

# Pengaruh Penambahan $\text{KH}_2\text{PO}_4$ Pada Pembuatan Elektroda Selektif Ion Fosfat sebagai Pengganti Metode Spektrofotometri Dalam Penentuan Fosfat

Hendri Iyabu, Suleman Duengo

Pendidikan Kimia Universitas Negeri Gorontalo

Korespondensi: Jalan Jenderal Sudirman 6 Kota Gorontalo, 96128.

**Abstrak:** Fosfat terdapat dalam air alam atau air limbah sebagai senyawa ortofosfat, polifosfat dan fosfat organik. Setiap senyawa tersebut terdapat dalam bentuk terlarut, tersuspensi atau terikat di dalam sel organisme dalam air. Dalam air limbah senyawa fosfat dapat berasal dari limbah penduduk, industri dan pertanian. Fosfat merupakan salah satu senyawa yang dibutuhkan oleh bakteri maupun tanaman, bila kadar fosfat sangat rendah (dibawah 0,01 ppm), maka pertumbuhan tanaman akan terganggu, bila kadar fosfat serta nutrient lainnya tinggi, maka pertumbuhan tanaman dan ganggang sulit dikendalikan, adapun nilai ambang batas (NAB) yang diizinkan adalah 0,2 ppm (PP. No 82 tahun 2001).

Pengendalian dan pengawasan fosfat menjadi sangat penting, mengingat pentingnya fosfat bagi tanaman. Penentuan fosfat biasanya dilakukan dengan metode spektrofotometri dengan menggunakan asam aksorbat,  $\text{SnCl}_2$ , atau dengan vanadomolibdat. (Greenberg, 1992). Namun metode tersebut memerlukan tahapan analisis yang kompleks, bahan pereaksi yang banyak dan mahal serta tidak dapat digunakan untuk analisa lapangan (*in situ*). Kendala ini dapat diatasi dengan metode potensiometri menggunakan elektroda selektif ion (ESI) karena tahapan analisisnya sederhana, cepat dan relatif murah serta dapat digunakan untuk analisa lapangan (Covington, 2006).

Dalam penelitian ini dilakukan optimasi penambahan larutan dopan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ : 5, 10 dan 15 mL dengan tujuan untuk mendapatkan faktor Nernst 50-60 mV/dek. Karakteristik sifat dasar ESI yang dipelajari meliputi: faktor Nernst, rentang konsentrasi pengukuran, batas deteksi, waktu respon, usia pemakaian. Elektroda tipe kawat terlapis yang dihasilkan memiliki karakteristik faktor Nernst sebesar 59,05 mV/dekade, kisaran konsentrasi pengukurannya  $10^{-3}$ - $10^{-1}$  dan batas deteksi 73.92 ppm

**Kata kunci:** Elektrode selektif ion, dopan,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , Fosfat

**Abstract:** Phosphate present in natural water or wastewater as orthophosphate compounds, polyphosphate and organic phosphate. Each compound is present in the form of dissolved, suspended or bound in the cells of organisms in the water. Phosphate compounds in waste water may come from sewage population, industry and agriculture. Phosphate is one of the compounds needed by bacteria or plants, if phosphate levels are very low (below 0.01 ppm), then the plant growth will be affected, if the levels of phosphate and other nutrients is high, then the growth of plants and algae is difficult to control, while the threshold value limit (NAB) are allowed is 0.2 ppm (PP. No. 82 of 2001).

Control and monitoring of phosphate to be very important, given the importance of phosphate for plants. Determination of phosphate is usually done by spectrophotometric method using ascorbic acid,  $\text{SnCl}_2$ , or by vanadomolibdat. (Greenberg, 1992). However, these methods require complex analysis stage, a lot of reagents and expensive and can not be used for analysis of the field (*in situ*). This obstacle can be overcome by the potentiometric method using ion selective electrode (ISE) for the stages of analysis is simple, rapid and relatively inexpensive and can be used for field analysis (Covington, 2006).

