

**PENGARUH pH, ION ASING, DAN TEMPERATUR TERHADAP
KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE
KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN ZEOLIT**

Oleh
SHANTI DYAH SETYORINI
0910922009



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

**PENGARUH pH, ION ASING, DAN TEMPERATUR
TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI)
SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN ZEOLIT**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia

Oleh
SHANTI DYAH SETYORINI
0910922009



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH pH, ION ASING, DAN TEMPERATUR
TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI)
SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN ZEOLIT**

Oleh

SHANTI DYAH S

0910922009

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal.....
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Oonitah Fardiyah, S.Si., M.Si
NIP. 19770705 200312 2 001

Dr. Atikah, Apt., M.Si
NIP. 19570208 198601 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 1001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Shanti Dyah S
NIM : 0910922009
Jurusan : Kimia
Penulisan skripsi berjudul :
Pengaruh pH, Ion Asing, dan Temperatur Terhadap Kinerja
Elektroda Selektif Ion (ESI) Sulfat Tipe Kawat Terlapis
Bermembran Zeolit

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah sebenar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Mei 2011
Yang menyatakan,

Shanti Dyah S
NIM. 0910922009

PENGARUH pH, ION ASING, DAN TEMPERATUR TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN ZEOLIT

ABSTRAK

ESI sulfat tipe kawat terlapis bermembran campuran bahan aktif zeolit teraktivasi, dengan pendukung karbon aktif, PVC sebagai matriks polimer dan DOP sebagai pemlastis dengan perbandingan bagian berat zeolit, karbon aktif, PVC, dan DOP adalah 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b) telah dibuat dan karakterisasi. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh pH, ion asing, dan temperatur terhadap kinerja ESI sulfat tipe kawat terlapis bermembran zeolit yang telah dibuat. Pengaruh pH ditentukan dengan mengukur potensial larutan sulfat pada rentang konsentrasi $1 \times 10^{-5} \text{M}$ - $1 \times 10^{-1} \text{M}$ pada variasi pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10. Pengaruh ion asing ditentukan dengan mengukur potensial larutan sulfat tanpa dan dengan adanya ion asing Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} pada konsentrasi tetap $1 \times 10^{-3} \text{M}$ menurut metode larutan tercampur. Potensial yang diperoleh untuk menganalisa koefisien selektivitas (K_{ij}). Pengaruh temperatur ditentukan dengan pengukuran potensial larutan sulfat pada temperatur 30°C - 60°C . Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI sulfat tipe kawat terlapis bermembran zeolit dapat digunakan pada pH 4 – 9 (harga faktor Nernst masih dalam batas yang diijinkan yaitu antara 24,6 – 34,6 mV/dekade konsentrasi), ESI sulfat menunjukkan harga K_{ij} kurang dari 1 untuk ion asing (Cl^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}) sehingga tidak menunjukkan gangguan terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit, dengan urutan selektivitas $\text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^- > \text{CO}_3^{2-} > \text{PO}_4^{3-}$ dan temperatur 30°C – 60°C .

THE INFLUENCE OF pH, INTERFERING ION, AND TEMPERATURE TO THE PERFORMANCE OF ION SELECTIVE ELECTRODE (ISE) SULPHATE MEMBRANOUS ZEOLITE COATED WIRE

ABSTRACT

Sulphate ISE coated wire type based on mixture of active material zeolite, support material active carbon, Polyvinylchloride (PVC) as polymer matrix and Dioctylphthalate (DOP) as plasticizer with ratio zeolite, active carbon, PVC, and DOP of 49 : 3 : 16 : 32 (% w/w) was made and characterized. The aim of this research are to investigate the effect of pH, interfering ions, and temperature on the performance of sulphate Ion Selective Electrode (ISE) coated wire type based on zeolite. Determination of the influence of pH was done by measuring the potential solution at a concentration of $1 \times 10^{-5} \text{M}$ - $1 \times 10^{-1} \text{M}$ sulphate at pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, and 10. The influence of interfering ions is determining of measuring potential of sulphate solution with or without interfering ion Cl^- , CO_3^{2-} , and PO_4^{3-} With fix concentration $1 \times 10^{-3} \text{M}$ with mixed solution method. The potential was used to determined the selective coefficients (K_{ij}). The influence of temperature was done by measuring the potential of sulphate solution at temperature of 30°C - 60°C . The result showed that sulphate ISE based on zeolite coated wire can be used at pH 4-9 (Nernst factor values are still within the limits allowed by the Nernst factor values of 24.6 to 34.6 mV / decade of concentration), sulphate ISE showed K_{ij} values less than 1 for interfering ions (Cl^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}) so it did not interference on the performance of sulphate ISE based on zeolite, with sequence selectivity of $\text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^- > \text{CO}_3^{2-} > \text{PO}_4^{3-}$ and temperatures of 30°C - 60°C .

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala limpahan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul **PENGARUH pH, ION ASING, DAN TEMPERATUR TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERMEMBRAN ZEOLIT**. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Ungkapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

1. Qonitah Fardiyah, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan semua yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Atikah, Apt., MS selaku Dosen Pembimbing II, atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Dra. Anna Roosdiana, M. App. Sc, Drs. M. Misbah Khunur, M.Si, Ir. Bambang Ismuyanto, MS dan Drs. Suratmo, M.Sc sebagai dosen penguji atas segala saran dan masukan terhadap tugas akhir ini.
4. Dr. Sasangka P, MS selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
5. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
6. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Juli 2011

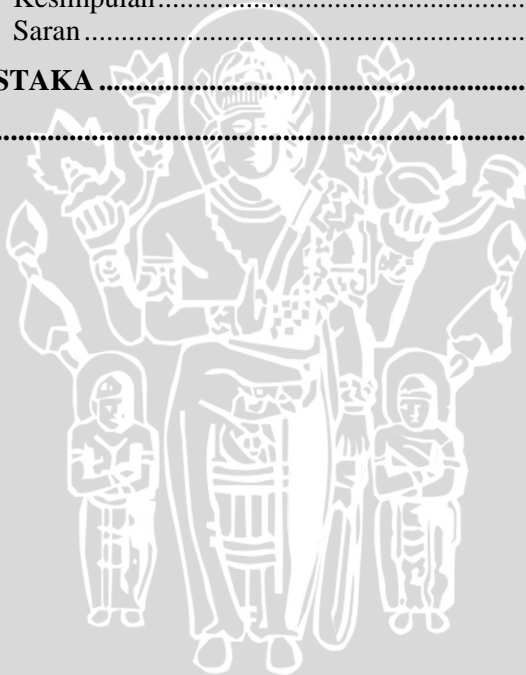
Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|--|-------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| HALAMAN PERNYATAAN | iii |
| ABSTRAK | iv |
| ABSTRACT | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | vii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| | |
| BAB I. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1. Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2. Rumusan Masalah..... | 3 |
| 1.3. Batasan Masalah..... | 3 |
| 1.4. Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.5. Manfaat Penelitian..... | 4 |
| | |
| BAB II. TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1. Elektroda Selektif Ion (ESI) | 5 |
| 2.1.1 Membran ESI | 6 |
| 2.1.2 Prinsip Pengukuran ESI | 6 |
| 2.2. ESI Tipe Kawat Terlapis | 8 |
| 2.3. ESI sulfat tipe kawat terlapis | 10 |
| 2.3.1 Mekanisme Reaksi Keseimbangan Ion pada Membran..... | 11 |
| 2.3.2 Komponen ESI sulfat tipe kawat terlapis | 12 |
| 2.3.2.1 Membran..... | 12 |
| 2.3.2.1.1 Zeolit..... | 13 |
| 2.3.2.1.2 Karbon Aktif..... | 15 |
| 2.3.2.1.3 Polivinilklorida (PVC)..... | 15 |
| 2.3.2.1.4 Dioktilftalat (DOP) sebagai Plasticizer | 16 |
| 2.3.2.1.5 Tetrahidrofuran (THF)..... | 16 |
| 2.3.2.2 Kawat Pt..... | 16 |

| | |
|---|-----------|
| 2.3.2.3 Badan Elektroda..... | 16 |
| 2.4. Karakteristik ESI Sulfat..... | 17 |
| 2.4.1 Pengaruh pH..... | 17 |
| 2.4.2 Pengaruh Ion Asing..... | 17 |
| 2.4.3 Pengaruh Temperatur..... | 19 |
| 2.5. Sulfat..... | 19 |
| 2.6. Koefisien Selektif Ion..... | 20 |
| BAB III. METODE PENELITIAN..... | 23 |
| 3.1. Tempat dan Waktu Penelitian..... | 23 |
| 3.2. Alat Penelitian..... | 23 |
| 3.3. Bahan Penelitian..... | 23 |
| 3.4. Tahapan Penelitian..... | 23 |
| 3.4.1 Pembuatan Membran Zeolit..... | 24 |
| 3.4.1.1 Kalsinasi zeolit..... | 24 |
| 3.4.1.2 Uji kandungan ion Cl^- | 24 |
| 3.4.1.3 Pembuatan Membran ESI sulfat..... | 24 |
| 3.4.2 Pembuatan Badan Elektroda..... | 25 |
| 3.4.3 Pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis... .. | 25 |
| 3.5. Cara Kerja..... | 25 |
| 3.5.1 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M..... | 25 |
| 3.5.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M..... | 25 |
| 3.5.3 Pembuatan larutan bufer fosfat..... | 26 |
| 3.5.4 Pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$ pH 3-10..... | 26 |
| 3.5.5 Pengukuran potensial sensor sulfat pada pH 3- 10..... | 26 |
| 3.5.6 Pembuatan Larutan Ion Asing..... | 26 |
| 3.5.6.1 Pembuat Larutan Cl^- 0,1 M..... | 26 |
| 3.5.6.2 Pembuatan Larutan CO_3^{2-} 0,1 M..... | 27 |
| 3.5.6.3 Pembuatan Larutan PO_4^{2-} 0,1 M..... | 27 |
| 3.5.7 Pengukuran potensial ESI sulfat tanpa adanya ion pengganggu dan dengan adanya ion pengganggu..... | 27 |
| 3.5.8 Pengukuran potensial ESI sulfat pada Temperatur $30^\circ\text{C} - 60^\circ\text{C}$ | 27 |
| 3.6 Analisis Data..... | 28 |
| 3.6.1 Pengaruh pH..... | 28 |

| | |
|--|-----------|
| 3.6.2 Pengaruh Ion Asing | 28 |
| 3.6.3 Pengaruh Temperatur | 28 |
| BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN | 29 |
| 4.1 Pengukuran pH Terhadap Selektivitas ESI Sulfat Berbasis Zeolit | 29 |
| 4.2 Pengaruh Ion Asing Terhadap Selektivitas ESI Sulfat Bermembran Zeolit | 32 |
| 4.3 Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja ESI sulfat Tipe Kawat Terlapis..... | 36 |
| BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN | 38 |
| 5.1. Kesimpulan..... | 38 |
| 5.2. Saran | 38 |
| DAFTAR PUSTAKA | 39 |
| LAMPIRAN..... | 43 |



DAFTAR GAMBAR

Halaman

| | | |
|--------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Prinsip Pengukuran ESI..... | 7 |
| Gambar 2.2 | Rangkaian Pengukuran Dengan Menggunakan ESI..... | 9 |
| Gambar 2.3 | Kontruksi ESI sulfat | 10 |
| Gambar 2.4 | Mekanisme Pertukaran Ion Pada Antarmuka Membran..... | 11 |
| Gambar 2.5 | Struktur Zeolit..... | 13 |
| Gambar 2.6 | Terikatnya NH_4 Dengan Zeolit..... | 14 |
| Gambar 2.7 | Pembentukan Zeolit Dengan Gugus OH..... | 14 |
| Gambar 2.8 | Penentuan Situs Asam Lewis | 15 |
| Gambar 2.9 | Kurva Kalibrasi ESI Terhadap Ion Asing | 18 |
| Gambar 2.10 | Deret <i>Hofmeister</i> | 19 |
| Gambar 4.1 | Pengaruh pH terhadap faktor Nernst ESI sulfat bermembran zeolit..... | 30 |
| Gambar 4.2 | Pengaruh Ion Asing terhadap Koefisien selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit..... | 34 |
| Gambar 4.3 | Pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit..... | 36 |
| Gambar L.4.1 | Zeolit sebelum kalsinasi | 73 |
| Gambar L.4.2 | Zeolit sesudah kalsinasi | 74 |

DAFTAR TABEL

| | | Halaman |
|---------------|--|---------|
| Tabel 2.1 | Sifat-sifat Anion | 18 |
| Tabel 4.1 | Harga K_{ij} ion asing terhadap ESI sulfat bermembran zeolit..... | 33 |
| Tabel L.3.1 | Hasil pengenceran larutan K_2SO_4 | 52 |
| Tabel L.3.2 | Perhitungan pengenceran larutan bufer..... | 53 |
| Tabel L.4.1.1 | Pengukuran Potensial rata-rata dan penentuan harga Nernst pada pH 3-10..... | 57 |
| Tabel L.4.1.2 | Penentuan HargaNernst pada pH 4 | 57 |
| Tabel L.4.1.3 | Penentuan HargaNernst pada pH 5 | 58 |
| Tabel L.4.1.4 | Penentuan HargaNernst pada pH 6 | 58 |
| Tabel L.4.1.5 | Penentuan HargaNernst pada pH 7 | 58 |
| Tabel L.4.1.6 | Penentuan HargaNernst pada pH 8 | 59 |
| Tabel L.4.1.7 | Penentuan HargaNernst pada pH 9 | 59 |
| Tabel L.4.1.8 | Penentuan HargaNernst pada pH10 | 59 |
| Tabel L.4.2.1 | Penentuan HargaNernst pada temperatur 30 °C | 60 |
| Tabel L.4.2.2 | Penentuan HargaNernst pada temperatur 40 °C | 60 |
| Tabel L.4.2.3 | Penentuan HargaNernst pada temperatur 50 °C | 61 |
| Tabel L.4.2.4 | Penentuan HargaNernst pada temperatur 60 °C | 61 |
| Tabel L.4.3.1 | Hargapotensial ESI sulfat tanpa ion asing..... | 61 |
| Tabel L.4.3.2 | Hargapotensial ESI sulfat dengan ion asing Cl^- | 62 |
| Tabel L.4.3.3 | Hargapotensial ESI sulfat dengan ion asing CO_3^{2-} | 62 |
| Tabel L.4.3.4 | Hargapotensial ESI sulfat dengan ion asing PO_4^{3-} | 62 |
| Tabel L.4.3.5 | Hargapotensial rata-rata ESI sulfat ion asing | 63 |
| Tabel L.4.3.6 | Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat | 63 |
| Tabel L.4.3.7 | Data potensial larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1} M$ | 63 |
| Tabel L.4.4 | Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektivitas ion Cl^- | 66 |
| Tabel L.4.5 | Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektivitas ion CO_3^{2-} | 66 |
| Tabel L.4.6 | Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektivitas ion PO_4^{3-} | 67 |

DAFTAR TABEL

| | Halaman |
|-------------|---|
| Tabel L.5.1 | Tabel Hubungan antara Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst..... 68 |
| Tabel L.5.2 | Data Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harag Faktor Nernst..... 68 |
| Tabel L.5.3 | Harga Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst..... 79 |
| Tabel L.5.4 | Tabel Hubungan Antara Variasi pH dengan Faktor Nernst..... 70 |
| Tabel L.5.5 | Data Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst..... 70 |
| Tabel L.5.6 | Data Pengaruh variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst..... 71 |
| Tabel L.5.7 | Data Pengaruh pH Terhadap Uji BNT 72 |



DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

| | | |
|------------|---|----|
| Lampiran 1 | Skema Kerja..... | 43 |
| Lampiran 2 | Preparasi Larutan..... | 47 |
| Lampiran 3 | Perhitungan dan Pembuatan Larutan..... | 49 |
| Lampiran 4 | Data Hasil Penelitian..... | 57 |
| Lampiran 5 | Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst..... | 68 |



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia adalah negara yang berkembang pertumbuhan ekonomi yang sangat pesat membuat pengusaha banyak yang menanamkan modal dengan bentuk membuka lapangan pekerjaan, contohnya banyaknya pabrik yang dibangun. Dengan banyaknya pabrik maka limbah yang dihasilkanpun semakin banyak. Salah satu limbah yang dihasilkan oleh pabrik adalah sulfat, limbah oleh pabrik dibuang ke aliran sungai sehingga dapat mencemari lingkungan.

Air sungai digunakan sebagai kepentingan hidup sehari-hari misalnya mandi, mencuci dan sebagian mahluk hidup mempergunakan air sungai untuk dikonsumsi. Dalam limbah tidak hanya terdapat sulfat namun terdapat beberapa ion lain, kadar sulfat dalam air dapat bereaksi dengan natrium dan magnesium yang terkandung dalam air, apabila air sungai dikonsumsi oleh makhluk hidup maka dapat menimbulkan iritasi pada saluran pencernaan, efek *laxative*, dan dehidrasi. Sehingga untuk menjaga kesehatan makhluk hidup dan lingkungan agar tidak tercemar maka kadar sulfat pada air minum tidak boleh melebihi 250 mg/L. Namun banyak yang tidak menghiraukan apakah air yang dikonsumsi selama ini telah tercemar oleh sulfat, dikarenakan proses penganalisaan membutuhkan waktu yang lama dan biaya yang mahal.

Selama ini metode yang sering digunakan untuk penentuan sulfat yaitu spektrofotometri Ultraviolet dan infra merah. Namun metode ini dapat dilakukan hanya dalam skala laboratorium dan perlu melakukan beberapa tahapan. Kendala inilah yang harus diatasi agar dapat terjangkau oleh masyarakat dan lebih singkat dalam proses penganalisa. Sehingga dapat lebih mudah dan murah dalam menganalisa air yang berada pada lingkungannya. Proses yang lebih mudah, cepat dan praktis dalam menganalisa sulfat dengan menggunakan metode potensiometri berupa ESI. Selain ESI mudah dibuat, bahan-bahan yang digunakan dapat secara mudah diperoleh.

ESI yang pernah dibuat adalah ESI bermembran zeolit penukar kation. Zeolit yang sangat melimpah dapat digunakan sebagai absorben, katalis dan penukar ion dalam ESI. Dari penelitian yang sebelumnya ESI hanya digunakan sebagai alat penukar kation, sedangkan di lingkungan tidak hanya kation yang dapat mengganggu namun anion juga dapat mengganggu. Oleh sebab itu dalam penelitian ini dibuat ESI penukar anion dengan bahan aktif zeolit.

Penggunaan bahan aktif zeolit dikarenakan zeolit pada alam masih dalam jumlah banyak dan belum dimanfaatkan secara optimal, selain itu zeolit dapat menghantarkan arus listrik meski dalam skala yang kecil dan memiliki pori-pori sehingga dapat mempermudah terjadinya pertukaran ion. Dengan zeolit dapat menghantar arus listrik meski kecil telah memenuhi salah satu syarat membran yang baik buat ESI, dengan penambahan bahan pendukung lainnya.

ESI yang telah dibuat untuk mengetahui kadar sulfat oleh Ningsih (2011), yaitu ESI sulfat bermembran zeolit yang sudah dikarakteristik menunjukkan harga faktor Nernst yang telah sesuai dengan harga teoritis sebesar 29,6 mV/dekade konsentrasi, dapat bekerja dengan kisaran konsentrasi $1 \times 10^{-5} \text{M}$ – $1 \times 10^{-1} \text{M}$ dengan harga faktor Nernst 29,17 mV/dekade konsentrasi dengan harga regresi yang mendekati 1, limit deteksi pada ESI sulfat yang telah dibuat adalah $4,27 \times 10^{-6} \text{M}$ setara dengan 0,410 ppm sulfat, dan memiliki usia pemakaian selama 41 hari.

