

**STUDI KOMPLEKS ASSOSIASI Pb(II) MENGGUNAKAN KI
DAN METHYLENE BLUE**



**FADILLA YURI MERTI
NIM. 18036007/2018**

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

**STUDI KOMPLEKS ASSOSIASI Pb(II) MENGGUNAKAN KI
DAN METHYLENE BLUE**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains*



**FADILLA YURI MERTI
NIM. 18036007/2018**

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2022**

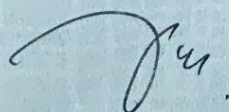
PERSETUJUAN SKRIPSI

STUDI KOMPLEKS ASSOSIASI Pb(II) MENGGUNAKAN KI DAN *METHYLENE BLUE*

Nama : Fadilla Yuri Merti
Nim : 18036007
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

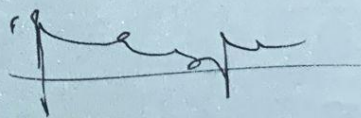
Padang, 06 Juni 2022

Mengetahui :
Kepala Departemen Kimia



Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 197210241998031001

Disetujui Oleh :
Pembimbing



Edi Nasra, S.Si., M.Si
NIP.198106222003121001

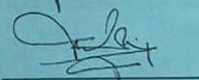
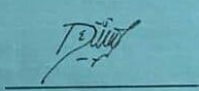
PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Fadilla Yuri Merti
Nim : 18036007
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

STUDI KOMPLEKS ASSOSIASI Pb(II) MENGGUNAKAN KI DAN *METHYLENE BLUE*

Dinyatakan Lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 06 Juni 2022

Tim Penguji	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Edi Nasra, S.Si., M.Si	
Anggota	: Miftahul Khair, S.Si., M.Sc., Ph.D	
Anggota	: Dr. Desy Kurniawati, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Fadilla Yuri Merti
NIM : 18036007
Tempat / Tanggal lahir : Padang/ 14 September 2000
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Studi Kompleks Asosiasi Pb(II) Menggunakan KI dan Methylene Blue**

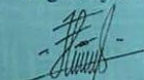
Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, Juni 2022

Yang menyatakan



Fadilla Yuri Merti

NIM.18036007

STUDI KOMPLEKS ASSOSIASI Pb(II) MENGGUNAKAN KI DAN METHYLENE BLUE

Fadilla Yuri Merti

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang studi kompleks asosiasi Pb(II) menggunakan KI dan *methylene blue*. Penelitian ini bertujuan untuk mencari kondisi optimum kompleks asosiasi Pb(II) seperti waktu optimum, konsentrasi Iodida, pH larutan, dan konsentrasi *methylene blue*.

Metode pengukuran yang digunakan yaitu metode spektrofotometri UV-Vis dan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*). Pb(II) direaksikan dengan Iodida berlebih membentuk kompleks anion (PbI_4^{2-}). Kompleks anion yang terbentuk kemudian direaksikan dengan kompleks kation *methylene blue* (MB^+) sehingga terbentuk kompleks asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$.

Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimum terhadap pembentukan kompleks anion (PbI_4^{2-}) pada waktu 2 jam, konsentrasi 0,4 M dengan absorbansi 0,1069 pada panjang gelombang anion 266 nm. Sedangkan kondisi optimum kompleks asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$ terjadi pada panjang gelombang 665 nm dengan absorbansi 0,6119, pH 3 dengan absorbansi 0,9675 dan konsentrasi *methylene blue* 0,0012 % dengan absorbansi 0,1266. Kondisi optimum di aplikasikan pada larutan Pb(II) dengan konsentrasi 0,01 ppm, setelah dilakukan pembentukan kompleks asosiasi dengan kalium iodida dan *methylene blue* diperoleh konsentrasi sebesar 0,6287 ppm dan nilai absorbansi 0,0092 A. Sehingga didapatkan faktor pemekatan sebesar 62,87 kali.

Kata kunci : Ion Timbal(II), Kompleks asosiasi, *Methylene blue*, Spektrofotometri UV-Vis, *Atomic absorption spectrophotometer* (AAS).

STUDY OF ASSOCIATION COMPLEX Pb(II) USING KI AND METHYLENE BLUE

Fadilla Yuri Merti

ABSTRACT

Research has been carried out on the study of the Pb(II) association complex using KI and *methylene blue*. This study aims to find the optimum conditions for the Pb(II) association complex such as optimum time, Iodidae concentration, pH, and *methylene blue* concentration.

The measurement methods used are UV-Vis spectrophotometry and AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*). Pb(II) is reacted with excess Iodidae to form an anion complex (PbI_4^{2-}). The anion complex formed is then reacted with a *methylene blue* (MB^+) cation complex to form an association complex $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$.

From the results of the study, it was found that the optimum conditions for the formation of anion complexes (PbI_4^{2-}) at 2 hours, a concentration of 0.4 M with an absorbance of 0.1069 at anion wavelength of 266 nm. While the optimum conditions for the association complex $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$ occurred at a wavelength of 665 nm with an absorbance of 0.6119, pH 3 with an absorbance of 0.9675 and a concentration of 0.0012 % *methylene blue* with an absorbance of 0.1266. Optimum conditions were applied to Pb (II) solution with a concentration of 0.01 ppm, after the formation of an association complex with potassium iodide and methylene blue obtained a concentration of 0.6287 ppm and an absorbance value of 0.0092. So that a concentration factor of 62.87 times was obtained.