In this research, additional optimization of dopant solution  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ : 5, 10 and 15 mL in order to get the Nernst factor of 50-60 mV / decade. The basic characteristics of the ISE studied included: Nernst factor, the range of concentration, detection limits, respon time, and life time. The produced ISE has basic characteristic of Nernst factor of 59,05 mV / decade, wide linear working range concentration  $1 \times 10^{-3}$  –  $1 \times 10^{-1}$  M, the detection limit of 73.92 ppm

**Keywords:** ion selective electrodes, dopants,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , Phosphate

Seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, sistem pengukuran dan instrumentasi memiliki peran penting dalam kehidupan manusia. Salah satu elemen penting dari sistem tersebut adalah sensor dan transduser.

Elektroda selektif ion (ESI) merupakan salah satu contoh dari sensor yang berfungsi untuk mendeteksi ion-ion tertentu dalam suatu larutan. Penggunaan ESI untuk analisis mencakup berbagai bidang dari analisis ion-ion anorganik yang sederhana bermolekul kecil, asam amino sampai pada molekul organik yang kompleks, selain itu ESI juga digunakan dalam bidang kimia analisis, pengukuran biomedis, mengontrol polusi, geologi, oseanografi, pertambangan serta kontrol industri dan lingkungan (Bailey, 1976).

Salah satu tujuan dari pembuatan ESI-fosfat diharapkan dapat membantu masyarakat dalam mendeteksi kehadiran fosfat diperairan, karena mengingat Bila kadar fosfat sangat rendah lebih kecil dari 0.001mg/l, pertumbuhan tanaman dan ganggang akan terhalang ini disebut oligotrop, dan bila Fosfat tinggi, pertumbuhannya tidak terbatas, sehingga dapat menghabiskan Oksigen. Fosfat merupakan salah satu parameter untuk mendeteksi pencemaran air. ESI fosfat juga diharapkan dapat membantu petani dalam mendeteksi peredaran pupuk palsu, mengingat tingginya permintaan pupuk yang berbanding lurus dengan banyaknya peredaran pupuk palsu, misalnya di Provinsi Jawa Timur, Jawa Tengah, Sumatera Utara, Banten, Jawa Barat, Nusa Tenggara. Hasil penelitian Dr Diah Setyorini, periset Balai Penelitian Tanah pada tahun 2008 dalam majalah trubus mengatakan *”kadar pupuk yang tidak sesuai dengan label di kemasan mencapai 42%. Unsur yang dipalsukan berupa nitrogen hingga 55%, fosfor 51%, dan kalium 63%. Hal ini menyebabkan produksi tanaman melorot walau petani telah memberikan pupuk sesuai dosis anjuran”*,

## **Metode**

### **Persiapan kitosan**

Padatan kitosan sebanyak 0,4 g ditambah dengan 20 mL asam asetat 3%, ditambahkan 5 tetes  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  0,1M, diaduk selama 24 jam dengan pengaduk magnet

### **Pembuatan membran elektroda.**

Kitosan cair yang telah dihasilkan, kemudian ditambahkan dengan DOP dan PVC dengan perbandingan 7:3:1 setelah ditimbang campuran membran dimasukan ke dalam gelas kimia kemudian ditambahkan THF dengan perbandingan 1:3  $\text{b/v}$ . campuran yang sudah ada kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 2-3 jam sampai diperoleh larutan homogen dengan kekentalan tertentu yang ditandai dengan tidak adanya gelembung udara.

### **Pembuatan elektroda**

Pengkostruksian ESI fosfat dilakukan dengan cara menghubungkan salah satu kabel dan kawat platina dengan diameter 0,5 mm dan panjang 5 cm yang dibiarkan terbuka pada bagian bawah (akan dilapisi membran). Rangkaian ini kemudian dimasukkan ke dalam badan elektroda. Sedangkan ujung lain dari kabel dihubungkan dengan konektor ESI sebagai penghubung ke multi meter digital

Larutan membran yang telah dibuat, dilapiskan pada bagian ujung kawat platina hingga ketebalan  $\pm 0,1 - 0,2$  mm. Selanjutnya membran dikeringkan di udara terbuka yang dilanjutkan dengan pemanasan dalam oven.

