe Kawat Terlapis
	5.3. Karakterisasi ESI Salbutamol Tipe Kawat Terlapis
	5.3.1. Faktor Nernst dan Trayek Pengukuran
	5.3.2. Limit Deteksi
	5.3.3. Waktu Respon
	5.3.4. Usia Pemakaian
	5.3.5. Koefisien Selektivitas
<b>BAB VI</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	
<b>LAMPIRAN</b>	

**DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1	Sel elektrokimia	4
Gambar 2.2	Pengukuran dengan ESI	9
Gambar 2.3	Grafik E (mV) terhadap $-\log$ aktivitas ion	14
Gambar 2.4	Kurva Penentuan Limit Deteksi	15
Gambar 2.5	Rumus Struktur Salbutamol	19
Gambar 4.1	Badan ESI salbutamol	24
Gambar 5.1	Bahan Elektroaktif Membran Salbutamol Fosfotungstat	28
Gambar 5.2	Pembuatan Badan Elektrode	30
Gambar 5.3	Optimasi Komposisi Membran	32
Gambar 5.4	Kurva E(mV) terhadap $-\log a$ ESI Salbutamol	33
Gambar 5.5	Konsentrasi Limit Deteksi ESI Salbutamol	35
Gambar 5.6	Kurva Waktu Respon ESI Salbutamol Pada Konsentrasi $10^{-1} - 4.10^{-5}$	36
Gambar 5.7	Faktor Nernst ESI Salbutamol selama 22 hari	38

**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Elektrode Selektif Ion dan Selektif Molekuler	11
Tabel 2.2	Kriteria Penerimaan Karakterisasi Elektrode Selektif Ion	13
Tabel 3.1	Komposisi Bahan Pembentuk Membran	24
Tabel 3.2	Data Hasil Pengamatan Potensial	25
Tabel 5.1	Faktor Nernst untuk masing-masing Komposisi Membran	31
Tabel 5.2	Faktor Nernst ESI Salbutamol Tipe Kawat Terlapis	32
Tabel 5.3	Faktor Nernst ESI Salbutamol selama 22 hari	38
Tabel 5.4	Koefisien Selektivitas ESI Salbutamol terhadap $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , dan $\text{Mg}^{2+}$	40

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Tabel harga r Perhitungan kesetaraan konsentrasi ion salbutamol dengan aktivita	43
Lampiran 2	Perhitungan volume Salbutamol Sulfat, Natrium Sulfat, Magnesium Sulfat, dan Kalium Nitrat yang diperlukan dalam penentuan harga koefisien selektivitas	44
Lampiran 3	Perhitungan harga koefisien selektivitas	45

## BAB I PENDAHULUAN



### 1. Latar Belakang

Salbutamol adalah salah satu senyawa obat *bronchodilator* yang penggunaannya di dalam masyarakat cukup luas, dikenal sebagai obat saluran nafas. Hal ini juga didukung dengan banyaknya industri farmasi yang mempunyai produk sediaan farmasi mengandung salbutamol. Keunggulan salbutamol dibandingkan dengan *bronchodilator* lain adalah tidak menimbulkan efek samping terhadap sistem *cardiovascular*, sehingga aman digunakan bagi penderita yang memiliki kelainan jantung maupun hipertensi. Pemakaian yang luas menuntut adanya pengawasan ketat terhadap kualitas produk atau sediaan farmasinya, baik selama proses produksi di industri maupun pengawasan pasca jual. Untuk itu dibutuhkan suatu metode analisis yang handal yang dapat digunakan untuk menentukan Salbutamol, sebagai kontrol kualitas dalam upaya pelaksanaan *Quality Assurance*.

Beberapa metode analisis yang telah banyak digunakan untuk menentukan salbutamol adalah HPLC, HPLC-MS, GC-MS, kromatografi elektrokinetik, spektrofotometri, voltametri, dan polarografi. Namun seperti telah diketahui, metode tersebut pada umumnya membutuhkan instrumentasi yang mahal dan memerlukan tahap preparasi sampel yang rumit pula. Instrumentasi yang mahal dan rumit tentu akan berpengaruh terhadap harga jual obat. Di Indonesia hal ini menjadi kendala tersendiri, karena harga obat yang tinggi tidak dapat terjangkau oleh masyarakat ekonomi bawah. Sedangkan salbutamol merupakan salah satu produk obat generik yang dijual dengan harga lebih murah, sehingga memerlukan metode analisis yang lebih efisien. Di dalam Farmakope Indonesia sendiri digunakan metode titrasi sebagai metode standart untuk penetapan salbutamol, yang tentu penyiapan sampelnya rumit serta membutuhkan proses pemisahan bila berada dalam campuran. Berdasarkan kondisi tersebut maka dibutuhkan adanya metode alternatif penentuan salbutamol yang dapat mengatasi kendala di atas.

Dibandingkan dengan metode analisis yang lain, potensiometri memiliki kesempatan untuk dikembangkan sebagai metode alternatif, karena memiliki keunggulan antara lain proses analisisnya mudah, biaya relatif murah, namun memiliki presisi dan

akurasi yang cukup baik. Apalagi jika digunakan Elektrode Selektif Ion (ESI) sebagai elektrodanya yang akan meningkatkan sensitivitas dan selektivitasnya. Penggunaan ESI dalam analisis kimia sangat luas, dari analisis ion-ion anorganik yang sederhana sampai molekul-molekul organik yang kompleks. ESI mempunyai sensitivitas yang baik ( $< 1$  ppb) dan selektivitas yang tinggi, sehingga tidak memerlukan tahap pemisahan terlebih dahulu. Dibandingkan dengan ESI tipe konvensional yang memerlukan larutan pembeding dalam dan proses pembuatannya yang relatif rumit, ESI tipe kawat berlapis memiliki keunggulan antara lain tidak memerlukan larutan pembeding dalam, pembuatannya sederhana, dapat menentukan analit dalam jumlah renik, bentuknya kecil dan praktis, sehingga membutuhkan biaya yang lebih murah dan sesuai untuk analisis yang bersifat rutin.

ESI salbutamol sejauh ini belum pernah diproduksi untuk dipasarkan. Penelitian yang telah ada sebelumnya adalah ESI salbutamol tipe konvensional yang didasarkan pada membran plastik PVC (*Poly Vinyl Chloride*), dan penukar ion salbutamol-phosphotungstat [Abdel-ghani, 2000]. Dalam penelitian ini akan dikembangkan ESI Salbutamol tipe kawat berlapis, untuk pengukuran secara potensiometri langsung. Untuk dapat menghasilkan ESI yang terstandart dan berkualitas sehingga siap untuk "dijual", diperlukan 3 (tiga) tahapan penelitian yaitu :

1. Pembuatan dan Karakterisasi ESI Salbutamol, yang bertujuan untuk mendapatkan cara/prosedur pembuatan ESI Salbutamol yang terstandardisasi
2. Validasi metode ESI Salbutamol dan bila dibandingkan dengan metode analisis standart yang sudah ada, bertujuan untuk mengetahui apakah penentuan Salbutamol secara potensiometri menggunakan ESI Salbutamol memiliki validitas yang baik sebagai metode alternatif bila dibandingkan dengan metode standart
3. Perawatan dan regenerasi ESI (*maintenance*), bertujuan untuk mendapatkan cara perawatan dan regenerasi ESI sehingga ESI menjadi layak jual

Namun pada tahap awal ini hanya akan dilakukan penelitian tahap pertama yaitu pembuatan dan karakterisasi ESI salbutamol tipe kawat berlapis.

Sedangkan untuk mengetahui kinerja ESI yang dibuat, dilakukan karakterisasi dengan beberapa parameter antara lain faktor Nerstian, trayek pengukuran, waktu tanggap, usia pemakaian, batas deteksi dan selektivitasnya. Diharapkan hasil penelitian ini

akan memberikan informasi tentang pembuatan ESI-salbutamol yang dibutuhkan dalam tahap-tahap selanjutnya, sehingga dapat digunakan sebagai metode alternatif dalam analisis Salbutamol.

## **2. Rumusan Masalah**

Yang menjadi permasalahan dalam penelitian ini adalah :

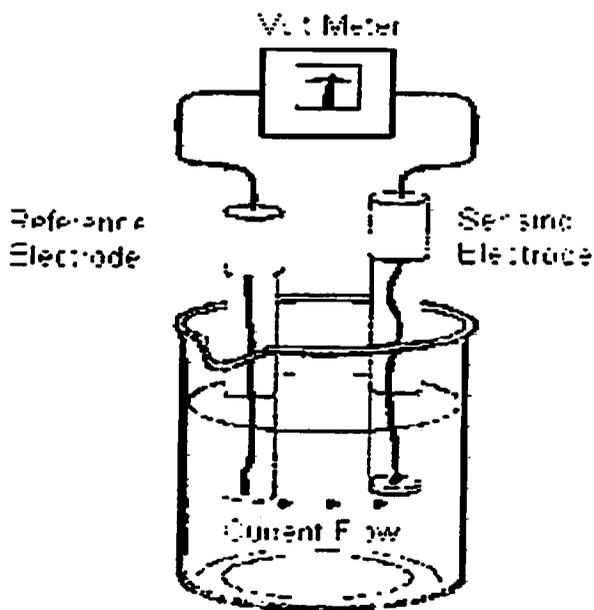
1. Bagaimanakah komposisi membran yang optimum untuk pembuatan ESI Salbutamol tipe kawat terlapis?
2. Apakah ESI Salbutamol berbasis membran tipe kawat terlapis yang dihasilkan memiliki karakter yang sesuai dengan kriteria ESI?

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 1. Tinjauan Tentang Metode Potensiometri

Potensiometri merupakan metode analisis elektrokimia yang didasarkan pada hubungan antara potensial sel dengan konsentrasi atau aktivitas spesi kimia di dalam suatu sel elektrokimia. Metode ini juga didasarkan pada fenomena yang terjadi selama reaksi elektrode. Pengukurannya berdasarkan perbedaan potensial antara dua elektrode yaitu elektrode baku/pembanding (*Reference Electrode*) dan elektrode kerja/indicator (*Working Electrode*) dalam suatu sel elektrokimia seperti tampak dalam gambar.



