

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Keberadaan timbal (Pb) di lingkungan semakin meningkat dengan meningkatnya aktivitas penambangan, peleburan baja, berbagai aplikasi di bidang perindustrian dan penggunaan pestisida. Semakin banyaknya timbal di lingkungan, kadar timbal dalam rantai makanan juga semakin meningkat dan dapat meracuni otak, darah, organ hati dan ginjal. Timbal juga dapat merusak sistem syaraf pusat dengan mekanisme mengikat gugus thiol (-SH) dan atau mengikat gugus karboksilat pada enzim sehingga membuat inaktivasi pada enzim. Akumulasi logam Pb pada darah seseorang $\geq 10 \mu\text{g/L}$, mempunyai resiko tinggi pada kerusakan sistem syaraf, penurunan kecerdasan, dan autisme. (Matta *dkk*, 1996). Autisme merupakan bentuk gangguan perkembangan anak yang salah satunya disebabkan oleh logam berat, diantaranya timbal. Kanada dan Jepang mengalami peningkatan mencapai 40 % sejak 1980. Kasus autis di California mencapai 9 (sembilan) kasus per hari pada tahun 2002. Beberapa rumah sakit di Jakarta mengalami peningkatan tajam hingga mencapai 400 % pada tahun 2002 dibandingkan dengan tahun sebelumnya. Perkembangan analisis logam Pb memungkinkan diagnosa terhadap seseorang yang terpapar Pb lebih cepat dan lebih akurat. (Heryando, 1994). Beberapa teknik pengukuran logam timbal telah banyak dikembangkan, diantaranya menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer serapan atom (AAS), *inductive coupled plasma-mass spectrophotometer* (ICP-MS), *inductive coupled plasma-atomic emission spectrophotometer* (ICP-AES). Metode analisis timbal secara voltametri juga dikembangkan oleh Hynek *dkk* (2011). Pada penelitian ini sampel yang digunakan massanya sangat kecil yaitu 5–20 mg. Selanjutnya, sampel tersebut didigesti dengan kombinasi senyawa HNO_3 (65%^{w/w}) + H_2O_2 (30%^{w/w}), kombinasi tersebut merupakan kombinasi yang menguntungkan untuk

menghasilkan respon elektrokimia. Dalam metode ini digunakan tiga macam elektroda yaitu elektroda tetes merkuri, elektroda pasta karbon dan elektroda *screen printed* yang terbuat dari *multi-walled nanotubes* (MWNT). Ketiga elektroda tersebut cukup sensitif untuk digunakan pada analisis sampel nyata.

Sistem flow injection juga dapat digunakan untuk menentukan kandungan timbal dalam sampel. Metode ini dikembangkan oleh Carrijo dkk (2005), tujuannya adalah untuk menentukan timbal pada tingkat konsentrasi mgL^{-1} . Sistem ini mengusulkan penggunaan *Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry* (HG-AAS). Penelitian ini menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ sebagai agen pengoksidasi, selanjutnya 100 μL sampel dan 100 μL dari 3,0 % (m/v) NaBH_4 diinjeksikan secara simultan ke dalam dua aliran yaitu asam tartaric 0,5 % (m/v) dan air de-ionisasi. Kecepatan sampling yang dicapai sekitar 150 penentuan per jam, dan penentuan ini membutuhkan 15 mL NaBH_4 dan limbah yang dihasilkan sebanyak 250 mL. batas deteksi dari sistem ini adalah 0,3 pg/L dan standar deviasi relatifnya 3,0 % untuk 10 pg/L yang diperoleh.