ESI sulfat bermembran zeolit yang telah dikarakteristik dapat diterapkan dalam lingkungan, dengan memperhatikan pengaruh dalam lingkungan. Kondisi lingkungan yang berubah-ubah dan setiap tempat memiliki kondisi yang berbeda sehingga perlu untuk mengetahui kondisi apa saja yang dapat berpengaruh yaitu pH, ion asing, dan temperatur. Pada pengaruh pH kondisi pH yang digunakan mulai pH asam hingga basa (3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10) untuk mengetahui kinerja ESI sulfat dapat terganggu. Pada penelitian (Ganjali, dkk., 2003) sebelumnya ESI sulfat menunjukkan slope *Nernstian* yang sesuai dengan harga teoritis dan bekerja dengan baik pada kisaran konsentrasi $1 \times 10^{-6} \text{M}$ – $1 \times 10^{-1} \text{M}$ dengan slope Nernst teoritis sebesar -29,2 mV/dekade,

ESI bekerja dengan baik pada kisaran pH 2-7 dan didukung oleh penelitian Fardiyah (2005) variasi pH ESI sulfat dengan bahan aktif alikuat-336 yang diteliti pada kisaran pH 2-10. Ion asing yang dipilih Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} , pemilihan ion tersebut dikarenakan ion tersebut sebagai kontaminan yang cukup banyak dalam limbah. Sedangkan temperatur untuk mengetahui dengan bertambah tingginya temperatur dapat mempengaruhi terhadap kinerja ESI sulfat maka temperatur yang digunakan $30\text{ }^\circ\text{C} - 60\text{ }^\circ\text{C}$.

Berdasarkan uraian diatas maka dalam penelitian untuk mengetahui kadar sulfat pada lingkungan dengan menggunakan ESI sulfat bermembran zeolit perlu dipelajari pengaruh lingkungan yang dapat mengganggu yaitu pH, ion asing dan temperatur terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasar latar belakang di atas maka dapat dirumuskan suatu masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat yang *Nernstian*?
2. Bagaimana pengaruh ion asing terhadap kinerja ESI sulfat yang *Nernstian*?
3. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI sulfat yang *Nernstian*?

1.3 Batasan Masalah

1. ESI sulfat tipe kawat terlapis yang digunakan adalah yang telah dikembangkan oleh Ningsih (2011)
2. Kisaran konsentrasi larutan baku K_2SO_4 yang digunakan dalam pengukuran adalah $1 \times 10^{-5}\text{M} - 1 \times 10^{-1}\text{M}$
3. pH pengukuran dilakukan pada pH 3 - 10 pengukuran larutan K_2SO_4
4. Ion asing yang diuji: Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} dengan konsentrasi masing-masing $1 \times 10^{-3}\text{M}$ menggunakan metode larutan tercampur

5. Temperatur pengukuran dilakukan pada kisaran temperatur $30\text{ }^{\circ}\text{C} - 60\text{ }^{\circ}\text{C}$

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah

1. Mempelajari pengaruh pH terhadap selektifitas ESI sulfat bermembran zeolit
2. Mempelajari pengaruh ion asing terhadap selektifitas ESI sulfat bermembran zeolit
3. Mempelajari pengaruh temperatur terhadap selektifitas ESI sulfat bermembran zeolit.

1.5 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian dapat di peroleh ESI sulfat bermembran zeolit yang dapat digunakan pada beberapa kondisi pH, memiliki selektivitas yang tinggi terhadap ion asing (Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{2-}) pada konsentrasi $1 \times 10^{-3}\text{ M}$ dan dapat digunakan pada kisaran temperatur $1 \times 10^{-1}\text{ M} - 1 \times 10^{-5}\text{ M}$.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Elektroda Selektif Ion (ESI)

Metode yang digunakan dalam penelitian ini yaitu metode potensiometri. Potensiometri merupakan suatu metode pengukuran potensial sel dari dua elektroda yang tidak terpolarisasi pada keadaan kesetimbangan. Elektroda yang tidak terpolarisasi adalah elektroda yang menunjukkan potensial konstan yang tidak bergantung pada arus hingga rentang tertentu (Wang, 2006). Metode yang dikembangkan dalam penelitian ini menggunakan elektroda selektif ion (ESI).

Elektroda Selektif Ion (ESI) adalah sel paro elektrokimia (elektroda) yang menggunakan membran selektif ion sebagai elemen pengenal (sensor), karenanya ESI akan lebih merespon analit yang disensor dibanding ion lain yang berada bersama-sama dalam sampel (Wroblewski, 2005).

Membran merupakan suatu lapisan yang memisahkan dua fasa yang mengandung bahan semipermeabel dengan permeabilitas yang terkontrol. Membran ESI bertanggung jawab atas respon gaya *electromotive* (emf) dan selektivitas dari ESI. Membran terdiri dari elektroda sensor yang pada umumnya bersifat homogen, namun ada yang juga bersifat heterogen (IUPAC, 1997). Jenis membran yang digunakan adalah membran yang berbahan aktif zeolit dengan beberapa bahan pendukung yaitu karbon aktif, PVC, DOP, dan pelarut THF. Zeolit digunakan karena bersifat hidrofobik dan dapat menghantar arus listrik.

ESI bermembran zeolit yang telah dikembangkan saat ini adalah ESI sulfat bermembran zeolit yang telah dikembangkan oleh Ningsih (2011).

ESI merupakan alat ukur yang cukup ideal karena kemampuannya untuk menentukan aktivitas dari ion tertentu dalam suatu larutan secara kuantitatif dan selektif, yang menggunakan membran sebagai sensor kimia yang potensialnya berubah-ubah secara reversibel terhadap perubahan aktivitas ion yang ditentukan (Britannica, 1990).

Suatu ESI yang memiliki karakter optimal untuk pengukuran analisis ditunjukkan oleh parameter: (a) sensitif ditunjukkan oleh

sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst untuk ion monovalen sebesar 59,2 mV/dekade konsentrasi, untuk ion divalen 29,6 mV/dekade konsentrasi, (b) kisaran konsentrasi linier luas ($1-10^{-6}$ M), (c) limit deteksi rendah (10^{-6} M), (d) waktu respon cepat (< 1 menit), (e) usia pemakaian > 5 bulan, (f) pembuatannya dapat diulang dengan baik (*reproducible*) dan (g) menunjukkan akurasi dan ketelitian tinggi (memberikan kesalahan $< 5\%$) (Pranitis, 1992).

2.1.1 Membran ESI

Membran merupakan lapisan tipis bersifat semi permeabel yang memisahkan 2 fasa dengan permeabilitas yang terkontrol (IUPAC, 2006). Membran yang digunakan dalam ESI dan berfungsi sebagai sensor ion tertentu disebut membran selektif ion (Bailey, 1976).

Sifat yang harus dimiliki membran selektif ion agar ESI memiliki sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap ion yang disensornya adalah : (1) bersifat hidrofobik dan mempunyai tetapan dielektrik tinggi (2) menghantarkan listrik meskipun kecil $\approx 10^6$ ($\Omega \text{ cm}$)⁻¹ yang ditimbulkan migrasi ion-ion dan dapat dicapai dengan porositas rendah yang kerapatan muatan tinggi (3) dapat bereaksi dengan ion analit (4) bersifat lentur (fleksible) sehingga ion-ion di dalamnya memiliki mobilitas tinggi dan dapat bermigrasi, meskipun mobilitas bukan merupakan faktor utama yang menentukan selektivitas ESI (Lakshminarayanaiah, 1976).

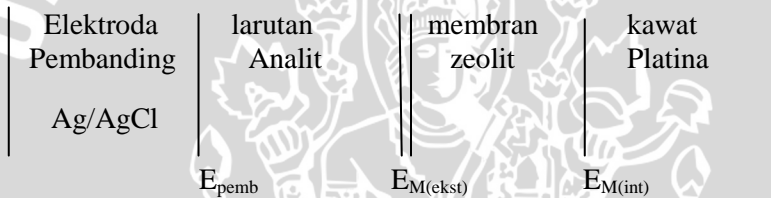
Respon dan selektivitas ESI logam maupun anion tertentu tergantung terhadap bahan aktif dan komposisi penyusunan membran. Dalam pembuatan membran pada penelitian ini digunakan sebagai bahan aktif membran yaitu zeolit, karbon aktif sebagai pendukung, PVC (matrik polimer) sebagai bahan pendukung, DOP sebagai zat pemlastis dan pelarut THF.

2.1.2 Prinsip Pengukuran ESI

ESI bekerja menggunakan prinsip dasar dari sel galvanik. Perbedaan potensial disekitar membran merupakan beda potensial pada antarmuka membran-larutan. Potensial membran adalah potensial listrik yang timbul pada antarmuka membran yang memisahkan 2 larutan elektrolit (Lakshminarayanaiah, 1976).

Prinsip pengukuran ESI dengan menggunakan metode potensiometri, pengukuran yang dilakukan adalah mengukur potensial dengan menggunakan elektroda indikator dibandingkan dengan elektroda pembanding (elektroda standar). Elektroda indikator dengan pembanding dicelupkan pada analit sehingga di peroleh harga potensial analit yang terukur. Besarnya harga potensial yang terukur tergantung terhadap aktivitas ion-ion dalam analit, sehingga diperoleh harga *Nernstian* dengan menggunakan persamaan Nernst, aktivitas ion dalam analit dapat langsung terukur sesuai dengan beda potensial yang terbaca. Elektroda pembanding pada diagram setengah sel dengan potensial elektroda yang diketahui secara akurat, E_{pemb} , bebas dari konsentrasi analit ataupun ion lain yang terdapat dalam larutan (Skoog, 2004).

Prinsip pengukuran ESI dapat ditunjukkan sebagai berikut:



Gambar 2.1 Prinsip Pengukuran ESI

Pengukuran potensial sel elektrokimia menggunakan elektroda indikator ESI dan elektroda pembanding Ag/AgCl, maka potensial yang terukur merupakan beda potensial antara ESI dengan elektroda Ag/AgCl, sehingga dapat ditulis sebagai Persamaan 2.1 (Lynde, 1997).

$$E_{sel} = E_{ESI} - E_{pemb} \quad (2.1)$$

Jika potensial elektroda pembanding (E_{pemb}), potensial kawat Pt dengan permukaan membran ($E_{M(int)}$), sedangkan potensial membran dengan larutan analit ($E_{M(ekst)}$), maka diperoleh persamaan 2.2 (Bailey, 1976) :

$$E = E_{M(int)} + E_{M(ekst)} - E_{pemb} \quad (2.2)$$

2.2 ESI Tipe Kawat Terlapis

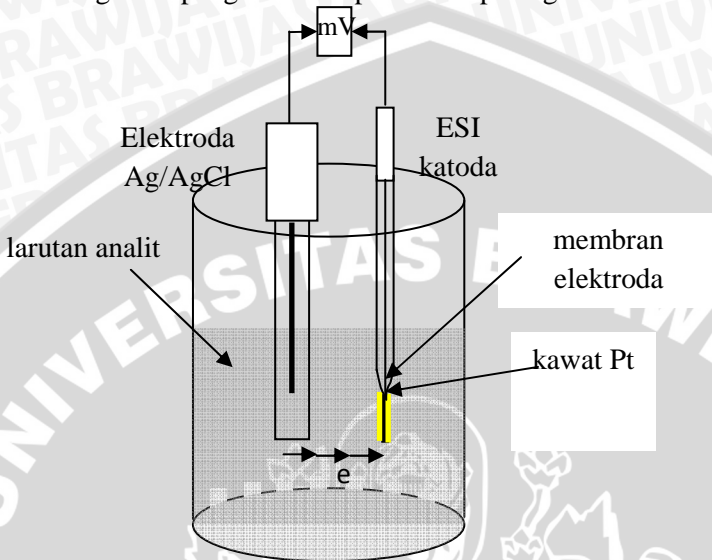
ESI tipe kawat terlapis ini merupakan ESI dengan membran polimer yang dilapiskan pada konduktor elektronik berupa kawat Pt, Ag, Cu, atau batang grafit. Polimer PVC, poli (asam metakrilat) atau poli (vinil benzil klorida), dengan atau tanpa *plasticizer* digunakan sebagai pendukung membran. ESI tipe kawat terlapis ini pada umumnya memberikan respon potensial optimal setelah diprakerjakan dalam larutan ion yang disensornya pada saat pertama kali digunakan pengukuran (Cunningham, 1986).

ESI tipe kawat terlapis ini bertindak sebagai elektroda indikator. Potensial sel timbul karena adanya kontak antara elektroda indikator dan elektroda pembanding luar dengan suatu larutan analit. Berikut gambar skema pengukuran ion menggunakan ESI (Pranitis, *et al.*, 1992).

Kelebihan ESI tipe kawat terlapis antara lain : karakteristik sama dan kadang-kadang lebih baik jika dibandingkan dengan ESI tipe tabung, berukuran kecil, hanya membutuhkan volume sampel yang sedikit, konstruksinya sederhana sehingga mudah dibuat, harga relatif lebih murah, dapat digunakan sekali pakai (*disposable*), serta dapat digunakan dalam posisi miring yang sesuai digunakan untuk pengukuran *in vivo* dengan usia pemakaian lebih dari 6 bulan (Cahalan, 1991 dalam Atikah 2005). Kekurangan dari ESI tipe ini adalah harga E^0 yang tidak stabil namun dapat diatasi dengan pembuatan kurva standart pengukuran sebagai standart pengukuran secara potensiometri yang diukur selama 7 hari pengamatan (Cunningham, 1986).

Pada ESI tipe kawat terlapis, platina berperan sebagai pengganti elektroda pembanding dalam. Jika potensial Ag/AgCl adalah E_{pemb} , potensial platina dengan permukaan dalam membran adalah $E_{M(int)}$ dan potensial permukaan membran dengan larutan adalah $E_{M(ekst)}$. Potensial yang terukur sebanding dengan logaritma konsentrasi dan sensitivitas elektroda ditunjukkan dari harga faktor Nernst elektroda dalam mV/dekade konsentrasi (Pranitis, 1992).

Rangkaian pengukuran dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 2.2 Rangkaian Pengukuran Dengan Menggunakan ESI

Pada ESI sulfat tipe kawat berlapis, platina menggantikan elektroda pembanding dalam, bila potensial Ag/AgCl adalah E_{pemb} yang berharga positif, potensial Pt dengan permukaan dalam membran adalah $E_{M(\text{int})}$ dan potensial permukaan membran dengan larutan cuplikan adalah $E_{M(\text{eks})}$.

Harga E_{pemb} dan $E_{M(\text{int})}$ dijaga tetap atau konstan sehingga diberikan simbol E° pada kondisi spesifik, maka harga potensial sel yang terukur yaitu $E_{M(\text{ekst})}$, sehingga pada sensor timbal didapatkan persamaan.

$$E = E^{\circ} - \frac{2,303 RT}{nF} \log \square i \quad (2.3)$$

Keterangan:

- Esel = beda potensial sel
- E° = potensial elektroda standar
- a (sulfat) = aktivitas ion sulfat yang terukur
- n = muatan ion yang ditentukan (sulfat = 2)
- R = tetapan gas ideal ($8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$)
- T = temperatur (K)
- F = tetapan Faraday (96.485 Cmol^{-1})

Harga E° pada elektroda selektif ion tipe kawat terlapis cenderung tidak stabil maka perlu dilakukan pembuatan kurva baku pengukuran sebagai standarisasi metode potensiometri. Sebagai pengukuran akhir diukur berdasarkan beda potensial yang timbul ditentukan oleh aktivitas (konsentrasi) ion target yang dinyatakan dengan persamaan Nernst 2.5 sebagai berikut (Chemicool, 2009):

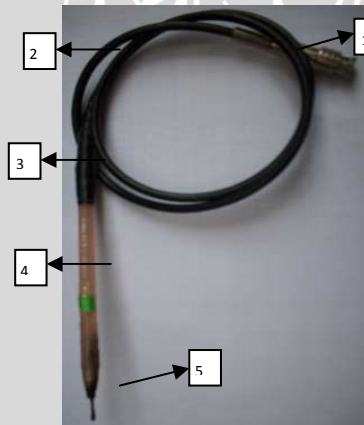
$$E = E^\circ - 29,6 \log a_i \quad (2.4)$$

Pengukuran ESI adalah aktivitas ion, bukan merupakan konsentrasi ion dalam larutan. Aktivitas merupakan konsentrasi efektif ion. Aktivitas ion dipengaruhi oleh total kekuatan ion dalam larutan.

$$a_i = \gamma \cdot C_i \quad (2.5)$$

2.3 ESI sulfat tipe kawat terlapis

Hasil dari pembuatan ESI sulfat bermembran zeolit yang dibuat ditunjukkan seperti pada Gambar 2.3:



Gambar 2.3 Kontruksi ESI sulfat

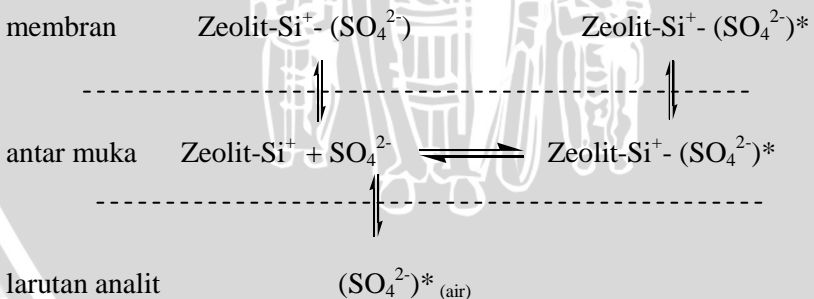
Keterangan Gambar 2.3:

1. *Jek Banana*
2. Kabel RG-58
3. *Jek Banana* termodifikasi
4. Badan elektroda
5. Kawat platina bermembran

ESI sulfat yang dihasilkan mempunyai faktor Nernst 29,17 mV/dekade konsentrasi. Rentang konsentrasi pengukuran yang dipergunakan adalah $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$, dengan batas deteksi $4,27 \times 10^{-6} \text{M}$ atau setara dengan 0,410 ppm sulfat, waktu respon 70 detik dan usia pemakaian 41 hari.

2.3.1 Mekanisme Reaksi Kesetimbangan Ion pada Membran

Interaksi dari analit dengan membran dalam potensial membran terjadi bila terdapat perbedaan konsentrasi analit pada sisi berlawanan membran. Satu sisi membran kontak dengan kawat platina sedangkan pada sisi lain (bagian luar) kontak dengan sampel. Pada saat kontak dengan larutan analit, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran dengan larutan. Jika ion berada dalam larutan dapat menembus batas antarmuka membran dengan larutan yang tidak saling campur, maka akan terjadi reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif membran hingga mencapai kesetimbangan elektrokimia. Mekanisme pertukaran ion pada antarmuka membran dengan larutan dinyatakan dalam reaksi (Atikah dkk, 2007):



Gambar 2.4 Mekanisme Pertukaran Ion Pada Antarmuka Membran

Secara teoritis dikatakan bahwa, membran yang digunakan dalam konstruksi elektroda harus mempunyai sifat menghantarkan listrik yang baik meskipun kecil, yang dipengaruhi oleh 2 faktor yaitu porositas dari membran dan tinggi rendahnya densitas dari gugus aktif. Umumnya penghantaran listrik ditimbulkan oleh adanya migrasi ion-ion. Suatu elektroda agar memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi terhadap kation dan anion maka membran selektif ion harus mempunyai kelarutan dalam larutan analit yang umumnya air adalah nol. Membran juga harus dapat bereaksi dengan ion-ion analit secara selektif berdasarkan tiga tipe ikatan yaitu pertukaran ion, kristalisasi dan kompleksasi (Lakshminarayanaiah, 1976).