Gb. 2.1. Sel elektrokimia

Beda potensial yang terjadi dalam sel dapat dinyatakan dalam persamaan NERNST berikut :

$$E = \frac{RT}{zF} \ln(a_2/a_1) \quad \text{atau} \quad E = k + S \cdot \log(a_x)$$

Dibandingkan dengan metode analisis yang lain, potensiometri merupakan metode analisis yang memiliki beberapa keunggulan antara lain proses analisisnya mudah, biaya relatif murah, namun memiliki presisi dan akurasi yang cukup baik, sehingga berpotensi untuk dikembangkan sebagai metode alternatif untuk analisis Salbutamol. Sensitivitas dan selektivitasnya akan meningkat jika dilengkapi dengan penggunaan ESI dalam pengukurannya. ESI berfungsi sebagai elektrode kerja yang mampu mengukur secara selektif terhadap ion tertentu. [Evans, 1991]

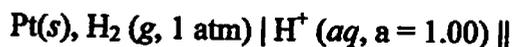
### 1.1. Elektroda Pembanding

Elektroda pembanding adalah elektroda yang potensialnya sudah diketahui, tetap, dan tidak sensitif terhadap komponen larutan yang dipelajari. Elektroda pembanding yang ideal adalah (1) memenuhi persamaan Nernst, (2) menunjukkan potensial yang konstan terhadap waktu, (3) segera kembali ke potensial awal setelah dilewatkan arus kecil, (4) menunjukkan sedikit perubahan terhadap perubahan suhu (Skoog, 1998). Walaupun tidak ada elektroda pembanding yang memenuhi semua sifat ideal tersebut, beberapa jenis elektroda pembanding mendekati sifat ideal ini, seperti elektroda hidrogen standar (*Standart Hydrogen Electrode = SHE*), elektroda kalomel, dan elektroda  $Ag/AgCl$ .

#### a. Elektroda Hidrogen Standar (SHE)

Elektrode hidrogen standar terdiri dari sebuah elektrode Pt yang dicelupkan dalam larutan yang mengandung ion  $H^+$ , dimana aktivitas ion hidrogen adalah 1,00 dan tekanan gas  $H_2$  sama dengan 1 atm.

Notasi reaksinya adalah :



Sebuah jembatan garam menghubungkan elektrode hidrogen standar dengan elektrode indikator setengah sel. Elektrode hidrogen standar jarang digunakan dalam pekerjaan laboratorium, tetapi elektrode ini penting karena digunakan untuk menentukan potensial standar tetap reaksi setengah sel lainnya (Harvey, 2000).

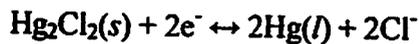
#### b. Elektroda Kalomel

Elektrode kalomel terdiri dari Hg, Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, dan larutan KCl konsentrasi tertentu. Notasi elektrode kalomel setengah sel sebagai berikut :



Dimana x menunjukkan konsentrasi molar KCl dalam larutan.

Reaksi elektrodanya sebagai berikut :

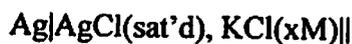


Potensial elektrode kalomel tergantung pada konsentrasi Cl<sup>-</sup>. Pada elektrode kalomel jenuh (EKJ), konsentrasi larutan KCl dalam keadaan jenuh (sekitar 4,6 M). Harga potensial elektrode kalomel jenuh pada suhu 25° C adalah +0,2444 V. Elektrode kalomel tidak dapat digunakan pada temperatur di atas 80° C (Skoog et al., 1998).

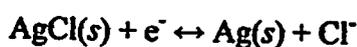
#### c. Elektroda Ag/AgCl

Elektrode Ag/AgCl analog dengan elektrode kalomel, terdiri dari elektrode Ag yang dicelupkan dalam larutan KCl jenuh dan AgCl padat.

Notasi setengah sel :



Potensial elektrode ditentukan oleh setengah reaksi :



Elektrode Ag/AgCl memiliki kelebihan karena dapat digunakan pada temperatur lebih tinggi dari 60° C. Disamping itu, ion  $\text{Hg}^{2+}$  pada elektrode kalomel dapat bereaksi dengan beberapa komponen seperti protein, sedangkan ion  $\text{Ag}^+$  pada elektrode Ag/AgCl tidak bereaksi. Kelemahan lain elektrode kalomel adalah terjadi reaksi  $\text{Hg}_2^{2+}$  dengan sampel yang dapat menutup porous, sedangkan elektrode Ag/AgCl tidak (Skoog et al., 1998).

## 1.2 Elektroda Indikator

Elektroda indikator disebut juga elektroda kerja yang memberikan respon sesuai dengan konsentrasi analit. Elektroda indikator yang ideal adalah memberikan respon yang cepat dan reproduibel terhadap perubahan aktifitas ion analit. Ada dua macam tipe elektroda indikator, yaitu elektroda logam dan membran. Elektroda indikator logam dibagi menjadi empat tipe, yaitu elektroda tipe I, elektroda tipe II, elektroda tipe III dan elektroda redoks. Sedangkan elektroda indikator membran yang biasa disebut elektroda selektif ion karena selektifitasnya yang tinggi terhadap ion tertentu, dibagi menjadi membran kristal dan non kristal (Skoog, 1998). Apabila elektroda indikator dan pembanding dihubungkan dengan potensiometer atau pH meter, maka potensial analit dapat diukur. Menurut hukum Nernst, potensial yang terukur tersebut berbanding lurus dengan logaritma aktivitas ion (Camman, 1979).

Hukum Nernst :

$$E = E^{\circ} \pm 2,303 RT/(nF) \log a \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.1})$$

Dengan :

$E$  = potensial sel hasil pengukuran (mV)

$E^{\circ}$  = potensial standar (mV)

$2,303 RT/nF$  = faktor Nernst

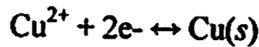
$a$  = aktivitas ion terukur

## a. Elektroda Indikator Logam

### a.1 Elektoda Tipe I

Elektroda tipe I merupakan elektroda yang berkesetimbangan secara langsung dengan kation yang berasal dari elektroda logam. Pada elektroda ini terjadi reaksi tunggal.

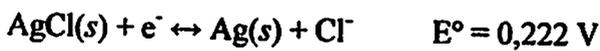
Contohnya elektroda indikator Cu, reaksinya adalah :



Logam lain di samping Cu yang mempunyai kesetimbangan dengan larutannya adalah Ag, Hg, Cd, Zn, dan Pb (Mulja, 1995).

### a.2 Elektroda Tipe II

Elektroda indikator tipe II adalah elektroda logam yang responsif terhadap konsentrasi anion sehingga menyebabkan anion tersebut menjadi endapan atau membentuk ion kompleks yang stabil. Misalnya, kation Ag dari elektroda Ag yang responsif terhadap anion halida atau anion sejenis halida lainnya. Reaksi elektroda dapat dituliskan sebagai berikut :



Oleh karena itu, potensial elektroda indikator ini tergantung pada aktivitas ion klorida dalam larutan (Mulja, 1995).

### a.3 Elektroda Tipe III

Elektroda tipe III adalah elektroda logam yang dapat merespon kation yang berbeda. Sebagai contoh elektroda logam Hg yang digunakan untuk menentukan aktivitas ion kalsium dalam larutan yang mengandung kalsium (Mulja, 1995).

### a.4 Elektroda Redoks

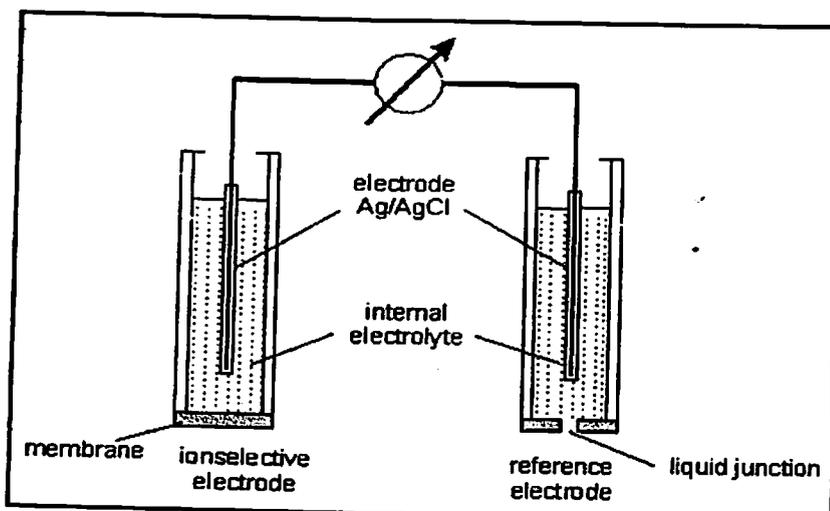
Elektroda redoks merupakan elektroda logam dari Pt, Au, Pa, atau logam lain yang sukar bereaksi yang digunakan sebagai elektroda indikator pada sistem oksidasi reduksi. Elektroda ini tidak terlibat dalam reaksi, tetapi berperan sebagai sumber elektron untuk reaksi redoks (Skoog *et al.*, 1998).

## b. Elektroda Indikator Membran

Elektroda indikator membran merupakan elektroda dimana komponen utamanya adalah sebuah membran. Elektroda indikator membran sering disebut elektroda selektif ion karena selektivitas tinggi dari membran ini terhadap ion utama yang diteliti. Elektroda ini juga dikatakan sebagai elektroda *pIon* karena data yang diperoleh biasanya disajikan dalam p-fungsi seperti pH, pCa, atau pNO<sub>3</sub>. Elektroda indikator membran pada dasarnya berbeda dengan elektroda logam baik dalam desain maupun prinsip teori (Skoog *et al.*, 1998).

## 2. Tinjauan Tentang Elektrode Selektif Ion

Elektrode Selektif Ion (ESI) adalah suatu elektrode yang digunakan untuk penentuan ion secara kuantitatif dengan menggunakan membran sebagai sensor kimia yang potensialnya berubah secara reversibel terhadap perubahan aktivitas ion yang ditentukan. [Atikah, 1994] Karena ESI menggunakan membran sebagai sensor, maka membran merupakan salah satu aspek penting dari ESI. Membran adalah suatu lapisan yang memisahkan dua fase lain untuk mengatur perpindahan massa antara keduanya (Cosofret, 1982).



