

**EKSTRAK BUNGA *IXORA COCCINEA* DILAPISI KAPAS
PENTUL – SENSOR YANG SANGAT SELEKTIF DAN
RAMAH LINGKUNGAN UNTUK MENDETEKSI ION Pb(II)**

TUGAS AKHIR TERJEMAHAN ARTIKEL JURNAL ILMIAH

Oleh :

DESI SERUNI

NIM. 140702040

**Mahasiswa Fakultas Sains dan Teknologi
Program Studi Teknik Lingkungan**



**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY
BANDA ACEH
2020 M/1441 H**

LEMBAR PERSETUJUAN

EKSTRAK BUNGA *IXORA COCCINEA* DILAPISI KAPAS PENTUL – SENSOR YANG SANGAT SELEKTIF DAN RAMAH LINGKUNGAN UNTUK MENDETEKSI ION Pb (II)

. TUGAS AKHIR TERJEMAHAN ARTIKEL JURNAL ILMIAH

Sesuai dengan Keputusan Rektor Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh
Nomor 14 tahun 2020 tentang Pedoman Pelaksanaan Penyelesaian Tugas Akhir
Mahasiswa Strata satu (S-1) Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh
pada Masa Tanggap Darurat *Coronavirus Disease 2019* (Covid-19)

Diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh

Sebagai Beban Studi Memperoleh Gelar Sarjana dalam Prodi Teknik Lingkungan

Oleh:

DESI SERUNI

NIM. 140702040

Mahasiswa Fakultas Sains dan Teknologi
Program Studi Teknik Lingkungan

Disetujui Oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II



Husnawati Yahya, M.Sc.
NIDN. 2009118301



Dr. Eng. Nur Aida, M.Si.
NIDN. 2016067801

LEMBAR PENGESAHAN

**EKSTRAK BUNGA *IXORA COCCINEA* DILAPISI KAPAS PENTUL - SENSOR
YANG SANGAT SELEKTIF DAN RAMAH LINGKUNGAN UNTUK
MENDETEKSI ION PB (II)**

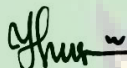
TUGAS AKHIR TERJEMAHAN ARTIKEL JURNAL ILMIAH

**Telah Diuji oleh Panitia Ujian Munaqasyah Tugas Akhir
Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry dan dinyatakan Lulus
Serta Diterima Sebagai Salah Satu Beban Studi Program Sarjana (S-1)
Dalam Ilmu Teknik Lingkungan**

Pada hari/tanggal: Sabtu, 18 Agustus 2020
28 Dzulhijjah 1441 H

Panitia Ujian Munaqasyah Tugas Akhir Terjemahan Artikel Jurnal Ilmiah

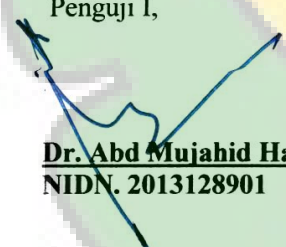
Ketua,


Husnawati Yahya, M.Sc.
NIDN. 2009118301

Sekretaris,


Dr. Eng. Nur Aida, M.Si.
NIDN. 2016067801

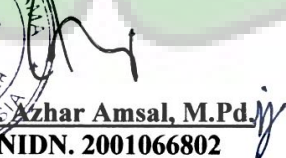
Penguji I,


Dr. Abd Mujahid Hamdan, M.Sc
NIDN. 2013128901

Penguji II,


Mulyadi Abdul Wahid, M.Sc
NIDN. 2015118002

**Mengetahui,
Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh**



Dr. Azhar Amsal, M.Pd.
NIDN. 2001066802

**LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN PENERJEMAHAN ARTIKEL
JURNAL ILMIAH**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Desi Seruni
NIM : 140702040
Program Studi : Teknik Lingkungan
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Artikel : *Ixora coccinea Floral Extract Coated Ear Buds - Highly Selective and Ecofriendly for The Detection of Pb(II) Ions*
Judul Terjemahan : Ekstrak Bunga *Ixora coccinea* Dilapisi Kapas Pentul-Sensor yang Sangat Selektif dan Ramah Lingkungan untuk Mendeteksi Ion Pb(II)

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam penulisan Terjemahan Artikel Jurnal Ilmiah ini, saya:

1. Mengerjakan sendiri karya ini dan mampu bertanggung jawab atas karya ini;
2. Karya tulis ini adalah asli dan belum pernah diajukan untuk mendapatkan gelar akademik apapun, baik di Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh maupun di perguruan tinggi lainnya;
3. Karya tulis ini adalah merupakan gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan Dosen Pembimbing;
4. Tidak melakukan plagiasi terhadap naskah karya orang lain;
5. Tidak menggunakan karya orang lain tanpa menyebutkan sumber asli atau tanpa izin pemilik karya; dan
6. Tidak memanipulasi dan memalsukan data.

Bila di kemudian hari ada tuntutan dari pihak lain atas karya saya, dan telah melalui pembuktian yang dapat dipertanggungjawabkan dan ternyata memang ditemukan bukti bahwa saya telah melanggar pernyataan ini, maka saya siap dikenai sanksi berdasarkan aturan yang berlaku di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Banda Aceh, 18 Agustus 2020

Yang Menyatakan,



Desi Seruni

KATA PENGANTAR



Dengan mengucapkan Alhamdulillah segala puji dan syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah Swt., karena berkat rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir pengganti Skripsi yaitu menerjemah *Journal of Environmental Chemical Engineering* dengan judul Artikel Ilmiah “*Ixora Coccinea floral extract coated ear buds – Highly selective and ecofriendly sensor for the detection of Pb(II) ions*”. Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh Gelar Sarjana pada Program Studi Strata-1 Teknik Lingkungan, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini, penulis mengalami kendala karena pandemi Virus Corona atau Covid-19. Namun, berdasarkan keputusan Rektor UIN Ar-Raniry No. 14 Tahun 2020 tentang pedoman pelaksanaan penyelesaian Tugas Akhir mahasiswa Strata satu (S-1) Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh pada masa tanggap darurat Covid-19. Maka penulis mengambil pilihan untuk menerjemahkan Artikel Ilmiah.

Dalam penyelesaian Tugas Akhir ini penulis menerima banyak sekali bantuan, dukungan, kritik, saran dan doa, sehingga Tugas Akhir ini berhasil diselesaikan. Oleh karena itu, dengan penuh kerendahan hati, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr Azhar Amsal M.Pd selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi.
2. Ibu Dr. Eng. Nur Aida, M.Si. Selaku Ketua Program Studi Teknik Lingkungan.
3. Ibu Yeggi Darnas, S.T. M.T. selaku Sekretaris Program Studi Teknik Lingkungan, yang senantiasa memberikan ilmu dan arahan kepada penulis.
4. Ibu Husnawati Yahya, M.Sc. selaku Dosen Pembimbing, yang telah berkenan memberikan tambahan ilmu serta solusi pada setiap kesulitan dalam penulisan Tugas Akhir.

5. Seluruh Dosen Prodi Teknik Lingkungan yang telah memberikan dan membagi ilmunya kepada penulis.
6. Ucapan terimakasih yang teristimewa kepada kedua orang tua yang sangat saya cintai, karena berkat do'a, dukungan dan pengorbanan keduanya lah penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry, ucapan terimakasih juga kepada saudara sekandung kakak, abang tercinta dan kedua adik yang saya sayangi yang telah banyak memberikan motivasi untuk menjadi lebih baik di masa yang akan datang.
7. Harisoeddin, yang telah memberikan semangat serta motivasi dan selalu mendoakan yang terbaik dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
8. Teman-teman seperjuangan leting 2014 di Teknik Lingkungan yang selalu memberikan dorongan semangat serta motivasi.
9. Ruhul Seroja, Geubrina Rizki, Cut Nadya, Cut Julianti, wanita terakhir leting 2014 di prodi Teknik Lingkungan yang selalu membantu, masuk bareng, telat keluar juga bareng.
10. Teman-teman Majelis Dayah Syifaul Qulub Banda Aceh yang telah memberikan do'a dan semangat.
11. Ummi Syarifah Rugayyah Shahab, Ustadzah Syarifah Atika Al-Madihiy serta teman-teman majlis Al Hidayat Banda Aceh yang telah memberikan do'a dan semangat.

Akhir kata penulis berharap Allah Swt. Membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan limpahan berkah dan rahmat-Nya. Semoga penulisan ini bermanfaat untuk pengembangan keilmuan dan pengetahuan di masa depan.

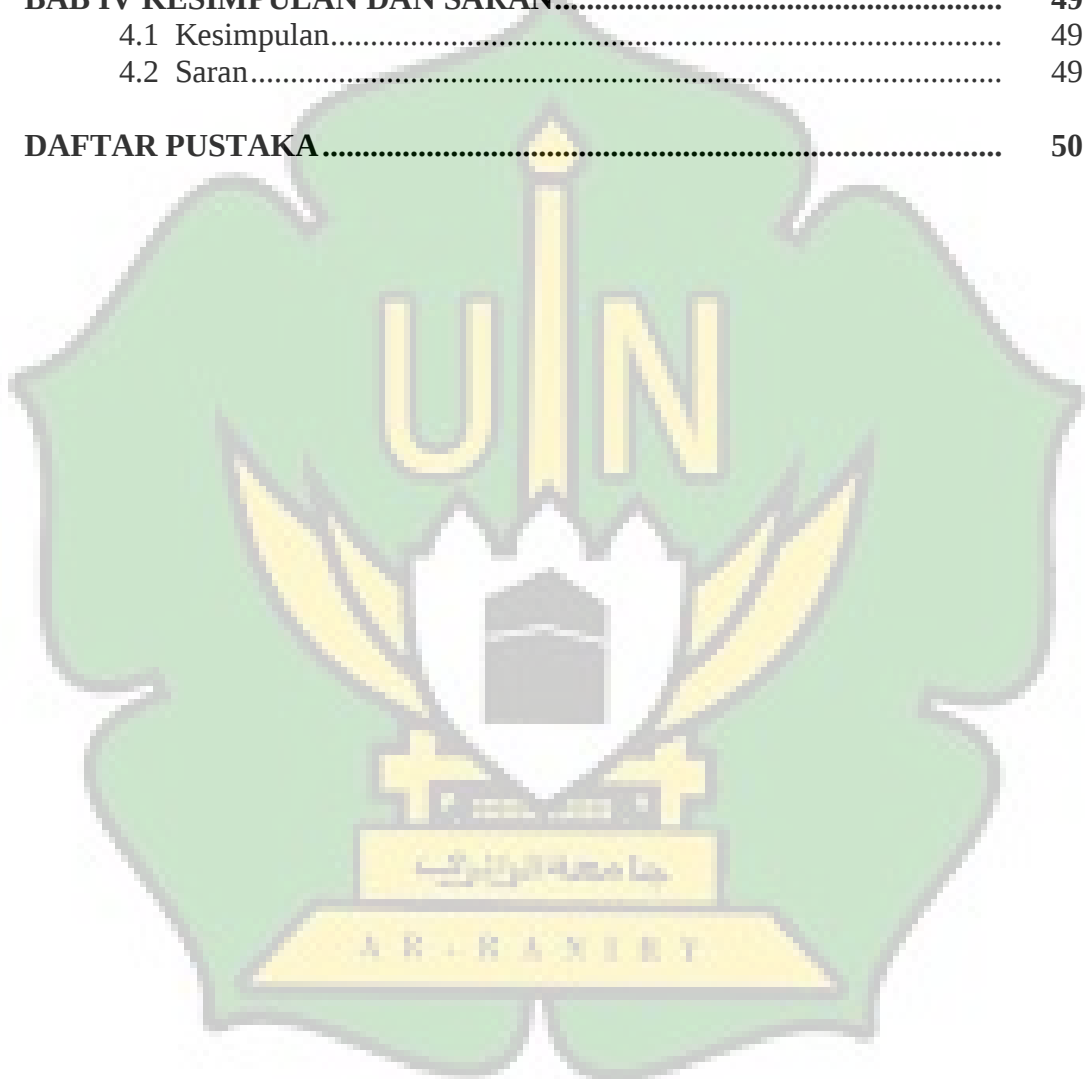
Banda Aceh, 18 Agustus 2020
Penulis,

Desi Seruni

DAFTAR ISI

LEMBARAN PERSETUJUAN	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL	viii
BAB I ARTIKEL ASLI	1
1.1 <i>Introduction</i>	2
1.2 <i>Materials and Methods</i>	4
1.2.1 <i>Methods</i>	4
1.2.2 <i>Experimental</i>	5
1.3 <i>Results and Discussion</i>	6
1.3.1 <i>Visual Detection of Heavy Metals</i>	6
1.3.2 <i>Effect of pH on The Visual Detection</i>	8
1.3.3 <i>Determination of Minimum Detection Limit</i>	9
1.3.4 <i>Influence of Anion</i>	10
1.3.5 <i>Effect of Foreign Cations</i>	11
1.3.6 <i>Mechanistic Insight Behind The Selective Colouration with Pb(II)</i>	12
1.3.7 <i>Detection of Pb(II) in an Industrial Effluent</i>	18
1.4 <i>Conclusion</i>	18
1.5 <i>References</i>	19
BAB II TERJEMAHAN ARTIKEL	25
2.1 <i>Pendahuluan</i>	26
2.2 <i>Bahan dan Metode</i>	28
2.2.1 <i>Metode</i>	28
2.2.2 <i>Percobaan</i>	29
2.3 <i>Hasil dan Pembahasan</i>	30
2.3.1 <i>Deteksi Lgam Berat dengan Kasat Mata</i>	30
2.3.2 <i>Pengaruh pH pada Deteksi Secara Kasat Mata</i>	32
2.3.3 <i>Penentuan Batas Deteksi Minimum</i>	33
2.3.4 <i>Pengaruh Anion</i>	34
2.3.5 <i>Pengaruh Kation Asing</i>	35
2.3.6 <i>Pandangan Mekanistik Dibalik Pewarnaan Selektif dengan Pb(II)</i>	36
2.3.7 <i>Deteksi Pb (II) pada Limbah Industri</i>	42
2.4 <i>Kesimpulan</i>	43

BAB III PEMBAHASAN	44
3.1 Data Jurnal.....	44
3.2 <i>State of The Art</i>	46
3.3 Kelebihan/Keunggulan dari Penelitian.....	47
3.4 Kelemahan/Keterbatasan dari Penelitian	48
3.5 Dampak Penelitian	48
BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
4.1 Kesimpulan.....	49
4.2 Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....	50



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kemungkinan fragmen 7,3', 4'-trimethoxyquercetin dan yang sesuai dengan nilai-nilai m/z	39
Tabel 3.1	Identitas Jurnal Ilmiah.....	44
Tabel 3.2	Identitas Artikel Ilmiah	44
Tabel 3.3	Klasifikasi Bunga Asoka (<i>Ixora coccinea</i>)	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	Pewarnaan pencampuran dari ekstrak bunga dengan logam berat	31
Gambar 2	Spektrum UV-vis ion logam dengan ekstrak bunga ([Pb(II)] = 10 ppm, [M ⁿ⁺]=100 ppm)	31
Gambar 3	Kapas pentul dilapisi ekstrak bunga setelah dicelupkan kedalam semua larutan ion logam, ([Pb(II)]=10 ppm, [M ⁿ⁺ = 100 ppm]).....	32
Gambar 4	Pengaruh pH untuk pewarnaan Pb(II) dengan ekstrak	33
Gambar 5	Pewarna Pb(II) (a) dengan ekstrak bunga (b) dengan kapas pentul dilapisi ekstrak bunga, ([Pb(II)] = 10 ppm, 1 ppm, 0,4 ppm, 0,3 ppm).....	34
Gambar 6	Spektrum UV-Vis untuk larutan Pb(II) dengan konsentrasi berbeda dengan abstrak.....	34
Gambar 7	Pengaruh anion terhadap pewarna Pb(II) dengan ekstrak bunga, ([Pb(II)] = 10 ppm).....	35
Gambar 8	Pengaruh kation lain pada deteksi kasat mata Pb(II), ([Pb(II)]= 10 ppm,)	36
Gambar 9	Spektrum UV-Vis campuran ekstrak Pb(II) dengan berbagai kondisi yang ada,([Pb(II)] = 10 ppm)	36
Gambar 10	Struktur kimia 7,3,4'-trimethoxyquercetin	37
Gambar 11	Spektrum massa ekstrak bunga etanol, (a) sebelum menambahkan Pb (II) dan (b) setelah menambahkan Pb(II)	38
Gambar 12	Struktur diusulkan untuk pembentukan kompleks pengkelat	39
Gambar 13	Pewarnaan <i>quercetin</i> dengan berbagai logam.....	40
Gambar 14	Spektrum UV-Vis ekstrak bunga sebelum dan sesudah menambahkan Pb(II), ([Pb(II)] = 10 ppm).....	41
Gambar 15	Spektrum UV-Vis ion logam dengan <i>quercetin</i>	42
Gambar 16	Deteksi Pb(II) pada limbah industri menggunakan (a) ekstrak dan (b) kapas pentul berlapis ekstrak	43

BAB I

ARTIKEL ASLI

***Ixora coccinea* Floral Extract Coated Ear Buds – Highly Selective and Ecofriendly Sensor for The Detection of Pb(II) Ions**

Gopika Gokulan, Durgadevi Nagarajan, Swarnalatha Venkatanarasimhan, and
Asha Sathish

Department of Sciences, Amrita School of Engineering, Coimbatore, Amrita Vishwa
Vidyapeetham, India

ABSTRACT

The process of identifying the presence of heavy metals in water is crucial in industries causing heavy metal pollution so that apt treatment processes can be followed. Visual detection serves as an effective qualitative detection method, in which a particular metal can be selectively identified by colour changes. For the first time, a highly selective visual detection procedure of Pb(II) in water is reported using a floral extract. The flowers of *Ixora coccinea* have been chosen for our study because of its easy availability and non-toxicity. Nine different metals such as Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) and Cr(VI) were investigated using ethanolic extract of the flower under basic condition. Among the nine different metals, the floral extract responded positively only for Pb(II). The extract was coated on top of common ear buds and observed for colour change just by dipping it in metal ion solutions. Coating on the ear buds enhanced the ease through which we could recognize the presence of Pb(II) just by “dip and look” procedure. The interference from co-existing cations and anions with the detection method was investigated. The detection limit using the suggested method was found to be 0.4 ppm. The UV and GC–MS results prove that the selective colouration is due to the complex formation of flavonols in the extract with Pb(II). The proposed method also answered positively while tested for an industrial effluent containing 4 ppm Pb(II) ion. Thus, a novel receptor based on a natural extract has been developed and verified for sensing Pb(II) ions using easy-to-use tool like ear buds, which can be viable by small scale industries from developing countries.