Keywords : *Lead(II) ion, Association complex, Methylene blue, UV-Vis Spectrophotometry, Atomic absorption spectrophotometer (AAS).*

KATA PENGANTAR



Puji syukur penulis ucapkan atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat dan karunia-Nya. Shalawat beserta salam tidak lupa penulis kirimkan kepada nabi besar kita yakni nabi Muhammad SAW yang telah menjadi tauladan bagi kita semua dalam menjalankan kehidupan ini, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul **“Studi Kompleks Asosiasi Pb(II) Menggunakan KI dan *Methylene blue*”**.

Penulisan skripsi ini bertujuan untuk memenuhi salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Dalam menyelesaikan skripsi ini penulis banyak melibatkan pihak-pihak yang telah memberikan bimbingan, saran dan masukan yang berharga. Untuk itu penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Bapak Edi Nasra, S.Si., M.Si sebagai dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing dalam melaksanakan penelitian dan mengarahkan penulis dalam menyelesaikan skripsi.
2. Bapak Miftahul Khair, S.Si., M.Sc., Ph.D dan Ibu Dr. Desy Kurniawati S.Pd., M.Si sebagai dosen pembahas yang telah memberikan saran dan kritikan untuk kesempurnaan penulisan skripsi ini.
3. Ibu Hesty Parbuntari, S.Pd., M.Sc sebagai dosen penasehat akademik yang telah membimbing dan mengarahkan penulis hingga sampai saat ini.

4. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D sebagai Kepala Departemen Kimia Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan dan Alam Universitas Negeri Padang.
5. Kedua orang tua tercinta yang selalu mendo'akan, memberikan nasehat dan bimbingan serta dukungan material maupun non material serta kasih sayang yang sangat berarti bagi penulis dari awal perkuliahan hingga terselesainya skripsi ini.
6. Teman terdekat yang banyak membantu, mendampingi, serta memberikan saran dan motivasi kepada penulis selama penelitian hingga terselesainya skripsi ini.
7. Semua pihak terkait dan rekan-rekan kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah membantu penulis dalam penyelesaian skripsi ini.

Tak ada gading yang tak retak, demikian juga dengan skripsi ini. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna, oleh karena itu dengan segala kerendahan hati, besar harapan penulis mengharapkan banyak masukan dan saran dari para pembaca skripsi ini. Semoga skripsi yang penulis selesaikan dapat bermanfaat bagi pembaca.

Padang, Juni 2022

Fadilla Yuri Merti

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR SKEMA.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Identifikasi Masalah.....	4
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah.....	4
E. Tujuan penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
A. Logam Berat.....	6
B. Timbal Pb (II)	8
C. <i>Methylene blue</i>	10
D. Kompleks Asosiasi	11
E. Spektrofotometri UV – Vis.....	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	17
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
B. Objek Penelitian.....	17
C. Variabel Penelitian.....	17
1. Variabel Bebas.....	17
2. Variabel Terikat.....	17
3. Variabel Terkontrol	17
D. Alat dan Bahan.....	18

1. Alat	18
2. Bahan.....	18
E. Prosedur Kerja	18
1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Anion PbI_4^{2-}	18
2. Penentuan Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion PbI_4^{2-}	18
3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	19
4. Penentuan pH Optimum Terhadap Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	19
5. Penentuan Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	19
6. Pengujian Sampel Logam Timbal Terhadap Metode Kompleks Asosiasi	20
BAB IV PEMBAHASAN.....	21
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Anion PbI_4^{2-}	21
B. Penentuan Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion PbI_4^{2-}	23
C. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	25
D. Penentuan pH Optimum Terhadap Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	26
E. Penentuan Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	28
F. Pengujian Sampel Logam Timbal Pb^{2+} Terhadap Metode Kompleks Asosiasi	30
BAB V PENUTUP	32
G. Kesimpulan	32
H. Saran	32
DAFTAR PUSTAKA	33
LAMPIRAN.....	36

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	HALAMAN
1. Timbal	8
2. Struktur molekul <i>methylene blue</i>	11
3. Spektrofotometri UV-Vis	14
4. Grafik Panjang Gelombang dan Waktu Optimum Kompleks Anion PbI_4^{2-} (Pb^{2+} 1 ppm, KI 0,5 M)	21
5. Kurva Penentuan Panjang Gelombang Dan Waktu Optimum Kompleks Anion $[\text{PbI}_4]^{2-}$	22
6. Grafik Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion PbI_4^{2-}	23
7. Kurva Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion	24
8. Grafik Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	25
9. Grafik pH Optimum Terhadap Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	27
10. Kurva pH optimum terhadap pembentukan kompleks asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	27
11. Grafik Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	29
12. Kurva Penentuan Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi	29