Gb.2.2. Pengukuran dengan Elektrode Selektif Ion

Ditinjau dari gambaran elektrokimianya, membran ESI diklasifikasikan menjadi tiga, yaitu membran berpori, membran permselektif dan membran spesifik ion (Laksminarayanaiah, 1976). Membran berpori adalah lapisan yang memisahkan dua larutan elektrolit dan memungkinkan difusi kation dan anion dari kedua fasa. Ion-ion yang mempunyai ukuran sama atau lebih kecil dari pori-pori membran dapat melewati membran, sedangkan yang berukuran lebih besar akan tertahan. Potensial membran ditimbulkan oleh perbedaan difusi ion-ion tersebut. Membran permselektif adalah membran yang mempunyai matriks dengan gugus ionik berkedudukan tetap, sehingga membran tersebut bermuatan tetap. Hal ini memungkinkan transport ion-ion yang memiliki muatan berlawanan dengan muatan membran dalam rentang konsentrasi tertentu. Jumlah maksimum ion yang ditranspor ditentukan oleh jumlah muatan tetap dalam matriks. Namun membran ini tidak membedakan ion yang ditranspor secara individu karena membran ini dapat mengadakan pertukaran ion dengan beberapa ion yang memiliki muatan berlawanan dengan muatan membran. Potensial yang timbul pada permukaan membran disebabkan oleh proses pertukaran ion dan fenomena difusi ion-ion dalam membran. Membran spesifik ion adalah membran yang memiliki sifat sama dengan membran permselektif, namun yang ditranspor adalah ion tertentu yang dapat mengadakan pertukaran secara spesifik saja, sedangkan ion lain tidak dapat. Sehingga membran ini benar-benar bersifat semi permeabel. Membran ini harus dapat menghantarkan listrik, tidak larut dalam larutan analit, dapat bereaksi secara selektif dengan ion-ion analit melalui mekanisme pertukaran ion, kristalisasi, atau kompleksasi; stabil terhadap perubahan pH, mempunyai stabilitas mekanik yang cukup fleksibel (lentur). [Bailey, 1983]

Berdasarkan strukturnya membran dibagi menjadi dua, yaitu membran homogen dan heterogen (Santosa, 2001). Membran homogen adalah membran yang hanya terdiri dari satu macam bahan aktif yang memberikan respon terhadap sifat elektrokimia. Bahan aktif ini dapat dibuat dari pencampuran bahan berpartikel amorf, polikristal atau pertumbuhan suatu kristal tunggal yang selanjutnya ditekan menjadi membran. Membran heterogen adalah membran yang komponennya terdiri dari bahan aktif dan bahan pendukung (matriks) yang inert.

Idealnya elektroda yang selektif terhadap ion tertentu hanya dapat dibuat dari membran spesifik ion. Tetapi, karena tidak ada ESI yang memberikan respon hanya pada satu ion, maka membran yang digunakan dalam ESI adalah membran permselektif ion (Atikah, 1994).

Berdasarkan jenis membran yang digunakan, ESI dibagi menjadi lima macam yaitu elektroda bermembran kaca, padatan, cairan penukar ion, penunjuk dan enzim. Macam-macam elektroda selektif ion dan selektif molekuler serta spesifikasinya dapat dilihat pada tabel 2.1.

**Tabel 2.1 Elektroda Selektif Ion dan Selektif Molekuler**

Tipe/Ion utama	Bahan aktif	Ion pengganggu
Kaca/ gelas $H^+$	$Li_2O-BaO-La_2O_3-SiO_2$	$Li^+, Na^+, K^+$
Padatan anorganik $F^-$	$LaF_3$	$OH^-$
Penukar ion organik $BF_4^-$	Tersubstitusi (o-fenantrolin) Ni (II)	$NO_3^-, Br^-, Oac^-, HCO_3^-$
Penunjuk gas $SO_2$	Karet silicon 0,025 mm	$NO_2, HCl, HF$
Enzim Urea, Glukosa	Urea reduktase, Glukosa Oksidase	

Sifat-sifat yang harus dimiliki oleh membran selektif ion agar elektroda tersebut mempunyai sensitifitas dan selektifitas yang baik terhadap kation dan anion adalah: mempunyai kelarutan minimum dalam larutan analit yang biasanya larutan dalam air, menghantarkan listrik meskipun kecil. Umumnya penghantaran listrik ini ditimbulkan oleh adanya migrasi ion-ion. Membran juga harus dapat bereaksi selektif dengan ion-ion analit. Reaksi tersebut dapat terjadi melalui tiga tipe ikatan, yaitu pertukaran ion, kristalisasi dan kompleksasi (Skoog, 1998).

### 3. Tinjauan Tentang Elektroda Selektif Ion Tipe Kawat Terlapis

Salah satu jenis ESI yang berbasis membran adalah ESI tipe kawat terlapis yang telah mulai dikenal sejak tahun 1972 [James, 1972] dan semakin berkembang hingga kini. ESI tipe tabung atau konvensional membutuhkan proses pembuatan yang lama dan rumit serta membutuhkan larutan pembanding dalam yang membuat menjadi sulit untuk regenerasinya sehingga kurang ekonomis bila harus digunakan untuk analisis yang cepat dan rutin. ESI tipe kawat terlapis memiliki keunggulan antara lain tidak memerlukan larutan pembanding dalam, pembuatannya sederhana dan murah, dapat menentukan analit dalam jumlah renik [Atikah, 1994], bentuknya kecil dan praktis sehingga membutuhkan volume sampel yang kecil dan dapat digunakan untuk analisis rutin. Selektivitasnya yang tinggi memungkinkan ESI ini mampu bekerja pada berbagai matriks sampel. [Aparna, 2001] Kawat terlapis yang digunakan umumnya adalah kawat platina (Pt) karena bersifat inert, stabil terhadap pengaruh kimia dan fisika, tidak berpengaruh terhadap membran, serta memiliki sifat konduksi yang baik sehingga arus listrik yang timbul akibat perpindahan massa dalam larutan dapat dihantarkan ke potensiometer dengan baik. Selain kawat Pt dapat pula digunakan pensil yang terdiri dari arang (grafit) sebagai badan ESI (Wenck & Honer,

1989). Dalam percobaannya, Wenck dan Honer menggunakan pensil jenis HB karena memiliki kekerasan dan kekuatan yang lebih baik dibandingkan pensil jenis lain. Arang bertindak sebagai konduktor dan kayu pensil sebagai mantel. Membran dilapiskan pada arang pensil, yang selanjutnya akan digunakan untuk pengamatan. Kayu pensil dipotong sedemikian rupa sehingga arang pada bagian atas dan bawah dibiarkan terbuka, kemudian bagian atas dihubungkan dengan kabel koaksial tipe RG 58 yang nantinya akan terhubung ke potensiometer. Sedangkan arang bagian bawah dilapisi membran. Karena kayu pensil tidak dibuang, maka untuk menghindari kesalahan pembacaan akibat pengaruh dari kayu maka badan elektroda dibungkus dengan bahan bersifat inert, misalnya teflon atau PVC (Badawi, 2006).

#### 4. Tinjauan Tentang Karakterisasi Elektroda Selektif Ion

Kualitas ESI ditentukan oleh parameter karakteristik yang meliputi faktor Nernst dan trayek pengukuran, limit deteksi, waktu respon, usia pemakaian (life time) dan koefisien selektifitas (Cosofret, 1982). Untuk mendapatkan ESI dengan kualitas kinerja yang baik dilakukan karakterisasi ESI dengan kriteria penerimaan sbb :

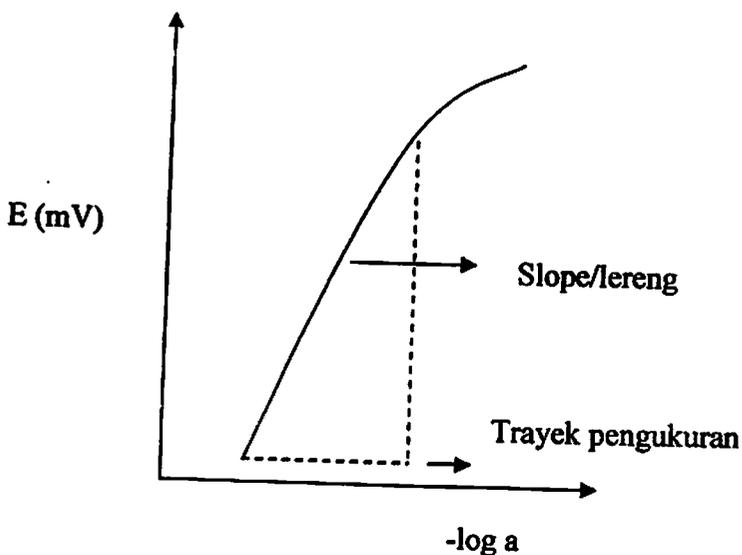
Tabel. 2.2. Kriteria penerimaan karakterisasi ESI

Parameter karakterisasi	Kriteria penerimaan
Faktor Nernst dan trayek pengukuran	Sesuai dengan harga faktor Nernst teoritis, sebesar 59,20 mV per dekade untuk ion monovalen
Limit Deteksi	Sekecil mungkin, umumnya berkisar antara $10^{-4}$ – $10^{-1}$ M
Waktu respon	Semakin cepat semakin baik (detik)
Usia Pemakaian ( <i>Life time</i> )	Semakin lama semakin baik
Pengaruh pH	Stabil pada rentang pH luas, ditunjukkan dengan kestabilan harga faktor Nernst pada berbagai pH
Selektivitas terhadap ion pengganggu	Harga Koefisien Selektivitas ( $K^i_j$ ) yang lebih kecil dari 1

#### 4.1 Faktor Nernst dan Trayek Pengukuran

Faktor Nernst atau lereng suatu ESI dapat diperoleh dengan cara mengalurkan potensial  $E$  (mV) hasil pengukuran terhadap  $-\log$  aktifitas ion. Untuk mengetahui apakah ESI yang dibuat memenuhi persamaan Nernst atau tidak, maka harga faktor Nernst sebesar  $-2,303 RT/nF$  harus ditentukan. Untuk ion bervalensi satu seperti salbutamol memiliki harga sebesar  $-59,2$  mV/dekade. Yang mempengaruhi faktor Nernst antara lain adalah larutan pembanding dalam, sifat hidrofobisitas bahan elektroaktif dalam membran yang menyebabkan bahan elektroaktif terdistribusi dalam membran (fase non polar) dan dalam fase air (polar).

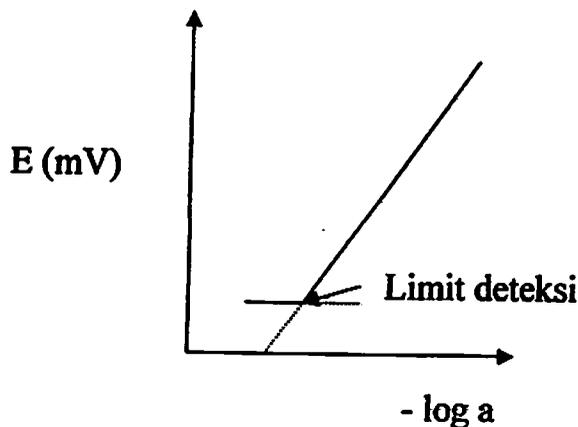
Trayek pengukuran dari suatu elektroda dinyatakan sebagai batas konsentrasi dimana kurva potensial  $E$  (mV) terhadap  $-\log$  aktifitas ion (konsentrasi) masih memberikan garis lurus sehingga memenuhi persamaan Nernst. Harga faktor Nernst dan trayek pengukuran ESI ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.3.  
Grafik  $E$  (mV) terhadap  $-\log$  aktifitas ion

## 4.2 Limit Deteksi

Limit deteksi menunjukkan sensitifitas elektroda ditentukan dengan membuat garis singgung persamaan garis lurus dan garis lengkung kurva antara potensial  $E$  (mV) terhadap  $-\log$  aktifitas. Kedua garis singgung ini saling memotong pada satu titik. Jika titik ini diekstrapolasikan ke absis akan diperoleh aktifitas (konsentrasi) limit deteksi.