Talebi dan Safigholi (2006), mengembangkan metode *flame atomic absorption spectrometry* (FAAS) untuk menentukan kandungan timbal dalam jumlah *trace* pada sampel air. Pada awalnya timbal diekstraksi dahulu menggunakan metode ekstraksi fase padat yang telah dimodifikasi tujuannya untuk pre-konsentrasi timbal. Selanjutnya, timbal direaksikan dengan amonium pirrolidin ditio-carbamat (APDC) untuk membuatnya menjadi senyawa kompleks. Senyawa kompleks ini dikumpulkan pada sebuah kolom yang dikemas (diamobilkan) pada surfaktan yang dilapisi oleh alumina. Kemudian senyawa kompleks ini dikumpulkan pada kondisi optimumnya yaitu pada pH 3, kecepatan alir 2–8 mL/menit. Selanjutnya timbal dianalisis dan ditentukan menggunakan *flame atomic absorption spectrometry* (FAAS) yang konvensional. Teknik-teknik pengukuran tersebut dibutuhkan pereaksi serta peralatan yang relatif mahal, oleh karena itu diperlukan metode pemeriksaan logam timbal yang mudah, murah dengan tetap mempunyai nilai akurasi, presisi, dan linieritas yang tinggi yaitu potensiometri dengan elektroda selektif ion (ESI). (Evan, 1991).

Pembuatan elektroda selektif ion (ESI) diperlukan ionofor yang selektif, bersifat lipofil sehingga larut dalam membran dan memberikan reaksi yang reversibel dengan ion target. Penentuan timbal secara potensiometri menggunakan elektroda selektif ion terdapat dua jenis, diantaranya jenis tabung bermembran polimer dengan menggunakan larutan pembanding dalam (*inner solution*) yang telah banyak diteliti. Metode ini menggunakan berbagai variasi membran dan ionofor, diantaranya membran polimer selulosa dengan ionofor fosfat organik *2-ethylhexyl phosphoric acid* (D2EHPA) (Arous, 2011), membran PVC dengan ionofor *dimetylen bis (4-methylpiperidine dithiocarbamat)* (Isildak, 2000), membran PVC dengan masing-masing ionofor *8-crown-6 ether*, *dibenzo-18-crown-6-ether*, *4',4''(5'')-di-tert-butyl-dibenzo-18-crown-6-ether* (dbdb-18-6) (Huang *dkk.*, 2008). Pembuatan ESI-Pb²⁺ bermembran PVC tipe tabung dengan variasi *anionic site* telah dilakukan oleh Mousavi *dkk* (2000). Elektroda jenis tabung ini memiliki kekurangan, yaitu rawan terjadi kebocoran pada membrannya dan memerlukan larutan pembanding dalam yang relatif lebih sulit dalam pembuatannya. Ionofor ini juga telah digunakan untuk sensor ion Hg²⁺ secara voltametri (Harsini, 2006).

Elektroda jenis kedua adalah elektroda selektif ion jenis kawat perak terlapis. Elektroda jenis kedua ini yang dikerjakan dalam penelitian dikarenakan mempunyai kelebihan, pembuatannya mudah dan tidak memerlukan larutan pembanding dalam. Pada penelitian ini dibuat sensor Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis menggunakan ionofor senyawa *1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* yang merupakan ligan untuk penentuan logam timbal. Beberapa hal yang berpengaruh terhadap kinerja elektroda antara lain, komposisi membran dan pH larutan, pengaruh parameter pengukuran serta kinerja sensor dipelajari.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana komposisi membran elektroda terbaik dan pH optimum ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/*1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6* ?

2. Bagaimana karakteristik ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 yang meliputi Faktor *Nernst*, jangkauan pengukuran, batas deteksi, akurasi, dan presisi ?
3. Bagaimana selektivitas ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 terhadap ion Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Cu²⁺ dan ion Fe³⁺ sebagai ion pengganggu ?
4. Bagaimana akurasi ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 untuk mendeteksi Pb²⁺ dalam sampel serum darah ?

1.3 Tujuan penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Menentukan komposisi membran elektoda dan pH optimum terbaik ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6.
2. Menentukan karakteristik ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 yang meliputi Faktor *Nernst*, jangkauan pengukuran, batas deteksi, akurasi, dan presisi.
3. Mengukur selektivitas ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 terhadap ion Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Cu²⁺ ion Fe³⁺ sebagai ion pengganggu.
4. Menghitung akurasi ESI-Pb²⁺ jenis kawat perak terlapis membran PVC/1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 terhadap sampel serum darah.

1.3 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan diperoleh ESI-Pb²⁺ yang dapat digunakan sebagai alternatif pada penentuan kandungan Pb²⁺ di dalam sampel serum darah, sehingga dapat digunakan untuk penegakan diagnosa awal pada individu yang terpapar senyawa timbal.