1.1. Introduction

The remarkable progress in today's modern industrialization processes has continued being one of the key factors of the rapidly accelerating environmental pollution reported globally. Heavy metals, a prevalent class of water pollutants, can be defined as metals possessing relatively high density in comparison with water [1]. Some examples for heavy metals include lead(II), mercury(II), cadmium(II), chromium(III), uranium(III), etc. Their widespread applications in multiple areas industrially and domestically, have been central for their extensive distribution in the ecosystem.

Lead is one among the several potentially toxic and industrially significant heavy metals. These harmful lead ions are emitted to the environment from industries such as lead battery industries, electroplating industries, paint industries, folk medicines and tanneries [2]. Exposure to Pb(II) at concentrations exceeding its permissible limit 0.05 mg/L in water leads to serious health effects such as neurological, cardiovascular, kidney and liver malfunctions [2–4].

Detecting heavy metals such as atomic absorption spectrometry (AAS) [5,6], electrochemical sensing [7,8], fluorescent sensing [9,10] and inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) [11,12]. These analytical techniques are quite sensitive and accurate, yet have few limitations to be implemented in a real time environment. They demand expensive instruments, qualified personnel and maintenance. Moreover, their lack of portability and maneuverability make them ideal only for off-site analysis. Hence, the development of simple, economical, quick and selective analytical methods for detecting heavy metals is highly imperative. In this context, colorimetric sensing or visual detection emerges as an alternate technique which overcomes these drawbacks by being compact and suitable for on-site application. In this method, the mere addition of a colouring agent under certain analysis conditions will lead to a drastic colour change, provided a target metal ion is present in a test sample. Recent research studies have proven the competency of the visual detection method for sensing various heavy metals with high selectivity. Few examples are given here. Cellulose filter paper based silver nanoparticles have been used for the sensing of mercury

and ammonia in aqueous solution [13] and graphene oxide - silver nanocomposite is used for the visual detection of Hg(II) ions [14]. Sadollahkhani et al. reported disposable paper sensor based on ZnO@ZnS core shell nanoparticles for the colorimetric detection of Cu²⁺ ions [15]. In another study, Punica Granatum functionalized gold and silver nanoparticles are used for the detection of Cu²⁺ ions [16]. Similarly, development of a paper based analytical device by making use of Au NPs and thymine-Hg(II)-thymine is reported for the colorimetric sensing of Hg(II) ions [17].

Likewise, for the selective visual detection of Pb(II) ions, the usage of Au Nanoparticles decorated with specific functional groups such as DNAzyme, dithiocarbamate-modified 4'-aminobenzo-18-crown-6, gallic acid, maleic acid and calixarene functionalization, etc have been reported previously [18–22]. Apart from Au nanoparticles, organic molecules such as curcumin loaded cellulose acetate nanofibers, pyromellitic dianhydride, 4-dodecyl-6-((4-(hexyloxy)phenyl)diazanyl) benzene-1,3-diol loaded mesoporous silica, Nitrogen-doped carbon dots, etc [3,23–25] have also been utilized by researchers for the visual detection of Pb(II) in a water sample.

Apart from this, very few works have been reported so far which makes use of natural extract for the visual detection of heavy metal ions. Porrawatkul et al. reported the naked-eye detection of Cu²⁺ and Al³⁺ using Hibiscus Rosa-Sinensis Linn flower Extract [26]. Cyanidin extracted from red cabbage is used for the naked-eye detection of Cu(II), Pb(II), Al(III) and Fe(III) [27].

In this work, we aimed and attempted to develop a visual detection aid to sense Pb(II) ions in water using the natural extract obtained from flowers. Choosing floral extract as a colouring agent adds the advantage of being easy, inexpensive and eco-friendly. In this study, we established a highly selective detection of Pb(II) in water by using the floral extract obtained from the *Ixora coccinea* flower. Later, the extract has been coated onto ear buds as well and used in visual detection of Pb(II) ions, thus asserting the suitability of the developed method for on-site analysis. Presumably, it is for the first time, a natural extract has been used and reported for the detection method.

1.2 Materials and Methods

The developed flowers of *I.coccinea* were collected from the Herbal garden, Amrita Vishwa Vidyapeetham, Tamilnadu, India. All the heavy metal salts viz. $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, HgSO_4 , FeSO_4 , FeCl_3 , ZnSO_4 , PbSO_4 , PbCl_2 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ and $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ chemicals were of analytical grade and were purchased from SD Fine Chemicals and Sigma Aldrich. Quercetin was purchased from SD Fine Chemicals. Absolute ethanol was used for solvent extraction. All the chemicals procured were utilized as such without any further purification. Deionized water collected from AQUOION TBD 100 deionizer unit was used throughout studies.

1.2.1. Methods

All the UV studies were done in a wavelength range between 200 and 700 nm using JASCO V-750 UV-vis spectrophotometer with a resolution of 0.1 nm and a scan speed of 200 nm/min. GC-MS analysis of the ethanolic extract of the flower before and after Pb(II) addition was performed using a Thermo GC-Trace Ultra Version 5.0 system interfaced with Thermo MS DSQ II negative ion mass spectrometer. DB-35 capillary standard column (30m X0.25mm inner diameter with 0.25 μm film thickness) was used. The scan range was from m/z 50 to 650. Helium was used as a carrier gas at a flow rate of 1 mL/min. The oven temperature was raised from 70 °C to 260 °C at 6 °C/min. The identification of the compounds was done based on the NIST Library. Samples for GC-MS analysis were prepared by evaporating ethanol from the ethanolic extract using a rotary evaporator. The same procedure was followed for sampling the floral extract after the addition of Pb(II) ions. Agilent 240AA flame atomic absorption spectrometer (FAAS) was used to determine the concentration of Pb(II) present in an industrial water sample. The instrument made use of a hollow cathode lamp with the lamp current of 5 mA. Air and acetylene were fed at a flow rate of 13.5 L/min and 2 L/min, respectively, at a wavelength of 283 nm.

1.2.2. Experimental

1. Extraction of Floral Extract from *Ixora coccinea* Flower

The dark red petals of *I. coccinea* flowers were plucked, collected in a 250 mL beaker and washed repeatedly with deionized water to remove dirt and other soluble impurities. The petals were then allowed to dry at room temperature for 1 h. About 5 g of fresh floral petals was weighed and crushed with the help of a mortar and pestle. To 5 g of the crushed petals, 100 mL of absolute ethanol was added and the mixture was stirred for 2 h at room temperature. We crushed the floral petals to render better extraction of soluble compounds by creating more interactions between petals and solvent. The extract was then filtered via Whatman filter paper No. 41 and the extract collected were preserved in a refrigerator.

2. Metal Detection Studies

Aqueous solutions of nine different heavy metal cations viz. Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) and Cr(VI) were selected for carrying out metal detection studies. Metal solutions of the concentration of 100 ppm and 10 ppm were prepared and used for detection studies. The lower limit of detection (LOD) for the proposed visual sensing method was determined by adding Pb(II) solutions of various concentrations viz. 0.3 ppm, 0.4 ppm, 1 ppm and 10 ppm to the floral extract of constant volume. An alkaline medium was maintained by the addition of sodium hydroxide to all the solutions.

In order to investigate the detection of Pb(II) in a competitive environment, the colour change with Pb(II) solution was observed in the presence of aqueous solutions containing foreign cations viz. Zn(II), Cu(II), Hg(II), Ni(II) and Fe(II) ions. The visual detection for all the combinations of these foreign metal cations with Pb(II) was carried out in an alkaline medium. All the experiments described above were duplicated to establish repeatability for the proposed method.

As proof for the real time application of the visual sensing method, an industrial wastewater sample was gathered from a lead-acid battery industry, India. By following the procedures aforementioned, presence of Pb(II) ions in the

industrial sample using the floral extract was tested. Pb(II) ions present in the sample was also quantified through FAAS technique.

1.3. Results and Discussion

1.3.1. Visual Detection of Heavy Metals

The efficiency of the floral extract as a visual sensor for Pb(II) was evaluated by examining its colour change with solutions of various heavy metal ions such as Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) and Cr(VI). In this trial, to 2 mL of the floral extract, an aqueous sodium hydroxide solution was added and then only a small fraction (2 mL) from the standard metal solutions was added to achieve a pH of 10. **Fig. 1** shows the photograph representing the interaction of the chosen heavy metals with the floral extract. Amongst the nine heavy metal ions considered, it was only with Pb(II) ions, we observed a prominent colour change from pale green to very bright orange. On the contrary, the other solutions turned brown in colour, irrespective of the nature of the heavy metal ions. A vial having blank solution, i.e. a mixture of floral extract with sodium hydroxide also has been added in the photograph, for comparison.

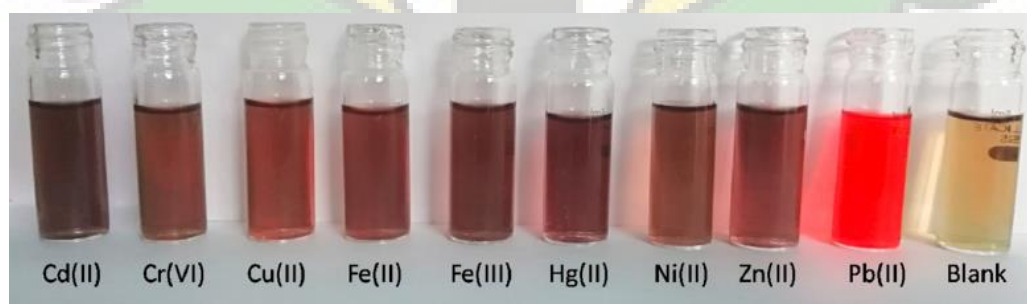


Fig. 1. Colouration developed by mixing floral extract with various metal ions. ([Pb(II)] = 10 ppm, $[M^{n+}] = 100$ ppm).

The unique colour change observed with Pb(II) ions as against the other odd eight metal ions was subsequently analysed by UV–vis spectroscopic method. UV spectra for all the nine metal ion solutions with floral extract in the presence of a base have been presented in **Fig. 2**. There was a common peak seen in the range 270–278 nm for all the heavy metals including Pb(II), which was in the UV region

of the spectrum. Nonetheless, the Pb(II) solution exhibited an additional UV peak at 509 nm, which was absent in the UV spectra of all the other heavy metals. Only with the Pb(II) ion, we could see an absorption peak appearing in the visible region of the spectrum, which substantiated for the colouration for Pb(II) with high selectivity.

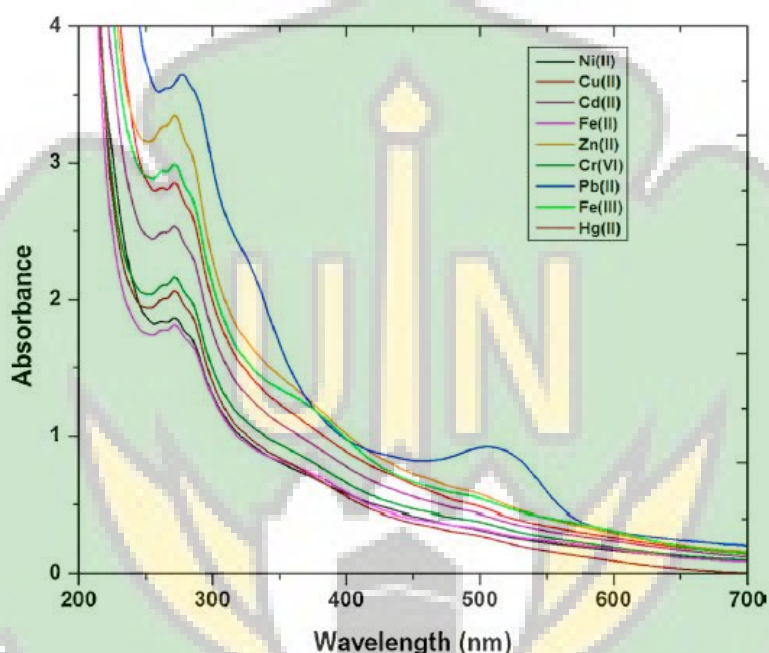


Fig. 2 UV-vis spectra of metal ions flower extract. ($[Pb(II)] = 10 \text{ ppm}$, $[M^{n+}] = 100 \text{ ppm}$).

With the aim of developing an easy-to-store and easy-to-use heavy metal sensor, the procedure explained earlier was slightly modified. In lieu of using the ethanolic extract in the solution form by taking in vials, the floral extract had been initially coated on the cotton available in ear buds. The ear buds were dried in the air and dipped into an aqueous sodium hydroxide solution followed by dipping into heavy metal solutions. **Fig. 3** depicts the selective colour change for Pb(II) using floral extract coated ear buds. The photograph indicates that the bright colour change occurred only in the case of Pb(II). The other heavy metals did not show such colour change which was in agreement with the previous observance. These trials show a lot of promise for extending the proposed convenient visual detection to an instantaneous in-situ detection of a Pb(II) infected water sample.

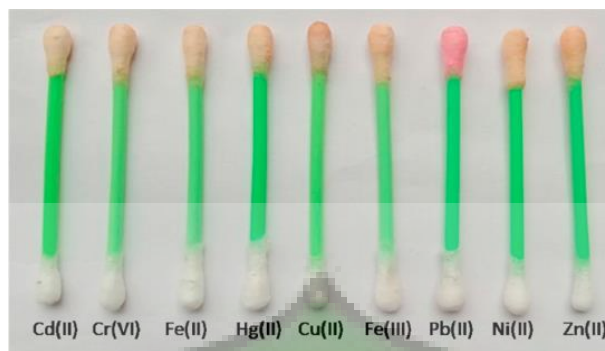


Fig. 3. Floral extract coated ear buds after dipping into all the metal ion solutions. ([Pb(II)] = 10 ppm, $[M^{n+}] = 100$ ppm).

1.3.2. Effect of pH on The Visual Detection

While we carried out the preliminary studies for the detection, the tests were done at three different pH viz. acidic (3.5), near neutral (6.5) and basic (10). For near neutral pH, the extract prepared earlier was used as such. From the preliminary results obtained, we inferred that in acidic and neutral pH, only a light colouration seemed to appear. However, a selective radical colour change with Pb(II) was observed at alkaline pH. The sequence adopted for the detection study was the addition of the alkali solution to the extract followed by the addition of heavy metal solutions. Adding an aqueous NaOH solution caused deprotonation of the quercetin derivative (Explained in section 3.6) and therefore to the alkaline extract only heavy metal solutions were added. Hence, a solution pH of 10 was inevitably maintained in all the detection experiments.

To our surprise, when added to the extract with an alkaline pH, the metal solutions did not yield any metal hydroxide precipitate (**Fig. 1**). An earlier study involving the complex formation of quercetin with Ni(II) and Zn(II) at a higher pH of 10 also has not reported the formation of any solid precipitate and a solid product has been obtained only after evaporating off the solvent [28]. Similar synthetic procedure was adopted for the synthesis of cobalt-quercetin complex [29]. The role of alkali to deprotonate the ligand might hinder the formation of metal hydroxide precipitation. Even if there was any metal hydroxide formation, it had not been strong enough to influence our observation. **Fig. 4** demonstrates the effect of pH on the coloration of Pb(II) with the floral extract.