Gambar 2.4  
Kurva Penentuan Limit Deteksi

## 4.3 Waktu Respon

Waktu respon adalah waktu yang dibutuhkan suatu ESI untuk memberikan respon potensial yang konstan. Makin cepat elektroda memberikan respon potensial yang konstan, elektroda tersebut makin baik. Waktu jawab akan lebih cepat jika dilakukan pengukuran dari konsentrasi kecil ke konsentrasi besar. Waktu jawab tidak tergantung pada kondisi percobaan melainkan pada konsentrasi analit.

## 4 Usia Pemakaian (Life Time)

Usia pemakaian suatu ESI adalah seberapa lama elektroda tersebut masih dapat digunakan, artinya masih mempunyai karakteristik hampir sama pada saat ESI dinyatakan baik. Usia pemakaian ditentukan dengan mengukur faktor Nernst ESI pada setiap selang waktu tertentu. Apabila faktor Nernst telah menyimpang jauh dari harga

karakteristik ESI, maka dinyatakan tidak layak digunakan untuk pengukuran. Usia pemakaian ESI sangat tergantung pada sifat mekanik membran. Sifat mekanik ini dipengaruhi oleh kelenturan membran, daya tahan membran terhadap senyawa organik, zat oksidator serta pH larutan yang diukur.

#### 4.5 Koefisien Selektifitas

Koefisien selektifitas merupakan derajat selektifitas ESI terhadap ion utama dan ion pengganggu/ion asing. Hubungan antara potensial yang diukur dengan selektifitas diberikan oleh persamaan Nicolsky yang merupakan penurunan dari persamaan Eisenman, yaitu:

$$E = E^0 \pm 2,303 RT/(nF) \log (a_i + K_{ij} (a_j)^{n/z}) \dots \dots \dots (\text{persamaan 2.2})$$

Dengan :

- E = potensial hasil pengukuran
- $E^0$  = potensial elektroda pembanding/Standart
- $2,303 RT/nF$  = factor Nernst
- $a_i$  = aktifitas ion utama
- $a_j$  = aktifitas ion asing
- $K_{ij}$  = koefisien selektifitas
- n = muatan ion utama
- z = muatan ion asing

Jika  $a_i > K_{ij}$  dan harga  $K_{ij}=0$ , maka ion asing tersebut tidak mengganggu. Jika  $K_{ij}$  kurang dari 1, maka elektroda sangat selektif terhadap ion utama daripada ion asing/pengganggu. Sedangkan bila harga  $K_{ij}$  lebih dari 1, maka elektroda sangat selektif terhadap ion asing daripada ion utama dan ini dapat mengganggu pengukuran.

Ada dua cara untuk menentukan harga koefisien selektifitas, yaitu metode larutan

terpisah dan metode larutan tercampur. Pada metode larutan terpisah, potensial elektroda diukur dalam larutan yang mengandung ion utama tanpa ion pengganggu, kemudian diukur dalam larutan ion pengganggu tanpa ada ion utama. Metode ini kurang baik karena penentuan potensial E (mV) dilakukan pada kondisi yang berbeda sehingga dapat diperoleh harga  $K_{ij}$  sangat beragam (tidak reproduibel). Sedangkan metode larutan tercampur dilakukan dengan mengukur potensial elektroda larutan campuran yang mengandung ion utama dengan konsentrasi tetap dan ion pengganggu dengan konsentrasi bervariasi. Pada penelitian ini koefisien selektifitas dilakukan dengan metode larutan tercampur. Pada metode larutan tercampur, cara penentuannya adalah : potensial elektroda dalam larutan yang mengandung ion utama dengan aktifitas  $a_i$  ditentukan terlebih dahulu ( $E_1$ ), kemudian potensial elektroda dalam larutan yang mengandung ion utama dan pengganggu yang masing-masing mempunyai aktifitas  $a_i$  dan  $a_j$  ( $E_2$ ). Pada masing-masing pengukuran diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$E_1 = E^0 + 2,303 RT/(nF) \log a_i \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.3})$$

$$E_2 = E^0 + 2,303 RT/(nF) \log (a_i + K_{ij} (a_j)^{n/z}) \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.4})$$

Jika  $E_2 - E_1$ , maka persamaan akan menjadi :

$$E_2 - E_1 = + 2,303 RT/(nF) \log \left[ \frac{(a_i + K_{ij} (a_j)^{n/z})}{a_i} \right] \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.5})$$

dengan memasukkan harga R (tetapan gas ideal) = 8,314 joule derajat mol, F (tetapan Faraday) = 96489 coulomb ekuivalen dan  $T = 273 + 25 = 2932^\circ\text{K}$ , diperoleh harga

$$E_2 - E_1 = 0,059 \log \left[ \frac{(a_i + K_{ij} (a_j)^{n/z})}{a_i} \right] \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.6})$$

$$K_{ij} = \frac{[(10^{(E_2 - E_1)/0,059} \times a_i) - a_i]}{a_j^{n/z}} \dots\dots\dots(\text{persamaan 2.7})$$

## 5. Tinjauan Tentang Membran Cairan Penukar Ion

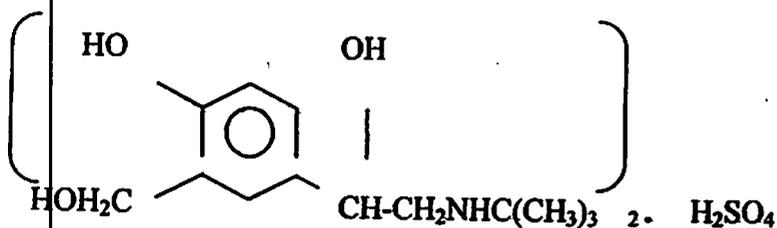
Komposisi membran yang digunakan pada ESI salbutamol ini terdiri dari bahan elektroaktif berupa salbutamol-fosfotungstat, PVC untuk membentuk matriks membran, DOP sebagai plasticizer. Pada umumnya dalam membran heterogen komponen senyawa aktif cairan penukar ion diamobilisasi pada matriks PVC. Bahan ini secara luas digunakan sebagai matriks pada ESI karena sifatnya yang kaku, harganya murah, tahan terhadap pelarut, berpori-pori kecil (mikroporus). PVC dapat larut dalam tetrahidrofur, sikloheksanon, nitrobenzena. Selain itu PVC menunjukkan stabilitas yang baik terhadap bahan kimia dan air (Kesting, 1985). Disamping PVC dapat juga digunakan polimer lain seperti : polisiloksan, polistiren, PMMA, poliamida atau poliimida, tetapi jarang ditemui.

Untuk meningkatkan kekuatan dan fleksibilitas yang berhubungan dengan usia pemakaian ESI, maka kedalam PVC ditambahkan bahan plasticizer. Pembuatan membrane dilakukan dengan mencampur bahan aktif salbutamol-fosfotungstat, DOP dan PVC yang kemudian dilarutkan dalam THF. DOP dan PVC ini membentuk ikatan silang secara kovalen menyebabkan membrane yang terbentuk tidak larut dalam air, bersifat fleksibel (lentur) serta kuat (Kesting, 1985).

Ciri khas membran penukar ion dibandingkan membran jenis lain adalah dalam komponen molekul polimernya terdapat gugus ionik pada kedudukan tertentu dalam struktur polimernya yang menyebabkan muatan membran tetap. Dan adanya ion mobil yang memiliki muatan berlawanan dengan muatan ion tetap yang dikenal sebagai ion kontra (counter ion) (Atikah, 1994). Pada ESI salbutamol ini gugus ionik tetapnya adalah anion fosfotungstat yang menyebabkan membran bermuatan negatif dan ion

salbutamol (bermuatan positif) sebagai ion kontra. Karena alasan kestabilan membran, maka muatan listrik membran harus netral. Sehingga ion kontra akan berikatan satu sama lain dengan gugus ionik tetap dalam jumlah stoikiometri. Ion kontra yang mobil ini dapat mengadakan pertukaran dengan kation-kation lain yang terdapat dalam larutan cuplikan (Atikah, 1994).

## 6. Tinjauan Tentang Salbutamol Sulfat



Gambar 2.5 Rumus Struktur Salbutamol Sulfat



BM = 576,70

Pemerian : serbuk putih atau hampir putih.

Kelarutan : mudah larut dalam air, sukar larut dalam etanol, dalam kloroform dan dalam eter (Farmakope Indonesia IV, 1995).

Salbutamol sulfat bekerja sebagai perangsang  $\beta_2$  reseptor pada otot bronki sehingga digunakan sebagai bronkodilator yang khas, dengan efek terhadap reseptor pada jantung sangat kecil, sehingga aman digunakan bagi penderita penyakit jantung maupun hipertensi. Salbutamol digunakan untuk meringankan bronkospasme pada asma bronki, bronchitis kronik dan emfisema. Salbutamol diabsorpsi dalam saluran cerna dengan cepat, waktu paro plasma antara 2-7 jam, tergantung cara pemberian. Pada pemberian secara parenteral waktu paro obat pendek, secara oral waktu paronya

cukupan, dan pemberian per inhalasi aerosol waktu paronya lebih panjang. Dosis oral 2-4 mg 3-4 dd, inhalasi : 2,5 mg 3-4 dd (Siswandono dan Soekarjo, 2000).

### 6.1. ESI Salbutamol Tipe Konvensional

Penelitian yang pernah ada sebelumnya adalah ESI Salbutamol tipe konvensional yang didasarkan pada membran plastik PVC dan penukar ion salbutamol-fosfotungstat, Salbutamol-fosfomolibdat dan campuran keduanya (Abdul-Ghani, 2000). Dari hasil penelitian tersebut didapatkan karakteristik ESI Salbutamol tipe konvensional dengan penukar ion salbutamol-fosfotungstat adalah sebagai berikut: a. Faktor Nernst 57,0 mV/dekade; b. Trayek pengukuran  $10^{-1} - 6,3 \cdot 10^{-6}$  M; c. Koefisien selektifitas terhadap ion  $\text{Na}^+$   $3,546 \cdot 10^{-3}$ , terhadap ion  $\text{K}^+$   $1,047 \cdot 10^{-3}$  dan terhadap ion  $\text{Mg}^{2+}$   $1,072 \cdot 10^{-4}$ .