DAFTAR TABEL

TABEL	HALAMAN
1. Hubungan warna dengan panjang gelombang UV-Vis	14
2. Detektor dan sumber cahaya yang paling umum digunakan dalam spektrofotometri UV-Vis	16
3. Pengujian Sampel Timbal Menggunakan AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer).....	31
4. Data Panjang Gelombang dan Waktu Optimum Kompleks Anion PbI_4^{2-}	42
5. Data Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion PbI_4^{2-}	42
6. Data pH Optimum Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	45
7. Data Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi $[\text{MB}]_2[\text{PbI}_4]$	45

DAFTAR SKEMA

SKEMA

HALAMAN

1. Penggolongan Logam Beracun 7

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	HALAMAN
1. Penentuan Panjang Gelombang Kompleks Anion	36
2. Penentuan Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion	36
3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Asosiasi.....	37
4. Penentuan pH Optimum Terhadap Pembentukan Kompleks Asosiasi	37
5. Penentuan Konsentrasi Optimum Methylene Blue Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi	38
6. Pengujian Sampel Logam Timbal Pb^{2+} Terhadap Metode Kompleks Asosiasi	38
7. Perhitungan Pembuatan Zat	39
8. Grafik Panjang Gelombang dan Waktu Optimum Kompleks Anion PbI_4^{2-}	42
9. Grafik Konsentrasi Optimum Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Anion PbI_4^{2-}	44
10. Grafik Panjang Gelombang <i>Methylene blue</i>	45
11. Grafik Konsentrasi Optimum <i>Methylene blue</i> Pada Pembentukan Kompleks Asosiasi $[MB]_2[PbI_4]$	47
12. Kurva Standar Pb (Timbal)	47
13. Hasil Pengamatan.....	48

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Perkembangan industri yang sangat pesat di Indonesia selain menunjang perekonomian dan meningkatkan taraf hidup bagi bangsa Indonesia, juga memberikan dampak yang buruk bagi lingkungan. Hal ini disebabkan sistem pengolahan limbah industri yang tidak memenuhi syarat yang telah ditentukan dengan membuang langsung limbah ke lingkungan dalam keadaan yang berbahaya, sehingga menyebabkan kerusakan lingkungan yang berdampak pada kesehatan makhluk hidup (Kristianingrum, 2007). Salah satu sumber limbah pencemar yang berbahaya yang dapat menyebabkan rusaknya tatanan lingkungan hidup adalah dari logam berat (Putu *et al.*, 2006).

Logam berat merupakan zat beracun yang dapat menyebabkan kerusakan pada makhluk hidup. Beberapa jenis industri yang dapat menyebabkan sumber pencemaran logam berat sebagian besar berasal dari industri peleburan logam, industri pertambangan, lahan pertanian yang menggunakan pupuk terkandung logam didalamnya, serta limbah domestik yang menggunakan logam dan industri lainnya (Lestari *et al.*, 2019). Beberapa jenis logam berat yang beracun banyak ditemukan di dalam air limbah industri adalah besi (Fe), seng (Zn), nikel (Ni), tembaga (Cu), perak (Ag), timbal (Pb), khrom (Cr), mangan (Mn) dan kadmium (Cd) (Said, 2018).

Timbal merupakan logam yang mempunyai titik lebur yang rendah serta mempunyai sifat kimia yang aktif (Adhani *et al.*, 2017). Sifat ini mampu membuat timbal bersenyawa dengan banyak senyawa kimia lainnya. Selain itu sifat timbal

mempunyai titik lebur yang rendah yang dapat membuat timbal menguap dengan mudah. Oleh karena itu, keberadaan timbal tidak hanya ditanah, tetapi juga bisa berada di udara dan di dalam air (Ikhsan *et al.*, 2020).

Berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No.51 Tahun 2004 tentang ambang batas logam Pb untuk perairan adalah 0,05 mg/L. Menurut (Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1406/MENKES/SK/XI/2002) tentang standar pemeriksaan kadar timbal (Pb) pada manusia dapat dilakukan melalui tiga acara yaitu melalui darah, urin dan rambut. Kadar maksimal timbal dalam darah pada orang dewasa normal yaitu 0,01 - 0,025 mg/dL, sedangkan pada hemoglobin sebesar 14 – 18 g/dL. Logam timbal (Pb) sangat berbahaya bagi manusia apabila melampaui ambang batas yang telah ditetapkan. Bahaya yang dapat dihasilkan dari logam timbal dapat menimbulkan beberapa penyakit bahkan kematian (Suciandica *et al.*, 2019).

Jaringan target penting toksisitas logam timbal (Pb) adalah sistem saraf. terutama pada bayi dan anak-anak yang sistem sarafnya masih berkembang. Paparan logam timbal (Pb) tingkat rendah pada anak-anak memberikan efek menurunnya daya ingat, hiperaktivitas dan gangguan pada penglihatan. Paparan logam timbal (Pb) tingkat tinggi bisa menyebabkan ensefalopati pada orang dewasa dan anak-anak. Secara klinis kerusakan kapiler dan arteriol oleh Pb dapat menyebabkan ataksia, koma dan kejang (Endrinaldi, 2010). Paparan logam Pb tingkat tinggi didalam tubuh pada orang dewasa menimbulkan efek yang dapat mengganggu reproduksi seperti penurunan kualitas sperma dan keguguran saat kehamilan (Tchounwou *et al.*, 2012). Beberapa kasus yang berakhir dengan kematian salah satunya yang terjadi di Negeria yaitu kasus keracunan timbal dari

industri pertambangan emas sudah membunuh 400 – 500 anak (Ikhsan *et al.*, 2020).