Fig. 4. Effect of pH for the coloration of Pb(II) with extract.

1.3.3. Determination of Minimum Detection Limit

The minimum detection limit using the floral extract was determined by replicating the detection studies with Pb(II) solutions of concentrations of 0.3 ppm, 0.4 ppm, 1 ppm and 10 ppm. From **Fig. 5a**, one can see that the colour change of the extract with Pb(II) can be visually detected up to a concentration of 0.4 ppm. Even for a slightly lower concentration than 0.4 ppm (0.3 ppm), we could not notice the colour difference. At lower concentrations of Pb(II), the pale greenish brown colour (extract+NaOH) dominated and hence the bright orange colouration was not visible. The experiments were performed on the floral extract coated ear buds as well [**Fig. 5b**]. With ear buds also, only until 0.4 ppm of Pb(II), the colour transformation was obvious. So, the result asserts the application of the extract as a naked eye sensor for Pb(II), even when present in very small concentration such as 0.4 ppm.

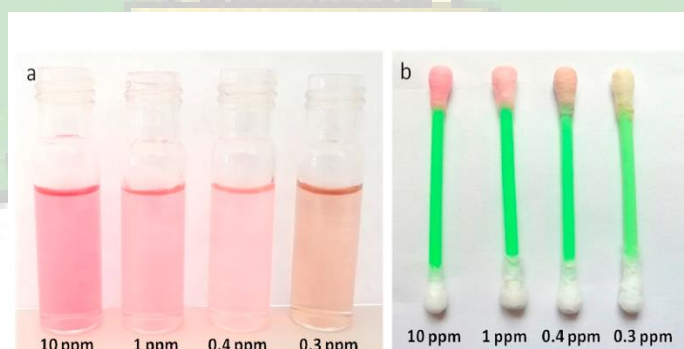


Fig. 5. Coloration of Pb(II) (a) with flower extract and (b) with floral extract coated ear buds. ([Pb(II)] = 10 ppm, $[M^{n+}] = 100$ ppm]).

The absorption spectra for different concentrations of Pb(II) solutions are shown in **Fig. 6**. As expected, a regular reduction in the absorbance was noticed

with decreasing Pb(II) concentrations. For 0.3 ppm, there was a huge fall in absorbance due to which the peak at 509 nm had become almost invisible and there was also a marked shift in the ~ 270 nm peak.

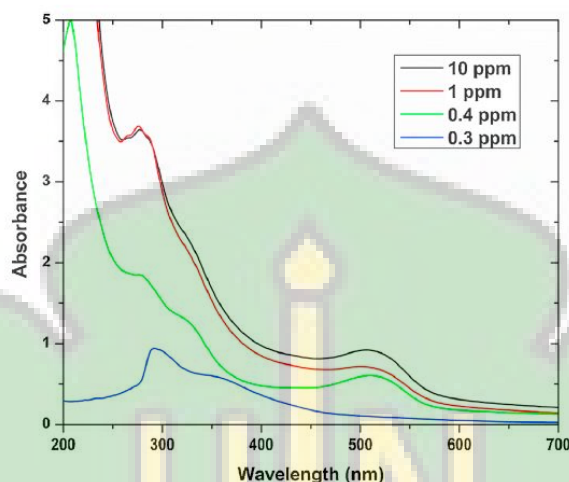


Fig. 6. UV-vis spectra for Pb(II) solutions of different concentrations with extract.

1.3.4. Influence of Anions

Repeating the experiments using different salts of Pb(II) with anions like sulphate, chloride, nitrate and acetate. Barring lead acetate, all other solutions turned bright orange in colour (**Fig. 7**). With lead acetate, the flavonols present in the extract formed copious off-white precipitate, in consonance with the classical lead acetate test conducted in phytochemistry, for identifying flavonols [30,31]. This experiment attests for the presence of flavonols in the floral extract, and also connotes that solutions containing the acetate ions may not be used for visual detection using this extract.

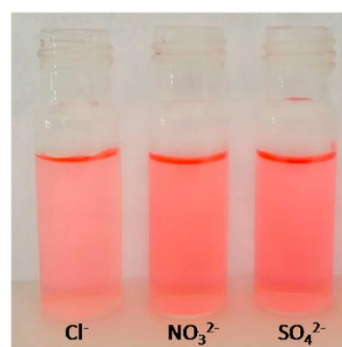


Fig.7. Influence of anions on the coloration of Pb(II) with flower extract. ([Pb(II)] = 10 ppm).

1.3.5. Effect of Foreign Cations

Intervention from foreign metal cations during the visual detection of Pb(II) was investigated in the presence of Zn(II), Cu(II), Hg(II), Ni(II) and Fe(II) ions. For this study, it was ensured that the concentration of competing ions with Pb(II) was in excess by tenfold. Even then, without any perplexity, the colour conversion to orange was seen pertaining to the colour obtained originally with only Pb(II) ion. We could understand that the brown colour formed with all these metal cations was dominated by bright orange. The UV spectra for all the metal cations together with Pb(II) are presented in **Fig. 8**. In addition to the common peak at 270 nm, the characteristic peak obtained for Pb(II)-extract at 509 nm was present in each spectrum given in **Fig. 9**. This UV data provides conclusive evidence that other metal could be tolerated even when present in the solution by 10 times in excess.

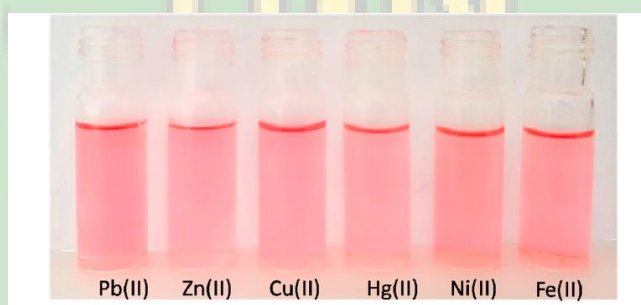


Fig. 8. Effect of other cations on the visual detection of Pb(II). ([Pb(II)] = 10 ppm).

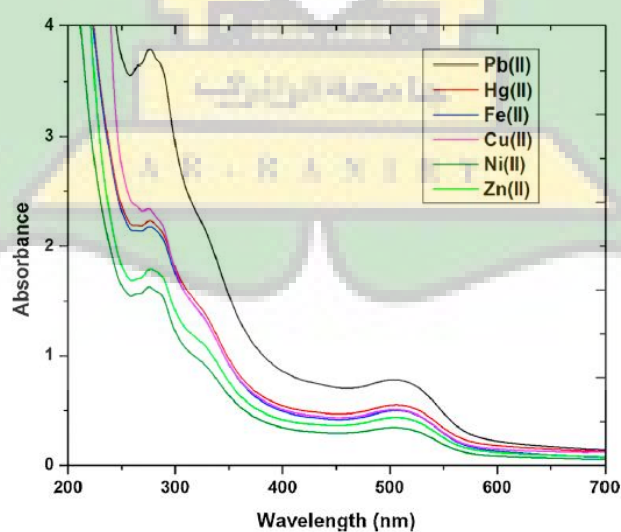


Fig. 9. UV-vis spectra of Pb(II)-extract mixture with various co-existing cations. ([Pb(II)] = 10 ppm, $[M^{n+}] = 100$ ppm]).

1.3.6. Mechanistic Insight Behind The Selective Colouration with Pb(II)

The feasible mechanism behind the highly selective detection of Pb (II) with the *I. coccinea* floral extract was analysed by UV–vis and GC–MS studies. It is well-known from previous extensive phytochemical studies that there are plenty of flavonoids and anthocyanins widely present in natural product extracts [32,33]. GC–MS data revealed the presence of >50 compounds in the extract including terpenes, esters, flavonols, etc [34,35]. GC–MS results obtained did not show the presence of anthocyanins, which was in good agreement with the literature data corresponding to alcoholic extract compounds of the same flower [36–38].

The history behind the multiple components present in the extract towards metal complex formation was explored. Recently, curcumin based Pb(II) detection was reported in which complex formation was denoted as the reason for the colour change [3]. So the probability of binding of any phytochemical from the extract with Pb(II) was explored. There were so many esters and terpenes present which had less possibility for forming complexes with metals. From the positive results obtained in preliminary screening tests done for flavonols, the identity of the flavonols was retrieved from the GC–MS results.

Among the compounds present in the extract, flavonols are identified to be good chelators since they are polyphenolic compounds. Trimethoxyquercetin and lucenin-2 were the two flavonols identified to be present in the extract. Between these two flavonols, numerous research papers are available for quercetin based metal complexes. Metal complexes with lucenin-2 rarely exist as per literature. Contrarily, the ability of quercetin to form metal complexes is well studied, especially the anti-oxidant and antibacterial activity of quercetin has been extensively reported with chelating metal ions [39–41]. Hence, we focused on the interaction of trimethoxyquercetin (**Fig. 10**) with Pb(II).

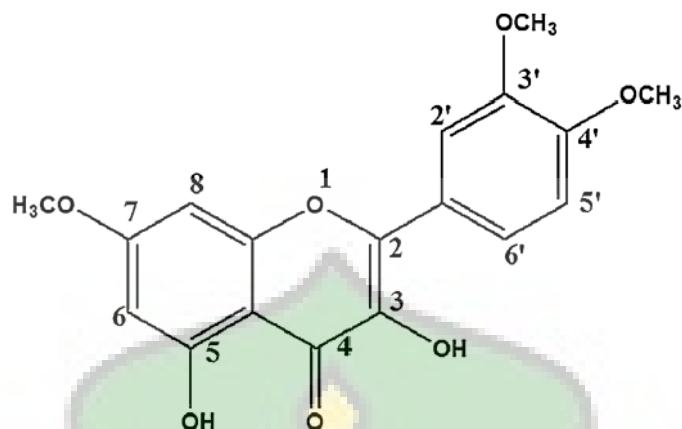


Fig. 10. Chemical structure of 7,3',4'-trimethoxyquercetin.

GC–MS data of the extract before and after the addition of Pb(II) were analysed. The mass spectrum of pure ethanolic extract eluted at the retention time of 12.25 min indicated the presence of a quercetin derivative i.e. 7,3',4'-trimethoxyquercetin [**Fig. 11a**]. The mass spectrum after the addition of Pb(II) with a retention time of 12.27 min is also provided in **Fig. 11b**.

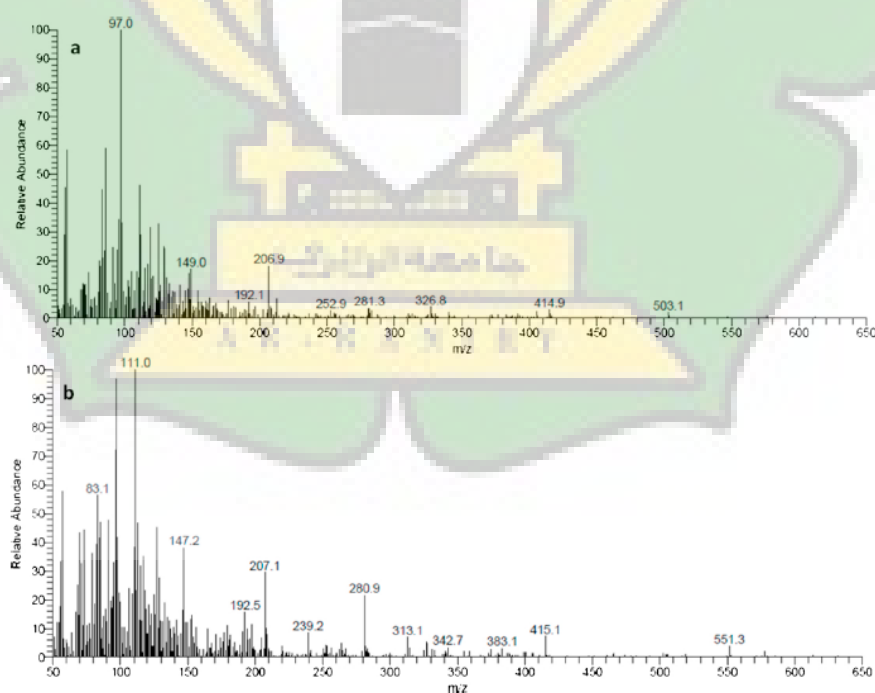


Fig. 11. Mass spectrum of the ethanolic flower extract **a.** before adding Pb(II) and **b.** after adding Pb(II).

The $[M-H]^-$ peak corresponding to trimethoxyquercetin appeared at m/z 343.08, which could be seen in both the GC–MS spectra. The main difference between the two spectra was the appearance of new peak at m/z of 551. In the complex MS spectrum of the extract, such relatively strong peak at m/z 551 was not observed. Only after the addition of Pb(II), the m/z 551 peak was spotted. The signal corresponds to the newly formed Pb-trimethoxyquercetin complex. The m/z value indicated the formation of the complex $[Pb(Q)]^+$ in which the molar ratio of Pb^{2+} to trimethoxyquercetin was 1. A literature study on the complex formation of Pb^{2+} with quercetin shows that 1:1 complex is predominant over 1:2 and 2:1 species [42]. From the structure given in **Fig. 10**, we could realize that trimethoxyquercetin could form 1:1 and 1:2 complexes with Pb^{2+} . But from the data obtained from the mass spectrum, we could only confirm the presence of 1:1 Pb^{2+} -trimethoxyquercetin complex (**Fig. 12**).

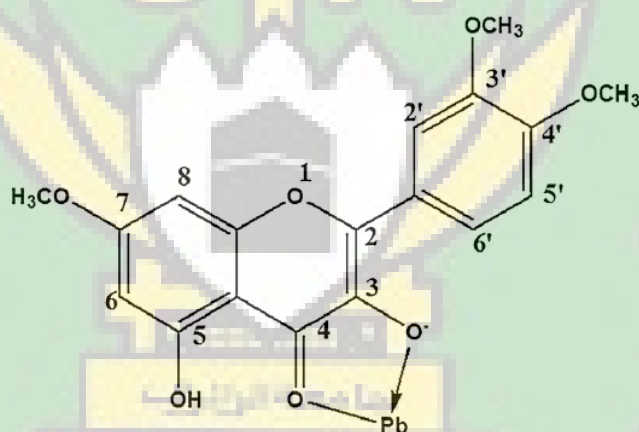
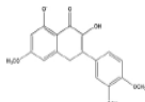
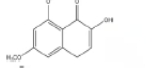
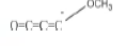


Fig. 12. Structure proposed for the formation of chelating complex.

In the complex mass spectrum, the fragments along with their m/z values are tabulated and given in **Table 1**. The other fragmentation patterns below 343 Da were similar in both the spectra. The fragments common in both the spectra confirmed the presence of free and complexed forms of quercetin before and after adding Pb(II), respectively. Thus, a selective orange coloured complex formed with Pb(II) in contrast to the brown coloured complexes formed with other heavy metals employed is confirmed.

Table 1. Possible fragments of 7,3',4'-trimethoxyquercetin and the corresponding m/z values.

S.No	Possible Fragments	m/z [M-H] ⁻	S.No	Possible Fragments	m/z [M-H] ⁻
1		343	5		107
2		207	6		83
3		137	7		77
4		111			

To validate our previous claim that a coloured complex is formed between trimethoxyquercetin and Pb(II) (**Fig. 12**), we redid the detection experiments with pure trimethoxyquercetin instead of our floralextract. But the trimethoxy derivative was commercially unavailable, and so we used pure quercetin instead of its trimethoxy derivative. **Fig. 13** shows the camera shot of standard quercetin solution with all the nine metal ion solutions including Pb(II). In alkaline medium, Pb(II) alone developed a bright orange colour with quercetin whereas the other cations exhibited pale yellow/pale green colouration. From the literature, it is learnt that quercetin produces pale yellow coloured complexes with other metal ions, which we experience in our studies too. Previous studies reported the complex formation with several metal ions at neutral medium, [43] whereas here the experimental condition is made alkaline. In particular, Cornard et al. has reported metal complex formation between quercetin and Pb(II) ions which was of pale yellow colour [42]. Here again, addition of a base was not done. Zhou et al. carried out complex preparation of six different metals with quercetin in presence of ethoxide base, in which dark yellow precipitate was formed only for Pb(II) [44]. The other metal ions formed only pale coloured precipitates which matched well with our results. Similarly, the importance of having an alkaline medium is also understood, as the deprotonation at the 3-OH position gives an intense colouration [44].



Fig. 13. Coloration of quercetin with various metals.

The UV-vis spectra of the floral extract before and after the addition of Pb(II) are given in **Fig. 14**. The strong absorption peaks at 278 nm and 330 nm were corresponded to the well-known benzoyl band (Band II) and cinnamoyl band (Band I) of flavonols, respectively [45]. Surprisingly, there was only a very broad band in the visible region of the spectrum, which might be because of very low contents coloured phytochemicals. Upon the addition of Pb(II), the intensity of the very sharp benzoyl band significantly diminished with a slight blue shift whereas the cinnamoyl band almost disappeared. It suggests the selective involvement of 3-OH and 4-carbonyl oxygen of quercetin in complexing with Pb(II) ion which was specified in the past paragraph. Interestingly, we noticed a new peak at 509 nm, which was absent in the floral extract. This 509 nm peak might be the reason for the bright colouration with Pb(II). From **Fig. 2**, it is again corroborated that the new peak appeared in the visible region only in the case of Pb(II), not in other metals.