## **BAB III**

### **TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN**

#### **3.1. Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mengoptimasi metode pembuatan dan komposisi membran yang diperlukan dalam pembuatan ESI Salbutamol tipe kawat terlapis.
2. Mengkarakterisasi ESI Salbutamol berbasis membran tipe kawat terlapis yang dihasilkan.

#### **3.2. Manfaat Penelitian**

Manfaat penelitian ini adalah :

Diharapkan hasil penelitian ini akan dapat memberikan data dan informasi ilmiah sebagai dasar dalam pembuatan ESI Salbutamol yang memiliki kinerja lebih baik, sehingga pada gilirannya akan memberikan kontribusi terhadap pengembangan metode analisis Salbutamol yang dapat digunakan baik dalam sediaan farmasi maupun dalam sampel-sampel biologis, sebagai salah satu metode alternatif dan mempunyai nilai jual.

## **BAB IV**

### **METODE PENELITIAN**

#### **4.1 Tempat Penelitian**

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Multi Purpose II Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.

#### **4.2. Alat dan Bahan Penelitian**

Alat :

- Potensiometer "Mettler Delta 340"
- Elektrode kalomel jenuh sebagai elektrode pambanding
- Neraca analitik
- Pengaduk magnet
- Corong Buchner
- Alat-alat gelas yang digunakan di laboratorium.

Bahan :

- Salbutamol sulfat *pharmaceutical grade*
- Asam fosfotungstat p.a. (Merck)
- Tetrahidrofur p.a. (Merck)
- Polivinilklorida/PVC BM tinggi p.a. (Merck)
- Dioktilftalat /DOP p.a. (Fluka)
- Aquabidestilata
- Pensil HB (Faber castel)
- Plastik polietilen
- Kabel koaksial tipe RG 58
- Konektor BNC
- Konektor RCA

### 4.3. Diagram Alir



### 4.4. Tahapan Penelitian :

#### 4.4.1. Pembuatan Bahan Elektroaktif Membran

Sebagai bahan elektroaktif membran digunakan salbutamol-fosfotungstat. Prosedur pembuatan bahan elektroaktif membran adalah sebagai berikut :

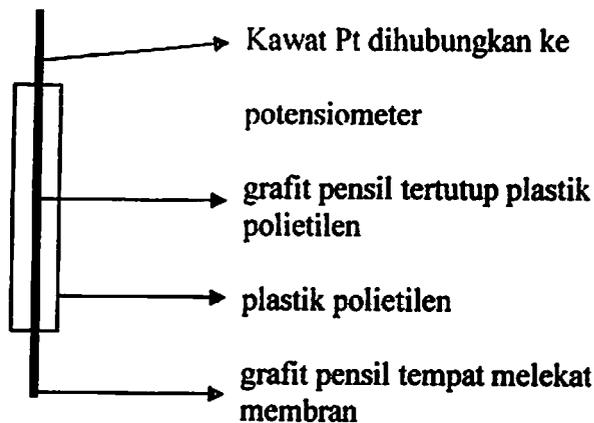
- Penyiapan larutan salbutamol sulfat  $10^{-2}$  M sebanyak 100 ml.
- Penyiapan larutan asam fosfotungstat  $10^{-2}$  M sebanyak 100 ml.
- Larutan salbutamol ditambahkan sedikit demi sedikit kedalam larutan asam fosfotungstat sambil diaduk konstan. Endapan yang didapatkan dipisahkan dengan corong Buchner, selanjutnya dicuci dengan aquabidestilata kemudian dikeringkan pada suhu kamar

#### 4.4.2. Pembuatan Badan Elektrode

Badan elektrode dibuat dari pensil dengan panjang 14 cm dan grafit pensil didalamnya dimanfaatkan sebagai konduktor. Prosedur pembuatannya adalah sebagai berikut :

- Kayu pensil dipotong  $\pm$  14 cm.
- Pensil dihilangkan kayunya.

- c. Grafit pensil dibungkus dengan plastik polietilen dengan menyisakan 1,5 cm pada masing-masing ujungnya. Bagian atas grafit dipasang konektor RCA dan kabel koaksial RG 58 yang pada sisi lainnya dipasang konektor BNC agar dapat terhubung ke potensiometer. Sedangkan bagian bawah dibersihkan untuk melekatkan membran ESI.



Gb. 4.1. Badan ESI Salbutamol

#### 4.4.3. Optimasi Komposisi Bahan Penyusun Membran

Membran dibuat dari campuran PVC, DOP, dan penukar ion yang dilarutkan dalam pelarut tetrahidrofuran dengan komposisi tertentu, diaduk dengan magnetic stirrer selama waktu tertentu. Mengacu pada penelitian ESI tipe kawat berlapis sebelumnya, yaitu Abdul-Ghani (2000), Atikah (1994) dan Zayed (2003), maka perbandingan komposisi bahan pembentuk membran adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1 Komposisi bahan pembentuk membran

Komposisi membran	% massa		
	PVC	DOP	Elektroaktif
A	45	45	10
B	47,5	47,5	5
C	35	58	7

Dalam tahap optimasi perbedaan komposisi tersebut diukur faktor Nernst untuk kemudian dipilih salah satu komposisi yang faktor Nernstnya paling baik, yaitu mendekati 59,2 mV/ dekade.

Tabel 3.2 Data hasil pengamatan potensial

Komposisi	Potensial (mV)						Faktor Nernst
	$10^{-1}M$	$10^{-2}M$	$10^{-3}M$	$10^{-4}M$	$10^{-5}M$	$10^{-6}M$	
A							
B							
C							

Dibuat replikasi sebanyak 4 elektrode untuk dikarakterisasi.

#### 4.4.4. Pembuatan Elektrode

- Ditimbang bahan pembentuk membran sebanyak 350 mg (masing-masing zat ditimbang sesuai perbandingan yang diinginkan). Dilarutkan dalam 5 ml THF sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit. Kemudian uapkan menjadi  $\pm$  setengahnya.
- Ujung bagian bawah grafit yang telah dibersihkan dicelupkan ke dalam larutan membran 5 kali sehingga diperoleh lapisan tipis yang merata.
- Kemudian dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam.
- Elektrode yang sudah jadi diprekondisikan dengan merendamnya dalam larutan salbutamol sulfat  $10^{-3} M$  selama 12 jam
- ESI yang telah diprekondisi disimpan ditempat kering dan setiap akan digunakan harus direndam dahulu dalam larutan salbutamol sulfat  $10^{-3} M$  selama 45 menit.

#### 4.4.5. Karakterisasi ESI

Karakterisasi dilakukan untuk memperoleh ESI yang memiliki kualitas kinerja yang baik. Prosedur kerja secara umum adalah dibuat larutan salbutamol sulfat dengan konsentrasi antara  $10^{-1}$ - $10^{-6} M$ , dituang sebanyak yang diperlukan untuk pengukuran. Celupkan elektrode kalomel jenuh sebagai elektrode pembanding dan ESI salbutamol ke dalam larutan, kemudian ukur potensial dan suhunya. Pengamatan dilakukan pada saat alat menunjukkan potensial yang konstan.

Parameter karakterisasi ESI yang ditentukan adalah :

a. Faktor Nernst dan Trayek Pengukuran

Harga faktor Nernst diperoleh dengan membuat grafik antara  $E$  (mV) dan  $-\log a$  ion salbutamol dari hasil pengukuran sesuai prosedur di atas. Grafik yang diperoleh berupa garis lurus pada selang waktu tertentu dengan kemiringan sebesar  $-2,303 RT/nF$  yang merupakan harga faktor Nernst. Ekstrapolasi dengan sumbu  $E$  (mV) merupakan harga  $E^0$ . Sedang grafik yang berupa garis lurus menunjukkan trayek pengukuran dari ESI.

b. Limit Deteksi (*Detection Limit*)

Limit deteksi menyatakan sensitifitas elektrode, yang diperoleh dengan membuat garis singgung pada fungsi garis lurus dan garis melengkung kurva antara  $E$  (mV) terhadap  $-\log a$  yang keduanya saling memotong. Kemudian jika titik potong kedua garis singgung tadi diekstrapolasikan ke absis, akan diperoleh konsentrasi limit deteksi dari ESI.

c. Waktu Respon (*Respon Time*)

Untuk menentukan waktu respon diukur potensial sesuai prosedur di atas setiap selang waktu 30 detik selama 5 menit sampai diperoleh harga yang tetap. Makin cepat waktu yang diperlukan untuk mencapai harga potensial yang tetap menunjukkan kualitas ESI yang semakin baik.

d. Usia Pemakaian (*Life Time*)

Untuk mengetahui berapa lama suatu ESI masih dapat digunakan untuk pengukuran yang ditunjukkan dengan seberapa jauh harga faktor Nernstnya terhadap waktu menyimpang dari harga faktor Nernst teoretis (59,2 mV/dekade), dilakukan pengukuran potensial sederatan larutan salbutamol sulfat dengan konsentrasi yang bervariasi seperti yang diterangkan di atas pada selang waktu

tertentu. Makin jauh penyimpangan dari 59,2 mV/dekade, maka elektrode tersebut sudah tidak bisa digunakan lagi.

e. Koefisien Selektifitas

Koefisien selektifitas ditentukan dengan mengukur potensial larutan yang mengandung ion utama dengan konsentrasi tetap dan ion pengganggu yang konsentrasinya bervariasi. Digunakan larutan yang mengandung ion salbutamol  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$  dan  $10^{-1}$  M, yang masing-masing konsentrasi akan ditambahkan larutan yang mengandung ion pengganggu  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  dengan konsentrasi yang bervariasi pula yaitu  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$  dan  $10^{-1}$  M. Pengamatan potensial dilakukan terhadap ion utama terlebih dahulu, kemudian pada campuran ion utama dan ion pengganggu. Harga koefisien selektifitas dapat ditentukan dengan persamaan (2.7).

## BAB V

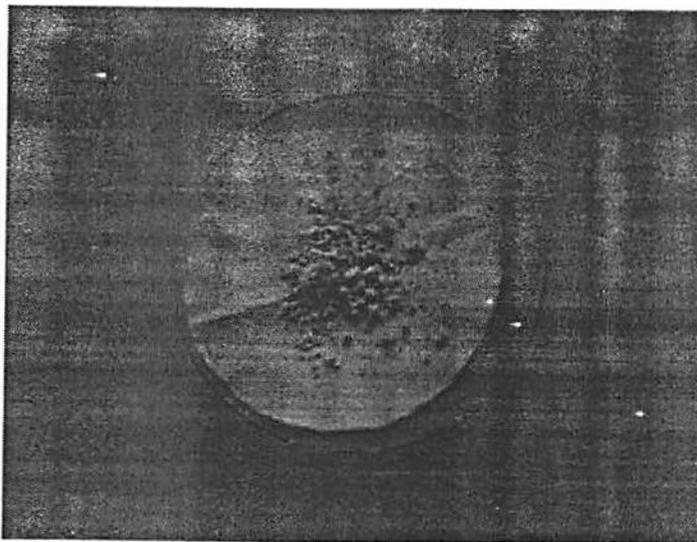
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 5.1. Pembuatan Elektroda Selektif Ion

Langkah-langkah pembuatan ESI meliputi pembuatan bahan elektroaktif membran, pembuatan badan elektroda dan konstruksi ESI salbutamol tipe kawat terlapis dilakukan sesuai dengan prosedur yang tercantum pada metode penelitian. Hasil selengkapnya dapat dilihat dalam uraian berikut ini.