### **Pembuatan elektroda pembanding Ag/AgCl**

Elektroda pembanding Ag/AgCl dibuat dengan cara menimbang agar-agar sebanya 0,4 g, ditambahkan ke dalam 5 mL larutan KCl jenuh dan dipanaskan hingga mendidih. Kemudian larutan tersebut dimasukan ke dalam tabung kaca dengan diameter  $\pm 1$ mm dan panjang 2 cm (bagian bawahnya dilubangi) hingga 0,5 cm, lalu didinginkan hingga padat. Kemudian ditambahkan

1 tetes  $\text{AgNO}_3$  dan larutan  $\text{KCl}$  1M hingga  $\frac{3}{4}$  tabung.

Kawat Ag sepanjang 4 cm diampelas dan dicuci dengan akuades, kemudian dimasukkan ke dalam tabung kaca di atas. Selanjutnya tabung kaca ditutup rapat dengan karet penutup dan di hubungkan dengan kabel.

### Faktor Nernst, kisaran konsentrasi linear, dan batas deteksi.

Cara penentuan faktor Nernst adalah dengan menyiapkan sederet variasi konsentrasi larutan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$   $10^{-8}$ ,  $10^{-7}$ ,  $10^{-6}$ ,  $10^{-5}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ , dan  $10^{-1}$  M, dengan mengencerkan larutan induk  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  1M, selanjutnya diukur harga potensialnya dengan multi meter digital.

### Waktu respon

Penentuan waktu respon ESI dilakukan dengan pengukuran potensial terhadap sederetan variasi konsentrasi larutan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  antara  $10^{-8}$ ,  $10^{-7}$ ,  $10^{-6}$ ,  $10^{-5}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ , dan  $10^{-1}$  M, dengan setiap konsentrasi diukur potensialnya selang 10 detik selama 3 menit sehingga diperoleh potensial tetap mencapai 90% dari nilai akhir perubahan dari konsentrasi rendah ke konsentrasi tinggi

### Usia pemakaian

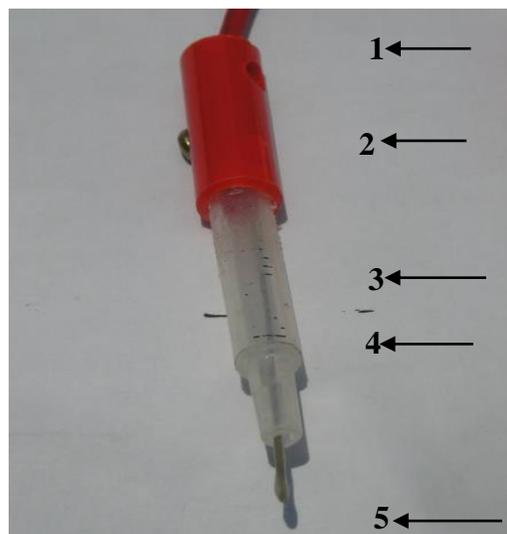
Penentuan usia pemakaian ESI dilakukan dengan pengukuran potensial sederetan variasi konsentrasi larutan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$   $10^{-8}$ ,  $10^{-7}$ ,  $10^{-6}$ ,  $10^{-5}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ , dan  $10^{-1}$  M selama 7 hari berturut-turut dan selanjutnya dilakukan pengukuran tiap selang waktu 1 minggu hingga faktor Nernst yang diperoleh mulai menyimpang dari harga faktor Nernst teoritis.

### Uji Validasi

Uji validasi dilakukan dengan cara membandingkan hasil pengukuran dengan menggunakan potensiometri dan spektrofotometri pada sampel buatan dan alami.

### Hasil Dan Pembahasan

ESI fosfat dibuat sesuai dengan melapisi kawat Pt dengan kitosan yang mengandung  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ . Adapun ESI fosfat hasil rancangan dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini:



**Gambar 1.** ESI fosfat

Keterangan: 1). Kabel, 2). banana jack, 3). Kawat Pt, 4). badan elektroda, 5). Membran ESI fosfat.