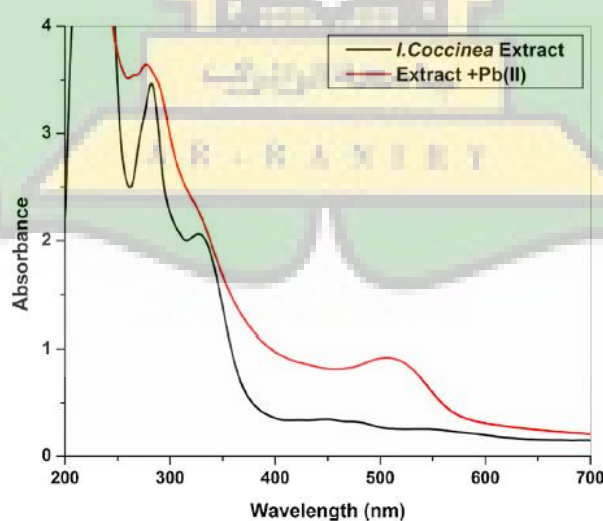


Fig. 14. UV-vis spectra of floral extract before and after adding Pb(II). ([Pb(II)] = 10 ppm).

The electronic spectra for all the metal ions with quercetin are compared in **Fig. 15**. The 256 nm (cinnamoyl band) peak has undergone red shift for all the metals suggesting the binding of cinnamoyl-OH with Pb(II). Except for Cr(VI), the other metals produced a weak signal at 372 nm (band II), showing the possible interaction of benzoyl-OH also with metal ions. The peak near 320 nm represents the presence of oxidized quercetin in alkaline medium [46]. However, such peak was not present in the absorption spectrum of the *I. coccinea* extract with Pb(II) indicating there was no oxidized product.

The wavelength maxima obtained for quercetin were different from those reported for the extract as anticipated. Since the number and nature of the coordination sites in the extract and quercetin are not similar, the absorption spectra had different λ_{max} . Yet, a striking similarity was noticed in the UV-vis spectral results. Among all the metal ions, a new peak around 470 nm appeared only with Pb(II). A peak at visible region observed for Pb(II) was reasonable for the selective colour development with Pb(II). Results obtained from this experiment provide concrete evidence for the highly selective interaction of the quercetin derivative present in the floral extract with Pb(II) amidst numerous other phytochemicals available in the extract.

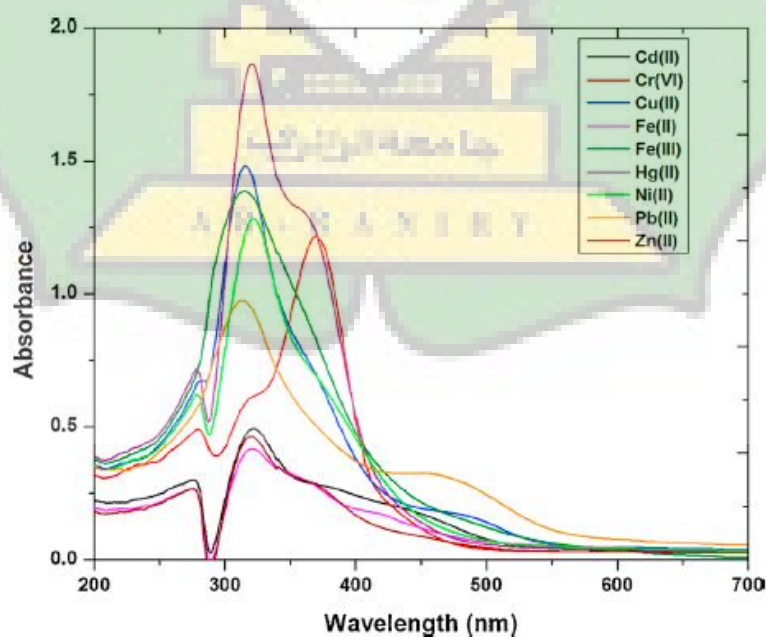


Fig. 15. UV-vis spectra of the metal ions with quercetin



Fig. 16. Detection of Pb(II) on industrial effluent using (a) extract and (b) extract coated ear bud.

1.3.7. Detection of Pb(II) in an Industrial Effluent

To authenticate the expediency of the developed method for convenient on site applications, an industrial effluent collected from a lead acid battery production unit was tested. The concentration of Pb(II) in the sample water collected was quantified by FAAS technique. From FAAS analysis, the concentration of Pb(II) was estimated to be 4.06 ppm. Then the effluent containing such a low quantity of lead was mixed along with floral extract at alkaline condition. The solution turned bright orange instantly as was previously achieved with the standard solutions prepared. It is interesting to note that other anions and cations available in the effluent did not influence the colour change. **Fig. 16** shows the coloration of the industrial effluent with floral extract and ear bud coated with extract. As opposed to the popular techniques followed industrially for trace elemental analysis viz. ICP-MS, ICP-OES and AAS, this visual detection technique would be more convenient, simple, cost-effective and instantaneous. After confirming the presence of Pb(II) in a given water sample, its further quantitation can be made using the above-listed methods.

1.4. Conclusion

In this work, the potentiality of *Ixora coccinea* floral extract as a visual sensor for Pb(II) ion was investigated in detail. From experimental studies, it is evident that among nine heavy metals used, the floral extract of *Ixora coccinea* is capable

of exhibiting a colour change selectively for only Pb(II). The study using different concentrations for Pb(II) solutions revealed that the minimum detection limit was 0.4 ppm. The effect of co-existence of other cations proportionately 10 times higher was also shown to not affect the selective detection. Influence by anions and ionic strength was also demonstrated. UV–vis spectral studies confirmed that Pb(II) extract complex alone absorbs light at visible range whereas the other metal ions absorb light in the UV region. The mechanism of the selective colouration was described using UV–vis and GC–MS analysis. The detection method was also examined for its on-site application by extending the test to an industrial effluent. To conclude, a highly selective, simple, rapid, cost-effective and environmentally safe visual detection method is proposed for Pb(II) using floral extract coated ear buds.

Acknowledgment

The corresponding author thanks DST-SYST (SEED) for granting fund to carry out the research work.

1.5. References

- [1] S. Bakırdere, T. Yaroğlu, N. Tırık, M. Demiröz, A.K. Fidan, O. Marulda, A. Karaca, Determination of As, Cd, and Pb in tap water and bottled water samples by using optimized GFAAS system with Pd -Mg and Ni as matrix modifiers, *J. Spectrosc. (Hindawi)* (2013) (2013) 1–7.
- [2] T.A. Saleh, V.K. Gupta, Column with CNT / magnesium oxide composite for lead (II) removal from water, *Environ. Sci. Pollut Res.* 19 (2012) 1224–1228.
- [3] S. Raj, D. Ravi, Curcumin based biocompatible nanofibers for lead ion detection, *Sens. Actuators B. Chem.* 226 (2016) 318–325.
- [4] P.R. Sharma, A. Chattopadhyay, C. Zhan, S.K. Sharma, L. Geng, B.S. Hsiao, Lead removal from water using carboxycellulose nanofibers prepared by nitro-oxidation method, *Cellulose* 25 (2018) 1961–1973.
- [5] A.R. Ipeaiyeda, A.R. Ayoade, Flame atomic absorption spectrometric determination of heavy metals in aqueous solution and surface water preceded

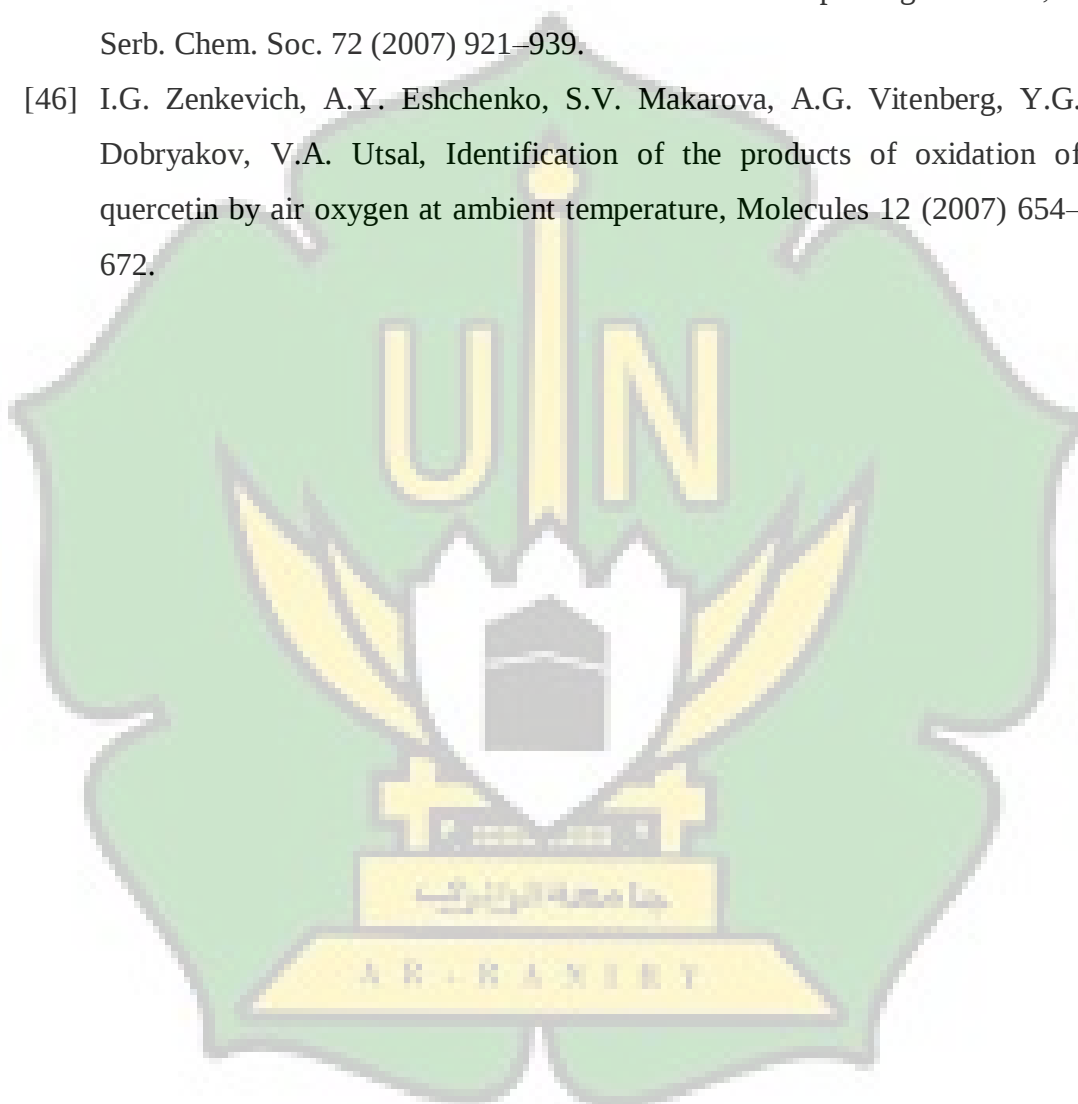
- by co-precipitation procedure with copper(II) 8-hydroxyquinoline, *Appl. Water Sci.* 7 (2017) 4449–4459.
- [6] K. Supong, P. Usapein, Reliable determination of copper complex ions in synthetic wastewater using flame atomic absorption spectrophotometry, *Water Sci. Technol.* 79 (2019) 833–841.
- [7] J. Hwang, X. Wang, S. Jung, Y. Son, W.H. Lee, H.J. Cho, Enhanced electrochemical detection of multi-heavy metal ions using a biopolymer-coated planar carbon electrode, 2018 IEEE Sensors Applications Symposium, (2018), pp. 1–6.
- [8] S. Li, C. Zhang, S. Wang, Q. Liu, H. Feng, X. Ma, J. Guo, Electrochemical microfluidics techniques for heavy metal ion detection, *Analyst* 143 (2018) 4230–4246.
- [9] L. Silva-De Hoyos, V. Sanchez-Mendieta, M. Camacho-Lopez, J. Trujillo-Reyes, R. Vilchis-Nestor, Plasmonic and fluorescent sensors of metal ions in water based on biogenic gold nanoparticles, *Arab. J. Chem.* (2018) 1–11.
- [10] N.D. Acha, C. Elosua, J.M. Corres, F.J. Arregui, Fluorescent sensors for the detection of heavy metal ions in aqueous media, *Sensors* 19 (2019) 1–34.
- [11] S. Hosseinzadegan, W. Nischkauer, K. Bica, A. Limbeck, FI-ICP-OES determination of Pb in drinking water after pre-concentration using magnetic nanoparticles coated with ionic liquid, *Microchem. J.* 146 (2019) 339–344.
- [12] T.R. Penha, J.R. Almeida, R.M. Sousa, E.V.R. Castro, M.T.W. Carneiro, G.P. Brandao, Multielement analysis of crude oil produced water by ICP OES after acid digestion assisted by microwave, *J. Anal. At. Spectrom.* 30 (2015) 1154–1160.
- [13] M. Ismail, M.I. Khan, K. Akhtar, J. Seo, M.A. Khan, A.M. Asiri, S.B. Khan, Phytosynthesis of silver nanoparticles; naked eye cellulose filter paper dual mechanism sensor for mercury ions and ammonia in aqueous solution, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 30 (2019) 7367–7383.
- [14] A.M. Noor, P. Rameshkumar, N.M. Huang, L.S. Wei, Visual and spectrophotometric determination of mercury(II) using silver nanoparticles modified with graphene oxide, *Microchim. Acta.* 183 (2016) 597–603.

- [15] A. Sadollahkhani, A. Hatamie, O. Nur, M. Willander, B. Zargar, I. Kazeminezhad, Colorimetric disposable paper coated with ZnO@ZnS core-shell nanoparticles for detection of copper ions in aqueous solutions, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 6 (2014) 17694–17701.
- [16] G. Barman, K. Bankura, Colorimetric assays for detection of Cu²⁺ ion using punica granatum functionalized gold and silver nanoparticles, *Int. J. Nanomater. Chem.* 2 (2016) 75–81.
- [17] G.H. Chen, W.Y. Chen, Y.C. Yen, C.W. Wang, H.T. Chang, C.F. Chen, Detection of mercury(II) ions using colorimetric gold nanoparticles on paper-based analytical devices, *Anal. Chem.* 86 (2014) 6843–6849.
- [18] Y. Huang, Y. Ma, Y. Chen, X. Wu, L. Fang, Z. Zhu, C.J. Yang, Target-Responsive DNAzyme cross-linked hydrogel for visual quantitative detection of lead, *Anal. Chem.* 86 (2014) 11434–11439.
- [19] V. Mehta, J.N. Solanki, S.K. Kailasa, Selective visual detection of Pb (II) ion via gold nanoparticles coated with a dithiocarbamate-modified 4'-aminobenzo-18-crown-6, *Microchim. Acta* 181 (2014) 1905–1915.
- [20] K. Yoosaf, B.I. Ipe, C.H. Suresh, K.G. Thomas, In situ synthesis of metal nanoparticles and selective naked-eye detection of lead ions from aqueous media, *J. Phys. Chem. C* 111 (2007) 12839–12847.
- [21] N. Ratnarathorn, O. Chailapakul, W. Dungchai, Highly sensitive colorimetric detection of lead using maleic acid functionalized gold nanoparticles, *Talanta* 132 (2015) 613–618.
- [22] R. Gunupuru, D. Maity, G.R. Bhadu, A. Chakraborty, D.N. Srivastava, P. Paul, Colorimetric detection of Cu²⁺ and Pb²⁺ ions using calix [4] arene functionalized gold nanoparticles, *J. Chem. Sci.* 126 (2014) 627–635.
- [23] Y. Li, Y. Wen, L. Wang, J. He, S.S. Al-Deyab, M. El-Newehy, J. Yu, B. Ding, Simultaneous visual detection and removal of lead(II) ions with pyromellitic dianhydride- grafted cellulose nanofibrous membranes, *J. Mater. Chem. A Mater. Energy Sustain.* 3 (2015) 18180–18189.