Diperlukannya suatu metode kimia yang dapat mengidentifikasi timbal dalam jumlah yang sangat kecil karena sifat timbal yang berbahaya tersebut. Beberapa metode yang sering digunakan untuk mengidentifikasi timbal yaitu presipitasi kimia, pertukaran ion, elektrodialisis, redoks dan metode adsorpsi. Metode adsorpsi umumnya bersifat reversible sehingga adsorbent dapat diperoleh kembali (Fu *et al.*, 2011). Contoh dari beberapa metode adsorpsi adalah pemanfaatan kulit pisang sebagai adsorben dan senyawa kaliksarena juga sebagai material adsorben dalam penyerapan logam Pb (Khairiyah *et al.*, 2019). Kaliksarena memiliki turunan *C-sinamal kaliks [4] resorsinarena* (CSKR) yang dihasilkan dari reaksi sinamaldehyd dan resorsinol. CSKR hasil sintesis ini telah digunakan sebagai adsorben untuk penyerapan Pb (II) secara teruji pada penelitian sebelumnya (Nurlaili, 2018). Tetapi, pada beberapa metode tersebut prosesnya memerlukan biaya yang cukup besar dan untuk konsentrasi ion logam rendah tidak efektif. Salah satu metode prakonsentrasi yang dapat digunakan untuk penentuan kadar logam yang sangat kecil yaitu ekstraksi fasa padat, pada umumnya adsorbennya berasal dari bahan yang memiliki sisi aktif pada permukaan sentuh yang besar (Khairiyah *et al.*, 2019).

Penelitian ini menggunakan teknik kompleks asosiasi, dimana penentuannya menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Analisis yang dilakukan menggunakan metode tersebut membutuhkan senyawa yang berwarna, sehingga Pb^{2+} dalam larutan terlebih dahulu dibentuk menjadi senyawa berwarna. Senyawa timbal berwarna yang terbentuk merupakan jenis kompleks asosiasi. Pb^{2+} dalam

larutan dikomplekskan dengan I^- yang akan membentuk ion kompleks tetraiodoplumbate(II) $[PbI_4]^{2-}$. $[PbI_4]^{2-}$ direaksikan dengan *methylene blue* $[MB]^{2+}$ yang bermuatan positif untuk membentuk kompleks asosiasi. Penelitian ini juga merupakan analisis yang melibatkan proses ekstraksi fasa cair, dengan menggunakan n-heksana sebagai adsorbennya.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut :

1. Akibat limbah logam berat Pb (timbal) menyebabkan kerusakan lingkungan dan gangguan kesehatan pada tubuh manusia, sehingga dibutuhkan suatu metode untuk menghilangkan limbah logam berat Pb (timbal) tersebut.
2. Metode yang dapat digunakan untuk menghilangkan limbah logam berat Pb (timbal) adalah kompleks asosiasi ion dengan cara ekstraksi pelarut.

C. Batasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah diatas, untuk lebih terfokusnya penelitian ini maka perlu dilakukan pembatasan masalah sebagai berikut :

1. Kondisi optimum kompleks asosiasi Pb(II) dikombinasikan dengan variasi waktu, konsentrasi Iodida, pH dan konsentrasi *methylene blue*.
2. Kompleks asosiasi ion akan di ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, penulis dapat merumuskan suatu masalah yaitu bagaimana kondisi optimum konsentrasi Iodida, waktu, pH dan konsentrasi *methylene blue* terhadap kompleks asosiasi Pb(II) ?

E. Tujuan penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas, maka tujuan penelitian ini dilakukan adalah untuk mendapatkan kondisi optimum dari kompleks assosiasi Pb(II) menggunakan KI dan *methylene blue* dengan kombinasi variasi waktu, konsentrasi Iodida, pH dan konsentrasi *methylene blue*.

F. Manfaat Penelitian

Dengan dilakukannya penelitian ini, ingin memperoleh manfaat sebagai berikut :

1. Dapat bermanfaat untuk berbagai pihak, terutama pada bidang industri dan lingkungan.
2. Menambah wawasan pembaca tentang metode penyerapan limbah logam berat Pb (timbal).
3. Dapat dijadikan sebagai sumber referensi dan ide dalam melanjutkan penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Logam Berat