ESI fosfat yang dibuat dapat memberikan perubahan harga potensial untuk setiap perubahan konsentrasi fosfat yang diukur, namun konsentrasi fosfat yang memenuhi bilangan Nernst hanya berkisar pada rentang konsentrasi  $10^{-3}$  -  $10^{-1}$  M, dengan bilangan Nernst  $59,05 \pm 2,49$  mV/dekade.

### Komposisi Membran

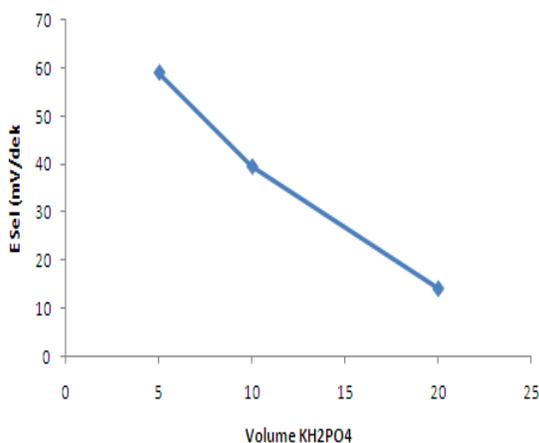
Komposisi membran merupakan salah satu faktor yang menentukan karakteristik optimum sensor ESI, dalam penelitian ini membran dibuat dengan komposisi (% b/b) 1 : 4 : 5 yang terdiri dari bahan aktif kitosan, bahan pendukung PVC dan DOP sebagai pendukung, dan memberikan harga bilangan Nernst sebesar 59 mV/dekade, hal ini disebabkan karena jumlah kitosan yang digunakan sedikit, sehingga tidak terbentuk misel pada antar molekul kitosan dan pertukaran/mobilitas  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  tidak terhambat. Penggunaan kitosan yang sedikit

dapat menghindari terjadinya *swelling* pada kitosan, karena ketika membran mengalami *swelling* maka mobilitas rantai polimer bertambah sehingga memudahkan penetrasi pelarut. Ion-ion  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  yang terikat dalam fasa membran akan berdifusi meninggalkan membran dan memberi peluang bagi molekul-molekul air atau ion-ion lain untuk mengisi volume bebas polimer. Hal ini akan mempengaruhi respon potensial sensor ESI fosfat yang ditunjukkan oleh harga bilangan Nernst.

Secara teoritis, harga ini memenuhi harga bilangan Nernst untuk anion monovalen dalam pengukuran yaitu sebesar 50 - 60 mV/dekade untuk ion monovalen (Wroblewski, 2005), namun rentang pengukuran yang dihasilkan masih kecil, hal ini mungkin disebabkan karena komposisi kitosan yang digunakan sedikit, sehingga kapasitas tukar anion (KTA) juga kecil.

### Optimasi Penambahan Larutan Dopan

Penambahan dopan pada membran merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi terhadap kualitas elektroda yang dihasilkan. Untuk menghasilkan elektroda yang selektif, sehingga membran dapat merespon ion fosfat dalam larutan analit. Terikatnya dopan  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  ke dalam kitosan sebagai polimer aktif bisa terikat pada gugus amina atau gugus asetilamida. Pengaruh penambahan dopan terhadap harga bilangan Nernst disajikan dalam Gambar 2.



**Gambar 2** Pengaruh penambahan dopan terhadap harga bilangan Nernst

Untuk penambahan 5 tetes dopan, memberikan harga bilangan Nernst yang mendekati bilangan Nernst ideal untuk ion monovalen yakni sebesar 59,2 mV/dekade, hal ini menjelaskan bahwa ion fosfat yang ada dalam larutan sudah berinteraksi secara sempurna dengan kitosan, dan membran sudah jenuh dengan ion fosfat, sedangkan pada penambahan 10 dan 20 tetes memberikan harga bilangan Nernst di bawah, hal ini dikarenakan dalam elektrode terkandung larutan dopan yang banyak sehingga menyebabkan semakin banyak air yang masuk ke dalam membran, yang menyebabkan membran *swelling* (Ledyastuti, 2007), hal ini disebabkan karena hidrogel kitosan dapat menyimpan air 10-20 % dimana sebagian air tersebut terikat kuat pada polimer kitosan dan sisanya hadir sebagai air bebas yang menghambat proses pertukaran ion oleh karena gugus aktif kitosan dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air (Dutta *et al*, 2006).

