

**PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA
ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE
KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT UNTUK
MENDETEKSI SULFAT PADA MINUMAN**

SKRIPSI

Disusun Oleh:
Fajar Rizqy Maulidah
(0910923040)



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

**PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA
ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE
KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT UNTUK
MENDETEKSI SULFAT PADA MINUMAN**

SKRIPSI

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

Disusun Oleh:
Fajar Rizqy Maulidah
(0910923040)



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

2013

i

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT UNTUK MENDETEKSI SULFAT PADA MINUMAN

Oleh:

**Fajar Rizqy Maulidah
(0910923040)**

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

Menyetujui,
Dosen Pembimbing I

Menyetujui,
Dosen Pembimbing II

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

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

Menyetujui,

Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas
Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Fajar Rizqy Maulidah
NIM : 0910923040
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

**"PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA
ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE
KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT UNTUK
MENDETEKSI SULFAT PADA MINUMAN"**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub 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, 2013
Yang menyatakan,

(Fajar Rizqy Maulidah)
NIM. 0910923040

PENGARUH pH DAN ION ASING TERHADAP KINERJA ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI) SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT UNTUK MENDETEKSI SULFAT PADA MINUMAN

ABSTRAK

Beberapa metode telah dikembangkan untuk penentuan sulfat dalam suatu sampel. Pada penelitian ini telah dilakukan aplikasi elektroda selektif ion sulfat berbasis piropilit untuk menentukan sulfat pada minuman. Keberadaan sulfat pada minuman, khususnya pada jajanan es dapat ditentukan dengan metode potensiometri menggunakan ESI sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit. Hasil penelitian ESI sulfat yang telah dibuat menunjukkan respon *Nernstian* terbaik pada kisaran konsentrasi $10^{-5} - 10^{-1}$ M atau setara dengan 0.96 – 9600 ppm sulfat. Mempunyai kepekaan rata-rata sebesar 29.7 mV/dekade dengan limit deteksi pengukuran 1.15×10^{-6} M atau setara dengan 0.1104 ppm sulfat. Pengaruh pH dan ion asing juga dipelajari dalam penelitian ini. Variabel penelitian ini meliputi pH larutan yang divariasikan dari pH 3 – 10 dan ion asing yang digunakan adalah ion Cl^- dan ion PO_4^{3-} dengan konsentrasi 10^{-3} M menggunakan metode larutan tercampur. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada pH 7 ESI sulfat memberikan respon *Nernstian* terbaik. Adanya kehadiran ion asing ion Cl^- dan ion PO_4^{3-} tidak memberikan pengaruh terhadap kinerja ESI sulfat yang telah dibuat. Hal ini ditunjukkan dengan nilai koefisien selektivitas (K_{ij}) yang kurang dari satu. Konsentrasi sulfat yang terukur dengan ESI sulfat berbasis piropilit sebesar 1,093 ppm sulfat (sampel es coklat) dan 1,459 ppm sulfat (sampel es melon) dimana konsentrasi tersebut masih dalam batas aman untuk dikonsumsi. (Ambang batas maksimal sulfat yang diperbolehkan dalam minuman sebesar 250 ppm, menurut SMCL).

Kata kunci: Faktor Nernst, Ion Asing, pH, Potensiometri

INFLUENCES THAT INCLUDE THE EFFECTS OF pH AND IONS EXCHANGE ON ELECTRODE SELECTIVE IONS (ESI) SULPHATE BASE PHYROPILLITE FOR DETECTION SULPHATE IN WATER

ABSTRACT

Several methods have been developed for the determination of sulfate in a sample. In the application of this research has been conducted sulfate ion selective electrode based piropilit to determine sulfate in beverages. The presence of sulfate in beverages, especially in hawker ice can be determined by potentiometric method using sulfuric ISE piropilit based coated wire type. The results have been made ISE sulfate demonstrated the best *Nernstian* response in the concentration range of 10^{-5} - 10^{-1} M or the equivalent of 0.96 - 9600 ppm sulfate. Having an average sensitivity of 29.7 mV / decade with a detection limit of measurement $1:15 \times 10^{-6}$ M or equal to 0.1104 ppm sulfate. Effect of pH and foreign ions are also studied in this research. The variables of this study include the pH of the solution was varied from pH 3-10 and foreign ions used are ion Cl^- and ion PO_4^{3-} concentration of 10^{-3} M mixed solution method. The results showed that at pH 7 ISE sulfate best *Nernstian* response. The presence of foreign ions Cl^- ion and ion PO_4^{3-} no effect on the performance of ISE sulfate has been made. This is indicated by the selectivity coefficient (K_{ij}) is less than one. Sulfate concentrations were measured by ISE-based piropilit sulfate at 1.093 ppm sulfate (chocolate ice samples) and 1.459 ppm sulfate (melon ice samples) where the concentration is still within safe limits for consumption. (Maximum threshold sulfate beverages are allowed in the amount of 250 ppm, according to SMCL).

Keywords : Nernst Factor, Ion Exchange, pH, Potentiometric

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, hidayah dan ridho serta petunjukNYA sehingga penyusunan tugas akhir ini dapat terselesaikan dengan baik. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi besar Muhammad SAW beserta seluruh umatnya.

Tugas akhir berjudul **pengaruh pH dan ion asing terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit untuk mendeteksi sulfat pada minuman** ini disusun sebagai salah satu syarat mendapatkan gelar sarjana Sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan tugas akhir ini tak lepas dari bantuan yang diberikan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

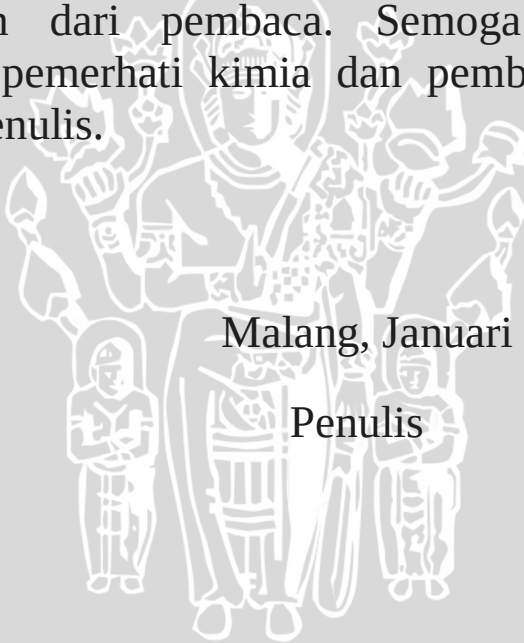
1. Qonita Fardiah, S.Si., M.Si dan Dr. Atikah Apt.MSc selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Yuniar Ponco Prananto dan Dr.Barlah Rumhayati selaku penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah.
3. Dr.Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
4. Dr.Hermin Sulityarti Dr.Barlah Rumhayati dan Dr.Soeiantoro selaku dosen penguji yang telah memberi banyak masukan dan pengarahan dalam penulisan tugas akhir ini.
5. Dwi Endah P. S.Si, Apt dan Juni Asri di BBLK Surabaya atas bantuannya.