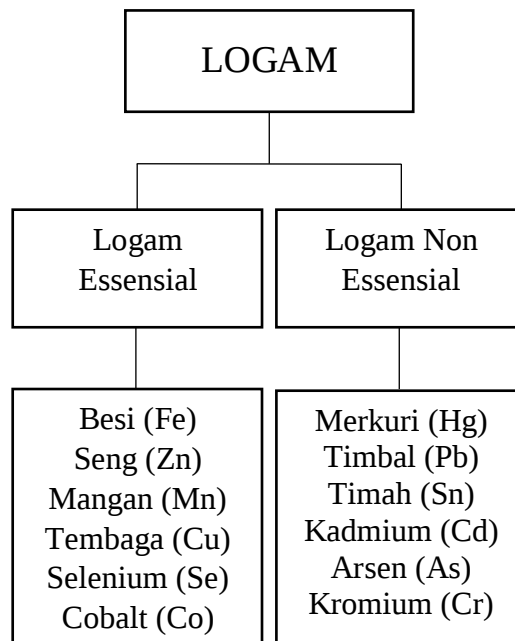
Logam berat yaitu logam yang memiliki berat jenis besar dari 5 g/cm³. Logam berat sangat jarang membentuk atom sendiri didalam air, biasanya logam ini terikat oleh senyawa lain untuk membentuk sebuah molekul. Logam berat merupakan senyawa kimia yang dapat menimbulkan masalah pada pencemaran lingkungan (Oktavia *et al.*, 2019). Logam berat umumnya banyak digunakan oleh industri, tetapi penanganan limbahnya tidak sesuai dengan ketentuan yang telah ditetapkan dengan membuang limbah pada konsentrasi yang tinggi akan sangat berbahaya, sehingga menimbulkan masalah pada pencemaran lingkungan (Agustina, 2014).

Berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat dibagi menjadi dua jenis, yaitu :

1. Logam berat essensial, yaitu dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh makhluk hidup, tetapi jika dosisnya berlebihan dapat menyebabkan keracunan. Contohnya yaitu Fe, Zn, Mn, Cu, Se dan Co.
2. Logam berat non essensial, yaitu logam yang manfaatnya belum diketahui pada tubuh makhluk hidup, bahkan bersifat racun. Contohnya yaitu Hg, Pb, Sn, Cd, As dan Cr.

Logam berat disebut juga logam beracun, karena dapat menimbulkan efek yang dapat mengganggu kesehatan manusia. Senyawa ini tidak dapat rusak di alam dan tidak bisa berubah menjadi bentuk lain (Badan POM, 2010).

Golongan logam beracun dapat dilihat pada Skema 1.



Skema 1. Penggolongan Logam Beracun

Menurut (Palar, 2012) Logam berat secara umum mempunyai ciri-ciri sebagai berikut :

1. Sebagai penghantar daya listrik (konduktor) yang baik
2. Kerapatan massa yang tinggi
3. Logam yang padat dapat ditempa dan dibentuk.
4. Dapat membentuk alloy dengan logam lain.

Paparan logam berat pada tubuh dapat menimbulkan efek yang mengganggu kesehatan manusia. Efek toksisitas logam berat dapat menghambat kerja enzim sehingga terganggunya metabolisme tubuh, menimbulkan alergi, bersifat mutagen dan karsinogen atau tetratogen pada manusia maupun pada hewan (Widowati *et al.*, 2008).

Tingkat toksisitas dari logam berat adalah :

1. Pada manusia, mulai dari yang paling toksik adalah Hg, Cd, Ag, Ni, Pb, As, Cr, Sn dan Zn.
2. Pada hewan air, mulai dari yang paling toksik adalah Hg, Cd, Zn, Pb, Cr, Ni dan Co.

B. Timbal Pb (II)

Timbal adalah logam berat beracun yang dapat menyebabkan masalah lingkungan dan masalah kesehatan di seluruh dunia (Tatsuta *et al.*, 2020). Logam timbal (Pb) berwarna kelabu-kebiruan yang memiliki densitas tinggi dan tahan terhadap korosi, umumnya terdapat pada tanah dan tumbuhan dalam jumlah yang kecil. Timbal akan menguap pada suhu 550°C - 600°C serta timbal akan bereaksi dengan oksigen dalam udara membentuk timbal oksida (Soeng *et al.*, 2008).

Timbal (Pb) termasuk dalam golongan IV A di Sistem Periodik Unsur Kimia yang mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,2 g/mol. Berat jenis logam timbal $11,4\text{ g/cm}^3$, bertitik lebur $327,4^{\circ}\text{C}$ dan logam timbal berbentuk padat pada suhu kamar. Timbal biasanya banyak ditemukan dalam bentuk senyawa, seperti PbCl_2 dan PbBr_2 (Gusnita, 2012).

Bentuk dari logam timbal dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Timbal

Timbal mempunyai sifat yang lunak, serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Logam timbal bertitik lebur rendah sehingga dapat dibentuk dengan mudah dan memiliki sifat kimia yang aktif, oleh karena itu logam timbal dapat digunakan untuk melapisi logam yang dapat mencegah perkaratan. Jika logam timbal dicampur dengan logam lain akan terbentuk logam campuran yang lebih bagus dari logam murninya dan memiliki kepadatan yang lebih bagus. (Adhani *et al.*, 2017).

Jalur masuk timbal ke dalam tubuh manusia melalui dua cara, yaitu melalui saluran pernafasan (inhalasi) dan melalui saluran pencernaan (digesti). Unsur-unsur logam berat yang berada di dalam tubuh manusia dapat diakumulasi didalam rambut. Kadar ion Pb^{2+} yang masuk ke dalam tubuh akan terakumulasi didalam organ-organ tubuh. Walaupun tubuh dapat mengekskresi timbal, akan tetapi hal itu tidak sebanding dengan absorbansinya sehingga dapat memberikan efek buruk terhadap kesehatan. Eritrosit yang mengikat ion Pb^{2+} didalam darah dibagi menjadi dua, yaitu jaringan keras dan jaringan lunak (Ajang *et al.*, 2015).