- [24] M.R. Awual, M.M. Hasan, Novel conjugate adsorbent for visual detection and removal of toxic lead(II) ions from water, *Microporous Mesoporous Mater.* 196 (2014) 261–269.
- [25] R. Choudhary, S. Patra, R. Madhuri, P.K. Sharma, Equipment-free, single-step, rapid, “on-site” kit for visual detection of lead ions in soil, water, bacteria, live cells, and solid fruits using fluorescent cube-shaped nitrogen-doped carbon dots, *ACS Sustain. Chem. Eng.* 4 (2016) 5606–5617.
- [26] P. Porrawatkul, R. Pimsen, A. Kuyyogsuy, P. Nuengmatcha, Simple and selective naked-eye detection of Cu²⁺ and Al³⁺ using hibiscus rosa-sinensis linn flower extract, *Orient. J. Chem.* 34 (2018) 188–195.
- [27] W. Khaodee, W. Aeungmaitrepirom, T. Tuntulani, Effectively simultaneous nakedeyedetection of Cu(II), Pb(II), Al(III) and Fe(III) using cyanidin extracted from red cabbage as chelating agent, *Spectrochim. Acta - Part A Mol. Biomol. Spectrosc.* 126 (2014) 98–104.
- [28] M. Kalinowska, G. Świdorski, M. Matejczyk, W. Lewandowski, Spectroscopic, thermogravimetric and biological studies of Na(I), Ni(II) and Zn(II) complexes of quercetin, *J. Therm. Anal. Calorim.* 126 (2016) 141–148.
- [29] S. Birjees Bukhari, S. Memon, M. Mahroof Tahir, M.I. Bhanger, Synthesis, characterization and investigation of antioxidant activity of cobalt-quercetin complex, *J. Mol. Struct.* 892 (2008) 39–46.
- [30] V. Cs, V. Vilash, K. Nm, Comparative preliminary phytochemical analysis of ethanolic extracts of leaves of *Olea dioica* Roxb., infected with the rust fungus *Zaghouania oleae* (E.J. Butler) Cummins and non-infected plants, *J. Pharmacogn. Phytochem.* 3 (2014) 69–72.
- [31] Y.B. Ji, X. Ru, M. Yu, S.W. Wang, L. Lu, A.N. Qiao, A.Z. Guo, Extraction and determination of total flavonoids in jujube by alcohol extraction, *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* 100 (2017).
- [32] J.B. Harborne, C.A. Williams, Anthocyanins and other flavonoids, *Nat. Prod. Rep.* 18 (2001) 310–333.

- [33] J. Serrano-Díaz, A.M. Sánchez, L. Maggi, M. Martínez-Tomé, L. García-Diz, M.A. Murcia, G.L. Alonso, Increasing the applications of *Crocus sativus* flowers as natural antioxidants, *J. Food Sci.* 77 (2012).
- [34] B. Gopalkrishnan, R. Chiranjeev, Pharmacognostical study of *ixora coccinea* flower, *Pharmacogn. J.* 10 (2018) 1042–1046.
- [35] S. Dontha, H. Kamurthy, B. Mantripragada, Phytochemical and pharmacological profile of *Ixora*: a review, *Int. J. Pharm. Sci. Res.* 6 (2015) 567–584.
- [36] V. Prabhu, K.V. Devi, M.K. Priya, GC-MS analysis of bioactive compounds present in the petroleum ether, chloroform and methanol extract of *ixora coccinea*'s flower and in-vitro cytotoxic activity of methanolic extract against DLA and EAC cancer cell lines, *Int. J. Res. Anal. Rev.* 5 (2018) 801–807.
- [37] H. Sumathy, J. Sangeetha, K. Vijayalakshmi, Chromatographic fingerprint analysis of *ixora coccinea* methanolic flower extract, *Int. J. Pharm. Sci. Drug Res.* 3 (2011) 327–330.
- [38] A. Elumalai, C. Eswaraiah, Y. Venkatesh, B. Shiva, C. Narendar, Phytochemical and pharmacological profile of *Ixora*: a review, *Int. J. Pharm. Life Sci.* 3 (2012) 1563–1567.
- [39] J. Anacona, Metal complexes of the flavonoid quercetin : antibacterial properties, *Transit. Met. Chem.* 26 (2011) 20–23.
- [40] R. Ravichandran, M. Rajendran, D. Devapiriam, Antioxidant study of quercetin and their metal complex and determination of stability constant by spectrophotometry method, *Food Chem.* 146 (2014) 472–478.
- [41] V.A. Kostyuk, A.I. Potapovich, E.N. Vladykovskaya, L.G. Korkina, I.B.A. Afanas, Influence of metal ions on flavonoid protection against asbestos-induced cell injury, *Arch. Biochem. Biophys.* 385 (2001) 129–137.
- [42] J.P. Cornard, L. Dangleterre, C. Lapouge, Computational and spectroscopic characterization of the molecular and electronic structure of the Pb (II) - Quercetin complex, *J. Phys. Chem. A* 109 (2005) 10044–10051.
- [43] J.P. Cornard, J.C. Merlin, Spectroscopic and structural study of complexes of quercetin with Al (III), *J. Inorg. Biochem.* 92 (2002) 19–27.

- [44] J. Zhou, L. Wang, J. Wang, N. Tang, Antioxidative and anti-tumour activities of solid quercetin metal (II) complexes, *Transit. Met. Chem.* 26 (2001) 57–63.
- [45] D. Malesev, K. Vesna, Investigation of metal – flavonoid chelates and the determination of flavonoids via metal – flavonoid complexing reactions, *J. Serb. Chem. Soc.* 72 (2007) 921–939.
- [46] I.G. Zenkevich, A.Y. Eshchenko, S.V. Makarova, A.G. Vitenberg, Y.G. Dobryakov, V.A. Utsal, Identification of the products of oxidation of quercetin by air oxygen at ambient temperature, *Molecules* 12 (2007) 654–672.



BAB II

TERJEMAHAN ARTIKEL

Ekstrak Bunga *Ixora coccinea* Dilapisi Kapas Pentul – Sensor yang Sangat Selektif dan Ramah Lingkungan untuk Mendeteksi Ion Pb(II)

Gopika Gokulan, Durgadevi Nagarajan, Swarnalatha Venkatanarasimhan, dan
Asha Sathish

Departemen Ilmu Pengetahuan, Sekolah Teknik Amrita, Coimbatore, Amrita Vishwa
Vidyapeetham, India

ABSTRAK

Proses pengenalan adanya logam berat di dalam air sangat penting dalam perindustrian yang menjadi penyebab pencemaran logam berat sehingga proses pengolahan yang tepat harus diketahui. Penemuan yang terlihat berfungsi sebagai metode penemuan kualitatif yang efektif, di mana logam tertentu dapat diidentifikasi secara selektif dengan perubahan warna. Untuk pertama kalinya, cara kerja deteksi secara kasat mata yang sangat selektif untuk mendeteksi ion Pb(II) pada air limbah diketahui bisa menggunakan ekstrak bunga. Pada penelitian ini bunga *Ixora coccinea* (asoka) dipilih karena mudah di dapat dan tidak beracun. Sembilan jenis logam yang berbeda seperti Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II), dan Cr(VI) yang diteliti menggunakan ekstrak etanol dari bunga dalam kondisi dasar. Di antara Sembilan logam yang berbeda, ekstrak bunga yang merespon secara positif yaitu hanya pada Pb(II). Ekstrak bunga dilapisi di atas kapas pentul dan diamati perubahan warnanya dengan hanya mencelupkan kapas pentul tersebut ke dalam larutan ion logam. Celupan ekstrak bunga asoka pada kapas pentul memberikan kemudahan, dimana peneliti dapat mengenali keberadaan Pb(II) hanya dengan prosedur “celupkan dan lihat”. Gangguan dari kation dan anion yang bersamaan dengan metode deteksi telah diteliti. Batas deteksi menggunakan metode yang disarankan yaitu 0,4 ppm. Hasil UV dan GC-MS membuktikan bahwa, pewarnaan selektif disebabkan oleh pembentukan kompleks flavonol dalam ekstrak dengan Pb(II). Metode yang diusulkan juga terjawab saat dilakukan pengujian pada limbah industri yang mengandung ion Pb(II) yaitu 4 ppm. Dengan

demikian, sebuah teknologi baru berdasarkan manfaat ekstrak alami dari bunga asoka telah dikembangkan dan dibuktikan untuk menemukan ion Pb(II) pada limbah industri, menggunakan alat yang mudah digunakan seperti kapas pentul, yang dapat digunakan pada skala industri kecil di negara berkembang.

Kata kunci: *Ixora coccinea*, ekstrak bunga, deteksi kasat mata, kapas pentul dan Ion Pb(II).

2.1 Pendahuluan

Perkembangan yang luar biasa dalam bidang industrialisasi modern saat ini terus menjadi salah satu faktor penyebab terjadinya pencemaran lingkungan yang diketahui secara luas. Logam berat, kelas polutan air yang umum, didefinisikan sebagai logam yang memiliki kepadatan yang relatif tinggi dibandingkan dengan air. Beberapa contoh untuk logam berat yaitu timbal(II), merkuri(II), kadmium(II), kromium(III), uranium(III), dan lain-lain. Penggunaan logam berat tersebar luas di berbagai area industri dan domestik, yang telah menjadi pusat penyaluran pencemaran air yang luas di ekosistem.

Timbal adalah salah satu dari beberapa logam berat yang berpotensi beracun dalam bidang industri. Ion timbal berbahaya ini dibuang ke lingkungan yang diperoleh dari industri seperti industri baterai, industri pelapisan listrik, industri cat, obat-obatan tradisional dan penyamakan kulit. Paparan Pb(II) pada konsentrasi yang melebihi batas yang diizinkan 0,05 mg/ L dalam air dapat menyebabkan efek kesehatan yang serius seperti neurologis, malfungsi kardiovaskular, ginjal dan hati.

Sampai saat ini, banyak teknologi yang telah disarankan untuk menganalisa logam berat seperti menggunakan teknologi spektrometri serapan atom (SSA), penemuan elektrokimia, penginderaan *fluorescent* dan spektrometri emisi optik plasma yang digabungkan secara induktif (ICP-OES). Teknik analitik ini cukup sensitif dan akurat, namun memiliki sedikit keterbatasan untuk diterapkan dalam lingkungan nyata. Mereka menginginkan peralatan mahal yang mempunyai kemampuan baus dan terpelihara. Selain itu, kurangnya daya angkut dan daya gerak membuat mereka hanya fokus menganalisis diluar lokasi. Oleh karena itu, pengembangan metode analisis yang sederhana, ekonomis, cepat dan selektif untuk

mendeteksi logam berat menjadi sangat penting. Dalam konteks ini, penemuan kolorimetri atau deteksi visual muncul sebagai teknik alternatif yang mengatasi kekurangan ini karena padat dan cocok untuk diaplikasikan di tempat. Pada metode ini, penambahan zat pewarna di bawah kondisi analisis tertentu akan menyebabkan perubahan warna yang drastis, asalkan target ion logam ada pada uji sampel. Penelitian terbaru telah membutuhkan kompetensi dari metode deteksi kasat mata untuk menemukan jenis-jenis logam berat dengan selektivitas yang tinggi. Beberapa contoh seperti Nanopartikel perak berbasis kertas saring selulosa telah dicoba untuk penemuan merkuri dan amonia dalam larutan air dan *graphene oxide* – *silver nanocomposite* digunakan untuk deteksi dengan kasat mata dari ion Hg(II) . Sadollahkhani et al. mengatakan bahwa sensor kertas sekali pakai berdasarkan struktur inti-shell nanopartikel ZnO@ZnS untuk deteksi kolorimetri ion Cu^{2+} . Pada penelitian lainnya, *Punica Granatum* atau buah delima berfungsi untuk mendeteksi ion Cu^{2+} . Demikian pula, pengembangan perangkat analisis fungsi nanopartikel emas dan perak digunakan untuk mengetahui ion Cu^{2+} , berbasis kertas dengan memanfaatkan Au NPs dan timin- Hg(II) -timin diketahui untuk penemuan kolorimetri ion Hg(II) .

Demikian juga, untuk ion Pb(II) , penggunaan dari Au nanopartikel dengan gugus fungsi tertentu seperti DNAzyme, modifikasi *dithiocarbamate* 4'-*aminibenzo-18-crown-6*, fungsi asam galat, asam maleat dan kaliksarena, dan lain-lain yang telah diketahui sebelumnya. Selain itu, nanopartikel molekul organik Au, molekul organik dari nanofiber selulosa asetat yang mengandung *kurkumin*, *dianhidrida*, *pyromellitic,4-dodecyl-6-((4hexyloxy)phenyl)dianzenly)benzene-1,3diol* mengandung silica mesopori, karbon yang diolah titik Nitrogen, dan lain-lain juga telah digunakan para peneliti dalam menganalisis dengan kasat mata untuk deteksi ion Pb(II) pada air.

Selain itu, sejauh ini sangat sedikit penelitian tentang memanfaatkan ekstrak alami untuk deteksi dengan kasat mata ion logam berat. Porrawatkul dkk, mengatakan bahwa penemuan Cu^{2+} dan Al^{3+} dengan kasat mata bisa menggunakan ekstrak bunga *Hibiscus Rosa-Sinensis Linn*. Sianidin diekstrak dari kubis merah digunakan untuk menganalisa Cu(II) , Pb(II) , Al(III) dan Fe(III) dengan kasat mata.

Pada penelitian ini, kami bertujuan dan berusaha untuk mengembangkan sebuah alat bantu menganalisa dengan kasat mata untuk menemukan Pb(II) dalam air menggunakan ekstrak alami yang diperoleh dari bunga asoka. Memilih ekstrak bunga sebagai pewarna menambahkan keuntungan karena mudah, tidak mahal, dan ramah lingkungan. Pada penelitian ini, kami membuat sebuah analisa Pb(II) yang sangat selektif di dalam air dengan menggunakan ekstrak bunga yang diperoleh dari bunga asoka. Kemudian, kapas pentul dicelupkan pada ekstrak bunga untuk deteksi dengan kasat mata ion Pb(II), ini untuk pertama kalinya, sebuah ekstrak alami digunakan untuk penelitian.

2.2 Bahan dan Metode

Bunga asoka yang mekar dipetik dari kebun herbal, Amrita Vishwa Vidyapeetham, Tamilnadu, India. Logam berat bahan kimia dari kelas analitis yaitu $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, HgSO_4 , FeSO_4 , FeCl_3 , ZnSO_4 , PbSO_4 , PbCl_2 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ yang diperoleh dari *SD Fine Chemicals and Sigma Aldrich*. *Quercetin* telah dibeli dari *SD Fine chemicals*. *Etanol absolute* digunakan untuk ekstraksi pelarut. Semua bahan kimia digunakan tanpa ada pemurnian lebih lanjut. Air deionisasi diperoleh dari AQUOION TBD 100 digunakan selama penelitian.

2.2.1 Metode

Semua penelitian UV dilakukan dalam rentang panjang gelombang antara 200 dan 700 nm menggunakan spektrofotometer JASCO V-750 UV dengan resolusi 0,1 nm dan kecepatan pindai 200 nm/menit. Analisis GC-MS dari ekstrak etanol bunga sebelum dan sesudah penambahan Pb(II) dilakukan menggunakan antar sistem *Thermo GC-Trace Uktra* versi 5.0 dihadapkan dengan spektrometer massa ion negatif *Thermo MS DSQ II*. Dan menggunakan DB-35 kolom standar kapiler (diameter dalam 30m x 0,25 mm dengan ketebalan film 0.25 μm). Rentang pemindaian yaitu dari m/z 50 hingga 650. Helium digunakan sebagai gas pembawa dengan kecepatan aliran 1 mL/menit. Temperatur oven dinaikkan dari 70°C ke 260°C pada 6°C/menit.

Identifikasi senyawa tersebut dilakukan berdasarkan perpustakaan NIST. Sampel untuk analisis GC-MS disiapkan dengan menguapkan etanol dari ekstrak etanol menggunakan *rotary evaporator*. Prosedur yang sama diikuti untuk pengambilan sampel ekstrak bunga setelah penambahan Ion Pb(II). Spektrometer serapan atom nyala 240 AA yang tangkas (FAAS) digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb(II) yang ada di sampel air industri. Alat tersebut terbuat dari sebuah katoda lampu berongga dengan arus lampu 5 mA. Udara dan asetelin diumpankan pada laju alir masing-masing 13,5 L/menit dan 2L /menit, pada panjang gelombang 283 nm.

2.2.2 Percobaan

1. Ekstraksi Bunga dari Ekstrak Bunga *Ixora coccinea* (Asoka)

Kelopak bunga *Ixora coccinea* yang berwarna merah tua dipetik, dikumpulkan di sebuah gelas kimia berukuran 250 mL dan dicuci berulang kali dengan air deionisasi untuk menghilangkan kotoran dan kotoran yang larut lainnya. Kelopak bunga kemudian dibiarkan mengering pada suhu kamar selama 1 jam. Sekitar 5 g kelopak bunga segar ditimbang dan dihancurkan dengan bantuan lesung dan alat penumbuk. Untuk 5 g kelopak yang dihancurkan, ditambahkan 100 mL *etanol absolute* dan campuran tersebut diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. kami menghancurkan kelopak bunga untuk memberikan ekstraksi yang lebih baik dari senyawa terlarut dengan menciptakan lebih banyak interaksi antara kelopak dan pelarut. Ekstrak tersebut kemudian disaring melalui kertas saring Whatman No. 41 dan ekstrak yang terkumpul diawetkan di lemari es.