Harga E° pada elektroda selektif ion tipe kawat terlapis cenderung tidak stabil maka perlu dilakukan pembuatan kurva baku pengukuran sebagai standarisasi metode potensiometri. Sebagai pengukuran akhir diukur berdasarkan beda potensial yang timbul ditentukan oleh aktivitas (konsentrasi) ion target yang dinyatakan dengan persamaan Nernst 2.5 sebagai berikut (Chemicool,2009):

$$E = E^{\circ} - \frac{2,303RT}{nF} \log \frac{a_{x-air}}{a_{x-membran}} \quad (2.6)$$

$$E = E^{\circ} - \frac{2,303 RT}{nF} \log a_{SO_4^{2-}} \quad (2.7)$$

2.3.2 Komponen ESI sulfat tipe kawat terlapis

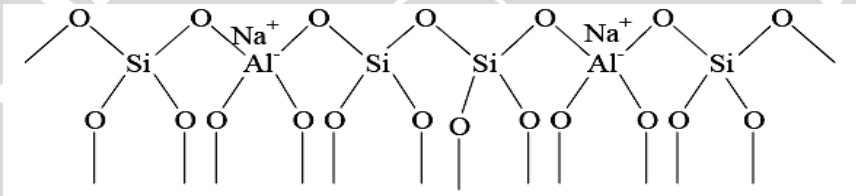
Komponen dalam ESI tipe kawat terlapis terdiri dari membran, kawat terlapis, badan elektroda dan kabel koaxial.

2.3.2.1 Membran

Komposisi membran yang digunakan adalah komposisi membran yang telah dibuat dan dikarakteristik oleh Ningsih (2011). Perbandingan komposisi membran yang terlapis kawat platina meliputi bahan aktif zeolit : karbon aktif : PVC : DOP adalah 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b). ESI sulfat menunjukkan harga faktor Nernst 29,17 mV/dekade konsentrasi, konsentrasi linier sulfat 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M dengan limit deteksi $4,27 \times 10^{-6}$ M sebanding dengan 0,410 ppm sulfat, waktu respon 30 detik dan life time 41 hari.

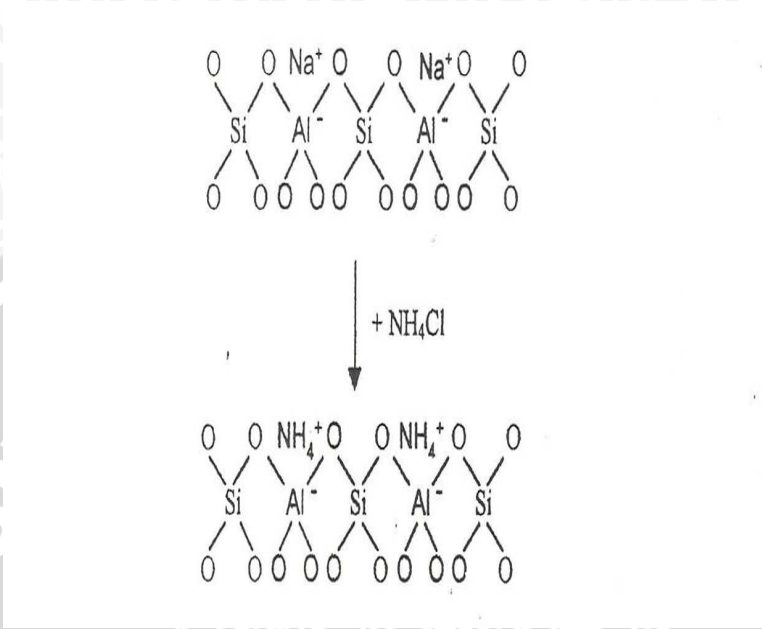
2.3.2.1.1 Zeolit

Zeolit adalah senyawa zat kimia alumino-silikat terhidrat dengan kation natrium, kalium, kalsium dan magnesium. Secara umum, Zeolit memiliki molekular struktur yang unik, dimana atom silikon dikelilingi oleh 4 atom oksigen sehingga membentuk semacam jaringan dengan pola yang teratur. Di beberapa tempat di jaringan ini, atom Silikon digantikan dengan atom Aluminium, yang hanya terkoordinasi dengan 3 atom Oksigen. Atom Aluminium ini hanya memiliki muatan 3+, sedangkan Silikon sendiri memiliki muatan 4+. Keberadaan atom Aluminium ini secara keseluruhan akan menyebabkan zeolit memiliki muatan negatif.

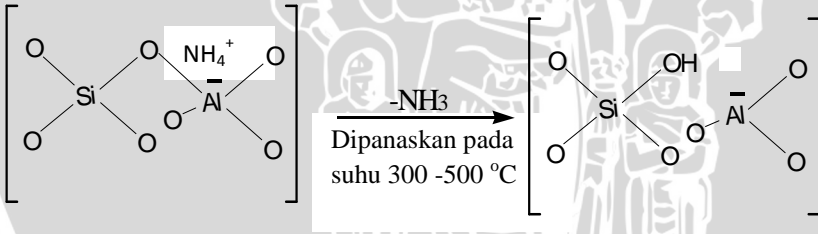


Gambar 2.5 Struktur Zeolit

Zeolit mempunyai beberapa kegunaan, diantaranya zeolit sebagai adsorben, zeolit sebagai penukar ion, dan zeolit sebagai katalis. Kemampuan zeolit sebagai penukar ion merupakan dasar penggunaan zeolit sebagai membran dalam ESI yang akan digunakan (Edward, 1987). Agar zeolit dapat digunakan sebagai penukar anion maka dibutuhkan gugus yang bermuatan positif dalam struktur zeolit. Secara umum sebelum zeolit dijadikan membran, terlebih dahulu diaktivasi dengan NH_4Cl , untuk mendapatkan muatan positif dalam struktur zeolit. Gugus positif tersebut dapat diperoleh dari zeolit yang mengandung gugus OH^- kemudian dikalsinasi. Gugus OH^- sendiri diperoleh dari pertukaran ion amonium yang kemudian dikalsinasi menggunakan temperatur 300-500 °C, sesuai dengan Gambar 2.5 dan Gambar 2.6 sebagai berikut (Haynes, 1978):

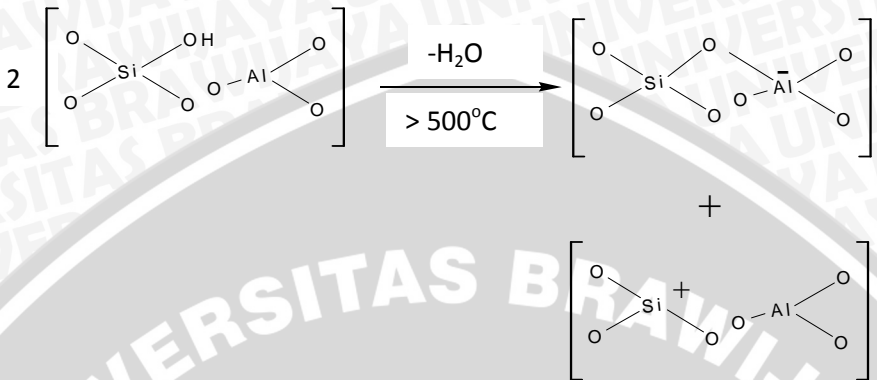


Gambar 2.6 Terikatnya NH_4 Dengan Zeolit



Gambar 2.7 Pembentukan Zeolit Dengan Gugus OH

Zeolit dengan gugus OH^- sangat mudah melepaskan proton, oleh sebab itu disebut asam Brownsted, yang jika dipanaskan lebih lanjut maka akan terbentuk situs asam Lewis. Pembentukan asam Lewis tersebut menyebabkan zeolit aktif sebagai penukar anion (Haynes, 1978).



Gambar 2.8 Penentuan Situs Asam Lewis

2.3.2.1.2 Karbon Aktif

Penggunaan karbon aktif dalam campuran membran elektroda karena karbon aktif memiliki struktur grafit dimana di dalam struktur ini atom-atom karbon membentuk orbital hibridisasi Sp^2 yang menghubungkan satu atom karbon dengan atom karbon lainnya. Struktur ini memungkinkan terjadinya pergerakan elektron sehingga dapat menghantarkan arus listrik (Wilkinson, 1976). Selain itu, karbon aktif juga bersifat inert sehingga tidak mudah teroksidasi ataupun tereduksi yang dapat digunakan dalam campuran pada membran sebagai penghantar listrik (Sevilla *et al.*, 1993).

2.3.2.1.3 Polivinilklorida (PVC)

Bahan membran pendukung yang sering digunakan adalah PVC (Polivinilklorida) karena bersifat kuat dan inert tidak mudah menguap tahan terhadap pelarut dan berpori kecil. PVC mempunyai temperatur transisi gelas (T_g) relatif tinggi yaitu 80°C . Supaya membran mampu menghantarkan listrik dan memungkinkannya terjadi mobilitas ion-ion, maka tempertur T_g harus berada dibawah suhu kamar dengan penambahan *plasticizer*. Daerajat kristalinitas dari PVC diperlukan agar membran bersifat *permeabel* dan fleksibal.

2.3.2.1.4 Dioktilftalat (DOP) sebagai Plasticizer

Plasticizer adalah senyawa organik dengan viskositas yang tinggi (81,4 cp) pada temperatur 20 °C, DOP mempunyai berat molekul besar (390,56 g/mol) serta tidak larut dalam air (Sax and Lewis, 1987). Interaksi yang terjadi antara *plasticizer* dengan polimer adalah ikatan hidrogen atau gaya Van Der Waals. *Plasticizer* yang baik untuk pembuatan ESI adalah melarutkan bahan elektroaktif, tidak mudah menguap, tidak larut dalam larutan yang ditentukan, dan mampu mempertahankan selektivitas dari bahan tersebut (vesely, *et al*, 1978).

2.3.2.1.5 Tetrahidrofuran (THF)

Tetrahidrofuran (THF) adalah senyawa organik heterosiklik dengan rumus kimia (CH₂)₄O yang digunakan sebagai pelarut dalam penelitian ini. THF merupakan cairan berviskositas rendah dan memiliki aroma seperti dietil eter. THF termasuk dalam molekul eter yang paling polar. THF memiliki kepolaran yang sedang dan melarutkan berbagai macam senyawa nonpolar maupun polar. THF sering digunakan untuk melarutkan karet dan PVC. Pelarut THF merupakan donor elektron dengan konstanta dielektrik 7,6 dan mempunyai viskositas rendah (0,48 cp pada temperatur 25 °C) (Sax dan Lewis, 1987; Vesely W. Dalibor, dan S. karel, 1978).

2.3.2.2 Kawat Pt

Kawat Pt digunakan sebagai pengganti elektroda pembanding dalam pada ESI tipe tabung. Penggunaan kawat Pt ini karena Pt bersifat inert, mempunyai harga konduktifitas yang baik (0,17 Ω⁻¹ cm⁻¹) serta tahan terhadap temperatur yang tinggi. Kawat Pt inilah yang kemudian akan dilapisi membran.

2.3.2.3 Badan Elektroda

Badan elektroda ESI tipe kawat terlapis yang dipergunakan adalah plastik polietilen. Plastik polietilen bersifat inert dan isolator yang baik sehingga timbul kontak dengan larutan analit yang dapat menimbulkan kesalahan pembacaan potensial (Lakshminarayanaiah,1976).

2.4 Karakteristik ESI Sulfat

2.4.1 Pengaruh pH

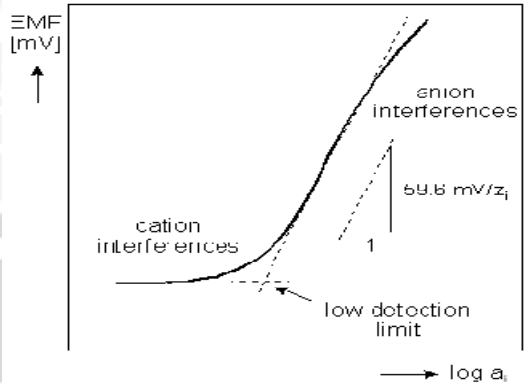
Pada saat pengukuran pH, sampel perlu ditambah larutan bufer namun penambahan bufer dapat menyebabkan kesalahan yang sangat signifikan pada saat pengukuran. Pada pH asam terjadi perubahan potensial disebabkan ion H^+ meningkat, meningkatnya ion H^+ juga akan mempengaruhi bertambahnya ion H^+ dalam membran sehingga terjadi kopetisi antara aktif penukar kation dengan ion H^+ . Pada pH basa, perubahan potensial dipengaruhi oleh meningkatnya jumlah ion OH^- dalam larutan. Oleh karena itu pada $pH > 8$, potensialkan menurun (slope negatif) (zare, 2005; Ardakani, 2006).

Menurut Evan (1991) pH yang sangat rendah dapat mempengaruhi selektivitas ESI, maka pengukuran pH rendah sangat dihindari. Pada ESI kation ion H^+ dapat membentuk kompleks dengan bahan aktif, sedangkan pada pH alkali harus diperhatikan jika ion H^+ sangat tinggi dapat mengganggu bagi ESI anion. Oleh karena itu perlu mengetahui kisaran pH optimum agar selektivitas ESI tidak terganggu dengan adanya ion H^+ .

2.4.2 Pengaruh Ion Asing

Ion asing adalah ion lain selain ion utama yang ditentukan yang terdapat dalam larutan sampel dan dapat mempengaruhi pengukuran potensial sel (Buck and Linder, 1994). Ion asing perlu diteliti pengaruhnya terhadap selektivitas ESI karena membran yang digunakan pada penelitian ini merupakan membran selektif ion, semua ion dalam larutan uji dapat berdifusi ke membran, namun hanya ion utama saja yang akan disensor oleh membran. Oleh karena itu penting untuk mengetahui apakah keberadaan ion asing yang juga ikut berdifusi menuju membran akan mempengaruhi selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit yang telah dibuat.

Tipe kurva kalibrasi ESI jika terdapat ion asing ditunjukkan pada Gambar 2.8 yang dirujuk dari Wroblewski (2005).



Gambar 2.9 Kurva Kalibrasi ESI Terhadap Ion Asing

Ion non permilabel tidak akan berpengaruh terhadap potensial yang terukur. Membran merupakan selektif terhadap ion dan tidak selektif terhadap ion-ion lain sepenuhnya itu tidak ada. Maka dapat dikatakan bahwa potensial membran tertentu dapat terpengaruh oleh aktivitas ion utama dan ion asing atau pengganggu (Wroblewski, 2005).

Perbedaan yang seperti energi bebas, ukuran, dan entalpi hidrasi yang dimiliki oleh ion utama maupun ion asing/pengganggu dapat berpengaruh terhadap aktivitas ion dalam larutan dan berpengaruh juga terhadap proses transpor ion-ion terhadap membran.

Ada beberapa sifat yang dimiliki ion utama dan ion asing sebagai berikut (Steed, 2009; Trompette, 2009)

Tabel 2.1 Sifat-sifat Anion

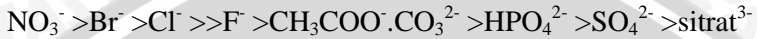
| Ion | Jari-jari ion (Å) | ΔG_{Hyd} (kJ mol ⁻¹) |
|-------------------------------|-------------------|--|
| SO ₄ ²⁻ | 2,30 | -1080 |
| Cl ⁻ | 1,81 | -340 |
| PO ₄ ³⁻ | 2,38 | -2765 |
| CO ₃ ²⁻ | 1,78 | -1315 |

Karakter hidrofilitas anion-anion juga penting untuk menentukan selektivitas membran dalam menukarkan ion. Sifat hidrofilitas anion-anion ditunjukkan dalam deret *hofmeister*,

semakin kekanan letak anion, maka anion semakin bersifat hidrofilik (Leon,2003; Steed 2009).

(Hidrasi lemah)

(Hidrasi kuat)



Deret Hofmeister

Gambar 2.10 Deret Hofmeister

2.4.3 Pengaruh Temperatur

Koefisien temperatur pada ESI perlu dikontrol karena koefisien temperatur (dE^0/dT) cukup berpengaruh sehingga perlu kontrol untuk mencapai kestabilan ESI yang memadai (Bailey, 1976). Menurut Rundle (2003), penurunan temperatur sebesar 10 °C akan menyebabkan penurunan potensial ESI sebesar 1 mV/dekade konsentrasi.

Temperatur juga berpengaruh terhadap aktivitas ion pada proses pertukaran ion pada antarmuka membran larutan, dimana temperatur berbanding terbalik dengan aktivitas ion, sehingga semakin tinggi temperatur maka aktivitas ion semakin menurun, seperti dalam persamaan berikut (IUPAC, 1996; Cohen, 1988).

$$\square_i = e^{\frac{\mu - \mu^0}{RT}} \quad (2.6)$$

keterangan:

- \square_i = aktivitas ion
- μ = potensial (mV)
- μ^0 = potensial standar (mV)
- R = konstanta gas (8,314 JK⁻¹mol⁻¹)
- T = temperatur termodinamik (K)

2.5 Sulfat

Sulfat merupakan sejenis garam dari asam sulfat, Ion sulfat merupakan jenis anion poliatom dengan rumus empiris SO₄²⁻ dengan massa molekul satuan 96.06 massa atom. Atom pusat sulfur dikelilingi oleh empat atom oksigen dalam susunan tetrahedral. Ion

sulfat bermuatan dua negatif dan merupakan basa konjugat ion hidrogen sulfat (bisulfate). Kebanyakan sulfat mudah larut dalam air. Kecuali dalam kalsium sulfat, stronsium sulfat dan barium sulfat, yang tak larut (Wikipedia, 2010).

Secara kimia sulfat bersifat netral dan tidak berbahaya. Sumber utama sulfat adalah bahan tanah dan air tanah, proses pelapukan kimia dan analisis mineral-mineral yang mengandung sulfat seperti pyrite, oksidasi sulfide, sulfur dan sisa-sisa tanaman dan hewan (Mahvin, 2009).

Tingginya kadar sulfat dalam air menyebabkan terjadinya gangguan pada kesehatan seperti iritasi, masalah terhadap pencernaan dan memberikan rasa pahit pada air. Meski efek sulfat terhadap kesehatan relatif singkat tapi berbahaya dan harus dikurangi dalam air minum hingga mencapai konsentrasi yang diijinkan oleh WHO. Konsentrasi sulfat dalam air yang diperbolehkan oleh WHO sebesar 250 ppm (Mahyin, 2009).