##### 1.1. Pembuatan Bahan Elektroaktif Membran

Bahan elektroaktif membran dibuat dengan mencampurkan sedikit demi sedikit larutan asam fosfotungstat  $10^{-2}$  M 100 mL ke dalam larutan salbutamol sulfat  $10^{-2}$  M sebanyak 100 mL sambil diaduk konstan dengan magnetic stirer hingga terbentuk endapan salbutamol fosfotungstat yang berwarna orange, seperti gambar berikut ini.



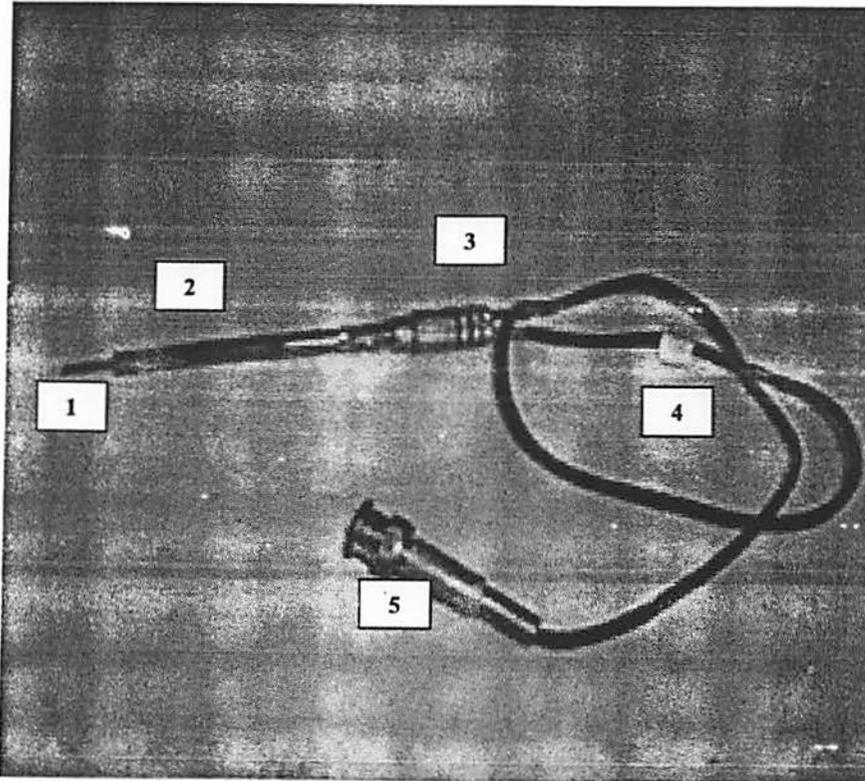
Gb. 5.1 Bahan Elektroaktif Membran Salbutamol Fosfotungstat

## 1.2 Pembuatan Badan Elektroda

Badan elektroda terdiri dari grafit pensil jenis HB, kabel poliethylen (kabel microphone), kabel koaksial RG 58, konektor BNC dan RCA. Grafit pensil kemudian dibungkus dengan kabel polietilen, dengan menyisakan jarak 1,5 cm pada masing-masing ujungnya untuk pelapisan membran dan menghubungkan ke alat potensiometer. Kabel polietilen berfungsi melindungi grafit dari gangguan mekanik dan mencegah ikut tercelupnya grafit yang tidak terlapisi membran ke dalam larutan analit yang dapat menyebabkan kesalahan pembacaan potensial pada potensiometer. Selain polietilen dapat juga digunakan bahan inert lain misalnya teflon. Kedua konektor, BNC dan RCA, berfungsi sebagai penghubung ESI dengan alat potensiometer. Konektor RCA dipasang pada elektroda kemudian disambungkan dengan kabel koaksial tipe RG 58 dan ujung kabel dipasangkan konektor BNC agar dapat terhubung dengan potensiometer.

Pensil yang digunakan adalah jenis HB karena pensil jenis ini memiliki kekerasan dan kekuatan yang lebih baik dibanding pensil jenis lainnya. Hal ini berdasarkan hasil pengukuran dimana pensil HB memiliki hambatan terbesar dibandingkan dengan jenis pensil yang lain

Adapun rangkaiannya seperti pada gambar 5.2.



Keterangan :

- |                                     |                         |
|-------------------------------------|-------------------------|
| 1 = grafit pensil terlapis membrane |                         |
| 2 = penutup polietilen              | 4 = kabel koaksial RG58 |
| 3 = konektor RCA                    | 5 = konektor BNC        |

Gb. 5.2 Pembuatan Badan Elektroda.

## 5.2. Optimasi Komposisi Bahan Penyusun ESI Salbutamol Tipe Kawat Terlapis

Badan elektroda yang telah jadi, kabel koaksial RG-58, konektor BNC dan konektor RCA kemudian disusun menjadi ESI Salbutamol yang selanjutnya dilapisi membran PVC: DOP: penukar ion dengan berbagai komposisi untuk memperoleh komposisi penyusun membran yang optimal, yaitu komposisi yang dapat memberikan harga Faktor Nernst yang paling baik. Kualitas membran dipengaruhi oleh kelarutan membran dalam matriks dan konduktivitas membran. Kemudian ketiga bahan penyusun membran dilarutkan dalam THF 10 ml dan diuapkan setengahnya hingga cukup kental, selanjutnya dilapiskan pada grafit pensil sebanyak 5 kali untuk

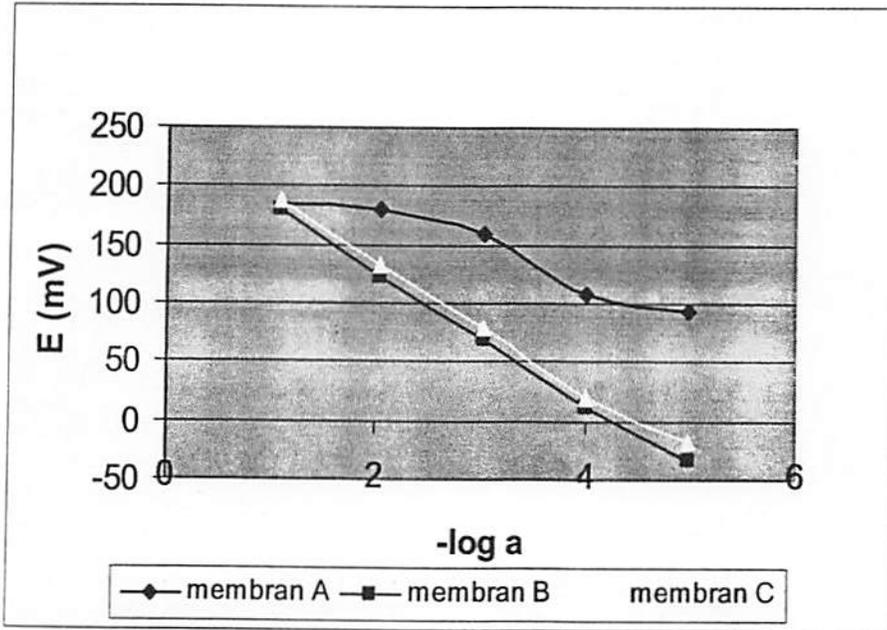
menghindari perbedaan ketebalan membran, karena ketebalan membran berpengaruh terhadap faktor Nernst. Semakin tebal membran, kerapatan ion dalam membran semakin besar, pori-pori semakin kecil sehingga daya difusi ion juga semakin kecil (Fardiyah, 2003). ESI selanjutnya dikeringkan dengan cara dibiarkan sehari semalam kemudian direndam dalam larutan salbutamol sulfat  $10^{-3}$  M selama 12 jam agar ion salbutamol menetap pada komponen membran. ESI yang telah siap digunakan disimpan dan diprekondisikan dengan merendamnya dalam larutan yang sama selama 45 menit setiap kali akan digunakan.

Hasil optimasi komposisi membran ini dapat dilihat pada tabel 5.1.

Tabel 5.1 Faktor Nernst untuk masing-masing komposisi membran

Membran	Komposisi (%)			Faktor Nernst (mV/dekade)
	PVC	DOP	Penukar ion	
A	45	45	10	26,13
B	47,5	47,5	5	54,97
C	35	58	7	53,84

Melihat hasil yang tercantum dalam tabel 5.1. dapat disimpulkan bahwa komposisi membran B dan C memberikan hasil yang relatif hampir sama. Namun dipilih komposisi membran B sebagai komposisi yang optimal, dengan bahan penyusun membran terdiri dari PVC 47,5% : DOP 47,5% : penukar ion 5% karena paling mendekati nilai ideal dan komposisi ini sama dengan penelitian sebelumnya. Komposisi membran yang optimal ini selanjutnya digunakan dalam pembuatan membran ESI untuk tahap-tahap selanjutnya.



Gb 5.3. Kurva E (mV) terhadap  $-\log a$  Optimasi Komposisi Membran.

### 5.3. Karakterisasi ESI Salbutamol Tipe Kawat Terlapis

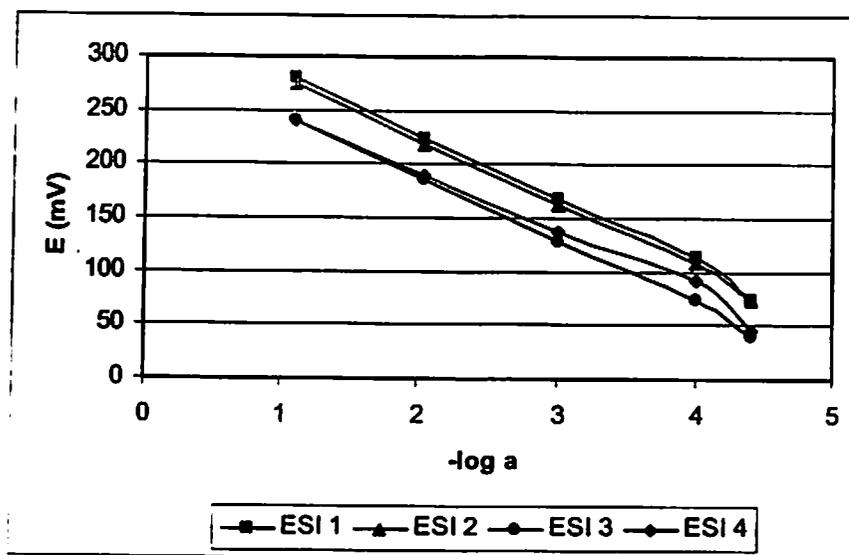
Karakterisasi ESI Salbutamol dilakukan dengan pengukuran larutan baku salbutamol sulfat dengan rentang konsentrasi  $10^{-1}$ - $10^{-6}$  M, sesuai dengan prosedur masing-masing parameter karakterisasi ESI. Hasil karakterisasi ESI salbutamol dijelaskan secara lengkap dalam uraian berikut ini.