2. Studi Pendeteksian Logam

Larutan cair dari sembilan kation logam berat yang berbeda yaitu Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) dan Cr(VI) yang dipilih untuk melakukan studi pendeteksian logam dari konsentrasi 100 ppm dan 10 ppm yang disiapkan digunakan untuk penelitian. Batas bawah deteksi (LOD) untuk mengemukakan metode deteksi dengan kasat mata ditentukan dengan menambahkan larutan Pb(II) dari konsentrasi yaitu 0,3 ppm, 0,4 ppm, 1 ppm dan

10 ppm untuk ekstraksi bunga dengan volume konstan. Sebuah media basa dipertahankan dengan penambahan dari natrium hidroksida ke semua larutan.

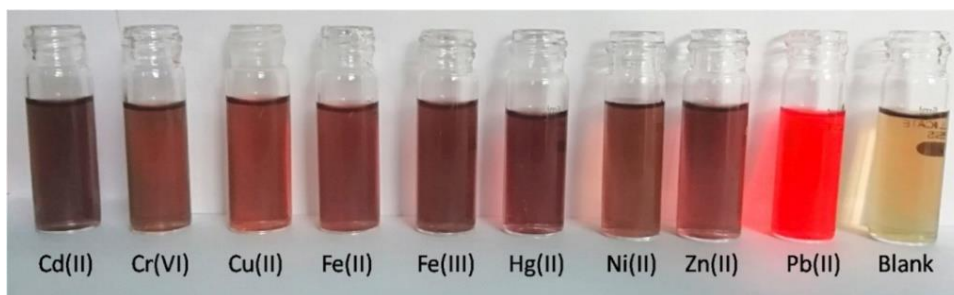
Untuk menyelidiki deteksi Pb(II) dalam lingkungan yang kompetitif, perubahan warna dengan larutan Pb(II) diamati pada larutan cair yang mengandung kation asing yaitu ion Zn(II), Cu(II), Hg(II), Ni(II) dan Fe(II). Deteksi dengan kasat mata untuk semua kombinasi kation asing tersebut dengan Pb(II) dilakukan pada media basa.

Semua percobaan yang dijabarkan di atas diduplikasi membentuk pengulangan untuk metode yang disarankan. Sebagai bukti aplikasi nyata dari penemuan metode dengan kasat mata, sampel air limbah industri dikumpulkan dari industri baterai timbal asam, India. Dengan mengikuti prosedur yang disebutkan diatas, keberadaan ion Pb(II) dalam sampel industri menggunakan ekstrak bunga telah teruji. Ion Pb(II) yang ada pada sampel juga dihitung melalui teknik FAAS.

2.3. Hasil dan Diskusi

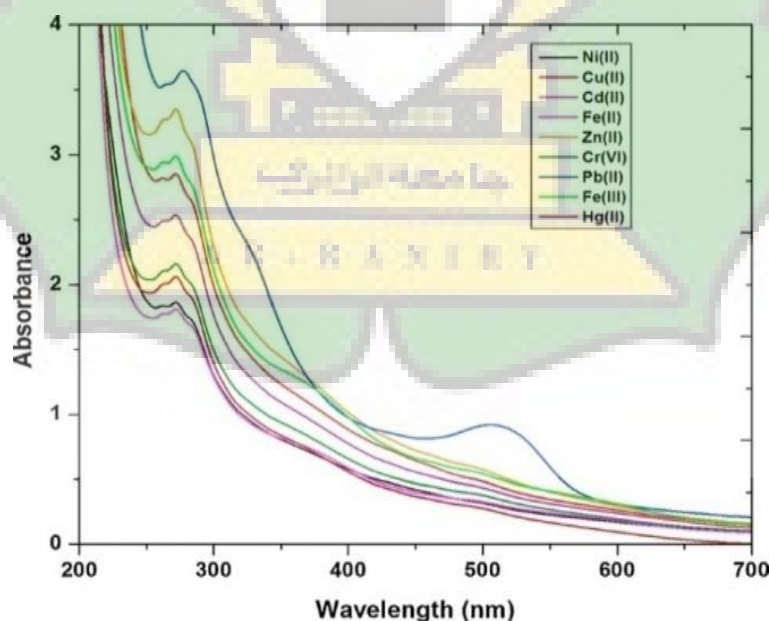
2.3.1 Deteksi Logam Berat dengan Kasat Mata

Kemampuan ekstrak bunga sebagai sensor dengan kasat mata untuk Pb(II) dievaluasi dengan memeriksa perubahan warnanya dengan berbagai larutan ion logam berat seperti Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) dan Cr(VI). Dalam percobaan ini, untuk 2 mL ekstrak bunga, larutan cair natrium hidroksida ditambahkan sedikit fraksi (2 mL) dari larutan logam standar ditambahkan untuk mencapai pH 10. Pada **Gambar 1** menunjukkan gambar yang mewakili interaksi logam berat yang dipilih dengan ekstrak bunga. Di antara sembilan ion logam berat yang dievaluasi, hanya pada ion Pb(II) diamati bahwa perubahan warna yang mencolok dari hijau pucat menjadi jingga terang. Sebaliknya, larutan lain berubah menjadi warna coklat, terlepas dari sifat ion logam berat. Botol yang memiliki larutan kosong tersebut yaitu campuran ekstrak bunga dengan natrium hidroksida, telah ditampilkan pada gambar untuk perbandingan.



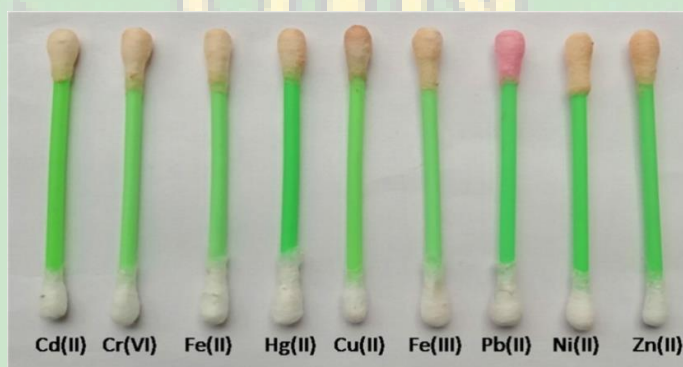
Gambar 1. Pewarnaan pencampuran dari ekstrak bunga dengan logam berat

Setelah ion Pb(II) diamati, terjadi perubahan yang unik terhadap delapan ion logam lainnya, kemudian ion logam tersebut dianalisis dengan metode UV-vis *spectroscopic*. Spektrum UV untuk kesembilan larutan ion logam dengan ekstrak bunga pada keadaan dasar diperlihatkan pada **Gambar 2**. Ada puncak yang sama terlihat pada kisaran 270-278 nm untuk semua logam berat termasuk Pb(II), yang berada di wilayah spektrum UV. Meskipun begitu, larutan Pb(II) menunjukkan puncak tambahan pada 509 nm, yang tidak ada dalam spektrum UV dari semua logam berat lainnya. Hanya dengan ion Pb(II), kita dapat melihat puncak serapan muncul di daerah spektrum yang terlihat, untuk mendukung pewarnaan pada ion Pb(II) dengan sangat selektif.



Gambar 2. Spektrum UV-vis ion logam dengan ekstrak bunga. [Pb(II)] = 10 ppm, [M^{n+}] = 100 ppm]

Dengan tujuan untuk mengembangkan alat sensor logam berat yang mudah disimpan dan mudah digunakan, prosedur yang dijelaskan sebelumnya sedikit ada perubahan. Kapas pentul awalnya dicelupkan pada ekstrak bunga, sebagai pengganti etanol dalam bentuk larutan. Kapas pentul dikeringkan dan dicelupkan kedalam air larutan natrium hidroksida lalu diikuti dengan pencelupan kedalam larutan logam berat. Pada **Gambar 3** menggambarkan perubahan warna pada Pb(II) menggunakan ekstrak bunga yang dilapisi pada kapas pentul. Gambar tersebut menandakan perubahan warna yang cerah hanya terjadi pada kasus Pb(II). Logam berat lainnya tidak menunjukkan perubahan warna yang sesuai dengan pengamatan sebelumnya. Uji coba ini menunjukkan banyak harapan untuk memperluas usulan deteksi dengan kasat mata yang mudah untuk deteksi *in-situ* seketika dari sampel air yang tercemar Pb(II).



Gambar 3. Kapas pentul dilapisi ekstrak bunga setelah dicelupkan ke dalam semua larutan ion logam, ($[Pb(II)] = 10 \text{ ppm}$, $[Mn^{+}] = 100 \text{ ppm}$)

2.3.2. Pengaruh pH pada Deteksi Secara Kasat Mata

Persiapan penelitian untuk pendeteksian, pengujian dilakukan pada tiga pH yang berbeda yaitu asam (3,5), mendekati netral (6,5), dan dasar (10). Untuk pH mendekati netral, ekstrak disiapkan lebih awal untuk digunakan. Dari hasil persiapan yang diperoleh, disimpulkan bahwa pada asam dan pH netral, hanya warna terang yang tampak. Tetapi, perubahan warna dasar ion Pb(II) diamati pada pH basa. Urutan yang dipilih untuk penelitian yaitu penambahan larutan basa kedalam ekstrak diikuti dengan penambahan larutan logam berat. Tambahan larutan cair NaOH menyebabkan deprotonasi turunan *quercetin* (dijelaskan pada bagian 3.6)

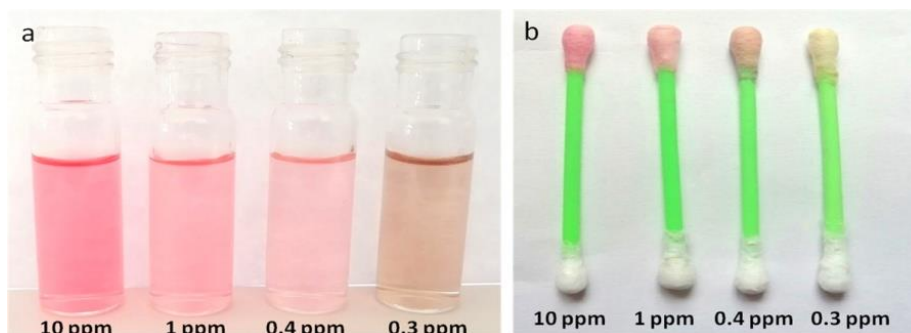
oleh karena itu, untuk ekstrak basa hanya larutan logam berat yang ditambahkan. Dengan demikian, larutan pH 10 dipertahankan pada semua percobaan. Yang mengejutkan bahwa ketika ditambahkan ke ekstrak dengan pH basa, larutan logam tidak menghasilkan endapan logam hidroksida. Studi sebelumnya yang melibatkan pembentukan kompleks *quercetin* dengan Ni(II) dan Zn(II) pada pH yang lebih tinggi dari 10 juga belum diketahui terbentuknya endapan padat dan produk padat diperoleh hanya setelah menguapkan pelarut. Prosedur sintesis yang serupa dipilih untuk sintesis *kobalt-quercetin*. Peran basa untuk mende protonasi ligan yang menghambat pembentukan presipitasi logam hidroksida. Bahkan jika ada pembentukan logam hidroksida, itu tidak cukup kuat untuk mempengaruhi pengamatan. Pada **Gambar 4** memperlihatkan pengaruh pH pada pewarnaan dari Pb(II) dengan ekstrak bunga.



Gambar 4. Pengaruh pH untuk pewarnaan Pb(II) dengan ekstrak

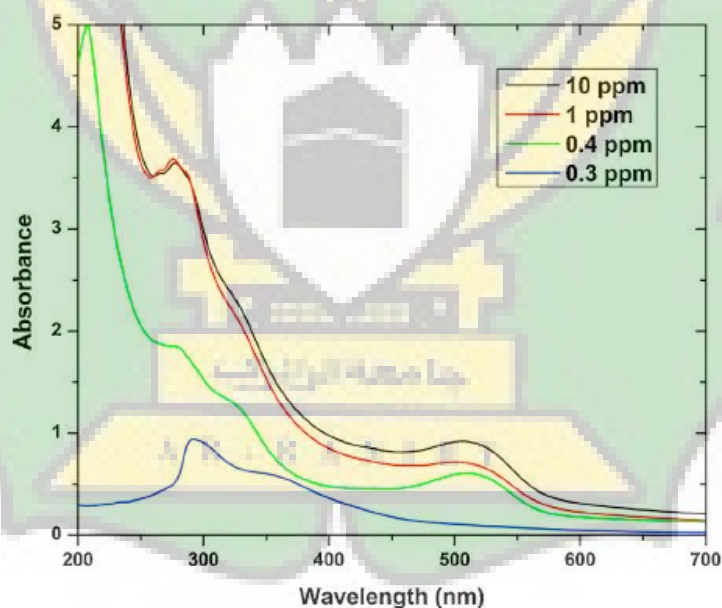
2.3.3. Penentuan Batas Deteksi Minimum

Batas deteksi minimum menggunakan ekstrak bunga ditentukan dengan menyalin studi analisa larutan Pb(II) dengan konsentrasi 0,3 ppm, 0,4 ppm, 1 ppm dan 10 ppm. Pada **Gambar 5a** dapat dilihat bahwa perubahan warna ekstrak dengan Pb(II) dapat terdeteksi secara kasat mata hingga konsentrasi 0,4 ppm. Bahkan sedikit konsentrasi lebih dari 0,4 ppm (0,3 ppm), peneliti tidak melihat perbedaan warna. Pada konsentrasi Pb(II) yang lebih rendah, warna coklat kehijauan pucat (ekstrak+NaOH) mendominasi sehingga warna jingga cerah tidak terlihat. Percobaan yang dilakukan pada kapas pentul yang dicelupkan pada ekstrak bunga, hanya sampai 0,4 ppm Pb (II), perubahan warnanya terlihat jelas.



Gambar 5. Pewarna Pb(II) (a) dengan ekstrak bunga (b) dengan kapas pentul ekstrak bunga, ([Pb(II)] = 10 ppm, 1 ppm, 0,4 ppm, 0,3 ppm)

Spektrum absorpsi untuk konsentrasi berbeda dari Pb(II) ditunjukkan pada **Gambar 6**. Seperti yang diduga, pengurangan absorbansi yang normal terlihat dengan penurunan konsentrasi Pb(II). Untuk ppm, terjadi penurunan absorbansi yang sangat besar sehingga puncak pada 509 nm hampir tidak terlihat dan juga terjadi pergeseran yang nyata pada puncak 270 nm.

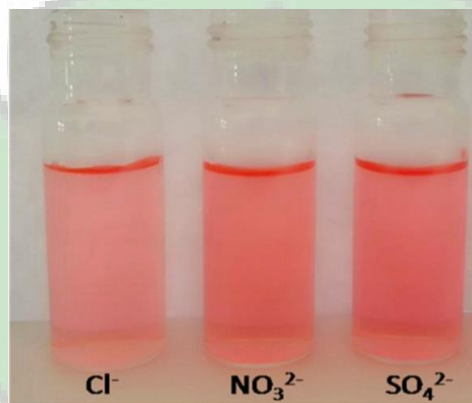


Gambar 6. Spektrum UV-Vis untuk larutan Pb(II) dengan konsentrasi berbeda dengan ekstrak

2.3.4. Pengaruh Anion

Pengaruh anion selama deteksi visual dipelajari lebih lanjut dengan mengulangi percobaan menggunakan garam Pb(II) yang berbeda dengan anion seperti sulfat, klorida, nitrat dan asetat. Kecuali timbal asetat, semua larutan lain

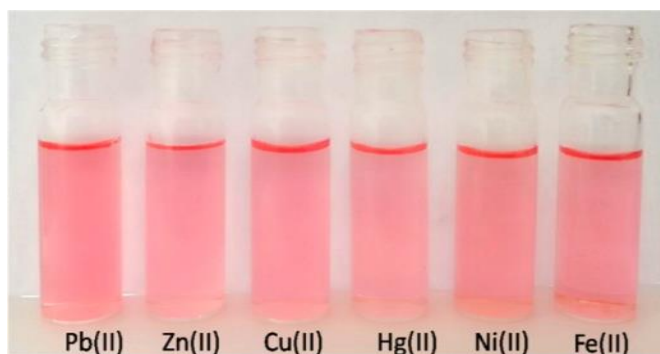
berubah warna menjadi jingga terang (**Gambar 7**). Dengan timbal asetat, flavonol yang ada dalam ekstrak membentuk endapan putih pudar yang berlebihan, sesuai dengan uji timbal asetat klasik yang dilakukan dalam fitokimia, untuk mengidentifikasi flavonol. Eksperimen ini membuktikan adanya flavonol dalam ekstrak bunga, dan juga berkonotasi bahwa larutan yang mengandung ion asetat tidak dapat digunakan untuk mendeteksi visual menggunakan ekstrak ini.