2.6 Koefisien Selektif Ion

Koefisien selektivitas potensiometri didefinisikan sebagai kemampuan sensor selektif ion untuk membedakan ion tertentu dari ion yang lain. Koefisien selektivitas, K_{ij} , dievaluasi oleh respon emf dari elektroda selektif ion dalam campuran larutan yang mengandung ion utama i dan ion pengganggu j (Metode larutan tercampur) atau dalam larutan terpisah i dan j (Metode larutan terpisah). Aktivitas ion utama i dan ion pengganggu j pada K_{ij} ditentukan secara spesifik. harga ditunjukkan oleh persamaan Nikolsky-Eisenman (Buck, 1994). jika $K_{ij} > 1$ maka sensor lebih merespon secara selektif terhadap ion pengganggu j dari pada ion utama i . Pada umumnya, $K_{ij} < 1$ yang berarti bahwa sensor lebih merespon secara selektif ion utama i daripada ion pengganggu j (Umezawa, *dkk.*, 2000). Semakin tinggi K_{ij} maka semakin besar pengaruh ion pengganggu.

Harga koefisien selektivitas dapat ditentukan melalui dua metode yaitu metode larutan terpisah dan metode larutan tercampur. Pada metode larutan tercampur, potensial elektroda diukur dalam larutan yang mengandung aktivitas ion pengganggu (a_j) tetap dan aktivitas ion utama, (a_i) bervariasi atau sebaliknya. Metode larutan tercampur ini merupakan metode yang direkomendasikan oleh IUPAC, karena menggambarkan kondisi pengukuran larutan sampel

yang sebenarnya. Pada penelitian ini, koefisien selektivitas ditentukan dengan metode larutan tercampur dengan mengukur potensial elektroda larutan yang mengandung aktivitas ion utama tertentu (yang terukur sebagai E_1), kemudian mengukur potensial elektroda larutan yang mengandung aktivitas ion utama (a_i) dan aktivitas ion pengganggu (a_j) (yang terukur sebagai E_2).

Pada masing-masing pengukuran diperoleh persamaan sebagai berikut (Srinivasan dan Rechnitz, 1969; Umezawa, dkk., 2000):

$$E_1 = E^o - 2,303 \frac{RT}{nF} \log a_i \quad (2.8)$$

$$E_2 = E^o - 2,303 \frac{RT}{nF} \log (a_i + K_{ij} a_j^{n/z}) \quad (2.9)$$

Dengan mengurangkan E_1 ke E_2 akan diperoleh persamaan

$$E_2 - E_1 = - 2,303 \frac{RT}{nF} \log \left(\frac{a_i + K_{ij} a_j^{n/z}}{a_i} \right) \quad (2.10)$$

Keterangan:

- E = beda potensial sel
- E^o = potensial elektroda standar
- a_i, a_j = aktivitas ion utama dan ion pengganggu
- n, z = muatan ion utama dan ion pengganggu
- i = ion utama, SO_4^{2-}
- j = ion pengganggu

Apabila persamaan 2.9 dimasukkan harga gas ideal (R) = 8,314 JK⁻¹ mol⁻¹, tetapan Faraday (F) = 96.485 C mol⁻¹ dan temperatur (T) = 298 K, maka diperoleh harga K_{ij}

$$E_2 - E_1 = -0,0296 \log (a_i + K_{ij} a_j^{n/z}) \quad (2.11)$$

$$K_{ij} = \frac{10 \left(\frac{E_2 - E_1}{-0,0296} \right) a_i - a_i}{a_j^{n/z}} \quad (2.12)$$

Jika aktivitas ion utama (i) adalah ion SO_4^{2-} dan aktivitas ion asing (j) adalah X- maka persamaan 2.13 menjadi:

$$K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{X}^-} = \frac{\left(10^{\frac{E_2 - E_1}{\text{slope}} \cdot a\text{SO}_4^{2-}}\right) - a\text{SO}_4^{2-}}{(a\text{X}^-)^{n/z}} \quad (2.13)$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya Malang serta dilaksanakan mulai bulan November 2010 hingga Maret 2011.

3.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang diperlukan antara lain : ESI sulfat tipe kawat terlapis, potensiometer merek Schoot Gerate model CG 820, Voltmeter, neraca analitik merek Adventurer model AR 2130, oven, pengaduk magnetik, pemanas listrik Ikamag RH Janke & Kunkel Ika Labortechnik, termometer, statif, botol semprot, botol sampel, sendok takar, kertas lilin, gelas kimia 50 mL dan 250 mL, labu ukur 50 mL dan 100 mL, gelas arloji, pipet ukur 5mL, pipet ukur 0,5 mL, pipet ukur 10 mL, dan pipet tetes.

3.3 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades, K_2SO_4 p.a, K_2CO_3 p.a, NH_4Cl p.a, $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ p.a, NaOH p.a, H_3PO_4 85% (b/b) $B_j=1,71$ kg/L, HNO_3 65% b/b dan Zeolit alam turen.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini sebagai berikut:

1. Membuat membran zeolit
2. Preparasi larutan, yaitu :
 - a. Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M
 - b. Pembuatan larutan NaOH 0,1 M
 - c. Pembuatan larutan K_2CO_3 0,1 M
 - d. Pembuatan larutan NH_4Cl 0,1 M
 - e. Pembuatan larutan $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ 0,1 M
3. Pengukuran potensial ESI sulfat pH 3 – 10

4. Pengukuran potensial ESI sulfat tanpa adanya ion pengganggu dan dengan adanya ion pengganggu Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} . Dengan metode larutan tercampur.
5. Pengukuran potensial ESI sulfat pada temperatur $30\text{ }^\circ\text{C}$ – $60\text{ }^\circ\text{C}$

3.4.1 Pembuatan Membran Zeolit

3.4.1.1 Kalsinasi zeolit

Serbuk zeolit dihaluskan menggunakan mortar sampai halus kemudian diayak menggunakan ayakan 120 mesh, zeolit yang lolos selanjutnya diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Zeolit hasil ayakan selanjutnya dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur $105\text{ }^\circ\text{C}$. Zeolit kering yang dihasilkan ditimbang 10 g kemudian ditambahkan NH_4Cl 2 M sebanyak 100 mL dan dikocok sampai homogen menggunakan pengaduk elektrik berkecepatan 100 rpm selama 24 jam. Hasil perendaman disaring dan residu dibilas dengan akuades sampai air pencuci bebas Cl^- , kemudian dipanaskan dalam tanur pada temperatur $550\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam.

3.4.1.2 Uji kandungan ion Cl^-

Sebanyak 2 mL filtrat yang mengandung ion Cl^- dimasukkan dalam tabung reaksi dan ditambahkan dengan HNO_3 0,1 M sepuluh tetes dan AgNO_3 0,1 M sepuluh tetes. Apabila tidak terbentuk endapan putih berarti filtrat bebas ion Cl^- .

3.4.1.3 Pembuatan Membran ESI sulfat

Dibuat dengan mencampurkan PVC, zeolit teraktivasi, karbon aktif dan DOP dalam pelarut THF dengan perbandingan berat : volume = 1 : 2. Sedangkan, perbandingan bahan membran zeolit : PVC: karbon aktif : DOP yang digunakan adalah 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b). Perbandingan tersebut dibuat dengan berat total membran sebesar 3 g. Sedangkan perbandingan campuran membran dengan pelarut THF adalah 1 : 2. Campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam sampai diperoleh campuran yang homogen dan bebas gelembung udara.

3.4.2 Pembuatan Badan Elektroda

Badan elektroda ini dibuat dari kawat perak (Pt) dengan panjang 5 cm dengan diameter 0,5 mm, pada kedua ujungnya sepanjang 1,5 cm dibiarkan terbuka sedang bagian lainnya ditutup dengan plastik polietilen (PE) yang bersifat inert, pada penelitian ini tutup elektroda yang digunakan adalah badan bolpoint yang bersifat inert dan dari bahan plastik polietilen. Ujung sebelah atas kawat disambung dengan kabel koaksial RG 58 sebagai penghubung ESI ke potensiometer, sedangkan ujung bawahnya dibersihkan dengan merendamnya dalam asam nitrat (HNO_3) 65% selama 5 menit. Selanjutnya dibilas dengan akuades.

3.4.3 Pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis

Campuran membran yang telah dibuat dilapiskan pada kawat Pt pada ESI dengan cara mencelupkannya dalam campuran membran selama beberapa saat sampai campuran benar-benar menempel hingga ketebalan 0,3 mm - 0,5 mm pada kawat Pt. Selanjutnya membran dikeringkan di udara terbuka selama 30 menit yang dilanjutkan dengan pemanasan dalam oven pada temperatur 50 °C selama 12 jam. Setelah itu, kawat Pt yang telah dilapisi tersebut didinginkan dan direndam pada larutan K_2SO_4 0,4 M selama 30 menit, lalu dibilas dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur ruang. Selanjutnya dilakukan pengkonstruksian ESI sulfat serta dilakukan karakterisasi berdasarkan parameter-parameter yang telah ditentukan.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M

Padatan K_2SO_4 ditimbang sebanyak 6,970 g menggunakan neraca analitik. Di pindah ke gelas kimia 50 mL dilarutkan dengan sedikit akuades, kemudian masukkan pada labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan ditambah akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen.

3.5.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,401 g dengan menggunakan neraca analitik. Dimasukkan ke gelas kimia 50 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades diaduk hingga larut,

dipindahkan ke gelas ukur 100 mL secara kuantitatif lalu ditambah akuades hingga tanda batas, kemudian diaduk hingga homogen.

3.5.3 Pembuatan larutan bufer fosfat

Pembuatan larutan bufer fosfat pH 3-10 dibuat dengan menambahkan NaOH 0,1 M terhadap larutan H_3PO_4 0,1 M 25 mL hingga pengukuran pH meter menunjukkan pH 3-10. Volume NaOH 0,1 M yang ditambahkan disesuaikan dengan pH yang diinginkan.

3.5.4 Pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} M - 1 \times 10^{-1} M$ pH 3-10

Pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-1} M$ pH 3 yaitu dibuat dengan memipet 12,5 mL larutan K_2SO_4 0,2 M, ditambah dengan sedikit akuades ke dalam gelas kimia 50 mL dan diukur pH larutan dengan menggunakan pH meter. Kemudian ditetesi dengan larutan bufer pH 3 hingga pH larutan menjadi pH 3. Larutan tersebut kemudian dipindahkan ke gelas ukur 50 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Untuk larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} M - 1 \times 10^{-2} M$ pH 3 juga dibuat dengan pengenceran larutan K_2SO_4 0,2 M yang dikondisikan pada pH 3.

Dalam pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} M - 1 \times 10^{-1} M$ pH 4-10 digunakan prosedur yang sama seperti pada pH 3 hanya pH larutan diatur sesuai dengan yang diinginkan.

3.5.5 Pengukuran potensial ESI sulfat pada pH 3-10

Larutan K_2SO_4 dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} M - 1 \times 10^{-1} M$ yang telah dikondisikan pada pH 7 dengan menggunakan bufer 7 diukur potensialnya selama 10 detik. Pengukuran potensial ESI terhadap pengaruh pH dilakukan 3 kali pengukuran. Adanya penyimpangan harga faktor Nernst yang ditunjukkan maka pH berpengaruh terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit.

3.5.6 Pembuatan Larutan Ion Asing

3.5.6.1 Pembuatan Larutan Cl^- 0,1 M

Timbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,535 g dengan menggunakan neraca analitik. Dimasukkan ke gelas kimia 50 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades, diaduk sampai larut, pindahkan ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif lalu ditambah akuades hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

3.5.6.2 Pembuatan Larutan CO_3^{2-} 0,1 M

Padatan K_2CO_3 ditimbang sebanyak 1,380 g dengan menggunakan neraca analitik, dimasukkan ke gelas kimia 50 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades, diaduk sampai larut. Pindahkan ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif lalu ditambah akuades hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

3.5.6.3 Pembuatan Larutan PO_4^{2-} 0,1 M

Timbang padatan Na_3PO_4 sebanyak 3,801 g dengan menggunakan neraca analitik, dimasukkan dalam gelas kimia 50 mL kemudian dilarutkan dengan sedikit akuades, selanjutnya diaduk sampai larut. Dipindah ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif ditambah akuades hingga tanda batas kemudian dikocok hingga homogen.

3.5.7 Pengukuran potensial ESI sulfat tanpa adanya ion pengganggu dan dengan adanya ion pengganggu

Pengukuran dilakukan terhadap larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} 1×10^{-5} M – 1×10^{-1} M tanpa adanya ion asing. Dicatat respon potensial yang dihasilkan. Kemudian dilakukan pengukuran pada larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} 1×10^{-5} M – 1×10^{-1} M dengan mencampur ion asing Cl⁻ dengan konsentrasi 1×10^{-3} M dan ditentukan harga koefisien selektivitasnya dihitung dengan memasukkan harga potensial terukur kedalam persamaan rumus. Cara yang sama digunakan untuk pengukuran ion asing CO_3^{2-} , dan PO_4^{2-} .

3.5.8 Pengukuran potensial ESI sulfat pada Temperatur 30 °C – 60 °C

Pengukuran potensial SO_4^{2-} pada temperatur 30 °C – 60 °C dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI sulfat . Pengukuran dilakukan pada larutan SO_4^{2-} 1×10^{-5} M – 1×10^{-1} M pada temperatur 30 °C. Dicatat respon potensial yang dihasilkan. Besar penyimpangan faktor Nernst menunjukkan adanya pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI SO_4^{2-} . Cara yang sama digunakan untuk pengukuran temperatur 40 °C, 50 °C, dan 60 °C.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Pengaruh pH

Dibuat kurva hubungan $-\log [\text{SO}_4^{2-}]$ dengan potensial yang terukur sehingga diperoleh harga faktor Nernst sebagai lereng kurva. Kemudian dibuat kurva hubungan antara pH (sumbu x) dengan harga faktor Nernst (sumbu y). Dari kurva ini maka akan bagaimana pH mempengaruhi kinerja ESI sulfat. Bila terjadi penyimpangan harga faktor Nernst dari harga teoritis 29,6 mV/dekade konsentrasi, itu menunjukkan bahwa terdapat pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit.

3.6.2 Pengaruh Ion Asing

Pengaruh ion asing (selektivitas) terhadap kinerja ESI sulfat dilakukan dengan metode tercampur dengan ion utama SO_4^{2-} bervariasi konsentrasi dengan penambahan ion pengganggu 1×10^{-3} M (Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{2-}) tetap. Potensial yang diperoleh dari hasil pengukuran larutan yang hanya mengandung ion utama SO_4^{2-} saja maupun dengan penambahan ion asing disubstitusikan dalam suatu persamaan dan dibuat kurva hubungan antara $-\log [\text{SO}_4^{2-}]$ dengan $-\log K_{i,j}^{pot}$, jika $K_{i,j}^{pot} > 1$ maka ESI sulfat lebih merespon secara selektif ion asing daripada ion SO_4^{2-} sendiri, yang artinya ion asing tersebut mengganggu kinerja ESI sulfat.

3.6.3 Pengaruh Temperatur

Dibuat kurva hubungan antara $-\log [\text{SO}_4^{2-}]$ dengan potensial yang terukur sehingga diperoleh harga faktor Nernst sebagai lereng kurva sehingga dapat dibuat kurva hubungan antara temperatur dengan harga faktor Nernst. Dari kurva ini maka akan diketahui pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI sulfat.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

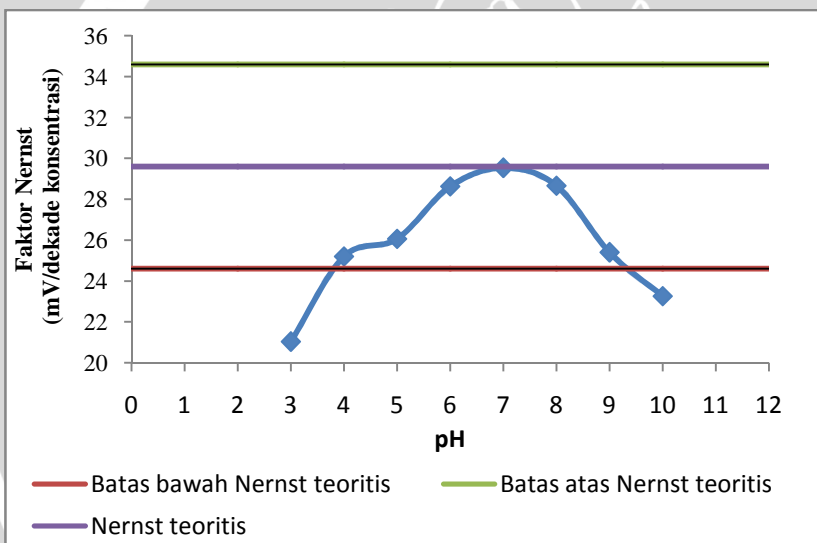
Penelitian sebelumnya yang dikembangkan oleh Ningsih (2011) telah membuat ESI sulfat bermembran zeolit. Zeolit yang digunakan memiliki muatan gugus positif, maka sebelum digunakan untuk membran, zeolit diaktivasi menggunakan NH_4Cl . Gugus positif didapat dari zeolit yang mengandung gugus hidroksil kemudian di kalsinasi. Pada proses kalsinasi akan terjadi pemutusan ikatan O dengan Si yang tidak stabil sehingga akan terbentuk gugus Si^+ dan terjadi dealuminasi, ini dapat terlihat pada analisa dengan spektrometer infra merah terhadap zeolit sebelum kalsinasi memiliki bilangan gelombang sebesar $1037,63 \text{ cm}^{-1}$ ditunjukkan pada Gambar L.4.1 dan sesudah kalsinasi terjadi perubahan bilangan gelombang yang semakin melebar yaitu sebesar $1091,63 \text{ cm}^{-1}$ ditunjukkan pada Gambar L.4.2. Komposisi optimum membran yang terdiri dari bahan aktif zeolit : karbon aktif : PVC : DOP = 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b). ESI sulfat yang dihasilkan mempunyai faktor Nernst 29,17 mV/dekade konsentrasi. Rentang konsentrasi pengukuran yang dipergunakan adalah $1 \times 10^{-5} \text{ M} - 1 \times 10^{-1} \text{ M}$, dengan batas deteksi $4,27 \times 10^{-6} \text{ M}$ atau setara dengan 0,410 ppm sulfat, waktu respon 70 detik dan usia pemakaian 41 hari. Untuk pengaplikasian ESI sulfat bermembran zeolit terhadap sampel di lapangan maka perlu dipelajari parameter lain yang dapat mempengaruhi kinerja ESI sulfat bermembran zeolit. Penelitian ini meliputi 3 tahapan, yaitu tahapan mempelajari pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit, tahapan yang kedua mempelajari pengaruh ion asing (Cl^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}) terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit, dan yang terakhir adalah tahapan mempelajari pengaruh temperatur ($30 \text{ }^\circ\text{C} - 60 \text{ }^\circ\text{C}$) terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit.

4.1 Pengukuran pH Terhadap Selektivitas ESI Sulfat Bermembran Zeolit

Penelitian ini diteliti pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit. Pada larutan asam terdapat ion H^+ , ion H^+ dapat mengganggu kinerja ESI sulfat, karena ion H^+ merupakan koion bagi muatan membran yaitu Si^+ , koion adalah muatan ion yang sejenis dengan muatan gugus aktif membran. Sehingga dengan adanya ion

H^+ pada larutan akan mempengaruhi proses kesetimbangan elektrokimia pada fasa antarmuka membran, maka ini dapat berpengaruh terhadap respon beda potensial yang diukur oleh ESI sulfat.