6. Bunda dan Ayahku Tersayang, terima kasih atas semua do'a, semangat, perhatian dan kasih sayangnya yang tidak terhingga.
7. Tunanganku, terima kasih atas semua dukungan yang diberikan.
8. Sahabatku "KK" yang pergi secara tiba-tiba.
9. Teman-temanku Kimia 2009 dan semuanya, terimakasih telah membantu dan saling berbagi selama ini.
10. Dan semua pihak yang telah membantu tersusunnya tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran diharapkan dari pembaca. Semoga tulisan ini bermanfaat bagi pemerhati kimia dan pembaca sekalian, khususnya bagi penulis.

Malang, Januari 2013

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
DARTAR PERSAMAAN RUMUS KIMIA	xiv
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 6
2.1 Sulfat	6
2.2 Elektroda selektif ion (ESI)	7
2.3 Membran ESI	8
2.4 Prinsip pengukuran ESI	10
2.5 ESI tipe kawat terlapis	11
2.6 ESI sulfat tipe kawat terlapis	13
2.7 Mekanisme dan kesetimbangan ion pada membran	14
2.8 Komposisi ESI sulfat tipe kawat terlapis	15
2.8.1 Membran	15
2.8.1.1 Piropilit	15
2.8.1.2 Karbon aktif	17
2.8.1.3 Polifinilklorida (PVC)	17

2.8.1.4 Dioktilftalat (DOP)	18
2.8.1.5 Tetrahidrofuran (THF)	19
2.8.2 Kawat Platina (Pt)	19
2.8.3 Badan Elektroda	20
2.8.4 Karakteristik	20
2.8.4.1 Pengaruh pH	20
2.8.4.2 Pengaruh Ion Asing	21
2.8.4.3 Aplikasi ESI sulfat tipe kawat terlapis	22
2.9 Koefisien Selektif Ion	23
2.10 Hipotesis	25
2.10.1 Pengaruh pH	25
2.10.2 Pengaruh Ion Asing	25
2.10.3 Pengaplikasian ESI Sulfat Tipe Kawat Terlapis	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	27
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	27
3.2.1 Bahan-bahan Penelitian	27
3.2.1.1 Mineral Piropilit	27
3.2.1.2 Bahan Kimia	27
3.2.2 Alat Penelitian	27
3.3 Tahapan Penelitian	27
3.4 Prosedur Kerja	28
3.4.1 Kalsinasi Piropilit	28
3.4.2 Pembuatan Membran Cair	29
3.4.3 Pembuatan Badan Elektroda	29
3.4.4 Pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis	29
3.4.5 Pada pengaruh pH	29
3.4.5.1 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M	29
3.4.5.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M	30

3.4.5.3	Pembuatan larutan H_3PO_4 0,1 M	30
3.4.5.4	Pembuatan larutan Bufer fosfat	30
3.4.5.5	Pembuatan larutan sulfat 0,4 M	30
3.4.5.6	Pembuatan larutan sulfat konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M	30
3.4.5.7	Pembuatan larutan K_2SO_4 konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M	31
3.4.5.8	Pembuatan Larutan Sulfat konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M	31
3.4.5.9	Pengukuran potensial ESI Sulfat pada pH 3 – 10	31
3.4.5.10	Pengaruh Pengukuran Pada pH	31
3.4.6	Pengaruh Ion Asing	32
3.4.6.1	Pembuatan larutan fosfat 0,1 M	32
3.4.6.2	Pengukuran potensial ESI tanpa adanya ion pengganggu	32
3.4.6.3	Pengukuran potensial ESI dengan adanya ion pengganggu	32
3.4.7	Pengaplikasian ESI sulfat tipe kawat terlapis	32
3.4.8	Analisis Data	33
3.4.8.1	Penentuan nilai faktor Nernst	33

3.4.8.2	Perhitungan nilai potensial rata-rata	34
3.4.8.3	Perhitungan nilai simpangan baku	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		36
4.1	Pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat berbasis piropilit	36
4.2	Pengaruh Ion Asing terhadap kinerja ESI sulfat berbasis piropilit	40
4.3	Aplikasi ESI sulfat berbasis piropilit dalam penentuan kadar sulfat dalam sampel	44
BAB V PENUTUP		46
5.1	Kesimpulan	46
5.2	Saran	46
Daftar Pustaka		47



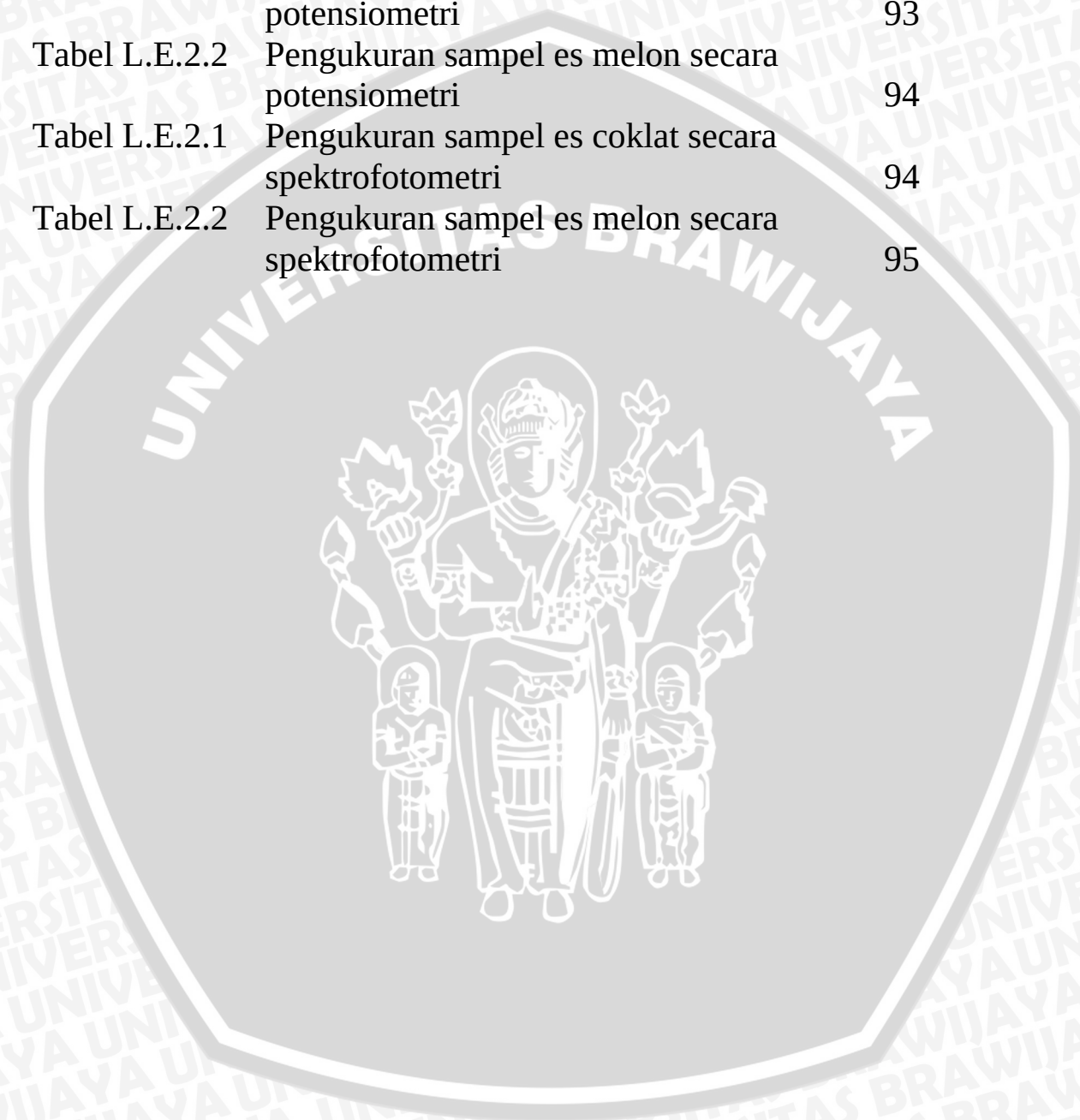
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kurva distribusi sulfat terhadap pH	6
Gambar 2.2	ESI tipe kawat terlapis	12
Gambar 2.3	Rangkaian alat pada saat pengukuran	13
Gambar 2.4	Konstruksi ESI sulfat tipe kawat terlapis	13
Gambar 2.5	Situs aktif pada pertukaran ion pada mineral jenis <i>clay</i>	14
Gambar 2.6	mineral piropilit	15
Gambar 2.7	Struktur mineral piropilit	16
Gambar 2.8	Struktur grafit	17
Gambar 2.9	Struktur polivinylklorida	18
Gambar 2.10	Struktur dioktilftalat	19
Gambar 2.11	Struktur tetrahidrofuran	19
Gambar 2.12	Kawat Platina	20
Gambar 2.13	Spesies ortofosfat pada berbagai pH	21
Gambar 3.1	Grafik E_{sel} terhadap $-\log[SO_4^{2-}]$	34
Gambar 4.1	Pengaruh pH terhadap faktor Nernst ESI sulfat bermembran piropilit	37
Gambar 4.2	Pengaruh ion asing terhadap Koefisien selektivitas ESI sulfat bermembran piropilit	42
Gambar 4.3	Kurva hasil pengukuran sampel secara spektrofotometri	45
Gambar L.D.2.7	Pengaruh ion asing terhadap Koefisien selektivitas ESI sulfat bermembran piropilit	84
Gambar L.D.3.1	Kurva baku Sulfat	85
Gambar L.F.1	Hasil pengukuran sampel es secara spektro	96