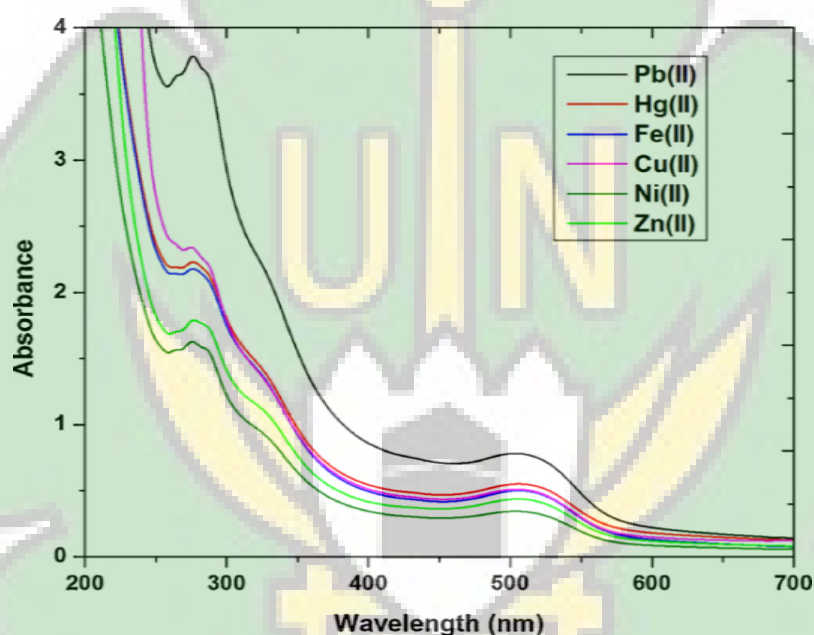
Gambar 7. Pengaruh anion terhadap pewarna Pb(II) dengan ekstrak bunga, ($[Pb(II)] = 10$ ppm)

2.3.5 Pengaruh Kation Asing

Pengaruh dari kation logam asing selama menganalisa secara kasat mata, Pb(II) diselidiki dengan adanya ion Zn(II), Cu(II), Hg(II), Ni(II), dan Fe(II). Untuk penelitian ini, dipastikan bahwa konsentrasi ion yang bersaing dengan Pb(II) melebihi sepuluh kali lipat. Meskipun demikian, tanpa kebingungan, konversi warna menjadi jingga terlihat berkaitan dengan warna yang diperoleh dengan ion Pb(II) saja. Dapat dipahami bahwa warna coklat yang terbentuk dari semua kation logam ini didominasi oleh warna jingga cerah. Spektrum UV untuk semua kation logam bersama dengan Pb(II) dapat dilihat pada **Gambar 8** Selain puncak umum pada 270 nm, puncak karakteristik yang diperoleh untuk ekstrak Pb(II) pada 509 nm disetiap spektrum yang ada pada **Gambar 9**. Data UV ini memberikan kesimpulan bahwa logam lain dapat dipahami bahkan jika ada dalam larutan sebanyak 10 kali lipat.



Gambar 8. Pengaruh kation lain pada deteksi kasat mata Pb(II), ($[Pb(II)] = 10 \text{ ppm}$)



Gambar 9. Spektrum UV-Vis campuran ekstrak Pb(II) dengan berbagai kondisi yang ada, ($[Pb(II)] = 10 \text{ ppm}$)

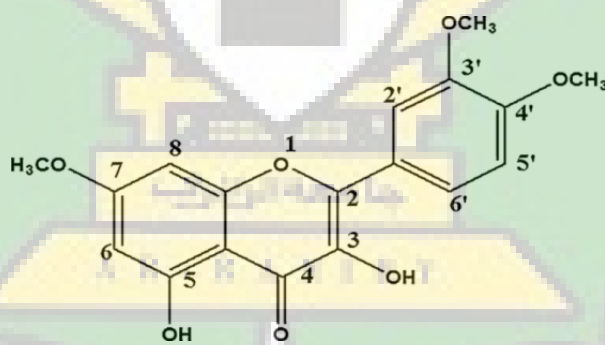
2.3.6. Pandangan Mekanistik Dibalik Pewarnaan Ion Pb(II)

Proses yang layak dibalik analisa ion Pb(II) menggunakan ekstrak bunga asoka ialah UV-vis dan studi GC-MS. Diketahui dari penelitian sebelumnya, terdapat banyak flavonoid dan antisianin yang banyak terdapat pada ekstrak alami. Data GC-MS mengungkapkan adanya >50 senyawa dalam ekstrak termasuk terpena, ester, flavonol, dan lain-lain. Hasil GC-MS yang diperoleh tidak menunjukkan keberadaan antosianin, yang sesuai dengan data literatur terkait dengan senyawa ekstrak alkohol dari bunga yang sama. Sejarah dibalik beberapa

komponen yang ada dalam ekstrak menuju pembentukan kompleks logam dieksplorasi. Baru-baru ini, deteksi Pb(II) berbasis kurkumin diketahui formasi kompleks sebagai alasan untuk perubahan warna.

Jadi kemungkinan pengikatan fitokimia dari ekstrak Pb(II) diteliti. Ada begitu banyak ester dan terpena membentuk kompleks dengan logam. Dari hasil yang diperoleh dalam tes skrining awal yang dilakukan untuk flavonol, ciri-ciri flavonol diambil dari hasil GC-MS. Di antara senyawa yang ada dalam ekstrak, flavonol diidentifikasi sebagai kelator yang baik karena merupakan senyawa polifenol. *Trimethoxyquercetin* dan *lucenin-2* adalah dua flavonol yang diidentifikasi ada dalam ekstrak. Di antara kedua flavonol ini, banyak penelitian tentang kompleks logam berbasis *quercetin*. Kompleks logam dengan *lucenin-2* jarang ada yang sesuai literatur.

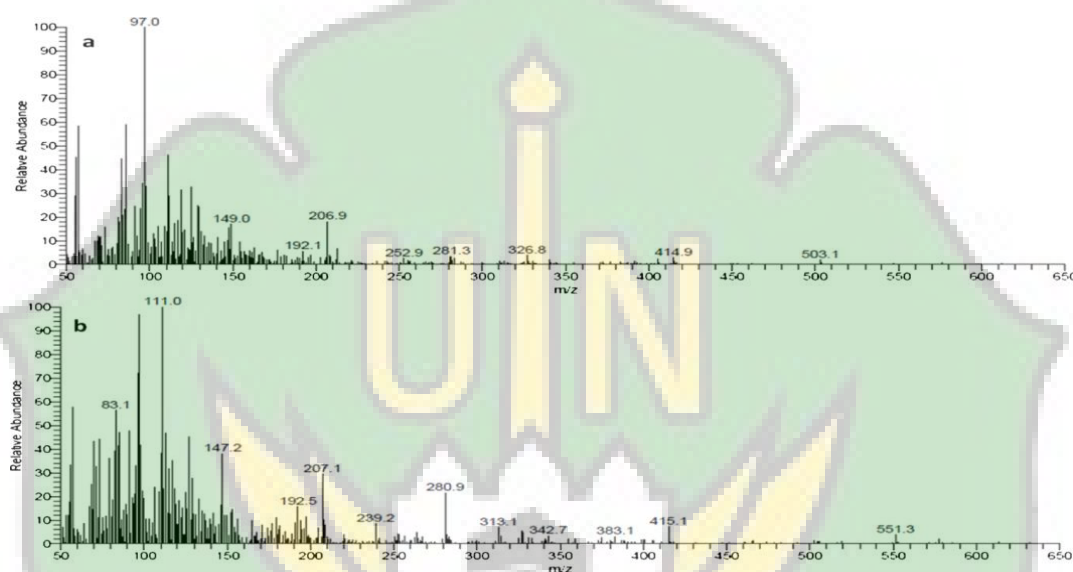
Sebaliknya, kemampuan *quercetin* untuk membentuk kompleks logam dipelajari dengan baik, terutama aktivitas anti-oksidan dan antibakteri *quercetin* diketahui secara luas dengan ion logam pengkelat. Oleh karena itu, peneliti fokus pada interaksi *trimethoxyquercetin* (**Gambar 10**) dengan Pb(II).



Gambar 10. Struktur kimia 7,3',4'-trimethoxyquercetin

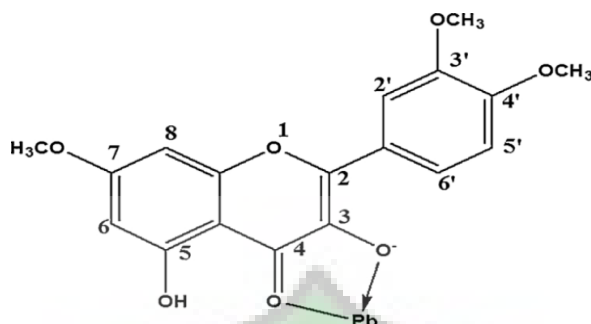
Data GC-MS ekstrak sebelum dan sesudah penambahan Pb(II) dianalisis. Spektrum massa ekstrak etanol murni yang dielusi pada waktu retensi 12,25 menit menunjukkan adanya turunan *quercetin* yaitu 7,3',4'-trimethoxyquercetin (**Gambar 11**). Spektrum massa setelah penambahan Pb(II) dengan waktu retensi 12,27 menit juga tersedia di **Gambar 11b**.

[M-H]-puncak yang sesuai dengan *trimethoxyquercetin* muncul di m/z 343.08, yang bisa dilihat di kedua spektrum GC-MS. Perbedaan utama antara kedua spektrum tersebut adalah munculnya puncak baru di m/z dari 551. Dalam spektrum MS kompleks dari ekstrak, seperti puncak yang relatif kuat pada m/z 551 tidak diamati. Hanya setelah penambahan Pb(II), file m/z 551 puncak terlihat. Sinyal tersebut sesuai dengan kompleks Pb-*trimethoxyquercetin* yang baru terbentuk m/z .



Gambar 11. Spektrum massa ekstrak bunga etanol, (a) sebelum menambahkan Pb(II) dan (b) setelah menambahkan Pb(II)

Nilai menunjukkan pembentukan kompleks [Pb (Q) + di mana rasio molar Pb^{2+} terhadap *trimethoxyquercetin* adalah 1. Sebuah studi literatur tentang pembentukan kompleks Pb^{2+} dengan *quercetin* menunjukkan bahwa 1:1 kompleks mendominasi dari pada 1:2 dan 2:1 spesies. Dari struktur yang dilihat pada **Gambar 10**, dapat melihat bahwa *trimethoxyquercetin* dapat membentuk kompleks 1:1 dan 1:2 dengan Pb^{2+} , namun dari data yang diperoleh dari spektrum massa, hanya dapat dipastikan bahwa keberadaan 1:1 Pb^{2+} kompleks *trimethoxyquercetin* terdapat pada **Gambar 12**.



Gambar 12. Struktur yang diusulkan untuk pembentukan kompleks pengkelat.

Dalam spektrum massa kompleks, bagian m/z ada pada **Tabel 2.1**. Pola fragmentasi lain di bawah 343 Da serupa di kedua spektrum. Bagian yang umum pada kedua spektrum tersebut memperlihatkan keberadaan *quercetin* yang bebas dan kompleks sebelum dan setelah menambahkan Pb(II), masing-masing. Dengan demikian, kompleks berwarna jingga yang dibentuk dengan Pb(II) berlawanan dengan kompleks berwarna coklat yang terbentuk dengan logam berat lain yang digunakan.

Tabel 2.1. Kemungkinan fragmen 7,3',4'-trimethoxyquercetin dan yang sesuai dengan nilai nilai m/z .

S.No	Possible Fragments	m/z [M-H] ⁻	S.No	Possible Fragments	m/z [M-H] ⁻
1		343	5		107
2		207	6		83
3		137	7		77
4		111			

Untuk kebenaran bahwa kompleks berwarna terbentuk antara *trimethoxyquercetin* dan Pb(II) (**Gambar 12**), peneliti mengulangi eksperimen dengan *trimethoxyquercetin* murni, bukan ekstrak bunga. Tetapi turunan trimetoksi tidak tersedia secara komersial, jadi peneliti menggunakan kuersetin murni sebagai pengganti turunan trimetoksi. **Gambar 13** menunjukkan gambar dari larutan

quercetin standar dengan semua sembilan larutan ion logam termasuk Pb(II). Dalam medium alkalin, Pb(II) sendiri mengembangkan warna jingga terang dengan *quercetin*, sedangkan kation lainnya menunjukkan warna kuning pucat / hijau pucat.

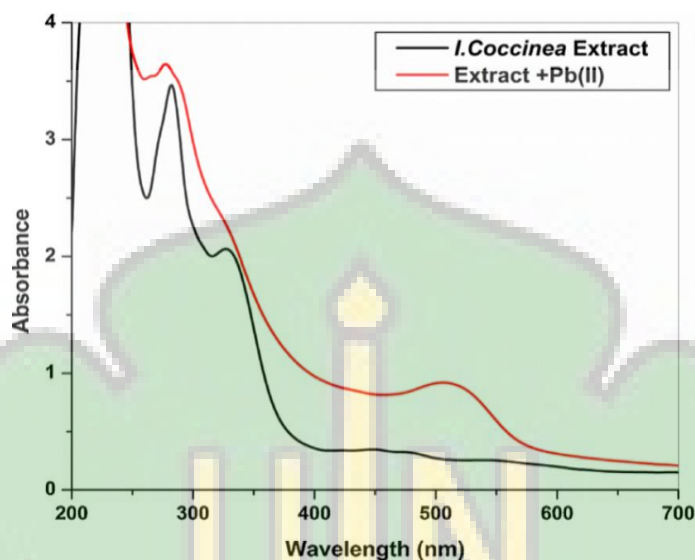
Dari referensi lainnya, diketahui bahwa *quercetin* menghasilkan kompleks berwarna kuning pucat dengan ion logam lain, yang juga dialami peneliti dalam penelitian kami. Penelitian sebelumnya diketahui pembentukan kompleks dengan beberapa ion logam pada medium netral, sedangkan di sini kondisi percobaan dibuat basa. Secara khusus, Cornard *et al.* mengatakan bahwa pembentukan kompleks logam antara ion *quercetin* dan Pb(II) yang berwarna kuning pucat. Zhou *et al* melakukan preparasi kompleks dari enam logam berbeda dengan *quercetin* dengan adanya basa etoksida, dimana endapan kuning tua hanya terbentuk untuk Pb(II). Ion logam lainnya hanya membentuk endapan berwarna pucat yang sangat cocok dengan hasil peneliti. Demikian pula, pentingnya memiliki media basa juga dipahami, karena deprotonasi pada posisi 3-OH memberikan pewarnaan yang tajam.



Gambar 13. Pewarnaan *quercetin* dengan berbagai logam

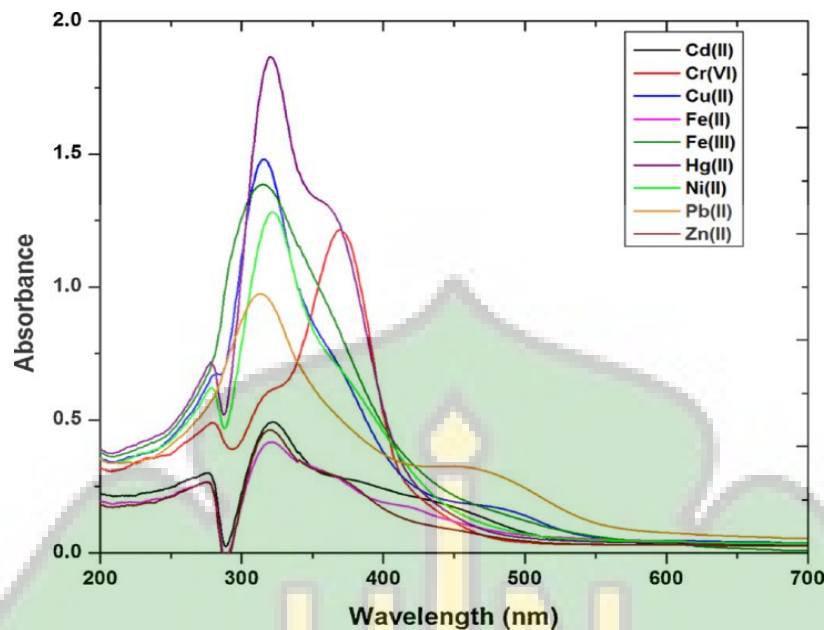
Spektrum UV-Vis dari ekstrak bunga sebelum dan sesudah penambahan Pb(II), pada **Gambar 14** Puncak serapan yang kuat pada 278 nm dan 330 nm berhubungan dengan pita benzoil yang terkenal (PitaII) dan pita *cinnamoyl* (Band I) dari *flavonol*, masing-masing. Anehnya, hanya ada pita yang sangat luas di wilayah spektrum yang terlihat, yang mungkin karena kandungan fitokimia berwarna sangat rendah. Dengan penambahan Pb(II), intensitas pita *benzoyl* yang sangat tajam berkurang secara signifikan dengan sedikit pergeseran biru sedangkan pita *cinnamoyl* hampir menghilang. Ini menunjukkan keterlibatan selektif 3-OH

dan 4-karbonil oksigen dari *quercetin* dalam pengompleksan dengan ion Pb(II) yang telah dispesifikasikan pada paragraf sebelumnya.