Dari hasil penelitian yang di peroleh menunjukkan bahwa pH larutan sulfat yang diukur pada konsentrasi $1 \times 10^{-5} M$ - $1 \times 10^{-1} M$ dengan pH 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10. Dari hasil pengukuran beda potensial maka diperoleh harga faktor Nernst kemudian di buat kurva hubungan antara pH (sumbu X) dengan harga faktor Nernst (sumbu Y) seperti pada Gambar 4.1 adanya penyimpangan harga faktor Nernst dari harga teoritis yang dihasilkan pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa kinerja ESI sulfat bermembran zeolit dipengaruhi oleh pH.



Gambar 4.1 Pengaruh pH terhadap faktor Nernst ESI sulfat bermembran zeolit

Harga faktor Nernst teoritis ion divalen adalah $29,6 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi (Yuniarti, 2010). Dengan batas minimal yang diijikan adalah 24,6 mV/dekade konsentrasi dan batas maksimal yang diperbolehkan adalah 34,6 mV/dekade konsentrasi. Sehingga

apabila faktor Nernst berada di bawah atau di atas harga teoritis maka ESI sulfat tidak bersifat *Nernstian*. Pada Gambar 4.1 menunjukkan bila pada pH rendah ESI sulfat memberikan harga faktor Nernst yang tidak sesuai dengan harga teoritis ion divalen, harga faktor Nernst yang diperoleh pada pH 3 adalah 23,03 mV/dekade konsentrasi. Penurunan harga faktor Nernst ini disebabkan oleh semakin rendah pH maka ion H^+ yang terkandung dalam larutan semakin besar.

Pada pH 3 dengan konsentrasi lebih dari $1 \times 10^{-5} M$ mengakibatkan ion H^+ yang merupakan koion menjadi lebih banyak. Ketika ion H^+ berlebih maka SO_4^{2-} tidak hanya terikat pada membran namun juga dapat berikatan dengan ion H^+ sebagai molekul. Ini mengakibatkan jumlah SO_4^{2-} pada larutan lebih sedikit, sehingga respon potensial yang terukur kecil dan tidak *Nernstian*. Selain hal itu semakin banyaknya ion H^+ yang terikat pada membran akan mengakibatkan membran yang semula memiliki situs positif dari hasil kalsinasi akan cenderung merespon kation dibanding dengan anion. Bertambahnya ion H^+ dapat juga mengakibatkan tertutupnya pori-pori zeolit. Sehingga ion H^+ yang menutupi pori-pori membran akan menghambat terjadinya pertukaran ion SO_4^{2-} yang berada pada gugus aktif dengan ion SO_4^{2-} yang berada pada larutan sehingga dapat mempengaruhi pengukuran beda potensial dan mengakibatkan selektivitasnya berkurang. Oleh sebab itu harga faktor Nernst yang diperoleh belum mendekati dengan harga faktor Nernst teoritis.

Pada pH 4, 5 dan 6 harga faktor Nernst tidak sesuai dengan harga teoritis tapi masih berada pada rentang yang diijinkan. Pada pH 4, 5, dan 6 dimungkinkan proses penukaran ion SO_4^{2-} pada fasa antarmuka membran belum terjadi secara maksimal dikarenakan masih terdapat ion H^+ pada pori-pori membran. Hal ini didukung dengan harga faktor Nernst yang mendekati harga teoritis yaitu pada pH 4 sebesar 25,2 mV/dekade konsentrasi, pada pH 5 sebesar 26,067 mV/dekade konsentrasi sedangkan pada pH 6 sebesar 28,633 mV/dekade konsentrasi. Harga pH optimum ESI sulfat berbasis zeolit diperoleh pada pH 7.

Pada pH 7 ESI sulfat memberikan harga faktor Nernst mendekati harga teoritis yaitu 29,533 mV/dekade konsentrasi. Ini dikarenakan pada pH 7 ion H^+ yang terdapat pada larutan dapat ditolak oleh membran, jadi respon beda potensial yang dihasilkan tidak mengalami gangguan dari ion H^+ . Sehingga pada pH 7

pertukaran ion terjadi secara optimal sehingga tercapai kesetimbangan elektrokimia yang maksimal.

Pada pH 8 dan 9 harga faktor Nernst di bawah harga teoritis 29,6 mV/dekade konsentrasi namun masih berada pada rentang yang diizinkan. Pada pH ini terdapat ion OH⁻ di dalam larutan. Kehadiran ion OH⁻ akan mempengaruhi respon potensial yang dihasilkan oleh ESI sulfat bermembran zeolit. Adanya ion OH⁻ dapat bertindak sebagai ion pengganggu dalam ESI sulfat. Hal ini dikarenakan persaingan antar ion OH⁻ dengan ion SO₄²⁻ akan berkompetisi mengikatkan dirinya pada gugus aktif membran. Sehingga pertukaran ion terjadi pada fasa antarmuka membran tidak stabil, maka dapat mempengaruhi beda potensial yang terukur.

Pada pH 10 harga faktor Nernst tidak sesuai dengan harga teoritis, ini dikarenakan terbentuknya ikatan silanol pada membran sehingga ion SO₄²⁻ pada larutan tidak bisa berdifusi dengan ion SO₄²⁻ pada membran. Oleh sebab itu pada pH 10 harga faktor Nernst mengalami penurunan sampai 23,27 mV/dekade konsentrasi.

Berdasarkan penjelasan di atas pada pH 4-9 faktor Nernst masih berada pada kisaran teoritis meskipun adanya perubahan pH, ini mengindikasikan bahwa ESI sulfat dapat digunakan pada kisaran pH 4-9 dengan pH optimum 7.

4.2 Pengaruh Ion Asing Terhadap Selektivitas ESI Sulfat Bermembran Zeolit

Pengaruh ion asing terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit perlu diteliti karena ion asing dapat mempengaruhi selektivitas sensor ion. Pada karakteristik ESI hal terpenting yang harus dimiliki adalah selektivitas karena untuk menentukan apakah ESI sulfat lebih merespon ion utama atau ion asing yang terdapat pada larutan sampel. Ion asing yang diteliti yaitu Cl⁻, CO₃²⁻, dan PO₄³⁻. Selektivitas ESI sulfat terhadap ion asing ditentukan dari respon beda potensial yang terukur dari pengukuran larutan sampel dengan menggunakan metode larutan tercampur.

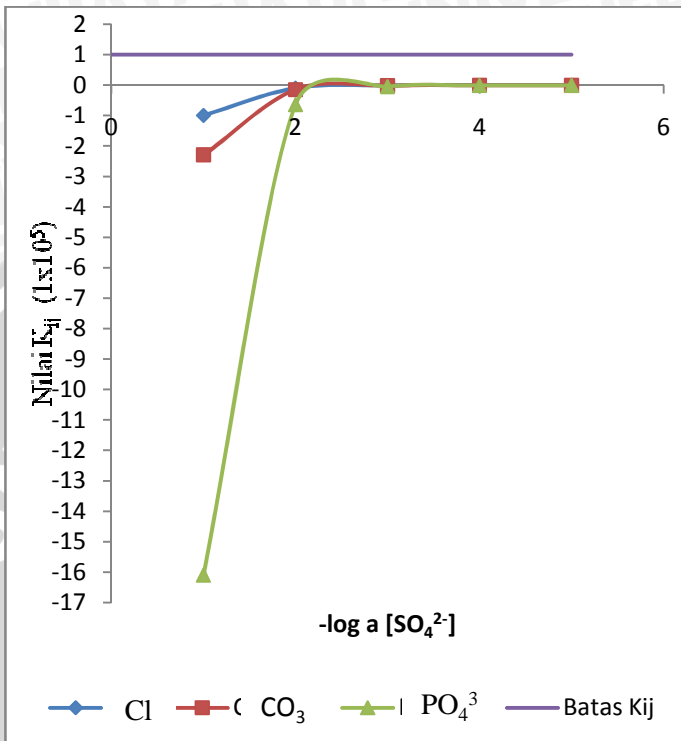
Pada metode ini beda potensial yang diukur dalam larutan yang mengandung ion utama (SO₄²⁻) dengan konsentrasi yang bervariasi $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$ dan ion asing (Cl⁻, CO₃²⁻, dan PO₄³⁻) dengan konsentrasi tetap $1 \times 10^{-3} \text{M}$. Setelah diperoleh data dari hasil masing – masing pengukuran beda potensial larutan sulfat yang telah

tercampur ion asing, dihitung koefisien selektivitas Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} terhadap SO_4^{2-} , dihitung menggunakan persamaan 2.12. Dari hasil perhitungan maka diperoleh data K_{ij} untuk masing-masing ion yang ditentukan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Harga K_{ij} ion asing terhadap ESI sulfat bermembran zeolit

| $p[\text{SO}_4^{2-}]$ | $K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{Cl}^-}^{\text{Pot}}$ | $K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{CO}_3^{2-}}^{\text{Pot}}$ | $K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{PO}_4^{3-}}^{\text{Pot}}$ |
|-----------------------|--|---|---|
| 5 | -9,99 | -11,31 | -42,154 |
| 4 | -102,05 | -113,57 | -424,646 |
| 3 | -999,77 | -1184,92 | -4515,89 |
| 2 | -10002,85 | -14369,19 | -63632,993 |
| 1 | -99976,94 | -229455,71 | -1609392,437 |

Dari harga hasil K_{ij} pada Tabel 4.1 yang berbeda dapat diketahui bahwa ketiga ion asing tidak memberikan pengaruh terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit. Pada Gambar 4.2 berikut dapat diketahui pengaruh penambahan ion Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-3} \text{M}$ terhadap keselektifan ESI sulfat bermembran zeolit.



Gambar 4.2 Pengaruh Ion Asing terhadap Koefisien selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit

Harga K_{ij} yang dihasilkan oleh larutan $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$ dengan konsentrasi $1 \times 10^{-3} \text{M}$ ion pengganggu Cl^- maka diperoleh hasil semakin tinggi konsentrasi sulfat maka semakin turun harga K_{ij} . Sehingga harga koefisien selektivitasnya kurang dari 1, ini menunjukkan bahwa ion Cl^- tidak mengganggu selektivitas ESI sulfat.

Pada ion CO_3^{2-} harga K_{ij} yang dihasilkan oleh larutan $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$ tidak berpengaruh terhadap selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit. Karena dari hasil perhitungan K_{ij} pada tiap konsentrasi diperoleh harga yang sama dan harga K_{ij} tidak melebihi dari 1, sehingga ion CO_3^{2-} tidak mengganggu kinerja ESI sulfat bermembran zeolit. Pengaruh ion CO_3^{2-} dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Sedangkan untuk pengaruh ion PO_4^{3-} terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.2 harga K_{ij} yang diperoleh pada larutan sulfat berkonsentrasi $1 \times 10^{-5} \text{M} - 1 \times 10^{-1} \text{M}$ kurang dari 1, maka penambahan ion PO_4^{3-} pada larutan sulfat tidak mempengaruhi kinerja ESI sulfat.

Pada saat pengukuran dengan menggunakan ESI sulfat yang dicelupkan dalam larutan sampel, maka akan terjadi difusi ion-ion dalam lapisan rangkap listrik yang disebut dengan potensial donnan dan fasa antarmuka membran-larutan. Proses terukurnya beda potensial dengan ion asing dapat dijelaskan sebagai berikut. Dalam membran terdapat gugus Si^+ yang berfungsi sebagai gugus penukar anion. Pada gugus inilah terjadi pertukaran ion SO_4^{2-} dari membran dengan ion SO_4^{2-} dari larutan pada fasa antarmuka. Ion Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} yang merupakan ion kontra bagi membran sedangkan anion dan hidrogen merupakan koion. Bila gugus penukar ion pada membran tetap bermuatan negatif pada permukaan membran, maka bila koion berinteraksi dengan membran akan ditolak keluar membran sehingga tidak akan terjadi potensial Donnan. Kecepatan difusi koion dan ion kontra dapat dikontrol bila koion dan ion kontra yang berdifusi ke dalam membran dan larutan dalam jumlah yang sama. Laju difusi akan tinggi bila ion tersebut memiliki jari-jari hidrasi yang kecil dan entalpi hidrasi semakin positif, maka ion tersebut sulit terhidrasi.

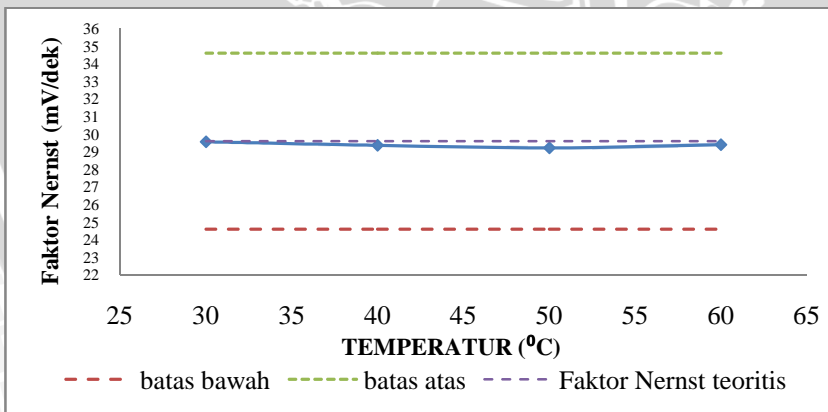
Dari hasil penelitian ion Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} tidak mengganggu selektivitas dari ESI sulfat bermembran zeolit dari Tabel 4.1 diketahui bahwa harga K_{ij} yang diperoleh dari semua ion asing adalah kurang dari 1. Untuk ion Cl^- dari hasil penelitian tidak mengganggu selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit. Ini di karenakan kelarutan Cl^- lebih besar dibanding dengan kelarutan SO_4^{2-} , untuk kelarutan SO_4^{2-} sebesar 11,1 gram dalam 100 gram air sedangkan pada Cl^- sebesar 34,6 gram dalam 100 gram air. Menurut (Sigid, 2009) dimana semakin besar kelarutan, maka semakin kecil pengaruhnya terhadap selektivitas ESI.

Pada ion CO_3^{2-} dan PO_4^{3-} tidak mengganggu selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit dikarenakan ΔG_{Hyd} CO_3^{2-} dan PO_4^{3-} jauh lebih negatif dibandingkan dengan ion SO_4^{2-} yang ditunjukkan pada Tabel 2.1. Semakin negatif ΔG_{Hyd} kemampuan untuk menarik molekul air semakin besar dan kesetabilannya juga semakin besar

sehingga sulit untuk melepaskan molekul air dari ion CO_3^{2-} dan PO_4^{3-} . Semakin setabilnya ion CO_3^{2-} dan PO_4^{3-} dengan molekul air maka sehingga semakin kecil laju difusinya dibandingkan dengan ion SO_4^{2-} yang memiliki ΔG_{Hyd} lebih besar (lebih positif). Maka ion SO_4^{2-} akan lebih terdifusi oleh membran dibandingkan dengan ion CO_3^{2-} dan PO_4^{3-} . Selain itu dapat dipengaruhi oleh beda konsentrasi antara ion SO_4^{2-} dengan ion pengganggu, semakin besar konsentrasi ion SO_4^{2-} maka akan semakin besar pula laju difusinya. Dan semakin besar laju difusi akan semakin cepat SO_4^{2-} mencapai fasa antarmuka membran-larutan sehingga dapat mengontrol potensial Donnan. Dari harga K_{ij} dapat diurutkan selektivitas dari ESI sulfat bermembran zeolit yaitu $\text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^- > \text{CO}_3^{2-} > \text{PO}_4^{3-}$.

4.3 Pengaruh Temperatur Terhadap Kinerja ESI sulfat Bermembran zeolit

Pengaruh temperatur terhadap ESI sulfat ditentukan dengan pengukuran potensial larutan sulfat berkonsentrasi $1 \times 10^{-5} \text{ M} - 1 \times 10^{-1} \text{ M}$ pada temperatur $30 \text{ }^\circ\text{C} - 60 \text{ }^\circ\text{C}$. Potensial tiap temperatur kemudian diplot dalam kurva hubungan antara $-\log [\text{SO}_4^{2-}]$ dan potensial (mV) untuk mendapatkan harga faktor Nernst tiap temperatur. Harga faktor Nernst tiap temperatur kemudian diplot dalam kurva hubungan antara harga faktor Nernst dengan temperatur.



Gambar 4.3 Pengaruh temperatur terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit

Pada gambar 4.3 terlihat bahwa kenaikan temperatur hingga $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ tidak menyebabkan kenaikan harga faktor Nernst yang signifikan. Hal ini disebabkan oleh sifat mekanik membran yang tetap stabil karena tidak ada komponen penyusun membran yang berdegradasi meskipun temperatur dinaikkan hingga $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, begitu pula dengan dengan kelarutan sulfat meskipun temperatur dinaikkan hingga $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ tidak terjadi kelarutan sulfat dan spesi dari larutan sulfat tidak berubah. Sebab itu pada temperatur $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ tidak terjadi perubahan harga faktor Nernst yang signifikan.



BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. ESI sulfat bermembran zeolit ini memiliki harga *Nernstian* optimum pada pH 7 dengan harga sebesar 29,533 mV/dekade konsentrasi.
2. Selektivitas ESI sulfat bermembran zeolit tidak terganggu oleh ion asing Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} pada konsentrasi 1×10^{-3} M dengan harga K_{ij} yang diperoleh dari ketiga ion asing kurang dari 1.
3. Kinerja ESI sulfat bermembran zeolit tidak terpengaruh oleh temperatur 30 °C – 60 °C dengan harga faktor Nernst yang mendekati harga teoritis yaitu 29 mV/dekade konsentrasi.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu dipelajari pengaruh ion selain Cl^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} dengan menggunakan konsentrasi yang berbeda – beda.

DAFTAR PUSTAKA

- Ardakani, M.M., Z. Akrami, M. Mansournia dan Hamid R.Z., 2006, **Sulfate-Selective Electrode Based on a Complex of Copper**, *Anal. Sci.* 22: 673-678.
- Atikah, 1994, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Nitrat Tipe Kawat Terlapis**, Tesis Pasca Sarjana, ITB. Bandung, pp. 13, 16.
- Atikah. 2005. **Fenomena transport ion nitrat pada elektroda selektif nitrat tipe kawat terlapis membrane dengan aliat 336-nirat**. Disertasi Doktor, ITB, Bandung.
- Atikah, H. Sulistyarti., dan C Bisri., 2007, **Pembuatan Sensor Mikroelektroda Selektif Ion Sulfida Berbasis Ag/Ag₂S Untuk Penentuan Ion Sulfida Dalam Air Limbah**, *Jurnal Penelitian*, Universitas Brawijaya, Malang
- Bailey, P.L. 1976, **Analysis with Ion Selective Electrode**, Heyden and Son Ltd, Britain.
- Britannica, 1990, **Analysis**, <http://www.britannica.com/eb/article-80819>, tanggal akses 10 Desember 2010, pp52-58.
- Buck, M., dan L Eric. 1994, **Recommendations for Nomenclature of Ion-Selektive electrodes**, *Pure & Appl. Chem*, 66(12): 2530-2531.
- Cahalan, P.T., A.H. Jevine, dan Fogt, E J. 1985, **Method for Ion Selektive Membrane**, *Anal Chem*, Acta 73.
- Camman, K., 1979, **Working with Ion Selective Electrodes**, Spring Verlag, Berlin Heidelberg New York.
- Cunningham, L. dan H. Freiser, 1986, **Coated – Wire Ion Selective Electrodes**, *Anal Chim*, Acta. 180, 271-279.
- Edward, F.T.L. dan Rees L.V.C., 1987, **Dealumination of Sodium Y Zeolite with Hydrochloric Acid**. *Physical Chemistry Laboratories*, Imperial College of Science and Technology, London SW7 2 AY, Pp. 1531-1533.