Paparan timbal melalui sistem pernafasan terjadi dikarenakan aktivitas manusia yang tanpa sengaja menghirup partikel debu dan aerosol yang terkontaminasi timbal (ATSDR, 2015). Paparan timbal melalui sistem pencernaan terjadi dikarenakan aktivitas manusia mengkonsumsi makanan dan air yang tanpa diketahui sudah terkontaminasi timbal (ATSDR, 2020). Sistem saraf adalah target utama yang paling terpengaruh dalam keracunan timbal, baik pada anak-anak maupun pada orang dewasa. Toksisitas pada anak-anak memiliki dampak yang

lebih besar daripada orang dewasa, dikarenakan jaringan mereka internal maupun eksternal lebih lembut daripada orang dewasa.

Paparan timbal pada orang dewasa dalam waktu panjang dapat mengakibatkan penurunan kinerja fungsi sistem saraf. Bayi dan anak kecil sangat sensitif terhadap kadar timbal yang rendah, dapat menyebabkan masalah perilaku, penurunan IQ dan defisit belajar (Rubin *et al.*, 2008). Sedangkan pada orang dewasa terpapar timbal pada konsentrasi yang tinggi dalam tubuh mengakibatkan gangguan reproduksi seperti penurunan kualitas sperma dan keguguran (Tchounwou *et al.*, 2012). Paparan timbal dalam jangka waktu yang lama telah dilaporkan menyebabkan anemia beserta peningkatan tekanan darah, ini biasanya terjadi pada orang tua dan paruh baya. Paparan kadar timbal tingkat tinggi dapat menyebabkan kerusakan parah pada otak dan ginjal, bahkan kematian ini dapat terjadi pada orang dewasa maupun anak-anak (Wani *et al.*, 2015).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan limit deteksi pengujian unsur Pb dalam U_3O_8 didapatkan adalah 0,0476 mg/L sementara jika dibandingkan dengan limit deteksi instrument pada Pb adalah 0,015 mg/L, hal ini dapat terjadi disebabkan karena di dalam penelitian langkah preparasi yang panjang sehingga kontaminasi banyak terjadi (Mustika *et al.*, 2016).

C. Methylene blue

Rumus kimia dari methylene blue adalah $C_{16}H_{18}ClN_3S$, MB memiliki berat molekul 319,86 gr/mol, daya larut sebesar $4,36 \times 10^4$ mg/L dan titik lebur $105^\circ C$ (Endang Palupi, 2006). Methylene blue merupakan zat perwarna kationik dengan nama kimia tetramethylthionine chloride dan termasuk dalam kelas senyawa yang dikenal sebagai fenotiazin. MB dapat larut dalam air dan pelarut

organik (Oz *et al.*, 2009). Methylene blue adalah senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Struktur molekul dari methylene blue dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur molekul *methylene blue* (Han et al., 2007)

Zat warna MB pada umumnya sering digunakan sebagai pewarna kertas, tekstil, rambut dan juga sebagai bakterisida pada akuarium. Methylene blue berbentuk kristal hijau gelap yang ketika dilarutkan dalam air berubah menjadi berwarna biru. Methylene blue warnanya biru tua dalam keadaan teroksidasi dengan serapan maksimum pada panjang gelombang cahaya 609 dan 668 nm (Oz *et al.*, 2009). Methylene blue adalah senyawa aromatik yang penting. Namun, karena cincin aromatiknya, methylene blue sangat beracun, karsinogenik dan proses degradasinya sangat sulit (Misran *et al.*, 2021). Dampak pada penggunaan methylene blue jika terkena kulit dan terhirup ialah iritasi pada kulit, iritasi mata, saluran pencernaan dan pada dosis tinggi dapat menyebabkan kanker hati (Mistar *et al.*, 2017).

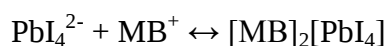
D. Kompleks Asosiasi

Dalam kompleks asosiasi-ion, ion anorganik berasosiasi dengan ion-ion yang muatannya berlawanan dengan membentuk sebuah spesi netral yang terekstrasikan. Kompleks asosiasi tersebut dapat meningkatkan konsentrasi ion yang lebih besar dibandingkan dengan pasangan-pasangan ion sederhana,

terutama dalam peralatan organik yang tetapan dielektriknya rendah (Vogel's, 1989). Ion timbal dalam larutan akan membentuk ion kompleks tetraiodoplumbate(II) jika direaksikan dengan larutan iodide berlebihan yang lebih pekat dengan konsentrasi 6M dengan persamaan reaksinya :



Ion kompleks timbal(II) yang bermuatan negatif akan membentuk kompleks asosiasi ion jika direaksikan dengan ion yang bermuatan positif. Pembentukan asosiasi ion merupakan fenomena yang dihasilkan dari gaya tarik menarik antara spesies dengan muatan yang berlawanan sehingga membentuk kompleks yang netral (Hosseini *et al.*, 2005). Berikut persamaan reaksi kompleks tetraiodoplumbate(II) yang diassosiasikan dengan *methylene blue* :



E. Spektrofotometri UV – Vis

Spektrofotometer terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer terdiri dari sumber sinar radiasi, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blanko ataupun pembandingan (Khopkar S.M, 1990).