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Harga K_{ij} ion asing terhadap ESI sulfat bermembran piropilit	41
Tabel L.C.1	Pengenceran larutan Buffer	70
Tabel L.D.1.1	Penentuan harga Nernst pada pH 3	76
Tabel L.D.1.2	Penentuan harga Nernst pada pH 4	76
Tabel L.D.1.3	Penentuan harga Nernst pada pH 5	77
Tabel L.D.1.4	Penentuan harga Nernst pada pH 6	77
Tabel L.D.1.5	Penentuan harga Nernst pada pH 7	78
Tabel L.D.1.6	Penentuan harga Nernst pada pH 8	78
Tabel L.D.1.7	Penentuan harga Nernst pada pH 9	79
Tabel L.D.1.8	Penentuan harga Nernst pada pH 10	79
Tabel L.D.2	Pengaruh ion asing terhadap ESI sulfat bermembran piropilit	80
Tabel L.D.2.1	Harga potensial ESI sulfat tanpa adanya ion asing	80
Tabel L.D.2.2	Harga potensial ESI sulfat dengan adanya ion asing Cl^-	80
Tabel L.D.2.3	Harga potensial ESI sulfat dengan adanya ion asing PO_4^{3-}	81
Tabel L.D.2.4	Perhitungan aktivitas ion utama dan harga koefisien selektivitas ion Cl^-	83
Tabel L.D.2.5	Perhitungan aktivitas ion utama dan harga koefisien selektivitas ion PO_4^{3-}	83
Tabel L.D.2.6	Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat	84
Tabel L.D.2.7	Hasil konversi ke 10^6 dari Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat	84
Tabel L.D.3.1	Data potensial larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M	85
Tabel L.E.1.1	Hubungan Antara Variasi pH dengan Faktor Nernst	89
Tabel L.E.1.2	Tabel Data Pengaruh Variasi pH terhadap Faktor Nernst	90
Tabel L.E.1.3	Data Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst	91

Tabel L.E.1.4	Analisis sidik ragam satu arah Faktor <i>Nernst</i> terhadap pengaruh pH	92
Tabel L.E.1.5	Pengaruh pH terhadap uji BNT	93
Tabel L.E.2.1	Pengukuran sampel es coklat	93
Tabel L.E.2.1	Pengukuran sampel es coklat secara potensiometri	93
Tabel L.E.2.2	Pengukuran sampel es melon secara potensiometri	94
Tabel L.E.2.1	Pengukuran sampel es coklat secara spektrofotometri	94
Tabel L.E.2.2	Pengukuran sampel es melon secara spektrofotometri	95



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Skema Kerja	52
LAMPIRAN B Preparasi Larutan	64
LAMPIRAN C Perhitungan dan Pembuatan Larutan	68
LAMPIRAN D Data Hasil Penelitian	76
LAMPIRAN E Data Hasil Uji Statistika	89
LAMPIRAN F Gambar hasil percobaan	96



DARTAR PERSAMAAN RUMUS KIMIA

2.1	Persamaan <i>Nernst</i>	10
2.2	Entalpi hidrasi untuk ion monoatomik	22
2.3	Entalpi hidrasi untuk ion-ion poliatomik	22
2.4	Pengukuran aktivitas ion utama	24
2.5	Pengukuran aktivitas campuran ion utama dan ion asing	24
2.6	Pengukuran beda potensial	24
2.7	Persamaan K_{ij}	25
2.8	Persamaan penurunan rumus K_{ij}	25
2.9	Persamaan aktivitas ion utama	25
2.10	Perhitungan aktivitas ion	33
3.2	Persamaan E_{sel}	34
3.2	Persamaan perhitungan nilai potensial rata-rata	34
3.3	Persamaan simpangan baku	34
L.D.1	Koefisien selektivitas	81
L.D.2	Aktivitas Ion	81
L.D.3	Kekuatan Ion	81

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam air sungai diindikasikan banyak terkandung kontaminan, salah satunya adalah ion sulfat. Ion sulfat dalam air mempunyai beberapa spesi diantaranya H_2SO_4 , HSO_4^- dan SO_4^{2-} . Dalam air sungai tidak hanya mengandung ion sulfat tetapi juga mengandung ion-ion yang dapat bereaksi dengan natrium dan magnesium yang terkandung dalam air. Apabila air sungai yang mengandung ion sulfat dikonsumsi oleh manusia maka dapat menimbulkan iritasi pada saluran pencernaan atau efek *laxative* dan dehidrasi yang berlebih. Menurut SMCL batas maksimum sulfat yang terkandung dalam air minum sebesar 250 ppm [1].

Beberapa teknik analisis selama ini dikembangkan untuk analisis sulfat [2]. Salah satu teknik analisis adalah dengan menggunakan sifat umum dari sulfat yang banyak terkandung dalam air yang dapat di reaksi dengan barium klorida. Dari reaksi tersebut dapat dilakukan analisis spektrofotometri dengan penambahan reagen kondisioning.