- Evans, 1991, **Potensiomerty and Ion Selektive Electrodes**. John Wiley and Sons, New York, Pp 58. 69.
- Fardiyah, Q. dan Andayani, U., 2005, **Modifikasi Elektroda Selektif Ion Sulfat Berbasis Kawat Platina Terlapis untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas Sox**. Laporan Penelitian, Universitas Brawijaya, Malang.
- Ganjali, M.R., M.R. Pourjavid, M. Shamsipur, T. Poursaeri, M. Rezapour, M. Javanbakht dan H. Sharghi, 2003, **Novel Membrane Potentiometric Sulfate Ion Sensor Based on Zinc-Phthalocyanine for the Quick Determination of Trace Amounts of Sulfate**, *Anal.Sci.*,19 (7): 995.
- Greenwood NN, dan Earnshaw A., 1984, **Chemistry of The Elements**. Pergamon Press, Oxford.
- Haynes. H. W.Jr., 1987, **Chemical, Physical, and Catalytic Properties of Large Pore Acidic Zeolite**, *Catalysis Review Science Engineering*, Vol 17.
- IUPAC, 1997, **General terms relevant to ion-selective electrode**. **IUPAC Compendium of Chemical Technology**, <http://www.iupac.org/cha08sec321.pdf> , diakses tanggal akses : 14 September 2008.
- James, H., G. Carmack dan H. Freiser. 1972. **Coated Wire Ion Selective Electrode**, *Anal. Chem.* 44, 856-857 .
- Karya, T., 2010, **Pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja selektif ion (ESI) timbal tipekawat terlapis bermembran zeolit**, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang.
- Khopkar, S. M., 2003, **Konsep Dasar Kimia Analitik**. Universitas Indonesia Press, Jakarta.
- Laksminarayanaiah, N., 1976, **Membranes electrodes**. Academic Press, London.
- Leon, Teresa L., ana B.J, Delfi B.G. dan Juan O.V., 2003, **Hofmeister Effects in The Stability and Electrophoretic Mobility of Polystyrene Latex Particles**, *J.Phys.Chem.B*,107: 5696.

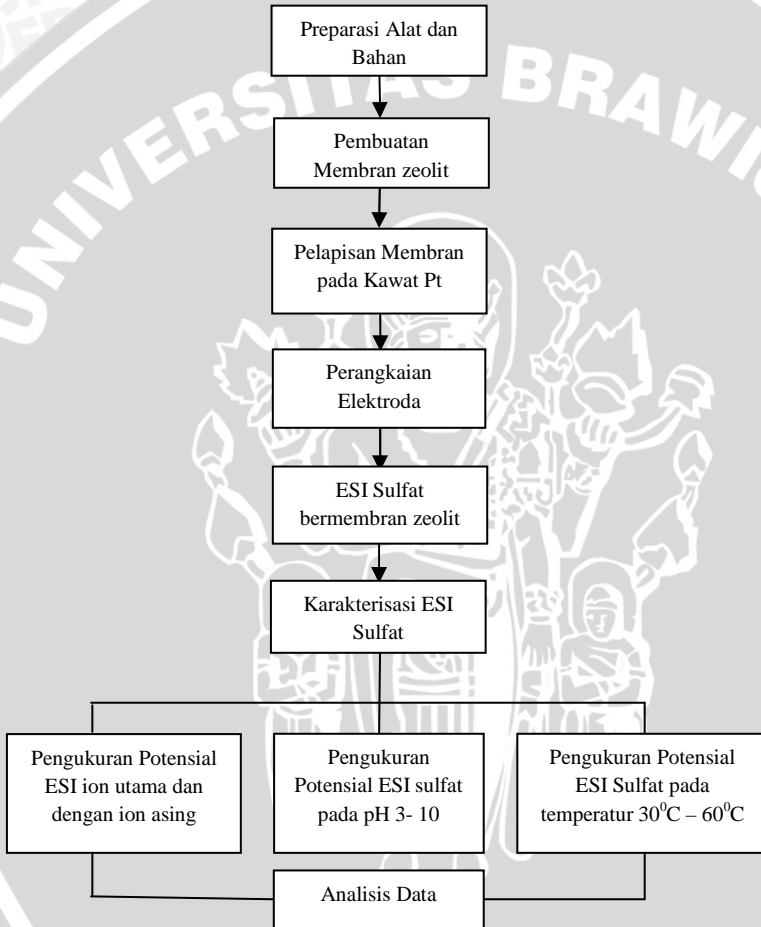
- Lynde, S. A., 1997, **Environmental Sampling And Monitoring Primer**,
<http://cwr.cee.vt.edu/environmental/teach/smprimer/ise/ise.html>, tanggal akses : 5 februari 2011.
- Mahvi, A.H., H.J. Mansoorian dan Rajabizadeh, 2009, **Performance Evaluation of Electrocoagulation Process for Removal of Sulphate from Aqueous Environment Using Plate Aluminium Electrodes**, *World Applied Sci. J.*, 7 (12): 1526-1533
- Minnesota Departement of Health, 2008, **Sulfate in Well Water. Minnesota Departement of Health.**
<http://www.health.state.mn.us/divs/eh/waterquality/sulfate.html>, Tanggal akses: 10 oktober 2010.
- Ningsih, R.D., 2011. **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Sulfat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Zeolit**, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang.
- Nurmawati, E., 2007, **Pengaruh ion asing, pH dan suhu terhadap kinerja elektrode selektif ion $PbCl_4^{2-}$ tipe kawat terlapis**, Draf Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang.
- Pranitis, D.M., M.T. Diaz dan M.E. Meyerhoff. 1992. **Potentiometric Ion-, Gas-, and Bio-Selective Membrane Electrode. Crit. Rev, in Anal Chem** : 23, 163-186.
- Rundle, C., 2000, **Measuring Prosedure**, Chapter 9, www.nico2000.net, tanggal akses 12 oktober 2010.
- Skoog, D.A., M.W. Donald, dan J. Holler, 2004, **Fundamental of Analytical Chemistry 8th Edition**, Brooks/Cole Thomson Learning, United States of America.
- Sax, N.I. and Lewis, R.J., 1987, **Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 11th Ed., Van Nostrand Reinhold**, New York, pp 1139-1140.
- Steed, J.W. dan J.L. Atwood, 2009, **Supramolecular Chemistry, John Wiley & Sons,Ltd.,UK**, p. 226.

- Trompette, J.L., L. Arurault, S. Fontorbes, dan L. Massot, 2009, **Influence of the Anion Specificity on The Electrochemical Corrosion of Anodized Aluminium Substrates**, Universit de Toulouse France.
- Umezawa, Y., P. Buhlmann, K. Umezawa, K. Tohda, dan S. Amemiya, 2000, **Potentiometric Selectivity Coefficients of Ion-Selective Electrodes Inorganic Cations Part 1**, *Pure & Appl. Chem.* 72(10): 1852-1854.
- Vesely, J., Darlibor, W., Karel, s., 1978, **Analysis with Ion Selective Electrode**, John Wiley & Sons, New York pp 23, 44, 47-53.
- Wang, J., 2006, **Analytical Electrochemistry 3rd Edition**, John Wiley and Sons, Inc., Hoboken, pp.165-174, 185-190.
- Wilkinson, C., 1976, **Kimia Anorganik Dasar**, UI-Press, Jakarta.
- Wikipedia, 2010, **Sulfat**, <http://id.wikipedia.org/wiki/Sulfat>, tanggal akses 17 juni 2010.
- Wroblewski, W., 2005, **Ion Selective Electrode**, www.csrg.ch.pw.edu.pl, diakses tanggal 03 Januari 2011.
- Yuniarti, A., 2010, **Pengaruh pH dan Ion Asing Terhadap Kinerja Sensor Ion Sulfat Berbasis Kitosan**. Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang.
- Zare, H.R., 2005, **Iodide-Selective Membrane Electrode Based on Shalopen Complex of Cobalt (III)**, *J.Braz. Chem.Soc.*, 16:571-577.

LAMPIRAN 1

L.1 SKEMA KERJA

L.1.1 Diagram Alir Penelitian



L.1.2 Prosedur Pembuatan Larutan Induk K_2SO_4 0,4 M

6,970 g Padatan K_2SO_4

- dimasukkan dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah akuades sedikit kemudian diaduk hingga larut
- dimasukkan secara kuantitatif dalam labu ukur 100 mL
- ditambah akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Larutan K_2SO_4 0,4M

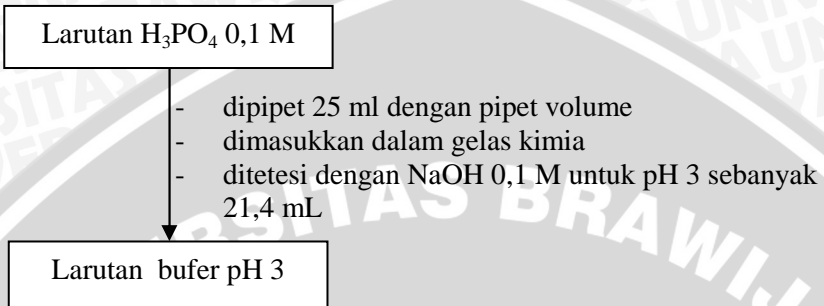
L.1.3 Prosedur Pembuatan Larutan Induk NaOH 0,1 M

0,401 g Padatan NaOH

- dimasukkan dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah akuades sedikit kemudian diaduk hingga larut
- dimasukkan secara kuantitatif dalam gelas ukur 100 mL
- ditambah akuades hingga tanda batas
- diaduk hingga homogen

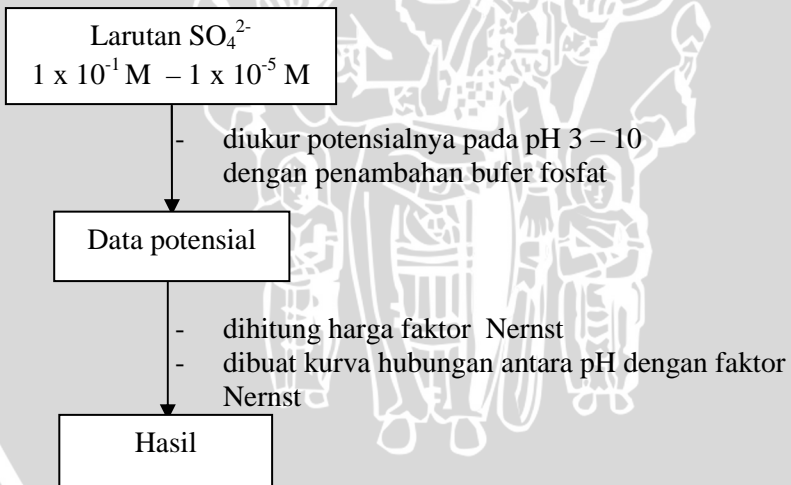
Larutan NaOH 0,1M

L.1.4 Prosedur Pembuatan dengan bufer pH 3 – 10

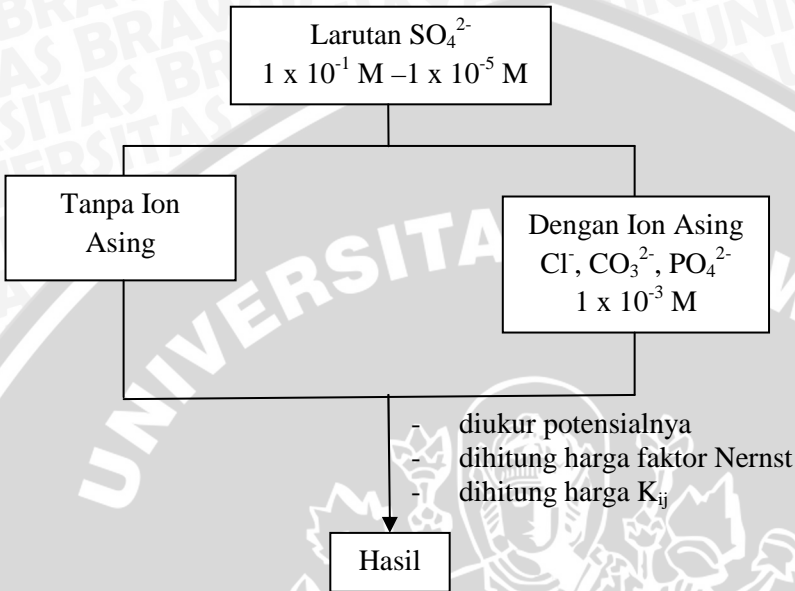


Proses pembuatan bufer pH 4 – 10 sama dengan cara pembuatan bufer pH 3 diatas namun penambahan NaOH yang berubah sesuai dengan pH yang diinginkan

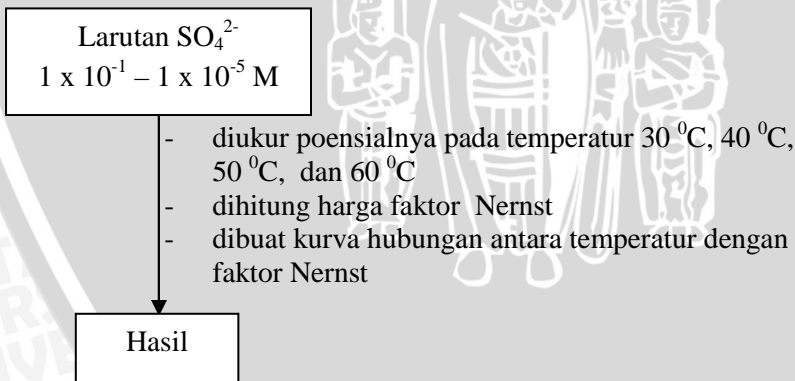
L.1.5 Skema Kerja Pengaruh pH



L.1.6 Skema Kerja Pengaruh ion Asing



L.1.7 Skema Kerja Pengaruh Temperatur



LAMPIRAN 2

L.2 Preparasi Larutan

L.2.1 Larutan K_2SO_4

Ditimbang padatan K_2SO_4 6,970 g kedalam gelas kimia 50 mL kemudian dilarutkan dengan akuades. Dipindah kedalam labu ukur 100 mL dengan cara kuantitatif kemudian ditambah dengan akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen.

L.2.2 Larutan NH_4Cl 0,1 M

Ditimbang NH_4Cl sebanyak 0,535 g, kemudian masukkan dalam gelas kimia 50 mL tambahkan akuades sedikit kemudian dilarutkan, masukkan larutan ke labu 100 mL secara kuantitatif lalu ditambah dengan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.2.3 Larutan K_2CO_3 0,1 M

Ditimbang 1,380 g padatan K_2CO_3 masukkan pada gelas kimia 50 mL ditambah akuades, di aduk hingga larut setelah larut masukkan pada labu ukur 100 mL dengan cara kuantitatif lalu ditambah dengan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.2.4 Larutan $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ 0,1 M

Ditimbang padatan $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ sebanyak 3,801 g masukkan dalam gelas kimia 50 mL ditambahkan akuades sedikit kemudian dilarutkan, masukkan larutan pada labu ukur 100 mL secara kuantitatif lalu ditambah dengan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.2.5 Larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-1} M - 1 \times 10^{-5} M$

Larutan $SO_4^{2-} 1 \times 10^{-1} M$ diperoleh dari pengenceran larutan $SO_4^{2-} 0,4 M$ yang dipipet 25 mL, dimasukkan pada labu ukur 100 mL secara kuantitatif kemudian ditambah dengan akuades hingga tanda batas, lalu dikocok hingga homogen. Begitu pula pembuatan larutan $SO_4^{2-} 1 \times 10^{-2} M$

dan 1×10^{-3} M dibuat dari pengenceran 1×10^{-1} M larutan SO_4^{2-} . Untuk pengenceran dengan konsentrasi 1×10^{-4} M dan 1×10^{-5} M dibuat dari pengenceran 1×10^{-3} M.

L.2.6 Larutan bufer fosfat

Pembuatan larutan bufer fosfat pH 3–10 yaitu dilakukan dengan cara menambahkan larutan NaOH 0,1 M ke dalam 25 mL larutan H_3PO_4 0,1 M.

L.2.7 Pembuatan Larutan K_2SO_4 1×10^{-1} M - 1×10^{-5} M pada pH 3-10

Pembuatan larutan K_2SO_4 1×10^{-1} M pH 3 dibuat dengan cara memipet larutan H_3PO_4 0,1 M sebanyak 25 ml ditambah sedikit akuades pada gelas kimia 50 ml, ukur pH larutan dengan menggunakan pH meter kemudian ditambah bufer pH 3 hingga pH larutan mencapai pH 3. Larutan kemudian di pindahkan pada labu ukur 50 ml secara kuantitatif dan ditambah akuades berpH 6 – 7 hingga tanda batas. Perlakuan ini juga dilakukan pada pembuatan larutan K_2SO_4 1×10^{-2} M - 1×10^{-5} M pH 3 dan K_2SO_4 1×10^{-1} M - 1×10^{-5} M pada pH 4-10.

L.2.8 Pembuatan larutan variasi campuran K_2SO_4 1×10^{-1} M - 1×10^{-5} M dengan Cl^-

Larutan campuran SO_4^{2-} 1×10^{-1} M dan Cl^- 1×10^{-3} M dibuat dari larutan SO_4^{2-} 0,4 M yang dipipet 25 mL menggunakan pipet ukur dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL. Lalu 1 mL larutan Cl^- 0,1 M. Kemudian ditetesi buffer pH 7 hingga pH larutan menjadi pH 7. Dipindahkan ke labu ukur 100 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen. Dengan cara yang sama dibuat larutan campuran SO_4^{2-} 1×10^{-2} M dan Cl^- 1×10^{-3} M dari larutan Cl^- 0,1 M. Variasi larutan campuran SO_4^{2-} dan CO_3^{2-} yang lain dibuat dengan cara seperti di atas.

LAMPIRAN 3

L.3 Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.3.1 Perhitungan dan pembuatan larutan K_2SO_4 0,4 M

$$\text{Mol } K_2SO_4 = 0,4 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$= 0,04 \text{ mol}$$

$$\text{Massa } K_2SO_4 = 174 \text{ g/mol} \times 0,04 \text{ mol}$$

$$= 6,970 \text{ g}$$

Jadi berat K_2SO_4 yang ditimbang sebesar 6,970 g

L.3.2 Perhitungan dan pembuatan larutan larutan K_2SO_4 1×10^{-1} M - 1×10^{-5} M

Konsentrasi 10^{-1} M :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 0,4\text{M} = 100 \text{ mL} \times 10^{-1}\text{M}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

Dipipet 25 mL K_2SO_4 0,2M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL ditambah dengan bufer hingga tanda batas sesuai dengan pH.

Konsentrasi 10^{-2} M :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-1}\text{M} = 100 \text{ mL} \times 10^{-2}\text{M}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Dipipet 10 mL K_2SO_4 0,2 M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml ditambah bufer hingga tanda batas sesuai dengan pH.

Konsentrasi 10^{-3} M :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-1}\text{M} = 100 \text{ mL} \times 10^{-3}\text{M}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Dipipet 1 mL K_2SO_4 10^{-2} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL ditambah dengan bufer hingga tanda batas sesuai dengan pH.

Konsentrasi 10^{-4} M :

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10^{-3} \text{M} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-4} \text{M} \\
 V_1 &= 10 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet 10 mL K_2SO_4 10^{-2} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL ditanda bataskan dengan bufer sesuai dengan pH.