Spektrofotometri UV-Vis adalah yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat (190 - 380 nm) dan sinar tampak (380 – 780 nm) dengan menggunakan instrumen spektrofotometer. Radiasi ultraviolet jauh (100 – 190 nm) tidak dipakai, karena pada daerah radiasi tersebut diabsorpsi oleh

udara. Pada panjang gelombang diatas 780 nm perlu diperhatikan karena merupakan daerah radiasi infra merah.

Spektrofotometri UV-Vis umumnya digunakan untuk analisis kuantitatif karena menggunakan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis. Untuk analisa kuantitatif, salah satu berkas radiasi dikenakan pada larutan sampel dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan diukur besarnya. Radiasi yang diserap oleh sampel ditentukan dengan membandingkan intensitas sinar yang diteruskan dengan intensitas sinar yang diserap.

Spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk penentuan sampel yang berupa larutan dan gas. Jenis sampel yang berupa larutan perlu diperhatikan syarat-syarat pelarut yang akan digunakan dalam spektrofotometri UV-Vis yaitu :

1. Harus dilarutkan dengan sempurna
2. Struktur molekulnya tidak memiliki ikatan rangkap terkonjugasi dan tidak berwarna
3. Molekul senyawa yang dianalisis tidak terjadi interaksi dengan pelarut yang digunakan
4. Memiliki tingkat kemurnian yang tinggi (Suhartati, 2017).

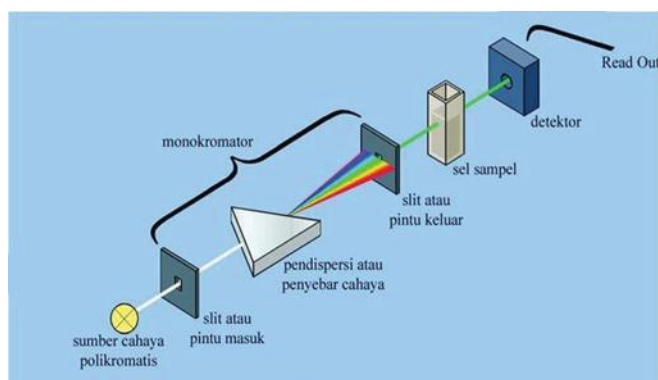
Cahaya yang diserap oleh suatu zat, tidak sama dengan cahaya yang terlihat pada mata manusia. Cahaya tampak dalam kehidupan sehari-hari disebut warna komplementer. Misalnya suatu zat akan berwarna ungu bila menyerap warna hijau dari spektrum sinar tampak dan suatu zat akan berwarna hitam bila menyerap semua warna yang terdapat pada spektrum sinar tampak.

Hubungan warna dengan panjang gelombang pada spektrofotometri UV-Vis dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hubungan warna dengan panjang gelombang UV-Vis

Panjang gelombang (nm)	Warna yang diserap	Warna komplementer
400 – 450	Ungu (lembayung)	Kuning – Hijau
450 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Biru kehijauan	Orange
490 – 500	Hijau kebiruan	Merah
500 – 560	Hijau	Ungu
560 – 580	Hijau kekuningan	Ungu (lembayung)
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Orange	Hijau - Biru
610 – 750	Merah	Biru - Hijau

Spektrofotometer memiliki komponen – komponen pokok berupa susunan peralatan optik yang terkonstruksi seperti dilihat pada Gambar 3. dibawah ini :



Gambar 3. Spektrofotometri UV-Vis

Setiap bagian dari spektrofotometri UV-Vis mempunyai fungsi yang saling terkait peranannya. Dan masing-masing bagian dituntut ketelitian dan

kecepatan yang optimal, sehingga dapat memperoleh hasil pengukuran yang tingkat ketelitian dan ketepatannya tinggi (Suharman, 1995).

Spektrofotometri UV-Vis umumnya dipakai sebagai pengukuran kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan dapat ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang dengan menggunakan hukum Lambert-Beer. Hal ini dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$A = \varepsilon bc = \log T = \log (1/T)$$

Dimana A = absorbansi; ε = absorptivitas molar atau koefisien absorpsi molar; b = ketebalan sampel; c = konsentrasi; T = transmisi (Picollo *et al.*, 2019).

Adapun fungsi masing-masing dari bagian Instrumen Spektrofotometer UV-Vis pada Gambar 3. yaitu :

1. Sumber sinar

Berfungsi sebagai sumber cahaya yang tampak, biasanya digunakan lampu kawat wolfram (tungsten filamen lamp). Persyaratan dari sumber sinar dalam UV-Vis adalah :

- a) Harus mempunyai intensitas yang tinggi
- b) Harus memancarkan cahaya yang kontinu
- c) Harus stabil, intensitas harus tetap selama waktu yang diperlukan.