Semakin banyak air yang masuk ke dalam membran dan melebihi kebutuhan membran untuk proses disosiasi, maka akan menyebabkan pori-pori membran menjadi besar sehingga terjadi pengembangan membran dan menyebabkan sensitivitas berkurang, selain itu dapat pula menyebabkan sulitnya pertukaran ion karena terhalang oleh adanya air.

### Bilangan Nernst, kisaran konsentrasi linier dan batas deteksi

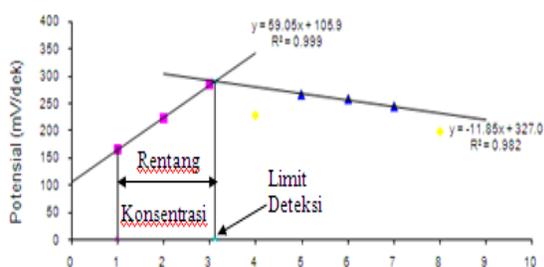
Bilangan Nernst dapat diketahui dengan melihat kemiringan dari grafik yang diperoleh. Suatu ESI dikatakan baik jika ESI tersebut memiliki bilangan Nernst yang mendekati teoritis, limit deteksi yang rendah, dan memiliki rentang konsentrasi linier yang lebar. Bilangan Nernst merupakan nilai sensitivitas alat ukur potensiometri yang ditunjukkan oleh kemiringan dari persamaan garis hubungan antara  $-\log [\text{H}_2\text{PO}_4^-]$  dan potensial sel pada daerah linier. Berdasarkan data pada Tabel 1, dapat dikatakan bahwa ESI fosfat yang telah dibuat bersifat Nernstian, karena menghasilkan harga bilangan Nernst sebesar 59,05 mV/dekade,

secara teoritis, harga ini memenuhi harga bilangan Nernst untuk anion monovalen dalam pengukuran yaitu sebesar 50 - 60 mV/dekade untuk ion monovalen (Wroblewski, 2005).

**Tabel 1** Harga Potensial ESI Fosfat untuk Penentuan Bilangan Nernst.

$H_2PO_4^-$	$p[H_2PO_4^-]$	Potensial Elektroda (mV/dekade)			
		1	2	3	Rata-rata
$10^{-3}$	3	283,8	283,7	284,5	284
$10^{-2}$	2	220,4	222,5	223,4	222,1
$10^{-1}$	1	165,8	163,5	168,3	165,9
Bilangan Nemst		59	60,1	58,1	59,05
Kisaran Konsentrasi		$10^{-3}$ M sampai $10^{-1}$ M atau 96,99-9699 ppm			
$R^2$		0,9981	0,9999	0,9979	0,9992
Batas Deteksi		$7,621 \times 10^{-4}$ atau 73,92 ppm			
Bilangan Nernst rata-rata		59,05			

Penentuan harga bilangan Nernst suatu ESI sangat dibutuhkan untuk menentukan kelayakan elektroda yang digunakan dalam suatu analisis, sedangkan kisaran konsentrasi linier yang dihasilkan ESI fosfat ini berkisar antara  $10^{-3}$  -  $10^{-1}$  M, hasil pengukuran potensial ESI fosfat bermembran kitosan yang meliputi bilangan Nernst, kisaran konsentrasi linier dan batas deteksi ditunjukkan pada Tabel 1 dan Gambar 3. Karakteristik ESI fosfat dapat diperoleh dari kurva hubungan antara  $-\log [H_2PO_4^-]$  terhadap potensial sel yang terukur.