#### 5.3.1 Faktor Nernst dan Trayek Pengukuran

Penentuan faktor Nernst dan trayek pengukuran dilakukan dengan mengukur harga potensial larutan baku salbutamol sulfat dengan menggunakan elektrode berlapis membran 0,07 mm, dan membuat grafik antara E (mV) dan  $-\log a$  ion salbutamol. Faktor Nernst secara teoritis memiliki harga  $2,303 RT/zF$ . Hasil percobaan tercantum dalam tabel berikut.

Tabel 5.2 Faktor Nernst ESI salbutamol Tipe Kawat Terlapis

[SI <sup>+</sup> ] (M)	- log a [SI <sup>+</sup> ]	E (mV)			
		ESI 1	ESI 2	ESI 3	ESI 4
10 <sup>-1</sup>	1,0936	280	275	240	241
10 <sup>-2</sup>	2,0362	225	219	186	190
10 <sup>-3</sup>	3,0114	168	163	129	138
10 <sup>-4</sup>	4,0036	113	109	75	93
4.10 <sup>-5</sup>	4,4002	74	74	39	46
10 <sup>-5</sup>	5,0011	62	68	35	61
2.10 <sup>-6</sup>	5,6995	56	42	35	61
10 <sup>-6</sup>	6,0004	44	84	34	62
Faktor Nernst		60,54	59,28	59,36	56,12
Faktor Nernst rata-rata		58,68			
Simpangan baku		1,672			
% Simpangan baku relatif		2,85 %			
Trayek pengukuran		10 <sup>-1</sup> – 4.10 <sup>-5</sup>			
R		0,9978	0,9987	0,9984	0,9928



Gb. 5.4. Kurva E (mV) terhadap - log a ESI salbutamol

Data tersebut di atas menunjukkan bahwa harga faktor Nernst rata-rata yang diperoleh adalah sebesar 58,68 mV/dekade, lebih kecil dari harga teoritis yaitu 59,2 mV/dekade.

Hal ini dipengaruhi oleh ketebalan membran yang menentukan ukuran pori dan daya

difusi ion. Membran yang tipis akan memberikan kemiringan lereng yang lebih Nernstian daripada membran yang tebal. Dalam penelitian ini belum dapat ditentukan seberapa jauh pengaruh ketebalan membran terhadap kinerja ESI salbutamol.

Trayek pengukuran ditentukan dari garis lurus yang diperoleh pada grafik E (mV) dan  $-\log a$  ion salbutamol pada rentang konsentrasi tertentu. Gambar berikut menunjukkan bahwa rentang linier berada pada konsentrasi  $10^{-1}$ -  $4 \cdot 10^{-5}$  M, konsentrasi  $10^{-6}$  kurva mulai tidak linier yang disebabkan karena pada konsentrasi rendah terjadi ketidakstabilan larutan akibat penurunan aktivitas ionik. Pada konsentrasi rendah koefisien aktifitas ion semakin besar tetapi kekuatan ionnya berkurang sehingga larutan tidak stabil dan ditunjukkan dengan ketidaklinieran kurva. Seperti diketahui pada larutan dengan konsentrasi rendah, respon potensial tidak lagi menunjukkan konsentrasinya melainkan aktivitas ion, sedangkan aktivitas ion berbanding terbalik dengan koefisien aktivitas.

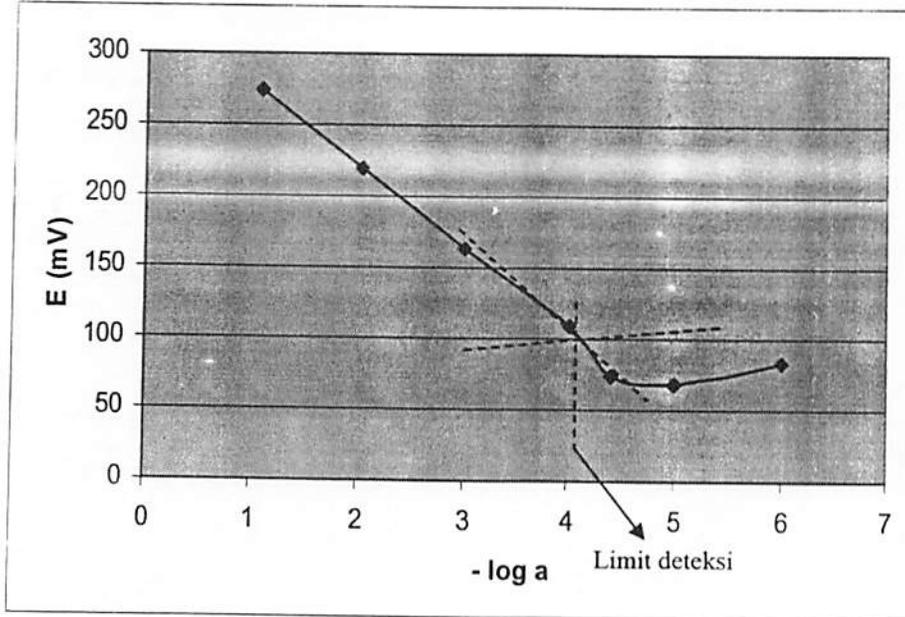
Koefisien aktifitas selalu lebih kecil dari satu dan menjadi lebih rendah ketika kekuatan ion meningkat, sehingga perbedaan antara aktifitas ion yang terukur dan konsentrasi ion yang sebenarnya menjadi lebih besar pada larutan konsentrasi pekat. Hal ini dapat menimbulkan problem ketika melakukan plot ke kurva, yaitu tidak dapat digunakan data konsentrasi karena dapat menyebabkan kurva tidak linier. Untuk mengatasi hal ini dapat digunakan ISAB (*Ionic Strength Adjustment Buffer*) untuk menstabilkan kekuatan ion sehingga aktivitas ion berbanding langsung dengan konsentrasi. ISAB adalah garam yang mempunyai kekuatan ion besar, misalnya  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaNO}_3$  dan biasanya digunakan konsentrasi 0,1 M. Tetapi, dalam hal ini peneliti tidak menemukan ISAB yang sesuai untuk digunakan dalam analisis

salbutamol sehingga digunakan cara yang lain untuk mengatasi masalah ini. Cara lain yang dilakukan adalah dengan menggunakan perhitungan, sehingga didapatkan data aktivitas sebenarnya dari konsentrasi yang diukur. Dari hasil perhitungan tersebut diperoleh kurva dengan absis bukan  $-\log C$  melainkan  $-\log a$ . Perhitungan dapat dilihat pada lampiran 1.

### 5.3.2. Limit Deteksi

Limit deteksi menunjukkan sensitivitas elektrode yang diperoleh dengan membuat garis singgung pada fungsi garis lurus dan garis melengkung kurva  $E$  (mv) terhadap  $\log a$ . Kedua garis ini saling memotong pada satu titik, jika titik potong kedua garis singgung tersebut diekstrapolasikan ke absis akan diperoleh konsentrasi limit deteksi.

Hasil penentuan limit deteksi terlihat pada gambar 5.5.



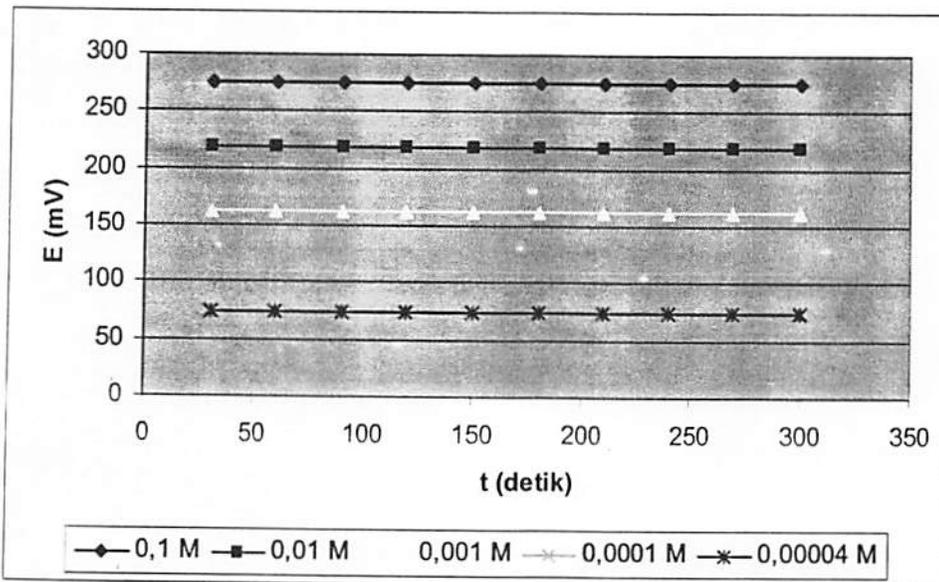
Gb. 5.5. Konsentrasi Limit Deteksi ESI Salbutamol

Hasil ekstrapolasi diperoleh konsentrasi limit deteksi sebesar  $4 \cdot 10^{-5}$  M.

### 5.3.3. Waktu Respon

Penentuan waktu respon dilakukan pada konsentrasi analit  $10^{-1}$  -  $4.10^{-5}$  M, yaitu pada saat potensial yang terukur sudah konstan. Untuk menentukan waktu respon diukur potensial larutan analit setiap selang waktu 30 detik selama 5 menit sampai diperoleh harga yang tetap. Makin cepat waktu yang diperlukan untuk mencapai harga potensial yang tetap menunjukkan kualitas ESI yang semakin baik.

Hasil pengukuran waktu respon ESI dapat dilihat pada gambar 5.6. Sedangkan data penentuan waktu respon ESI salbutamol secara lengkap dapat dilihat pada lampiran.