Teknik yang sedang berkembang adalah teknik analisis sensor elektrokimia yang berupa elektroda selektif ion (ESI). ESI merupakan sensor elektrokimia (elektroda) yang menggunakan membran selektif ion sebagai sensor yang bersifat potensiometrik [3 & 4]. Penggunaan ESI dalam analisis kimia sangat luas dari analisis ion-ion anorganik yang sederhana hingga molekul organik yang kompleks. Hal ini karena ESI memiliki kelebihan jika dibandingkan dengan metode lain, yaitu mempunyai tingkat selektivitas yang cukup tinggi sehingga tidak perlu dilakukan teknik pemisahan terlebih dahulu pada sampel. Pada konsentrasi analit cukup kecil memberikan hasil analisis cukup kuantitatif dan tepat (< 1 ppb). Akan tetapi kinerja ESI sangat dipengaruhi oleh lingkungan diantaranya pH serta ion asing yang terdapat dalam larutan sampel. Sedangkan proses analisis menggunakan

metode spektrofotometri, kolorimeri, memerlukan preparasi sampel sebelum dilakukannya proses analisis.

Pada saat ini sudah banyak diteliti terkait dengan pembuatan ESI untuk ion sulfat yang pada umumnya menggunakan membran cair. Membran cair merupakan ESI yang terbuat dari bahan cairan senyawa organik yang memiliki berat molekul yang tinggi dan bersifat tidak larut air. Struktur senyawa aktifnya memungkinkan terjadinya pertukaran ion antara ion bebas dalam larutan yang diukur dengan ion-ion pada molekul senyawa aktif yang dimiliki oleh membran tersebut [7]. Di satu sisi membran cair ini mempunyai kelemahan yaitu responnya diganggu oleh hidrostatis, pengadukan dan hadirnya bahan aktif permukaan, serta memerlukan teknik pembuatan dan penanganan khusus dalam pengukurannya [5]. Untuk mengetahui koefisien selektivitas dari suatu ion dalam larutan analit maka dilakukan pengukuran potensial pada larutan analit. Setelah memperoleh data potensial maka dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan 1.1 :

$$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{Cl}^-} = \frac{\left(10^{\frac{E_2 - E_1}{\text{slope}}} \times \alpha \text{SO}_4^{2-}\right) - \alpha \text{SO}_4^{2-}}{(\alpha \text{Cl}^-)^{\frac{n}{z}}} \quad (1.1)$$

Sehubungan dengan adanya kelemahan dari beberapa metode sebelumnya, maka dalam penelitian ini dikembangkan metode penentuan kadar sulfat dalam minuman menggunakan elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang sebelumnya harus dilakukan penelitian terkait pengaruh pH dan ion asing secara potensiometri. Pada dasarnya pengukuran ESI dapat bekerja ketika timbul beda potensial yang mendekati membran yang merupakan antarmuka dari membran dan larutan analit yang berprinsip dari sel galvanik. Potensial tersebut berupa listrik, fungsi dari timbulnya potensial tersebut dapat memisahkan dua larutan yang bersifat elektrolit yang terjadi pada antarmuka membran [8]. Pada saat kontak dengan larutan analit, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran dengan larutan. Jika anion yang 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 sampai mencapai kesetimbangan elektrokimia [9].

Dalam ESI sulfat tipe kawat terlapis yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan kawat platina (Pt) karena bersifat inert, tahan terhadap pengaruh kimia dan fisika serta tidak berpengaruh terhadap membran. Selain itu juga mempunyai sifat konduksi yang baik, sehingga arus listrik yang timbul akibat perpindahan massa dalam larutan dapat dihantarkan ke potensiometer dengan baik. ESI dengan basis kawat terlapis ini memiliki kelebihan diantaranya tidak memerlukan larutan pembanding dalam proses pengukurannya, pembuatannya sederhana, dapat menentukan konsentrasi analit dalam jumlah kecil, bersifat *portable*. Kinerja ESI ini dapat dilihat dari beberapa parameter diantaranya Faktor Nernst, waktu respon, usia pemakaian, selektivitas serta batas deteksi [5].

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang pada sebelumnya telah diuraikan maka dapat dirumuskan permasalahan dalam penelitian ini yaitu :

1. Bagaimana pengaruh pH terhadap kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis bermembran piropilit yang *Nernstian* ?
2. Bagaimana pengaruh ion asing terhadap kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis bermembran piropilit yang *Nernstian* ?
3. Berapakah kadar sulfat yang terkandung dalam sampel minuman ketika diukur menggunakan Elektroda Selektif Ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis bermembran piropilit ?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang pada sebelumnya telah diuraikan maka timbul batasan masalah yang perlu diperhatikan, diantaranya :

1. ESI sulfat tipe kawat terlapis yang digunakan adalah ESI sulfat tipe kawat terlapis yang telah dikembangkan oleh Deviana (2012).
2. Mineral piropilit yang digunakan dalam penelitian adalah piropilit Kecamatan Sumbermanjing Kabupaten Malang.
3. Kisaran konsentrasi larutan baku K_2SO_4 yang digunakan dalam pengukuran adalah $1 \times 10^{-5} M - 1 \times 10^{-1} M$.
4. Pengukuran pH dilakukan pada pH 3 - pH 10 pada larutan K_2SO_4 .
5. Ion asing yang diuji yaitu ion Cl^- dan PO_4^{2-} dengan konsentrasi masing-masing $1 \times 10^{-3} M$ menggunakan metode larutan tercampur.
6. Alat yang digunakan Elektrode pembanding Ag/AgCl merek Hamilton dan Potensiometer merek Schoot Gerate model CG 820.
7. Pengaplikasian ESI sulfat tipe kawat terlapis diaplikasikan pada produk minuman yang diindikasikan mengandung sulfat yang diambil secara acak di daerah Pandaan Pasuruan Jawa Timur.