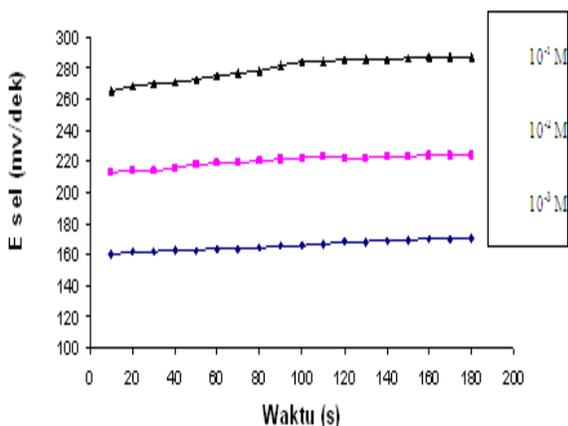
**Gambar 3** Kurva Hubungan Potensial (mV) terhadap  $-\log [H_2PO_4^-]$  untuk Penentuan Rentang Konsentrasi Linier dan batas Deteksi

Kurva hubungan antara  $-\log [H_2PO_4^-]$  terhadap potensial sel menunjukkan terjadinya kenaikan potensial sel pada kisaran  $-\log [H_2PO_4^-]$  1 sampai 3,12 yang sesuai dengan persamaan 2.36 dimana penurunan aktivitas akan meningkatkan potensial sel sehingga daerah tersebut dikatakan sebagai daerah linier. Sedangkan pada kisaran  $-\log [H_2PO_4^-]$  3,12 hingga 8 menunjukkan penurunan harga potensial sel yang tidak sesuai dengan persamaan 2.36, sehingga daerah ini disebut sebagai daerah non-linier.

Berdasarkan rekomendasi IUPAC, batas deteksi diartikan sebagai bagian perpotongan dari dua bagian linier ekstrapolasi pada kurva kalibrasi selektif ion. Dalam prakteknya, batas deteksi kira-kira  $10^{-5}$  -  $10^{-6}$  M diukur untuk kebanyakan ESI (Faridbod, 2008). Batas deteksi ESI fosfat dalam penelitian ini diperoleh dari perpotongan antara garis lurus pada rentang konsentrasi pengukuran ( $y = 59,05x + 105,9$ ) dan garis pada bagian kurva diluar kisaran konsentrasi pengukuran ( $y = -11,85x + 327,07$ ). Titik perpotongan kedua garis tersebut diekstrapolasikan ke sumbu x sehingga diperoleh konsentrasi batas deteksi ESI fosfat sebesar  $7,621 \times 10^{-4}$  M atau setara dengan 73,92 ppm.

### Waktu Respon

Waktu respon merupakan waktu yang dibutuhkan untuk tercapainya kesetimbangan antara ion fosfat dalam larutan dengan membran pada setiap pengukuran larutan fosfat hingga masing-masing larutan fosfat menunjukkan harga potensial sel yang konstan. Kesetimbangan ini terjadi pada antarmuka larutan dengan membran. Dalam proses reaksi tersebut terjadi pertukaran antara ion fosfat dalam larutan dengan ion fosfat yang berada pada antarmuka membran, sampai jumlah ion fosfat pada antarmuka sama dengan ion fosfat dalam larutan analit. Pada saat pertukaran ion mencapai kesetimbangan maka harga potensial yang dihasilkan akan konstan.



**Gambar 4** Grafik Hubungan Potensial (mV) terhadap Waktu (detik) untuk Penentuan Waktu Respon

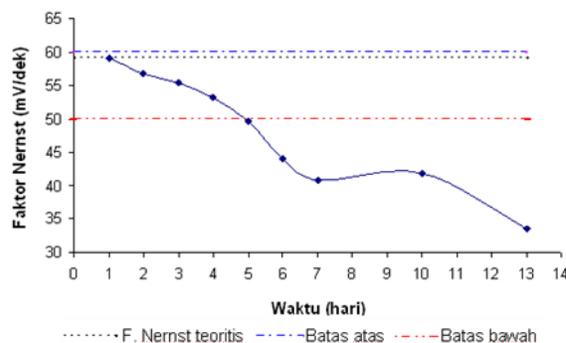
Waktu respon dapat pula dipengaruhi oleh pengadukan, hal ini menyebabkan sebagian peneliti menganjurkan agar larutan analit perlu diaduk pelan-pelan dengan pengaduk magnetik pada 50 – 100 rpm selama pencelupan elektroda, dengan hati-hati untuk memastikan bahwa tidak ada pertukaran panas antara pengaduk dan larutan, serta pengadukan dilakukan dengan kecepatan yang sama. Perbedaan yang besar pada pembacaan mV dapat terjadi jika kecepatan diubah-ubah. Untuk pembacaan dalam pengukuran, beberapa peneliti lebih suka membaca pengukuran sementara mengaduk sedangkan yang lain menganjurkan lebih baik menghentikan pengadukan dan membaca pada larutan yang tenang, tapi cara ini dapat memperlama waktu pengukuran karena dalam larutan yang teraduk, perlu beberapa menit sebelum pembacaan mV stabil sedangkan dalam larutan yang tenang, akan lebih lama lagi.