Konsentrasi 10^{-5} M :

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10^{-3} \text{M} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-5} \text{M} \\
 V_1 &= 1 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Dipipet 1 ml K_2SO_4 10^{-4} M kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL ditambah dengan bufer hingga tanda batas sesuai dengan pH.

Tabel L.3.1 Hasil pengenceran larutan K_2SO_4

| K_2SO_4 yang dipipet (M) | Volume yang dipipet (mL) | K_2SO_4 yang dihasilkan (M) |
|--|--------------------------|---|
| 0,4 | 25 | 10^{-1} |
| 10^{-1} | 10 | 10^{-2} |
| 10^{-1} | 1 | 10^{-3} |
| 10^{-3} | 10 | 10^{-4} |
| 10^{-3} | 1 | 10^{-5} |

L.3.3 Perhitungan dan pembuatan larutan NaOH 0,1 M 100ml

$$\begin{aligned}
 \text{mol NaOH} &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa NaOH} &= 40 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ mol} \\
 &= 0,4 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi berat NaOH yang ditimbang sebesar 0,4 g

L.3.4 Perhitungan dan Pembuatan Larutan H_3PO_4 0,1 M

$$\begin{aligned}
 \text{M } \text{H}_3\text{PO}_4 &= \frac{\% \times \rho \times 1000}{100 \times Mr} \\
 &= \frac{85 \times 1,71 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 1000}{100 \times 97,97 \text{ g/mol}} \\
 &= 14,836 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 14,836 \text{ M} &= 100 \text{ ml} \times 0,1\text{M} \\
 V_1 &= 0,674 \text{ mL} \\
 &= 0,67 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

L.3.5 Perhitungan dan pembuatan larutan NH_4Cl 0,1 M

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NH}_4\text{Cl} &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa NH}_4\text{Cl} &= 53,5 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ mol} \\
 &= 0,535 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi berat NH_4Cl yang ditimbang sebesar 0,535 g

L.3.6 Perhitungan dan pembuatan larutan K_2CO_3 0.1M

$$\begin{aligned}
 \text{Mol K}_2\text{CO}_3 &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa K}_2\text{CO}_3 &= 1380 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ mol} \\
 &= 1,380 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi berat K_2CO_3 yang ditimbang sebesar 1,380 g

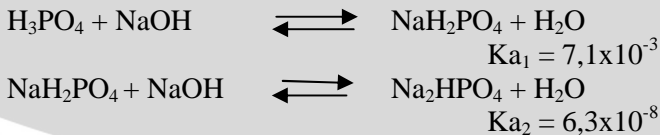
L.3.7 Perhitungan dan pembuatan larutan $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 0,1 M

$$\begin{aligned}
 \text{mol Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} &= 380,13 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ mol} \\
 &= 3,801 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi berat $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ yang ditimbang sebesar 3,801 g.

L.3.8 Perhitungan bufer Fosfat





Tabel L.3.2 Perhitungan pengenceran larutan bufer

| pH | Volumen H ₃ PO ₄ 0,1 M (mL) | Volumen NaOH 0,1 M (mL) |
|----|---|-------------------------|
| 3 | 25 | 21,7 |
| 4 | 25 | 24,7 |
| 5 | 25 | 25,15 |
| 6 | 25 | 26,4 |
| 7 | 25 | 35 |
| 8 | 25 | 47 |
| 9 | 25 | 49,6 |
| 10 | 25 | 50,1 |

L.3.9.1 Perhitungan bufer pH 3

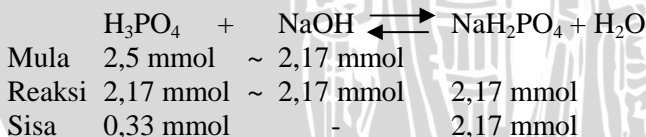
$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/mL}$$

$$= 2,5 \text{ mmol}$$

Jika larutan NaOH 0,1 M yang ditambahkan adalah 21,4 mL, maka:

$$\text{mmol NaOH} = 21,7 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/mL}$$

$$= 2,17 \text{ mmol}$$

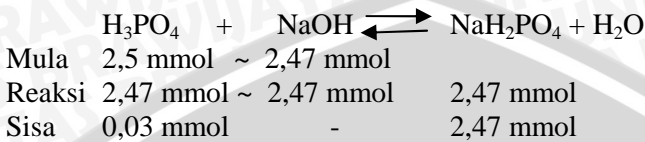


$$\text{pH} = \text{pKa}_1 - \log \frac{[\text{H}_3\text{PO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$= -\log 7,1 \times 10^{-3} - \log \frac{[0,33 \text{ mmol}]}{[2,17 \text{ mmol}]}$$

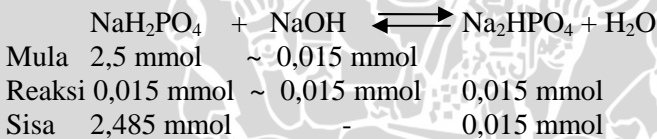
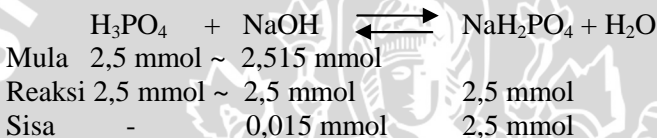
$$= 2,15 - (-0,82) = 2,97$$

L.3.9.2 Perhitungan bufer pH 4



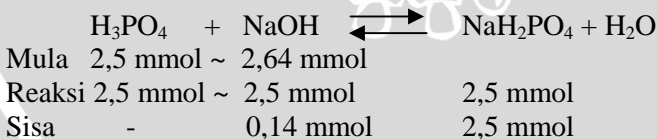
$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{pK}_{a1} - \log \frac{[\text{H}_3\text{PO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\ &= -\log 7,1 \times 10^{-3} - \log \frac{[0,03 \text{ mmol}]}{[2,47 \text{ mmol}]} \\ &= 2,15 - (-1,916) = 4,066 \end{aligned}$$

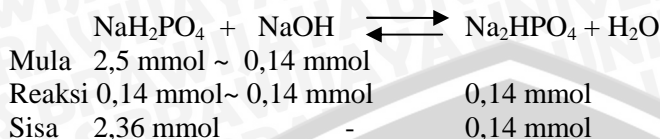
L.3.9.3 Perhitungan bufer pH 5



$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\ &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[2,485 \text{ mmol}]}{[0,015 \text{ mmol}]} \\ &= 7,200 - (2,219) = 4,981 \end{aligned}$$

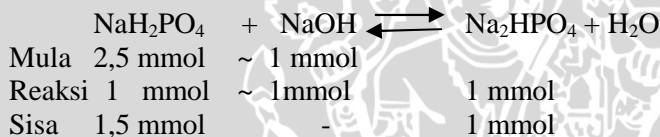
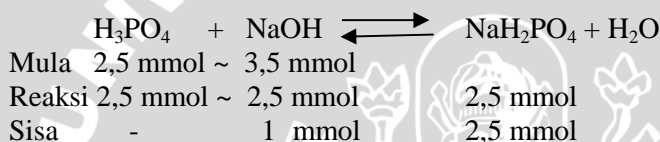
L.3.9.4 Pembuatan bufer pH 6





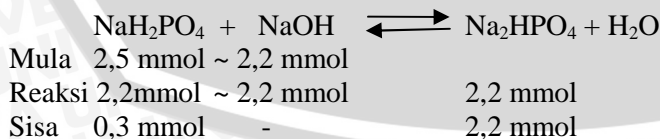
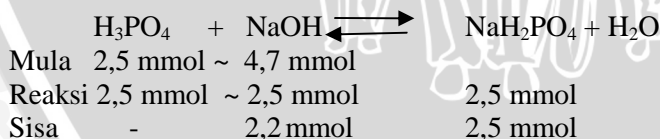
$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\ &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[2,36 \text{ mmol}]}{[0,14 \text{ mmol}]} \\ &= 7,200 - (1,226) = 5,97 \end{aligned}$$

L.3.9.5 Pembuatan bufer pH 7



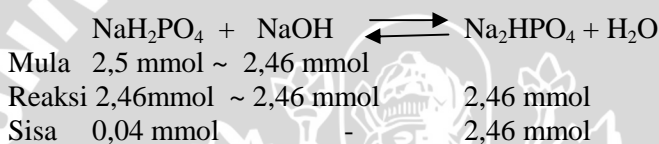
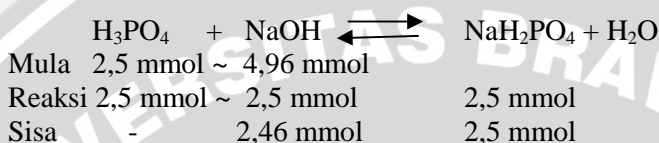
$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\ &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[1,5 \text{ mmol}]}{[1 \text{ mmol}]} \\ &= 7,200 - (0,176) = 7,024 \end{aligned}$$

L.3.9.6 Pembuatan bufer pH 8



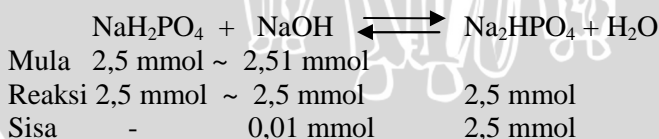
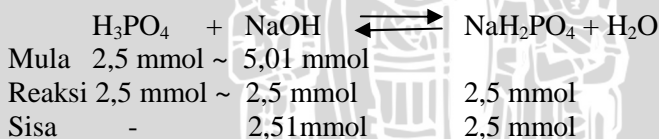
$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pK}_{a_2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\
 &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[0,3 \text{ mmol}]}{[2,2 \text{ mmol}]} \\
 &= 7,200 - (-0,865) = 8,065
 \end{aligned}$$

L.3.9.7 Pembuatan bufer pH 9



$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pK}_{a_2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\
 &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[0,04 \text{ mmol}]}{[2,46 \text{ mmol}]} \\
 &= 7,200 - (1,789) = 8,989
 \end{aligned}$$

L.3.9.8 Pembuatan bufer pH 10





Mula 2,5 mmol ~ 0,01 mmol

Reaksi 0,01mmol~ 0,01 mmol 0,01 mmol

Sisa 2,49 mmol - 0,01 mmol

$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{pK}_{a_3} - \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{Na}_3\text{PO}_4]} \\ &= -\log 4,2 \times 10^{-13} - \log \frac{[2,49 \text{ mmol}]}{[0,01 \text{ mmol}]} \end{aligned}$$

$$= 12,37 - (2,396) = 9,974$$



LAMPIRAN 4

L.4 Data Hasil Penelitian

L.4.1 Pengukuran Potensial rata-rata dan penentuan harga Nernst pada pH 3-10

Tabel L.4.1.1 Penentuan Harga Nernst pada pH 3

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 571 | 570 | 569 | 570 |
| 4 | 563 | 560 | 559 | 561 |
| 3 | 533 | 532 | 530 | 532 |
| 2 | 511 | 509 | 505 | 508 |
| 1 | 490 | 492 | 491 | 491 |
| Faktor Nernst (1-5) | 21,4 | 20,7 | 21,00 | 21,03 |

Tabel L.4.1.2 Penentuan Harga Nernst pada pH 4

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 555 | 570 | 569 | 565 |
| 4 | 529 | 543 | 540 | 537 |
| 3 | 494 | 509 | 515 | 506 |
| 2 | 481 | 489 | 490 | 487 |
| 1 | 453 | 470 | 469 | 464 |
| Faktot Nernst (1-5) | 25,2 | 25,4 | 25,00 | 25,20 |

Tabel L.4.1.3 Penentuan Harga Nernst pada pH 5

| $p[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------|-----|------|-------|-----------|
| 5 | 553 | 569 | 550 | 557 |
| 4 | 520 | 548 | 530 | 533 |
| 3 | 506 | 515 | 506 | 509 |
| 2 | 476 | 489 | 475 | 480 |
| 1 | 445 | 468 | 447 | 453 |
| Faktor Nernst (1-5) | 26 | 26,1 | 26,10 | 26,07 |

Tabel L.4.1.4 Penentuan Harga Nernst pada pH 6

| $p[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 540 | 569 | 550 | 553 |
| 4 | 522 | 543 | 525 | 530 |
| 3 | 488 | 505 | 501 | 498 |
| 2 | 459 | 480 | 470 | 470 |
| 1 | 429 | 456 | 435 | 440 |
| Faktor Nernst (1-5) | 28,5 | 28,9 | 28,50 | 28,63 |

Tabel L.4.1.5 Penentuan Harga Nernst pada pH 7

| $p[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 532 | 569 | 550 | 550 |
| 4 | 503 | 543 | 518 | 521 |
| 3 | 479 | 505 | 494 | 493 |
| 2 | 439 | 480 | 463 | 461 |
| 1 | 415 | 454 | 430 | 433 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,8 | 29,3 | 29,50 | 29,53 |

Tabel L.4.1.6 Penentuan Harga Nernst pada pH 8

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 540 | 569 | 550 | 553 |
| 4 | 507 | 543 | 525 | 525 |
| 3 | 480 | 505 | 501 | 495 |
| 2 | 467 | 480 | 470 | 472 |
| 1 | 417 | 456 | 435 | 436 |
| Faktor Nernst (1-5) | 28,6 | 28,9 | 28,50 | 28,67 |

Tabel L.4.1.7 Penentuan Harga Nernst pada pH 9

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 550 | 569 | 570 | 563 |
| 4 | 537 | 545 | 544 | 542 |
| 3 | 525 | 510 | 522 | 519 |
| 2 | 478 | 490 | 492 | 487 |
| 1 | 452 | 470 | 469 | 464 |
| Faktor Nernst (1-5) | 25,5 | 25,3 | 25,40 | 25,40 |

Tabel L.4.1.8 Penentuan Harga Nernst pada pH 10

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 566 | 569 | 550 | 562 |
| 4 | 540 | 548 | 525 | 538 |
| 3 | 520 | 530 | 505 | 518 |
| 2 | 496 | 500 | 481 | 492 |
| 1 | 472 | 476 | 456 | 468 |
| Faktor Nernst (1-5) | 23,2 | 23,4 | 23,20 | 23,27 |

L.4.2 Pengukuran Potensial rata-rata dan penentuan harga Nernst pada temperatur 30 °C-60 °C

Tabel L.4.2.1 Penentuan Harga Nernst pada temperatur 30 °C

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 571 | 491 | 526 | 529 |
| 4 | 544 | 465 | 493 | 501 |
| 3 | 516 | 433 | 468 | 472 |
| 2 | 487 | 406 | 444 | 446 |
| 1 | 453 | 373 | 401 | 409 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,3 | 29,5 | 29,90 | 29,57 |

Tabel L.4.2.2 Penentuan Harga Nernst pada temperatur 40 °C

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|-------|------|-------|-----------|
| 5 | 542 | 530 | 520 | 531 |
| 4 | 519 | 514 | 498 | 510 |
| 3 | 479 | 479 | 464 | 474 |
| 2 | 453 | 443 | 436 | 444 |
| 1 | 429 | 417 | 405 | 417 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,20 | 29,7 | 29,20 | 29,37 |

Tabel L.4.2.3 Penentuan Harga Nernst pada temperatur 50 °C

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 570 | 580 | 595 | 582 |
| 4 | 538 | 556 | 570 | 555 |
| 3 | 512 | 525 | 540 | 526 |
| 2 | 471 | 480 | 498 | 483 |
| 1 | 457 | 472 | 485 | 471 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,3 | 29,2 | 29,20 | 29,23 |

Tabel L.4.2.4 Penentuan Harga Nernst pada temperatur 60 °C

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|-------|-----------|
| 5 | 619 | 630 | 629 | 626 |
| 4 | 601 | 610 | 605 | 605 |
| 3 | 564 | 574 | 580 | 573 |
| 2 | 539 | 542 | 539 | 540 |
| 1 | 504 | 515 | 516 | 512 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,2 | 29,8 | 29,20 | 29,40 |

L.4.3 Pengaruh ion asing terhadap kinerja ESI sulfat bermembran zeolit

Tabel L.4.3.1 Harga potensial ESI sulfat tanpa ion asing

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|------|-----------|
| 5 | 729 | 729 | 730 | 729,50 |
| 4 | 700 | 708 | 701 | 704,50 |
| 3 | 673 | 679 | 674 | 676,50 |
| 2 | 645 | 645 | 644 | 644,50 |
| 1 | 609 | 615 | 609 | 612,00 |
| Faktor Nernst (1-5) | 29,5 | 29,1 | 29,9 | 29,5 |

Tabel L.4.3.2 Harga potensial ESI sulfat dengan ion asing Cl^-

| $\text{p}[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|------------------------------|-----|-----|-----|-----------|
| 5 | 402 | 404 | 403 | 403,00 |
| 4 | 393 | 394 | 392 | 393,00 |
| 3 | 385 | 386 | 387 | 386,00 |
| 2 | 380 | 380 | 378 | 379,33 |
| 1 | 343 | 345 | 348 | 345,33 |

Tabel L.4.3.3 Harga potensial ESI sulfat dengan ion asing CO_3^{2-}

| $\text{p}[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|------------------------------|-----|-----|-----|-----------|
| 5 | 403 | 405 | 405 | 404,33 |
| 4 | 395 | 396 | 395 | 395,33 |
| 3 | 375 | 376 | 373 | 374,67 |
| 2 | 349 | 350 | 348 | 349,00 |
| 1 | 333 | 328 | 330 | 330,33 |

Tabel L.4.3.4 Harga potensial ESI sulfat dengan ion asing PO_4^{3-}

| $\text{p}[\text{SO}_4^{2-}]$ | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|------------------------------|-----|-----|-----|-----------|
| 5 | 374 | 373 | 371 | 372,67 |
| 4 | 365 | 363 | 364 | 364,00 |
| 3 | 388 | 389 | 390 | 389,00 |
| 2 | 413 | 415 | 414 | 414,00 |
| 1 | 448 | 449 | 450 | 449,00 |

Tabel L.4.3.5 Harga potensial rata-rata ESI sulfat ion asing

| p[SO ₄ ²⁻] | Pengulangan Potensial (mV) | | | |
|-----------------------------------|---|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | SO ₄ ²⁻ Tanpa ion asing | Cl ⁻ | CO ₃ ²⁻ | PO ₄ ³⁻ |
| 5 | 729,50 | 503 | 404,33 | 496 |
| 4 | 704,50 | 475,67 | 383,33 | 466 |
| 3 | 676,50 | 451,33 | 351,67 | 433 |
| 2 | 644,50 | 424 | 329,33 | 403 |
| 1 | 612,00 | 402,33 | 301 | 385,67 |