1.4 Tujuan Penelitian

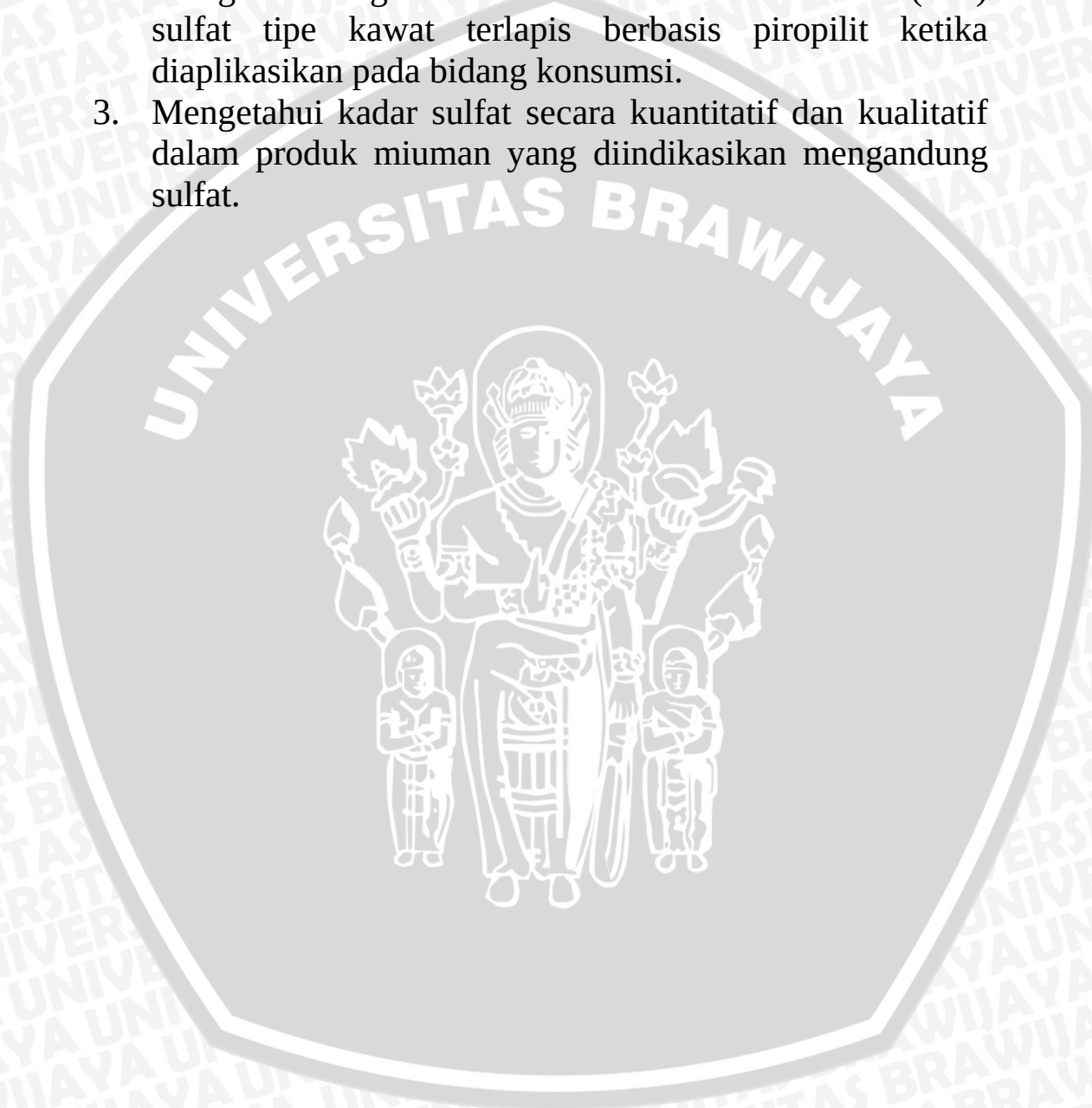
Tujuan dilakukannya penelitian ini diantaranya :

1. Mempelajari pengaruh pH terhadap selektifitas elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit.
2. Mempelajari pengaruh ion asing terhadap selektifitas elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit.
3. Mengetahui kadar sulfat secara kuantitatif dan kualitatif dalam produk minuman yang diindikasikan mengandung sulfat yang diambil secara acak di daerah Pandaan.

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian yang telah dilakukan maka diharapkan penelitian ini dapat :

1. Mengetahui pengaruh pH, Ion Asing Cl^- dan PO_4^{3-} konsentrasi 1×10^{-3} M terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit.
2. Mengetahui kegunaan sensor elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit ketika diaplikasikan pada bidang konsumsi.
3. Mengetahui kadar sulfat secara kuantitatif dan kualitatif dalam produk miuman yang diindikasikan mengandung sulfat.

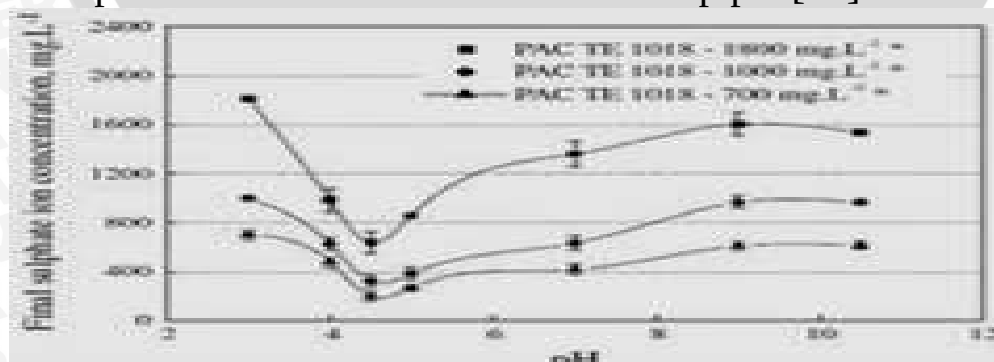


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sulfat

Sulfat merupakan nutrisi yang mengandung anion utama yang umumnya berada dalam air di alam maupun air limbah. Sulfat berasal dari fosil-fosil hewan dan tumbuhan. Secara alami sulfat berada dalam 3 bentuk yaitu natrium sulfat, magnesium sulfat dan kalsium sulfat yang ketiganya berupa garam yang bersifat poliatomik yang memiliki berat molekul sebesar 96,06 massa atom yang biasa dirumuskan dengan SO_4^{2-} yang berbentuk tetrahedral dan biasanya bersifat mudah larut dalam air [27]. Dari pada itu, sulfat dan asam sulfat banyak dimanfaatkan untuk bahan-bahan kimia, bidang pertanian (industri pupuk, fungisida, insektisida), pewarnaan, industri tekstil, industri kertas, gelas atau kaca, industri sabun [12].

Sulfat bersifat kontaminan oleh karena itu sulfat ditemukan dalam konsentrasi yang tinggi. Asam sulfat yang berupa cairan kental, amat korosif. Bereaksi dengan jaringan tubuh. Berbahaya bila kontak dengan kulit dan mata. Bereaksi hebat dengan air dan mengeluarkan panas (eksotermis). Bereaksi pula dengan logam, kayu, pakaian dan zat organik. Uapnya amat iritatif terhadap saluran pernapasan [30]. Oleh karena itu pemerintah mengeluarkan peraturan perundang-undangan No.20 Tahun 1990 yang menyatakan bahwa batas maksimum sulfat di perairan yang diijinkan maksimal 250 – 400 mg/L [25]. Berikut ini merupakan kurva distribusi sulfat terhadap pH [43].



Gambar 2.1 Kurva distribusi sulfat terhadap pH

Tingginya kadar sulfat dalam air, dan jika air tersebut dikonsumsi maka akan berdampak buruk bagi kesehatan, diantaranya iritasi pada panca indra, masalah pada pencernaan dan memberikan rasa pahit pada air [39].

2.2 Elektroda selektif ion (ESI)

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode potensiometri. Metode potensiometri merupakan aplikasi langsung dari persamaan *Nernst* dengan cara pengukuran potensial dari dua elektroda yang tidak terpolarisasi pada kondisi arus sama dengan nol. Elektroda yang tidak terpolarisasi adalah elektroda yang menunjukkan potensial konstan yang tidak bergantung pada arus hingga rentang tertentu [19]. Seangkan metode yang dikembangkan dalam penelitian ini adalah metode 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 disensornya dibandingkan ion lain yang berada bersama-sama dalam sampel. Membran merupakan lapisan tipis yang bersifat semipermeabel yang memisahkan 2 fasa dengan permeabilitas yang terkontrol. Elektroda selektif ion (ESI) adalah suatu sensor elektrokimia potensiometrik yang banyak digunakan karena memiliki selektivitas, sensitivitas, keakuratan dan ketepatan yang relatif tinggi serta batas deteksinya cukup rendah [3].