Sebagian peneliti beranggapan lebih baik mencatat semua pembacaan yang muncul pada waktu tertentu setelah dimulainya pencelupan. Biasanya, pembacaan mV berubah dengan cepat pada 10 atau 20 detik pertama, karena membran ESI belum mencapai keseimbangan dengan larutan. Dengan selalu mengambil pembacaan setelah, satu atau dua menit (tergantung sistem elektroda yang digunakan). Alternatif lain adalah dengan

mengamati pergeseran pembacaan ketika elektroda mengalami kesetimbang setelah dicelupkan lalu mengambil pembacaan pada titik ketika arah pergeseran secara jelas berbalik arah (Rundle, 2000).

### Usia Pemakaian

Usia pemakaian merupakan suatu karakteristik ESI yang digunakan untuk mengetahui berapa lama suatu ESI masih dapat digunakan. Hal tersebut dapat dilihat dari harga bilangan Nernst yang dihasilkan. Makin jauh harga bilangan Nernst menyimpang dari harga bilangan Nernst teoritis maka ESI tersebut sudah tidak bisa digunakan. Pada Gambar 5 menunjukkan bahwa ESI fosfat memberikan harga bilangan Nernst yang masih dalam rentang teoritis (50 – 60 mV/dekade) hanya sampai hari ke-4 dimana bilangan Nernst yang dihasilkan sebesar 53,2 mV/dekade. Akan tetapi ESI masih dapat digunakan sampai hari ke-7 walaupun bilangan Nernst yang dihasilkan rendah, yakni sebesar 40.8 mV/dekade, namun ESI fosfat masih memiliki harga koefisien korelasi yang besar yaitu  $R^2 = 0,9997$ . Perubahan harga bilangan Nernst yang cenderung menurun menunjukkan bahwa sensitifitas ESI fosfat juga menurun. Hal ini disebabkan oleh karena salah satu komponen penyusun membran yaitu kitosan mengalami degradasi secara perlahan-lahan. Kitosan merupakan salah satu polimer yang dapat mengalami *swelling* (Dutta, 2006; Ledyastuti, 2007).



**Gambar 5** Kurva Hubungan Bilangan Nernst terhadap Waktu (hari)

Sifat *swelling* kitosan disebabkan karena air yang berasal dari dari analit masuk ke dalam membran setelah pemakaian berulang kali dan waktu kontak dengan air yang lama, hal ini dapat mempengaruhi stabilitas membran, dimana air yang masuk ke dalam membran mengisi ruang kosong dalam rantai polimer kitosan dan terjebak di dalamnya. Masuknya air ke dalam membran juga menyebabkan molekul-molekul dan ion-ion yang tidak diinginkan ikut masuk dan mengisi volume bebas membran, sehingga menurunkan homogenitas membran dan sensitivitas (harga bilangan Nernst ) ESI fosfat.

#### Penerapan ESI fosfat tipe kawat terlapis untuk penentuan kadar fosfat dalam sampel air

Untuk mengetahui akurasi dan presisi masing-masing metode maka dilakukan pengukuran kadar fosfat yang terkandung dalam sampel menggunakan kedua metode (potensiometri dan spektrofotometri) tersebut. Berdasarkan data pada tabel tersebut dapat dilihat bahwa untuk akurasi metode spektrofotometri sebesar 94,15 % dan 90,75 %, sedangkan akurasi untuk metode potensiometri sebesar 87,47 % dan 91,33 %. Presisi untuk metode spektrofotometri masing-masing diperoleh 99,87 % dan 98,94 %, sedangkan untuk metode potensiometri diperoleh % presisi sebesar 99,82 % dan 98,50 %.