Gb. 5.6. Kurva Waktu Respon ESI salbutamol Pada Konsentrasi  $10^{-1}$  -  $4.10^{-5}$  M

Waktu respon merupakan waktu dimana ESI memberikan respon potensial yang konstan mulai dari ESI dicelupkan kedalam larutan analit. Waktu respon bergantung pada konsentrasi analit. Semakin kecil konsentrasi analit maka semakin panjang pula waktu respon ESI. Hal ini disebabkan pada konsentrasi rendah ion-ion dalam larutan bergerak bebas, interaksi antar ion pun kecil sehingga membran membutuhkan waktu yang lebih lama untuk berinteraksi dengan ion dalam analit yang kadarnya kecil. Hal

yang sebaliknya terjadi pada larutan yang konsentrasinya lebih besar. Semakin besar konsentrasi analit maka semakin pendek pula waktu yang diperlukan untuk berinteraksi dengan ion dalam analit sehingga waktu responnya juga semakin pendek. Jika diasumsikan bahwa potensial yang terukur adalah berdasarkan mekanisme pertukaran ion, maka hal tersebut di atas disebabkan karena semakin banyak ion salbutamol dalam larutan akan semakin banyak pula ion salbutamol dalam membran yang bertukar sehingga keseimbangan lebih cepat tercapai dan diperlukan waktu untuk mendeteksi yang lebih singkat. Selain konsentrasi, waktu respon juga dipengaruhi oleh struktur elektroda (geometri, komposisi dan ketebalan membran) dan adanya pengganggu. Hasil percobaan waktu respon ESI Salbutamol pada konsentrasi  $10^{-1} - 4 \cdot 10^{-5}$  M ternyata memberikan waktu respon yang cukup singkat pada semua konsentrasi salbutamol yang diuji, yaitu kurang dari 50 detik..

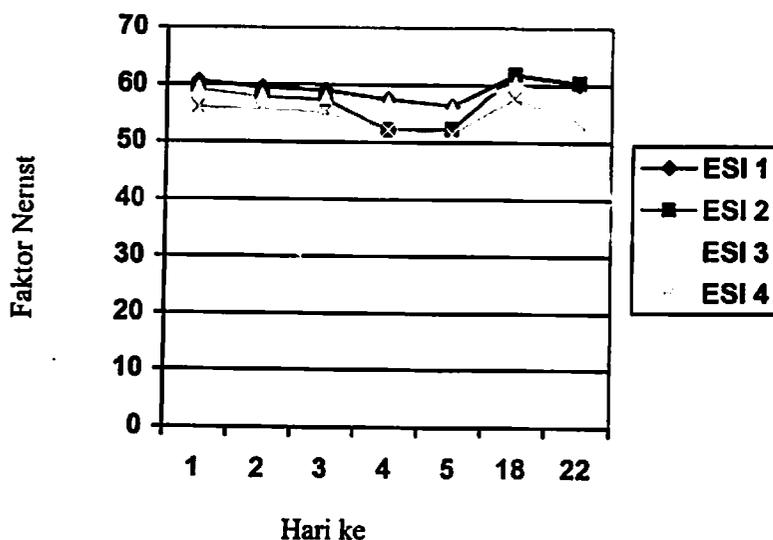
#### 5.3.4 Usia Pemakaian

Usia pemakaian ditentukan dengan melihat penyimpangan faktor Nernst dari nilai teoritis 59,2 mV/dekade, untuk mengetahui seberapa lama ESI dapat digunakan untuk mengukur ion Salbutamol. Tahap ini dilakukan dengan cara mengukur potensial larutan salbutamol sulfat dengan konsentrasi yang bervariasi seperti yang diterangkan di atas pada selang waktu tertentu. Makin jauh penyimpangan dari 59,2 mV/dekade, maka elektrode tersebut sudah tidak bisa digunakan lagi.

Usia pemakaian pada penelitian ini ditentukan dari harga Faktor Nernst hingga selang waktu 22 hari yang dapat dilihat pada tabel 5.3.

Tabel 5.3 Faktor Nernst ESI Salbutamol Selama 22 hari.

Hari ke-	Faktor Nernst (mV/dekade)				Faktor Nernst rata-rata (mV/dekade)
	ESI 1	ESI 2	ESI 3	ESI 4	
1	60,54	59,28	59,36	56,12	59,37
2	59,49	58,01	58,20	55,67	57,84
3	59,05	57,45	57,81	55,20	57,38
4	57,43	52,17	56,96	52,16	54,68
5	56,33	52,42	56,10	51,47	54,08
18	61,76	61,88	60,26	57,64	60,38
22	60,15	60,44	57,29	53,54	57,86



Gb.5.7. Faktor Nernst ESI salbutamol selama 22 hari

Stabilitas membran elektrode dipengaruhi oleh berbagai faktor, antara lain penambahan *plasticizer* (DOP) pada matriks polimer (PVC) sehingga menyebabkan membran yang terbentuk tidak larut air, bersifat fleksibel (lentur) dan kuat. Penambahan bahan pemlastis pada matriks polimer akan membentuk ikatan silang yang menyebabkan temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) menjadi turun. Dengan menurunnya

yang menyebabkan temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) menjadi turun. Dengan menurunnya  $T_g$  maka kelarutan fasa organik dalam air dapat ditahan sehingga kecil kemungkinan keluarnya bahan ionofor membran ke dalam larutan. Hal ini membuat membran menjadi lebih stabil.

Data pengukuran stabilitas ESI hingga hari ke 22 menunjukkan bahwa ESI salbutamol masih memberikan harga faktor Nernst yang memenuhi syarat. Waktu pengamatan yang hanya 22 hari disebabkan karena keterbatasan waktu untuk penelitian ini. Namun demikian dapat dikatakan bahwa ESI salbutamol yang dibuat cukup stabil dan memiliki usia pemakaian yang cukup baik.

### 5.3.5 Koefisien Selektifitas

Penentuan koefisien selektifitas pada penelitian ini menggunakan metode larutan tercampur. Dilakukan uji selektifitas ESI salbutamol pada konsentrasi salbutamol konstan  $10^{-3}$  M terhadap ion asing  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dengan konsentrasi  $10^{-1}$ - $10^{-4}$  M. Pada penelitian ini digunakan ion pengganggu  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Mg}^{2+}$  dengan pertimbangan ion-ion tersebut merupakan ion dari garam bahan tambahan pembuatan tablet, dan sebagian besar sediaan obat yang mengandung salbutamol berbentuk tablet. Evaluasi terhadap ion asing yang mengganggu pengukuran salbutamol adalah jika harga  $k$  (koefisien selektifitas) = 0 maka adanya ion asing tidak mengganggu ion utama, sedangkan jika  $0 < k \leq 1$ , maka ESI lebih selektif terhadap ion utama, dan jika  $k > 1$  maka ESI lebih selektif terhadap ion asing. Hasil selektifitas dapat dilihat pada tabel 5.4 berikut, sedangkan data lengkap pengamatan potensial masing-masing ion pengganggu tercantum pada lampiran.

Tabel 5.4 Koefisien Selektivitas ESI salbutamol terhadap  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ 

Konsentrasi Ion Pengganggu (M)	$k_{ij}$		
	$\text{Na}^+$	$\text{K}^+$	$\text{Mg}^{++}$
$10^{-1}$	0,0478	0,1318	$-3,2809 \cdot 10^{-4}$
$10^{-2}$	0,0436	0,1781	$-1,494 \cdot 10^{-3}$
$10^{-3}$	-0,1262	0,0431	$-1,1464 \cdot 10^{-2}$
$10^{-4}$	-0,9457	-1,6354	$-2,1384 \cdot 10^{-2}$
Rata-rata	-0,2163	-0,3206	$-8,6675 \cdot 10^{-3}$

$k_{ij}$  = koefisien selektifitas antara ion analit dan ion pengganggu

Dari hasil percobaan, ESI Salbutamol memiliki selektifitas yang baik terhadap ion salbutamol dibanding terhadap ketiga ion pengganggu karena memiliki harga  $k < 1$  pada berbagai konsentrasi ion pengganggu.

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 6.1. Kesimpulan

Yang dapat disimpulkan dalam penelitian ini adalah :

1. Elektrode Selektif Ion (ESI) salbutamol berbasis membran tipe kawat terlapis dapat dibuat dengan membran yang memiliki komposisi PVC : DOP : penukar ion 47,5% : 47,5% : 5%.
2. ESI salbutamol berbasis membran tipe kawat terlapis memenuhi kriteria karakterisasi ESI yaitu menghasilkan nilai faktor Nernst sebesar 58,68; trayek pengukuran  $10^{-1}$  -  $4 \cdot 10^{-5}$  M; limit deteksi  $4 \cdot 10^{-5}$  M, waktu respon kurang dari 50 detik, pemakaian selama 22 hari masih stabil.

#### 6.2. Saran

Berdasarkan hasil yang diperoleh maka masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut sebelum ESI salbutamol tersebut dapat digunakan dalam proses analisis antara lain faktor-faktor yang mempengaruhi kinerja ESI salbutamol seperti temperatur, pH, ketebalan membran, lama perendaman dll, pengaruh ion-ion yang lain, yang mungkin ada di dalam darah/plasma, dan juga validasi metode potensiometri untuk dapat diterapkan dalam analisis rutin.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Abdul-ghani, NT, MS Risk, Rasha MEIN, 2000, *Analyst*, 125, 1129-1133
- Atikan, 1994, **Pembuatan dan Karakterisasi ESI Nitrat Tipe Kawat Terlapis**, Tesis Magister Kimia ITB
- Aparna, SIL., Vijaykumar SI. and Ashwini KS, 2001, *Journal of Analytical Science*, 4-17
- Bailey, P.L., 1983, *Analysis with Ion Selective - Electrodes*, Heyden & Sons Ltd., London
- Buchari, 1990, **Analisis Instrumentasi Bagian I : Tinjauan Umum dan Analisis Elektrometri**, Jurusan Kimia ITB, Bandung
- Carmacle, GD, H. Freiser, 1977, *Analytical Chemistry*, 49, 1577
- Cosofret, Vasile V, 1982, **Membrane Electrodes in Drug Substance Analysis**, 1<sup>st</sup> edition, Ed. JDR Thomas, Pergamon Press, New York
- Diamond, Dermot, 1998, **Principles of Chemical and Biological Sensors**, John Wiley & Sons Inc., New York
- Evans, Alun, 1991, **Potensiometry and Ion Selective Electrode**, John Wiley & Sons Inc, New York
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995, **Farmakope Indonesia Edisi IV**, Jakarta
- James H, Carmack G, Freiser H, 1972, *Analytical Chemistry*, 44, 856-857
- Lonk, Paul MS, 2001, **Fundamentals of Electroanalytical Chemistry**, John Wiley & Sons, Chichester
- Loog, DA., Holler FJ, Nieman TA, 1998, **Principles of Instrumental Analysis**, 5<sup>th</sup> edition, Saunders College Publishing, Philadelphia
- Laylor, RF; Jerome S Schultz, 1996, **Handbook of Chemical and Biological Sensors**, Institute of Physics Publishing, Philadelphia