Pengembangan ESI yang menggunakan membran termasuk cukup pesat karena kelebihan-kelebihan yang dimilikinya. Elektroda selektif ion terdiri atas membran yang memberikan respon secara selektif terhadap spesi ion tertentu dan bagian luarnya mengadakan kontak dengan ion yang akan ditentukan [21]. Pada umumnya membran yang digunakan berupa polimer dan suatu zat aktif yang bersifat sebagai pengekstraksi melalui mekanisme khelat atau pertukaran ion tertentu melalui fasa membran dan juga melalui perbedaan mobilitas ion dalam membran [4]. Pada penelitian ini membran yang digunakan adalah membran yang berbahan aktif piropilit dengan beberapa

bahan pendukung yaitu karbon aktif, pilivinilklorida (PVC), dioktilftalat (DOP), tetrahidrofuran (THF). Digunakan piropilit sebagai bahan utama karena piropilit mempunyai dua layer yang bersifat adsorpsi, hidrofobik dan dapat menghantarkan arus listrik.

ESI merupakan *instrument* pengukur yang merespon secara selektif aktivitas ion tertentu [5]. Kemampuannya untuk menentukan aktivitas dari ion tertentu dalam suatu larutan yang menggunakan sensor kimia. Sensor ini yang akan mengukur aktivitas ion. Pengukuran aktivitas ion ini penting untuk dilakukan karena aktivitas ion menentukan kecepatan reaksi dan kesetimbangan kimia [33].

Elektroda selektif ion (ESI) secara umum dapat menghasilkan pengukuran yang optimal apabila memenuhi parameter berikut : (a) sensitivitas tinggi, yang ditunjukkan oleh sifat *Nernstian* dengan harga faktor Nernst untuk ion divalen adalah 29,6 mV/decade konsentrasi, (b) kisaran konsentrasi linier luas (1×10^{-6} M), (c) batas deteksinya 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%) [23].

2.3 Membran ESI

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 juga yang bersifat heterogen [18]. Komponen dasar dari semua metode potensiometri sensor ion disebut membran selektif ion. Membran selektif ion ini lebih peka terhadap ion tertentu dari campuran berbagai macam ion pada suatu sampel. Jika ion dapat menembus batas antarmuka dua fasa akan terjadi kesetimbangan elektrokimia sehingga timbul adanya beda potensial. Timbulnya beda potensial pada

antarmuka ini ditentukan oleh aktivitas ion yang terdapat dalam fasa tersebut [34].

Dua tipe membran yang dapat digunakan dalam ESI yaitu :

1. ESI bermembran padat

Merupakan ESI yang terbuat dari bahan padat sebagai membrannya. Bahan yang digunakan dapat berupa Kristal tunggal, pellet polikristal atau campuran Kristal [21]. ESI membran padat digunakan pada larutan tak jenuh, jadi dalam hal ini membran secara perlahan akan melarut sebagai akibat perbedaan konsentrasi ion-ion pada antarmuka dan larutan analit. Pada umumnya sensor ini dapat mendeteksi ion-ion Ag^+ , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , S^{2-} , F^- , Br^- , I^- , SCN^- dan CN^- dapat dibentuk dari membran padat larut, serta untuk membatasi pergerakan ion lain selain yang disensor oleh membran tersebut [40].

2. ESI bermembran cair

Merupakan ESI yang terbuat dari bahan cairan senyawa organik yang memiliki berat molekul yang tinggi dan bersifat tidak larut air. Struktur senyawa aktifnya memungkinkan terjadinya pertukaran ion antara ion bebas dalam larutan yang diukur dengan ion-ion pada molekul senyawa aktif yang dimiliki oleh membran tersebut [41].

Menurut Lakshminarayanaiah (1976), Sifat yang harus dimiliki oleh membran selektif ion agar pengukuran sensor selektif dan sensitifitasnya tinggi antara lain adalah : (a) hidrofobik, tetapan dielektriknya tinggi, (b) menghasilkan listrik meskipun kecil $\approx 10^{-6} (\Omega \text{ cm})^{-1}$ yang ditimbulkan migrasi ion-ion dan dapat dicapai dengan porositas rendah yang kerapatan muatannya tinggi, (c) fluks perpindahan kecil sekali, yang dapat dicapai dengan penggunaan bahan pendukung PVC- *plasticizer*, (d) bersifat lentur (fleksibel) sehingga ion-ion didalamnya memiliki mobilitas tinggi sehingga ion-ion dapat bermigrasi, meskipun mobilitas bukan merupakan faktor utama yang

menentukan selektivitas ESI, (e) stabil terhadap pH, larutan yang mengandung bahan organik dan oksidator [21].

Bahan aktif pada membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas ketika membran kontak dengan larutan analit secara langsung. Hal ini menyebabkan permukaan membran bermuatan positif sehingga anion-anion dari ion yang sejenis dari larutan bermigrasi menuju permukaan membran. Ion-ion tersebut saling menggantikan posisinya untuk berikatan dengan gugus tetap membran. Reaksi pertukaran ion dengan ion bebas pada sisi aktif membran ini akan berlangsung terus menerus hingga mencapai kesetimbangan elektron [4].

2.4 Prinsip pengukuran ESI

Pada dasarnya pengukuran ESI dapat bekerja ketika timbul beda potensial yang mendekati membran yang merupakan antarmuka dari membran dan larutan analit yang berprinsip dari sel galvani. Potensial tersebut berupa listrik, fungsi dari timbulnya potensial tersebut dapat memisahkan dua larutan yang bersifat elektrolit yang terjadi pada antarmuka membran [21].

Pada saat kontak dengan larutan analit, bahan aktif membran akan mengalami disosiasi menjadi ion-ion bebas pada antarmuka membran dengan larutan. Jika anion yang 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 sampai mencapai kesetimbangan elektrokimia [4].

Kesetimbangan elektrokimia akan menghasilkan beda potensial pada antarmuka membran dengan larutan. Beda potensial yang timbul ditentukan oleh aktivitas ion target yang dinyatakan dengan persamaan *Nernst* sebagai :

$$E = E^{\circ} - \frac{2,303 RT}{nF} \log \frac{a_{X^{+}}}{a_{X^{+}}_{\text{membran}}} \quad (2.1)$$

Keterangan :

E = beda potensial sel

E° = Potensial standar dari elektroda

R = konstanta gas (8,314 JK-1mol-1)

T = temperatur kamar (25° C atau 298 K)

F = bilangan Faraday (96485 C mol-1)

a_{x^-} = aktivitas anion x^-

n = muatan anion analit

Mekanisme pertukaran ion pada larutan analit terhadap membran dapat dianalogikan sebagai berikut :



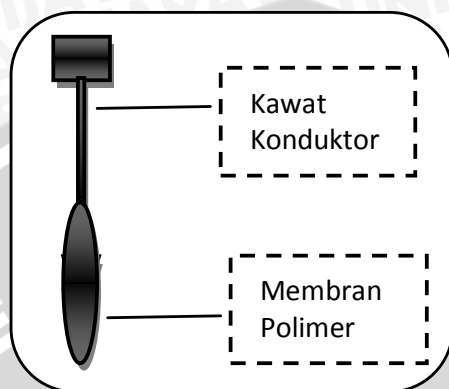
ESI akan merespon aktif ion sebagai potensial elektroda, perbedaan muatan pada suatu elektroda dan larutan analit. Potensial ini diukur menggunakan ESI sebagai elektroda indikator dan elektroda pemangking Ag/AgCl [41]. Perbedaan tersebut dapat menghasilkan potensial yang berbeda pula sehingga menghasilkan harga potensial yang berbeda.