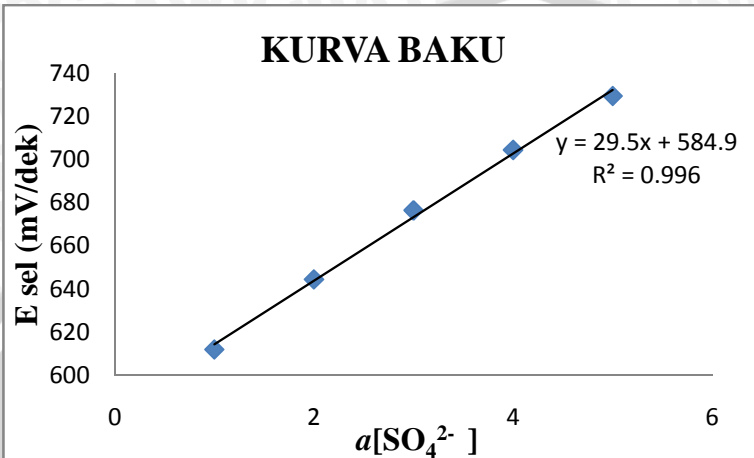
Tabel L.4.3.6 Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat

| p[SO ₄ ²⁻] | $K_{SO_4^{2-}, Cl^-}^{Pot}$ | $K_{SO_4^{2-}, CO_3^{2-}}^{Pot}$ | $K_{SO_4^{2-}, PO_4^{3-}}^{Pot}$ |
|-----------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 5 | -9,99 | -11,31 | -42,154 |
| 4 | -102,05 | -113,57 | -424,646 |
| 3 | -999,77 | -1184,92 | -4515,789 |
| 2 | -10002,85 | -14369,19 | -63632,993 |
| 1 | -99976,94 | -229455,71 | -1609392,437 |

Contoh perhitungan faktor Nernst:

Tabel L.4.3.7 Data potensial larutan K₂SO₄ 1 x 10⁻⁵M – 1 x 10⁻¹ M

| p[SO ₄ ²⁻] | 1 | 2 | 3 | rata-rata |
|-----------------------------------|------|------|------|-----------|
| 5 | 729 | 729 | 730 | 730 |
| 4 | 700 | 708 | 701 | 705 |
| 3 | 673 | 679 | 674 | 677 |
| 2 | 645 | 645 | 644 | 645 |
| 1 | 609 | 615 | 609 | 612 |
| Faktor Nernst | 29,5 | 29,1 | 29,9 | 29,5 |



Dari grafik tersebut di peroleh persamaan garis

$$y = 29,5x + 584,9$$

$$R^2 = 0,9968$$

Maka diperoleh faktor Nernst = 29,5 mV/dekade konsentrasi

Perhitungan Aktivitas Ion dan Koefisien Selektivitas Ion

Contoh perhitungan aktivitas ion:

Kekuatan ion (i) :

$$I = 0,5 \sum C_i \cdot Z_i^2$$

Keterangan:

I = Kekuatan Ion

Z = Muatan Ion

C = Konsentrasi Ion

Koefisien aktivitas (γ_i) :

$$-\log \gamma_i = \frac{0,512 |Z_+||Z_-|\sqrt{I}}{1 + \sqrt{I}}$$

Aktivitas ion (a_i)

$$a_i = \gamma_i \cdot C_i$$

Keterangan:

γ_i = koefisien aktivitas

C_i = aktivitas Ion

Jika konsentrasi ion utama SO_4^{2-} 1×10^{-5} M dan konsentrasi ion asing CO_3^{2-} 1×10^{-3} M maka aktivitas ionnya adalah:



$$\begin{aligned} i &= 0,5 \{ ([\text{K}^+].z^2) + ([\text{SO}_4^{2-}].z^2) + ([\text{K}^+].z^2) + ([\text{CO}_3^{2-}].z^2) \} \\ &= 0,5 \{ ([2 \times 10^{-4}].1^2) + ([1 \times 10^{-4}].2^2) + ([2 \times 10^{-3}].1^2) + [1 \times 10^{-3}].2^2 \} \\ &= 0,5 [0,0066] \\ &= 0,0033 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} -\log \gamma_i &= \frac{0,512 |Z_+||Z_-|\sqrt{I}}{1 + \sqrt{I}} \\ &= \frac{0,512 |1||-2|\sqrt{0,0033}}{1 + \sqrt{0,0033}} \\ &= \frac{0,0588}{1 + 0,0574} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} -\log \gamma_i &= 0,0556 \\ \gamma_i &= 0,8798 \\ a_i &= \gamma_i \cdot C_i \\ &= 0,8798 \cdot 10^{-4} \\ &= 8,798 \cdot 10^{-5} \end{aligned}$$

Tabel L.4.4 Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektifitas ion Cl⁻

| p[SO ₄ ²⁻] | Aktivitasi ion | |
|-----------------------------------|-------------------------------|------------------------|
| | SO ₄ ²⁻ | Cl ⁻ |
| 5 | 9,292x10 ⁻⁶ | 9,614x10 ⁻⁴ |
| 4 | 9,213x10 ⁻⁵ | 9,596x10 ⁻⁴ |
| 3 | 8,692x10 ⁻⁴ | 9,324x10 ⁻⁴ |
| 2 | 7,026x10 ⁻³ | 8,381x10 ⁻⁴ |
| 1 | 4,337x10 ⁻² | 6,586x10 ⁻⁴ |

Tabel L.4.5 Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektivitas ion CO₃²⁻

| [SO ₄ ²⁻] | aktivitasion | |
|----------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | SO ₄ ²⁻ | CO ₃ ²⁻ |
| 5 | 8,843x10 ⁻⁶ | 8,843x10 ⁻⁴ |
| 4 | 8,798x10 ⁻⁵ | 8,798x10 ⁻⁴ |
| 3 | 8,439x10 ⁻⁴ | 8,439x10 ⁻⁴ |
| 2 | 6,959x10 ⁻³ | 6,959x10 ⁻⁴ |
| 1 | 4,329x10 ⁻² | 4,329x10 ⁻⁴ |

Tabel L.4.6 Perhitungan Aktivitas Ion dan Harga Koefisien Selektifitas ion PO_4^{3-}

| [SO_4^{2-}] | aktivitas ion | |
|------------------------|------------------------|------------------------|
| | SO_4^{2-} | PO_4^{3-} |
| 5 | $8,435 \times 10^{-6}$ | $7,749 \times 10^{-4}$ |
| 4 | $8,408 \times 10^{-5}$ | $7,711 \times 10^{-4}$ |
| 3 | $8,151 \times 10^{-4}$ | $7,359 \times 10^{-4}$ |
| 2 | $6,866 \times 10^{-3}$ | $5,689 \times 10^{-4}$ |
| 1 | $4,318 \times 10^{-2}$ | $2,837 \times 10^{-4}$ |

Contoh Perhitungan Harga Koefisien Selektivitas ESI Sulfat

$$K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{CO}_3^{2-}}^{\text{Pot}} = \frac{(10^{\left(\frac{E_2 - E_1}{\text{slope}}\right)} \cdot a\text{SO}_4^{2-}) - a\text{SO}_4^{2-}}{(a\text{CO}_3^{2-})^{\frac{n}{z}}}$$

$$K_{\text{SO}_4^{2-}, \text{CO}_3^{2-}}^{\text{Pot}} = \frac{(10^{\left(\frac{404,33 - 729,5}{29,5}\right)} \cdot 8,843 \times 10^{-6}) - 8,843 \times 10^{-6}}{(8,843 \times 10^{-4})^{\frac{2}{2}}}$$

$$= -0,0215$$

Lampiran 5

L.5.1 Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst
Tabel L.5.1 Tabel Hubungan antara Variasi Temperatur dengan Harga Faktor Nernst

| Variasi Temperatur | Harga F. Nernst | | | Jumlah | Rata-rata |
|--------------------|-----------------|------|------|--------|-----------|
| | 1 | 2 | 3 | | |
| 20 | 29,3 | 29,7 | 29,6 | 88,6 | 29,53 |
| 30 | 29,3 | 29,5 | 29,9 | 88,7 | 29,57 |
| 40 | 29,2 | 29,7 | 29,2 | 88,1 | 29,37 |
| 50 | 29,3 | 29,2 | 29,2 | 87,7 | 29,23 |
| 60 | 29,2 | 29,8 | 29,2 | 88,2 | 29,s40 |
| TOTAL | | | | 441,3 | |

1. Menghitung faktor koreksi:

$$FK = \frac{(Total\ ulangan)^2}{p \times n} = \frac{194745,69}{15} = 12983,04$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

Tabel L.5.2 Data Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst

| Variasi temperatur | Harga F. Nernst | | | (Harga F. Nernst) ² | | |
|--------------------|-----------------|------|------|--------------------------------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| 30 | 29,3 | 29,5 | 29,9 | 858,49 | 870,25 | 894,01 |
| 40 | 29,2 | 29,7 | 29,2 | 852,64 | 882,09 | 852,64 |
| 50 | 29,3 | 29,2 | 29,2 | 858,49 | 852,64 | 852,64 |
| 60 | 29,2 | 29,8 | 29,2 | 852,64 | 888,04 | 852,64 |
| TOTAL | | | | 12983,95 | | |

$$\begin{aligned} JKT &= Total (Harga F. Nernst)^2 - FK \\ &= 12983,95 - 12983,046 = 0,904 \end{aligned}$$

Tabel L.5.3 Harga Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Harga Faktor Nernst

| Variasi temperatur | Harga F. Nernst | | | Jumlah | (Jumlah) ² | |
|--------------------|-----------------|------|------|--------|-----------------------|----------|
| | 1 | 2 | 3 | | | |
| 20 | 29,3 | 29,7 | 29,6 | 88,7 | 7867,69 | |
| 30 | 29,3 | 29,5 | 29,9 | 88,7 | 7867,69 | |
| 40 | 29,2 | 29,7 | 29,2 | 88,1 | 7761,61 | |
| 50 | 29,3 | 29,2 | 29,2 | 87,7 | 7691,29 | |
| 60 | 29,2 | 29,8 | 29,2 | 88,2 | 7779,24 | |
| | | | | TOTAL | 441,4 | 38967,52 |

$$JKP = \frac{\sum(\text{jumlah hasil perlakuan})^2}{n} - FK = \frac{38967,52}{3} - 12983,046$$

$$= 6,12733$$

$$JKG = JKT - JKP = 0,904 - 6,12733 = -5,2233$$

1. Analisis Sidik Ragam

a. Kuadrat Tengah perlakuan

$$KTP = \frac{JKP}{dB \text{ perlakuan}} = \frac{6,12733}{3} = 2,042$$

b. Kuadrat Tengah Galat Percobaan

$$KTG = \frac{JKG}{dB \text{ galat percobaan}} = \frac{-5,2233}{10} = -0,52233$$

c. Harga F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{2,042}{-0,52233} = -0,391$$

| SK | dB | JK | KT | F | |
|-----------|----|-------|--------|--------|-------|
| | | | | Hitung | Tabel |
| Perlakuan | 3 | 6,13 | 3,06 | -0,391 | 4,07 |
| Galat | 8 | -5,22 | -0,522 | | |
| Total | 11 | 0,91 | | | |

Karena $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ maka H_1 ditolak, karena tidak ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan variasi temperatur, sehingga tidak dilakukan uji BNT.

L.5.4 Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst

Tabel L.5.4 Tabel Hubungan Antara Variasi pH dengan Faktor Nernst

| Variasi pH | Harga F. Nernst | | | Jumlah | Rata-rata |
|------------|-----------------|------|------|--------|-----------|
| | 1 | 2 | 3 | | |
| 3 | 21,4 | 20,7 | 21 | 63,1 | 21,03333 |
| 4 | 25,2 | 25,4 | 25 | 75,6 | 25,2 |
| 5 | 26 | 26,1 | 26,1 | 78,2 | 26,06667 |
| 6 | 28,5 | 28,9 | 28,5 | 85,9 | 28,63333 |
| 7 | 29,8 | 29,3 | 29,5 | 88,6 | 29,53333 |
| 8 | 28,6 | 28,9 | 28,5 | 86 | 28,66667 |
| 9 | 25,5 | 25,3 | 25,4 | 76,2 | 25,4 |
| 10 | 23,2 | 23,4 | 23,2 | 69,8 | 23,26667 |
| TOTAL | | | | 623,4 | |

1. Menghitung Faktor Koreksi

$$FK = \frac{(Total\ ulangan)^2}{p \times n} = \frac{388627,56}{24} = 16192,815$$

2. Menghitung Jumlah kuadrat (JK)

Tabel L.5.5 Data Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst

| Variasi pH | Harga F. Nernst | | | (Harga F. Nernst) ² | | |
|------------|-----------------|------|------|--------------------------------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| 3 | 21,4 | 20,7 | 21 | 457,96 | 428,49 | 441 |
| 4 | 25,2 | 25,4 | 25 | 635,04 | 645,16 | 625 |
| 5 | 26 | 26,1 | 26,1 | 676 | 681,21 | 681,21 |
| 6 | 28,5 | 28,9 | 28,5 | 812,25 | 835,21 | 812,25 |
| 7 | 29,8 | 29,3 | 29,5 | 888,04 | 858,49 | 870,25 |
| 8 | 28,6 | 28,9 | 28,5 | 817,96 | 835,21 | 812,25 |
| 9 | 25,5 | 25,3 | 25,4 | 650,25 | 640,09 | 645,16 |
| 10 | 23,2 | 23,4 | 23,2 | 538,24 | 547,56 | 538,24 |
| TOTAL | | | | 16372,52 | | |

$$\begin{aligned} \text{JKT} &= \text{Total (Harga F. Nernst)}^2 - \text{FK} \\ &= 16372,52 - 16192,815 = 179,705 \end{aligned}$$

Tabel L.5.6 Data Pengaruh variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst

| Variasi pH | Harga F. Nernst | | | Jumlah | (Jumlah) ² |
|------------|-----------------|------|------|--------|-----------------------|
| | 1 | 2 | 3 | | |
| 3 | 21,4 | 20,7 | 21 | 63,1 | 3981,61 |
| 4 | 25,2 | 25,4 | 25 | 75,6 | 5715,36 |
| 5 | 26 | 26,1 | 26,1 | 78,2 | 6115,24 |
| 6 | 28,5 | 28,9 | 28,5 | 85,9 | 7378,81 |
| 7 | 29,8 | 29,3 | 29,5 | 88,6 | 7849,96 |
| 8 | 28,6 | 28,9 | 28,5 | 86 | 7396 |
| 9 | 25,5 | 25,3 | 25,4 | 76,2 | 5806,44 |
| 10 | 23,2 | 23,4 | 23,2 | 69,8 | 4872,04 |
| TOTAL | | | | 623,4 | 49115,46 |

$$\begin{aligned} \text{JKP} &= \frac{\sum(\text{jumlah hasil perlakuan})^2}{n} - \text{FK} = \frac{49115,46}{3} - 16192,815 \\ &= 179,005 \end{aligned}$$

$$\text{JKG} = \text{JKT} - \text{JKP} = 179,705 - 179,005 = 0,7$$

1. Analisa Sidik Ragam (uji F)

a. Kuadrat Tengah perlakuan

$$\text{KTP} = \frac{\text{JKP}}{\text{dB perlakuan}} = \frac{179,005}{7} = 25,57$$

b. Kuadrat Tengah Galat percobaan

$$\text{KTG} = \frac{\text{JKG}}{\text{dB galat percobaan}} = \frac{0,7}{16} = 0,044$$

c. Harga F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{\text{KTP}}{\text{KTG}} = \frac{25,57}{0,044} = 581,14$$

| SK | dB | JK | KT | F | |
|-----------|----|--------|-------|----------|-------|
| | | | | Hitung | Tabel |
| Perlakuan | 7 | 179,01 | 25,57 | 2034,136 | 5,14 |
| Galat | 16 | 0,7 | 0,044 | | |
| Total | 23 | 179,71 | | | |

2. Uji Beda Nyata Terkecil (BNT)

$$\begin{aligned} \text{BNT (5\%)} &= t_{\text{tabel}} (\alpha/2; dB_{\text{galat}}) * \text{sqrt}(2 * \text{KTG}/n) \\ &= t_{\text{tabel}} (0,025; 16) * \text{sqrt}(2 * 0,044/3) \\ &= 2,12 * \text{sqrt}(2 * 0,015) \\ &= 2,12 * 0,17 \\ &= 0,36 \end{aligned}$$

3. Pengaruh pH Terhadap Uji BNT

Tabel L.5.7 Data Pengaruh pH Terhadap Uji BNT

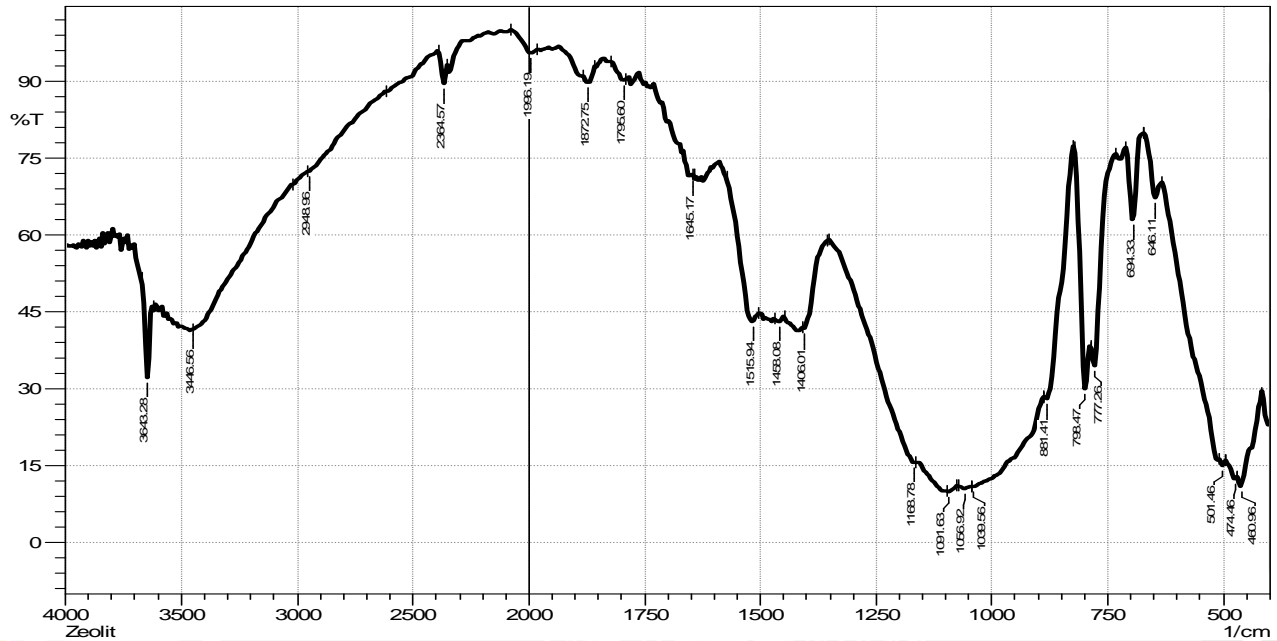
| Variasi pH | Harga Faktor Nernst rata-rata | | | | | | | | |
|------------|-------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | 21 | 25 | 26,1 | 28,5 | 29,5 | 28,5 | 25,4 | 23,2 |
| 3 | 21 | 0 | | | | | | | |
| 4 | 25 | 4* | 0 | | | | | | |
| 5 | 26,1 | 5,1* | 1,1* | 0 | | | | | |
| 6 | 28,5 | 7,5* | 3,5* | 2,4* | 0 | | | | |
| 7 | 29,5 | 8,5* | 4,5* | 3,4* | 1* | 0 | | | |
| 8 | 28,5 | 7,5* | 3,5* | 2,4* | 0 | 1* | 0 | | |
| 9 | 25,4 | 4,4* | 0,4* | 0,7* | 3,1* | 4,1* | 3,1* | 0 | |
| 10 | 23,2 | 2,2* | 1,8* | 2,9* | 5,3* | 6,3* | 5,3* | 2,2* | 0 |

Catatan :

* berbeda nyata



Gambar L.4.1 Zeolit sebelum kalsinasi



Gambar L.4.2 Zeolit sesudah kalsinasi