Gambar 14. Spektrum UV-Vis ekstrak bunga sebelum dan sesudah menambahkan Pb(II), ([Pb(II)] = 10 ppm)

Menariknya, peneliti melihat puncak baru pada 509 nm, yang tidak ada pada ekstrak bunga. Puncak 509 nm ini mungkin menjadi alasan pewarnaan cerah pada Pb(II). Dari **Gambar 2**, puncak baru muncul di wilayah yang terlihat hanya dalam kasus Pb(II), bukan pada logam lain dibandingkan pada **Gambar 15**. Puncak 256 nm (pita *cinnamoyl*) telah mengalami pergeseran merah untuk semua logam yang menunjukkan pengikatan *cinnamoyl* OH dengan Pb(II). Kecuali untuk Cr(VI), logam lain menghasilkan sinyal lemah pada 372 nm (pita II), menunjukkan kemungkinan interaksi benzoil OH juga dengan ion logam. Puncak di dekat 320 nm menunjukkan keberadaan kuersetin teroksidasi dalam medium basa. Namun, puncak tersebut menunjukkan tidak ada produk teroksidasi dalam spektrum absorpsi ekstrak bunga asoka dengan Pb(II). Panjang gelombang maksimum yang diperoleh untuk *quercetin* berbeda dari yang dilaporkan untuk ekstrak seperti yang diantisipasi. Karena jumlah dan sifat situs koordinasi dalam ekstrak dan *quercetin* tidak sama, spektrum serapannya dan memiliki λ_{max} yang berbeda. Namun, kesamaan yang mencolok terlihat pada hasil spektral UV-vis. Diantara semua ion logam, puncak baru sekitar 470 nm.



Gambar 15. Spektrum UV-Vis ion logam dengan *quercetin*

2.3.7. Deteksi Pb(II) pada Limbah Industri

Untuk membuktikan kelayakan metode yang diperoleh, limbah industri yang dikumpulkan dari unit produksi baterai asam timbal diuji. Konsentrasi Pb(II) dalam sampel air yang dikumpulkan dihitung dengan teknik FAAS. Dari analisis FAAS, diperkirakan konsentrasi Pb(II) 4,06 ppm. Kemudian limbah yang mengandung timbal dalam jumlah yang sedikit dicampur dengan ekstrak bunga pada kondisi basa. Larutan berubah menjadi jingga terang secara instan, seperti yang dicapai sebelumnya dengan larutan standar yang disiapkan. Anion dan kation lain yang tersedia dalam limbah tidak mempengaruhi perubahan warna. Pada **Gambar 16** menunjukkan bahwa pewarnaan limbah industri dengan ekstrak bunga dan kapas pentul dilapisi dengan ekstrak. Berbeda dengan teknik populer yang diikuti secara industri untuk analisis yaitu ICP-MS, ICP-OES dan AAS, teknik analisa dengan kasat mata ini akan lebih nyaman, sederhana, hemat biaya, dan instan. Setelah memastikan keberadaan Pb(II) dalam sampel air tertentu, penghitungan selanjutnya dapat dilakukan dengan menggunakan metode yang tercantum di atas.



Gambar 16. Deteksi Pb(II) pada limbah industri menggunakan (a) ekstrak dan (b) kapas pentul berlapis ekstrak

2.4. Kesimpulan

Dalam penelitian ini, kemampuan ekstrak bunga asoka sebagai sensor secara kasat mata untuk ion Pb(II) yang diteliti dengan eksperimen, terbukti bahwa di antara sembilan logam berat yang digunakan, ekstrak bunga *Ixora coccinea* mampu menunjukkan perubahan warna secara selektif hanya untuk Pb(II). Studi yang menggunakan konsentrasi berbeda untuk larutan Pb(II) mengungkapkan bahwa batas deteksi minimum adalah 0,4 ppm.

Pengaruh keberadaan kation secara proporsional 10 kali lebih tinggi juga terbukti tidak mempengaruhi analisa. Studi spektral UV-vis menunjukkan bahwa kompleks ekstraksi Pb(II) saja yang menyerap cahaya pada jarak tampak, sedangkan ion lainnya menyerap cahaya di wilayah UV. Proses pemilahan warna dijelaskan menggunakan analisis UV-vis dan GC-MS. Metode analisa juga dilihat untuk aplikasi di tempat agar memperluas pengujian ke limbah industri. Berdasarkan hasil analisis yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa metode deteksi visual yang sangat selektif, sederhana, cepat, hemat biaya dan aman pada lingkungan diusulkan untuk menganalisa ion Pb(II) yang menggunakan kapas pentul yang dilapisi ekstrak bunga asoka.

BAB III

PEMBAHASAN

3.1. Data Jurnal dan Data Artikel

Tabel 3.1 Identitas Jurnal Ilmiah

Jurnal	<i>Environmental Chemical Engineering</i>
Cite Score	6.7
Impact Factor	4.300
Source Normalized Impact per Paper (SNIP)	1.259
SCImago Journal Rank (SJR)	0.927
Abstracting and Indexing	INSPEC
ISSN	2213-3437
Editor	Guilherme Luiz Dotto, Despo Fatta-Kassinis, Yunho Lee, dan Teik-Thye Lim

Tabel 3.2 Identitas Artikel

Judul Artikel Ilmiah	<i>Ixora coccinea Floral Extract Coated Ear Buds – Highly Selective and Ecofriendly Sensor for The Detection of Pb(II) Ions</i>
Nomor	7 (2019) 103230
Tahun	2019
Halaman	1-9
Penerbit	Elsevier
Penulis	Gopika Gokulan, Durgadevi Nagarajan, Swarnalatha Venkatanarasimhan, dan Asha Sathish
Institusi Penulis	<i>Department of Sciences, Amrita School of Engineering, Coimbatore, Amrita Vishwa Vidyapeetham, India</i>

Berdasarkan data deteksi kasat mata logam berat, diantara sembilan ion logam berat yang dipertimbangkan, hanya dengan ion Pb(II), dengan ini menunjukkan bahwa perubahan warna yang mencolok dari hijau pucat menjadi jingga terang dan sebaliknya, larutan lainnya berubah menjadi warna coklat, terlepas dari sifat ion logam berat. Botol yang memiliki larutan kosong tersebut yaitu sebuah campuran ekstrak bunga dengan natrium hidroksida, telah ditambahkan pada foto untuk perbandingan dan perubahan warna yang unik yang diamati dengan Pb(II) terhadap delapan ion logam ganjil lainnya yang kemudian dianalisis dengan metode spektroskopi UV-vis.

Data menunjukkan bahwa adanya peningkatan yang terjadi pada spektrum UV kisaran 270-278 nm untuk semua logam berat termasuk Pb(II) yang berada di wilayah Spektrum UV meskipun begitu, larutan Pb(II) menunjukkan puncak tambahan pada 509 nm, yang tidak ada dalam spektrum UV dari semua logam berat lainnya. Hanya dengan ion Pb(II), dapat diketahui bahwa puncak absorpsi muncul di wilayah spektrum yang terlihat dibuktikan untuk pewarnaan terhadap Pb(II) dengan selektivitas tinggi.

Penelitian ini menggunakan pH yang berbeda yaitu asam (3,5), mendekati netral (6,5), dan dasar (10). Data pH yang ditunjukkan yaitu sebagai berikut :

1. pada asam dan pH netral hanya menunjukkan warna terang yang cerah
2. perubahan pilihan warna dasar diamati pada pH basa

Penambahan larutan basa kedalam ekstrak diikuti dengan penambahan larutan logam berat menyebabkan terjadinya deprotonasi turunan *quercetin*. Oleh karena itu, untuk ekstrak basa hanya larutan logam berat yang ditambahkan dan ketika ditamlehkannya ekstrak dengan pH basa tidak menghasilkan endapan logam hidroksida

Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan warna ekstrak dengan Pb(II) dapat terdeteksi secara visual hingga konsentrasi 0,4 ppm. Bahkan sedikit konsentrasi lebih dari 0,4 ppm (0,3 ppm), dan perbedaan warna. Pada konsentrasi yang lebih rendah pada Pb(II) warna pucat coklat kehijauan (ekstrak+NaOH)

mendominasi sehingga warna jingga terang tidak terlihat. Untuk ppm, terjadi penurunan absorbansi yang sangat besar sehingga puncak pada 509 nm hampir tidak terlihat dan juga terjadi pergeseran yang nyata pada puncak ~ 270 nm.

3.2. State of The Art

3.2.1 Bunga Asoka Merah (*Ixora coccinea*)

a. Deskripsi Bunga Asoka Merah (*Ixora coccinea*)

Bunga asoka (*Ixora coccinea*) ialah salah satu tanaman hias yang sangat dikenal di kalangan pencinta tanaman hias. Menurut beberapa sumber, tanaman hias ini berasal dari daerah Asia tropis. Bahkan ada yang menyebutkan tanaman ini berasal dari Indonesia. Namun sejauh ini belum teruji kebenarannya, yang pasti dengan ditemukannya jenis bunga asoka kuno yaitu *Ixora javanica* di pulau Jawa telah cukup menjadikannya alasan kuat mengenai asal-usul tanaman ini lebih cenderung kepada negara India dan Cina, dimana dua negara tersebut memiliki beragam jenis tanaman asoka (Chamchuroon, 2006). Adapun klasifikasi bunga asoka yaitu sebagai berikut:

Tabel 3.3. Klasifikasi Bunga Asoka (*Ixora coccinea*)

Tanaman Bunga Asoka (<i>Ixora coccinea</i>)	
Kingdom	<i>Plantae</i>
Sub Kingdom	<i>Tracheobionta</i> (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi	<i>Spermatophyta</i> (menghasilkan biji)
Divisi	<i>Magnoliophyta</i> (tumbuhan berbunga)
Kelas	<i>Magnoliopsida</i> (berkeping dua/dikotil)
Sub Kelas	<i>Asteridae</i>
Ordo	<i>Rubiales</i>
Famili	<i>Rubiaceae</i> (suku kipi-kopian)
Genus	<i>Ixora</i>
Spesies	<i>Ixora coccinea</i> L

(Sumber: Tjitrosomo, 2009)

Jenis-jenis asoka terbagi dalam dua macam, yaitu asoka biasa dan asoka hibrida. Yang tergolong asoka biasa di antaranya: *Ixora coccinea*, *Ixora lutea*, *Ixora fulgen*, *sayaxora morcothyrsa*, *Ixora america*, *Ixora pitsanuloke* dan asoka bangkok. Bunga asoka banyak sekali jenisnya, ada yang merah cerah dan warna coklat kemerahan. Bunga asoka termasuk bunga berbatang kayu yang keras sehingga dengan mudah kita dapat membudidayakannya. Bunga hias ini memiliki multifungsi. Artinya tidak hanya untuk tanaman dalam ruangan saja tetapi juga bisa untuk tanaman hiasan pagar rumah, maupun untuk mengisi sudut rumah

b. Kandungan Tanaman Bunga Asoka (*Ixora coccinea*)

Bunga asoka (*Ixora coccinea*) ialah salah satu dari tanaman penghasil zat warna. Bunga asoka juga (*Ixora coccinea*) diketahui mengandung glikosida, flavonoid, tannin, dan saponin. Flavonoid dan tannin mempunyai kemampuan untuk menghasilkan perubahan-perubahan warna yang tajam pada kisaran pH tertentu dibandingkan dengan non flavonoid dan derivat tannin, selain itu, diketahui juga jika ekstrak bunga asoka berwarna merah pada pH 2,5-3, pada pH 4-7 warnanya akan memudar menjadi pink muda, pada pH 8-12 warnanya akan mengalami perubahan menjadi coklat (Alwi dan Noviandri, 2011). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, salah satu alasan kenapa digunakan bunga *Ixora coccinea* sebagai media untuk menentukan dan mendeteksi terhadap logam berat Pb(II) dikarenakan kandungan pada bunga *Ixora coccinea* dapat berpengaruh terhadap logam berat yang diselidiki seperti Pb(II).

Berdasarkan penelitian ini kapas pentul digunakan sebagai media pada penelitian ini dikarenakan bahan kapas pentul yang terdiri dari kapas lebih mudah dan cepat diserap oleh ekstrak bunga dan juga mudah dan sering digunakan oleh masyarakat, oleh karena itu kapas pentul bisa menjadi salah satu alternatif bahan serap selain kapas biasa atau tissu.

3.2. Kelebihan/Keunggulan dari Penelitian

Dengan dilakukannya penelitian ini, untuk pertama kalinya, deteksi ion Pb(II) pada limbah industri secara kasat mata. Bahan utama yang dijadikan sebagai

media yaitu bunga *Ixora coccinea* atau bunga asoka. Pemilihan ekstrak bunga sebagai pewarna memberi keuntungan karena tanaman ini mudah ditemukan, ramah lingkungan dan tidak beracun. Ekstrak bunga asoka yang telah dicelupkan kapas pentul kemudian diamati perubahan warnanya. Mencelupkan ekstrak bunga pada kapas pentul meningkatkan kemudahan, dimana dapat mengenali keberadaan Pb(II) hanya dengan prosedur “celupkan dan lihat”.

Dengan demikian, sebuah penemuan baru berdasarkan ekstrak alami dari bunga asoka telah dibuktikan untuk mendeteksi ion Pb(II) dengan alat yang mudah digunakan seperti kapas pentul yang dapat digunakan pada skala industri kecil di negara berkembang.

3.3. Kelemahan/Keterbatasan dari Penelitian

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari percobaan ini, menunjukkan bahwa kelemahan dari penelitian ini yaitu adanya pengulangan di setiap eksperimen yang telah dilakukan dan perbandingan warna di setiap jenis larutan logam berat seperti seperti Ni(II), Cu(II), Fe(II), Fe(III), Hg(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II), dan Cr(VI). Dari eksperimen tersebut, ekstrak bunga asoka yang telah dilapisi kapas pentul hanya dapat mendeteksi larutan ion Pb(II) saja dan hanya terfokus pada satu jenis ion logam berat yaitu ion Pb(II).

3.4. Dampak Penelitian

Dampak dari penelitian menggunakan ekstrak bunga asoka yang dilapisi kapas pentul untuk mendeteksi ion Pb(II) pada limbah industri dengan metode kualitatif. Adapun dampak dari artikel ini ialah sebagai berikut :

1. Dapat menjadi referensi untuk menganalisa ion Pb(II) pada limbah industri yang dapat digunakan seperti pada industri kecil di negara berkembang.
2. Sebagai media alternatif yang mudah diterapkan untuk menganalisa larutan logam berat karena menggunakan tanaman dan alat yang mudah didapat dan ramah lingkungan.

BAB IV

KESIMPULAN DAN SARAN

4.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Bunga *Ixora coccinea* ekstrak bunga sebagai sensor kasat mata untuk ion Pb(II) diselidiki secara rinci dari studi eksperimental, terbukti bahwa di antara sembilan logam berat yang digunakan, ekstrak bunga *Ixora coccinea* mampu menunjukkan perubahan warna secara selektif hanya untuk Pb(II). Studi yang menggunakan konsentrasi berbeda untuk larutan Pb(II) mengungkapkan bahwa batas deteksi minimum adalah 0,4 ppm.
2. Studi spektral UV-vis menunjukkan bahwa kompleks ekstraksi Pb(II) saja menyerap cahaya pada jarak tampak sedangkan ion makanan lainnya menyerap cahaya di wilayah UV.
3. Dengan menggunakan kapas pentul dilapisi ekstrak bunga *Ixora coccinea* dapat diketahui bahwa hal tersebut dapat menurunkan kadar Pb(II) dan menunjukkan warna serta pH pada logam berat tersebut.

4.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah disimpulkan, dalam upaya meningkatkan wawasan pengetahuan perlu dikemukakan beberapa saran sebagai berikut :

1. Dapat memaksimalkan kembali penelitian yang berkaitan dengan penggunaan tanaman sebagai media terhadap logam berat
2. Masyarakat lebih mengenal fungsi lain dari tanaman yang berkaitan dengan penurunan kadar logam berat.

DAFTAR PUSTAKA

- Chamchuroon, V., 2006. *A checklist of the genus Ixora L.* (Rubiaceae) in Thailand. Thai Forest Bulletin (Botany), 34, pp. 4–24. <https://www.tci-thaijo.org/> (diakses 4 Agustus 2020).
- Fahmiyah Alwi dan Indra Noviandri. 2011. *Pembuatan Kertas Indikator Asam Basa dari Ekstrak Bunga*. Bandung.
- Tjitrosoepomo, Gembong. 2009. *Morfologi Tumbuhan*. Universitas Gadjah Mada Press: Yogyakarta.