2.5 ESI tipe kawat terlapis

Elektroda selektif ion (ESI) merupakan perantara sensor kimia yang menggunakan konduktor elektronik logam yang biasanya digunakan adalah kawat platina yang telah diketahui panjang dan diameternya yang berfungsi sebagai media yang nantinya akan dilapiskan sebuah membran cair yang telah diketahui komposisinya [35]. Pada umumnya ESI tipe kawat terlapis digunakan kawat platina karena kawat platina bersifat inert sehingga tidak mempengaruhi proses pengukuran [21]. Potensial yang timbul akibat adanya kontak antara elektroda indikator dengan elektroda pembanding yang dihubungkan

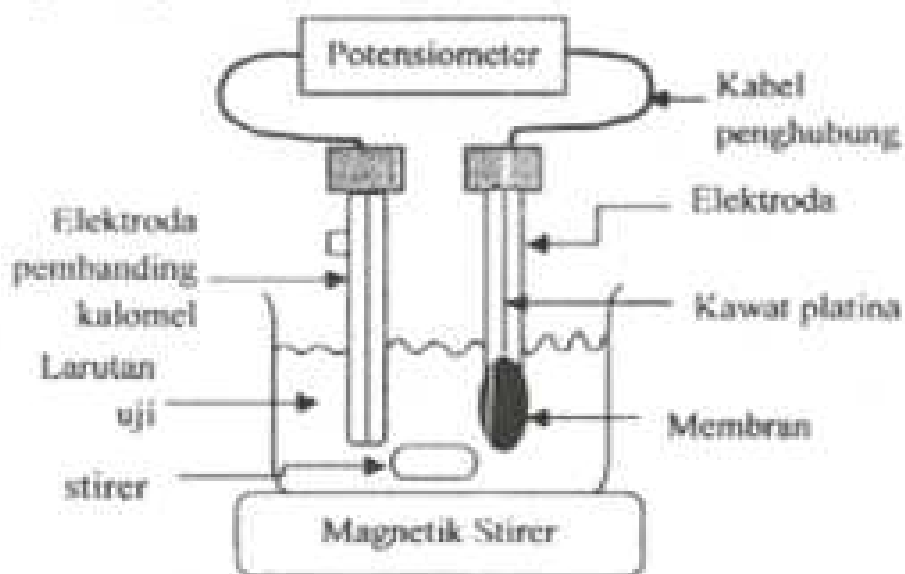
dengan larutan analit sehingga dikatakan sebagai elektroda indikator [23].

ESI tipe kawat terlapis dibuat dengan cara merendam sebuah konduktor logam dalam suatu campuran (membran cair), ESI kawat terlapis dapat digambarkan sebagai berikut :



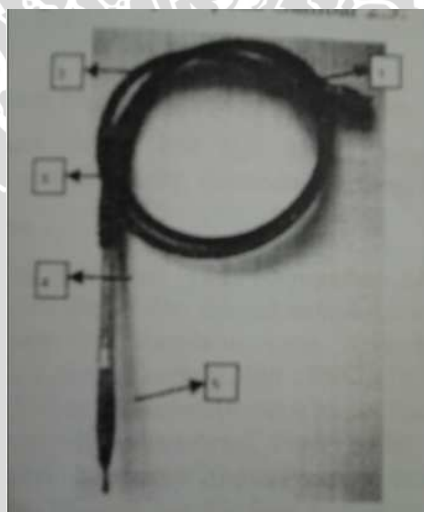
Gambar 2.2 ESI tipe kawat terlapis

Kelebihan elektroda selektif ion (ESI) tipe kawat terlapis jika dibandingkan ESI tipe tabung antara lain adalah karakteristiknya sama dan dimungkinkan ESI tipe kawat berlapis lebih baik, sampel yang digunakan pengukuran hanya sedikit atau dalam skala kecil, konstruksinya sangat sederhana sehingga mudah untuk dibuat, harganya cukup ekonomis, dapat digunakan sekali pakai serta dapat digunakan dalam posisi miring yang sesuai jika digunakan untuk pengukuran *in vivo* dengan usia pemakaian lebih dari 6 bulan [7]. Kekurangan dari elektroda selektif ion (ESI) tipe kawat terlapis antara lain adalah harga potensial tidak stabil namun dapat diminimalisir dengan pembuatan kurva standar pengukuran sebagai standar pengukuran secara potensiometri yang diukur selama 7 hari pengamatan [9].



Gambar 2.3 Rangkaian alat pada saat pengukuran

2.6 ESI sulfat tipe kawat terlapis



Gambar 2.4 konstruksi ESI sulfat tipe kawat terlapis

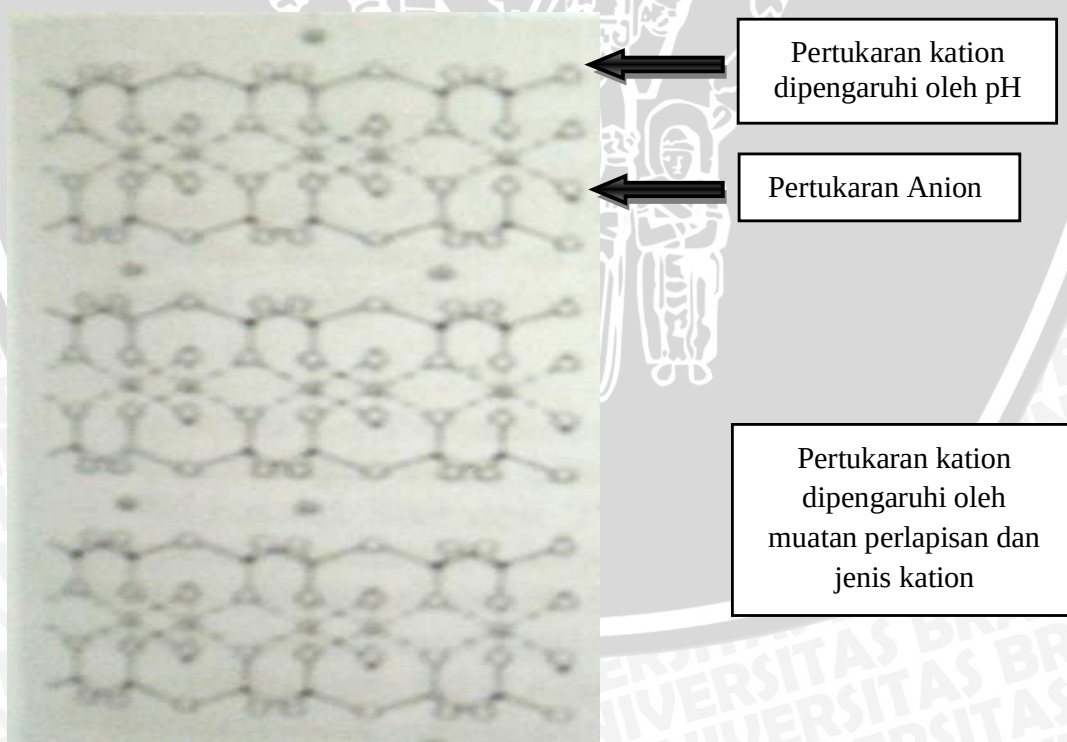
Keterangan gambar :

1. Jek banana
2. Kabel RG-58
3. Jek banana termodifikasi
4. Badan elektroda
5. Kawat Pt bermembran piropilit

ESI sulfat yang telah dibuat memiliki faktor Nernst sebesar 29,23 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen. Konsentrasi larutan K_2SO_4 yang diukur yaitu pada rentang $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M.