2. Monokromator

Digunakan untuk penyeleksi panjang gelombang, yaitu memecah cahaya yang berasal dari sumber sinar polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Jenis monokromator yang saat ini banyak digunakan yaitu :

- a) *Grating*, cahaya akan berubah menjadi spektrum cahaya

- b) Filter optik, berupa lensa berwarna sehingga cahaya yang diteruskan sesuai dengan warna lensanya yang dikenai cahaya.

3. Kuvet

Larutan yang akan di analisis ditempatkan pada suatu tempat yang disebut kuvet. Kuvet dapat terbuat dari kaca, plastik dan ada juga kuvet dari kuarsa yang terbuat dari silika yang diolah (fused silica) memiliki kualitas yang lebih baik untuk sinar ultraviolet. Kuvet umumnya berbentuk persegi dengan lebar 1cm dan ada juga yang berbentuk silinder.

4. Detektor

Berfungsi untuk menangkap cahaya yang telah melewati sampel dan mengubahnya menjadi signal listrik.

5. Recorder

Berfungsi untuk mencatat hasil pengukuran yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor.

Detektor dan sumber cahaya yang paling umum digunakan pada spektrofotometri UV-Vis dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Detektor dan sumber cahaya yang paling umum digunakan dalam spektrofotometri UV-Vis

Detektor	Kepekaan	Sumber radiasi	Rentang emisi
Tabung pengganda foto	<190-850 nm	Lampu filamen Tungsten	320-3200 nm
Fotodiode silikon	200-1100 nm	Deuterium	185-400 nm
Silicon charge-coupled perangkat (CCD)	200-1100 nm	Lampu busur xenon	270-1000 nm

(Picollo et al., 2019)

BAB V PENUTUP

G. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai studi kompleks assosiasi Pb(II) menggunakan KI dan *methylene blue* dapat diambil kesimpulan yaitu kondisi optimum kompleks assosaisi Pb(II) menggunakan KI dan *methylene blue* terjadi pada waktu 2 jam, konsentrasi iodida 0,4 M dengan pH 3 dan konsentrasi *methylene blue* 0,0012 %.

H. Saran

Penelitian ini dapat diaplikasikan menggunakan sampel bahan alam yang mengandung logam timbal seperti limbah industri dan menganalisa kadar Pb(II) didalam perairan menggunakan metoda ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, R., & Husaini, H. (2017). Buku Logam Berat Sekitar Manusia. Lambung Mangkurat University Press.
- Agustina, T. (2014). Kontaminasi Logam Berat Pada Makanan Dan Dampaknya Pada Kesehatan. *Teknobuga*, 1(1), 53–65.
- Ajang, L., Yusuf, B., & Panggabean, A. S. (2015). Penentuan Kadar Ion Pb^{2+} (Timbal) dalam Rambut Karyawan Bengkel Di Kota Samarinda. *Jurnal Kimia Mulawarman*, 12(2), 50.
- ATSDR. (2015). *Lead Toxicity Case Studies in Environmental Medicine*. Atlanta: U.S Department of Health and Human Service.
- ATSDR. (2020). *Toxicological Profile for Lead*. Atlanta: U.S Department of Health and Human Service.
- Badan POM. (2010). Mengenal Logam Beracun. *Badan Pengawas Obat Dan Makanan (BPOM) RI*, 2–4.
- Dwiasi, D. W., Setyaningtyas, T., & Riyani, K. (2018). Penurunan Kadar Metilen Biru Dalam Limbah Batik Sokaraja Decrease Level of Methylene Blue In Sokaraja Liquid Waste Using Fe_2O_3 - H_2O_2 - UV System. *Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan*, 13(1), 78–86.
- Endrinaldi. (2010). Logam-logam Berat Pencemar Lingkungan dan Efek Terhadap Manusia. *Studi Literatur*, 4 No. 1, 42–46.
- Fu, F., & Wang, Q. (2011). Removal of heavy metal ions from wastewaters: A review. *Journal of Environmental Management*, 92(3), 407–418.
- Gusnita, D. (2012). Pencemaran logam berat timbal (pb) di udara dan upaya penghapusan bensin bertimbal. *Berita Dirgantara*, 13(3), 95–101.
- Han, R., Wang, Y., Zou, W., Wang, Y., & Shi, J. (2007). Comparison of linear and nonlinear analysis in estimating the Thomas model parameters for methylene blue adsorption onto natural zeolite in fixed-bed column. *Journal of Hazardous Materials*, 145(1–2), 331–335.
- Hosseini, M. S., & Hashemi-Moghaddam, H. (2005). Flotation-spectrophotometric determination of $Ag(I)$ at the 10^{-7} mol L⁻¹ level using iodide and ferroin as an ion-associate. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 26(10), 1529–1532.
- Huda, T., & Yulitaningtyas, T. K. (2018). Kajian Adsorpsi Methylene Blue Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang. *IJCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis)*, 1(01), 9–19.
- Ikhsan, F., Herayati, H., Abdullah, S., & Rukmayadi, Y. (2020). Eksplorasi bakteri penyerap logam Pb dari air Sungai Ciujung. *Teknika: Jurnal Sains Dan Teknologi*, 16(2), 261.
- Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1406/MENKES/SK/XI/2002 Tentang Standar Pemeriksaan Kadar Timah