Untuk mengetahui apakah kedua metode tersebut memberikan hasil yang sama (tidak berbeda nyata) atau tidak. Hasil perbandingan penentuan fosfat dengan spektrofotometri dan potensiometri ditunjukkan pada Tabel 2 (Uji t dengan tingkat kepercayaan 95 %).

**Tabel 2** Perbandingan Metode Spektrofotometri dan Potensiometri

$[H_2PO_4^-]$ (M)	$[H_2PO_4^-]$ dari spektrofotometri	$[H_2PO_4^-]$ dari potensiometri	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
0,05	0,053	0,056	-0,057	3,182
0,005	0,0052	0,0054	$3,25 \times 10^{-4}$	

Data pada Tabel 2 menyatakan bahwa harga  $t_{hitung} < t_{tabel}$ , hal ini menunjukkan bahwa metode potensiometri menggunakan ESI memberikan hasil yang tidak berbeda nyata dengan metode spektrofotometri. Hal ini dapat disimpulkan bahwa metode potensiometri dapat menggantikan metode spektrofotometri. Namun ESI yang dihasilkan masih perlu ditingkatkan kinerjanya mengingat besarnya gangguan ion asing terhadap ESI fosfat yang dihasilkan, selain itu limit deteksi yang dihasilkan masih rendah yakni hanya sebesar 73,92 ppm, nilai ini masih jauh dari nilai ambang batas (NAB) yang diperbolehkan untuk fosfat yakni sebesar 0,2 ppm (PP. No 82 tahun 2001).

#### Kesimpulan

1. Komposisi optimum ESI fosfat yang diperoleh pada komposisi perbandingan ( $^b/b$ ) kitosan:DOP:PVC sebesar 1:5:4 dalam pelarut THF dengan perbandingan 1:3 ( $^b/b$ ), Dan waktu perendaman optimum untuk ESI fosfat adalah 60 menit.
2. ESI fosfat dengan komposisi membran kitosan:DOP:PVC (1:5:4) dan penambahan larutan dopan sebanyak 5 tetes memiliki karakteristik: bilangan Nernst  $59,05 \pm 2,49$  mV pada pH 5 (buffer asetat), kisaran konsentrasi pengukuran  $10^{-3} - 10^{-1}$  M dengan limit deteksi sebesar  $7,62 \times 10^{-4}$  M atau setara dengan 73,92 ppm. Waktu respon 100 detik dan memiliki usia pemakaian selama 7 hari.

#### Kepustakaan

- Bailey, P.L. 1976. *Analysis with Ion Selective Electrodes*, Heyden & Sons Ltd, London.
- Covington, A. K. 2006. *Introduction: Basic Electrode Types, Classification, and Selectivity Consideration. Ion Selective Electrode Methodology*. Volume 1, CRC Press. Boca Raton. hal 1–3.

Dutta P K, Singh A dan Narvi S.S. and Pandey D.  
2005. *External stimuli response on a novel chitosan hydrogel crosslinked with formaldehyde*. Department of Chemistry, Motilal Nehru National Institute of Technology, Allahabad

Faridbod, F., M.R. Ganjali, R. Dinavard. P. Norouzi. 2008 *Developments in The Field of Conducting and Non-Conducting Polymer Based Potentiometric Membran Sensors for Ion Over the Past Decade*. *J. Sensors*. 8 : 2331-2412

Greenberg, A.E. *et al.* 1992. *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater* . 18<sup>th</sup> ed. American Public Health Association.

Ledyastuti, Mia. 2007. *Sintesis dan Karakterisasi Membran Berbasis Kitosan dalam Aplikasi Fuel Cell*. Tesis ITB, Bandung

Rundle, C. C. 2000. *A Beginners Guide to Ion-Selective Electrode Measurements*. [www. Nico2000.net](http://www.Nico2000.net). Tanggal akses 25 April 2010.

Wroblewski, W. 2005. *Ion Selective Electrodes*. <http://www.csrg.ch.edu.pl>. diakses 15 Maret 2010.