2.7 Mekanisme dan kesetimbangan ion pada membran

Perbedaan konsentrasi analit pada sisi membran yang berlawanan dapat menimbulkan beda potensial. Satu sisi membran kontak dengan kawat platina (Pt) sedangkan pada sisi yang lain kontak dengan larutan sampel. Pada saat larutan analit kontak dengan membran, bahan aktif membran akan mengalami dissosiasi menjadi ion-ion bebas pada antar muka membran dan larutan analit. Menurut Setyorini (2011), 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 sehingga mencapai kesetimbangan elektrokimia. Mekanisme pertukaran ion pada antarmuka membran sebagai berikut :



Gambar 2.5 Situs aktif pada pertukaran ion pada mineral jenis clay

2.8 Komposisi ESI sulfat tipe kawat terlapis

2.8.1 Membran

Komposisi membran yang digunakan adalah komposisi membran yang bahan aktifnya berupa mineral piropilit yang berupa serbuk halus dengan ukuran 150 mesh. Komposisi membran yang terlapis pada kawat platina antara lain adalah bahan aktif mineral piropilit : karbon aktif : PVC : DOP : dan THF.

2.8.1.1 Piropilit

Piropilit merupakan paduan dari alumunium silikat, yang mempunyai rumus kimia $\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. Mineral yang termasuk piropilit adalah kianit, andalusit, dan diaspor. Bentuk kristal piropilit adalah monoklin serta mempunyai sifat fisik dan kimia yang mirip dengan talk. Piropilit terbentuk umumnya berkaitan dengan formasi andesit tua yang memiliki kontrol struktur dan intensitas ubahan hidrotermal yang kuat. Piropilit terbentuk pada daerah ubahan argilik lanjut (*hipogen*), seperti kaolin, namun terbentuk pada temperatur tinggi dan pH asam [12].

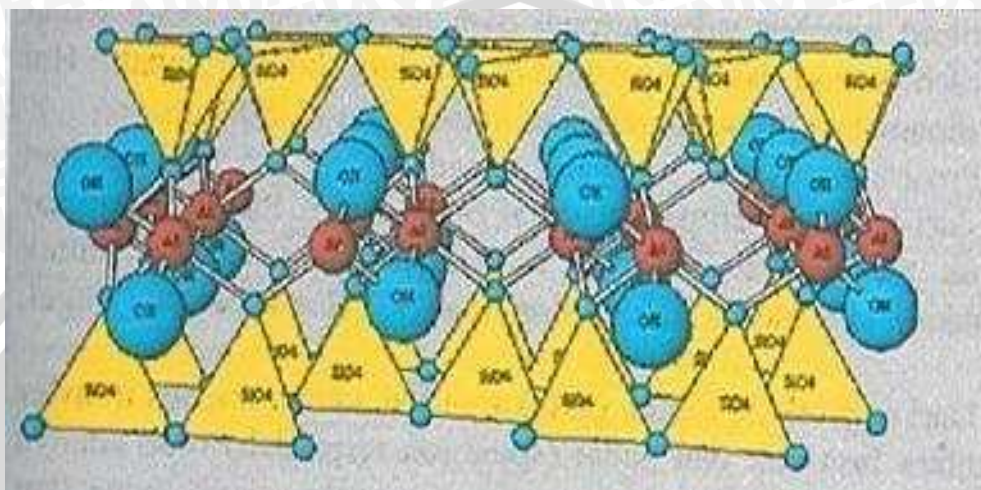


Gambar 2.6 mineral piropilit

Piropilit adalah jenis mineral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral yang biasa disebut dengan lapisan 2 : 1. Mineral ini mempunyai struktur sebagai berikut :

Tetrahedral	$\text{Si}_2\text{O}_3 \times 2$
Oktahedral	$\text{Al}_2\text{O}_4(\text{OH})_2$
Total	$\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Kegunaan piropilit adalah untuk industri kertas sebagai pengganti talk, dan lain-lain. Piropilit terdapat di beberapa tempat yang diakibatkan munculnya formasi andesit tua, seperti di Pulau Sumatera, Jawa Barat, Jawa Timur, Nusa Tenggara Barat, dan Pulau Sulawesi [24]. Berikut merupakan struktur piropilit [47] :



Gambar 2.7 struktur mineral piropilit

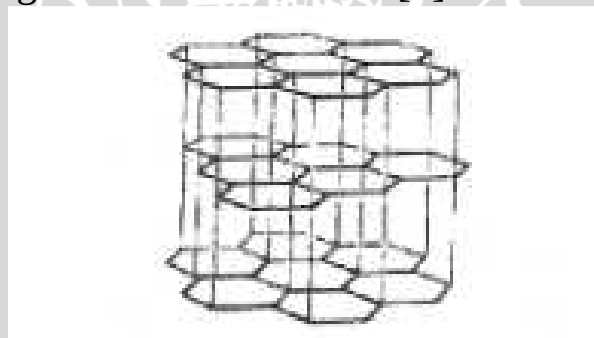
Menurut Fyre dan Keith (1981) piropilit merupakan jenis mineral yang mempunyai satu lapisan oktahedral yang terletak diantara dua lapisan tetrahedral. Mineral dengan struktur dioktahedral mempunyai komposisi sebagai berikut : Tetrahedral Si_2O_3 ; Oktahedral; Al_2O_4 dan Tetrahedral Si_2O_3 . Untuk digunakan sebagai bahan utama membran, piropilit harus diaktivasi terlebih dahulu.

Proses aktivasi dilakukan secara fisika dan secara kimia. Pada proses fisika dilakukan kalsinasi mineral piropilit dengan cara pemanasan pada suhu tinggi $\pm 500 - 600^\circ\text{C}$, pemanasan ini menghilangkan impuritis seperti K_2O yang mempunyai titik leleh 350°C yang terdapat pada mineral piropilit dan dapat menghilangkan mineral atau kristal air yang terperangkap dalam pori-pori mineral piropilit yang dinamakan proses dehidroksilasi. Proses dehidroksilasi yaitu lepasnya molekul air kristal yang di akibatkan pemanasan pada temperatur tinggi $\pm 450^\circ\text{C}$, sedangkan aktivasi secara kimia dilakukan dengan cara penambahan larutan asam NH_4Cl (ammonium klorida). Penambahan asam dimaksudkan untuk mengaktifkan situs-situs atau permukaan

pada permukaan piropilit, menghilangkan pengotor atau logam-logam yang terkandung dalam mineral piropilit agar pori-pori dapat lebih besar sehingga mempermudah penggantian kation yang terdapat pada piropilit dengan ion H^+ yang berasal dari penambahan larutan asam [13], [16] dan [48].

2.8.1.2 Karbon aktif

Menurut penelitian Fardiah dkk (2011) pada pembuatan membran, karbon aktif juga merupakan komposisi pelengkap karena karbon aktif bersifat inert, sehingga tidak mudah teroksidasi ataupun tereduksi [29]. Karbon aktif juga banyak dimanfaatkan untuk absorben karena karbon aktif memiliki pori yang kecil sehingga luas permukaannya tinggi. Selain itu karbon aktif juga berfungsi sebagai peningkat nilai konduktivitas. Penggunaan karbon aktif dalam campuran membran elektrode 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 terjadi pergerakan elektron sehingga dapat menghantarkan arus listrik [8].

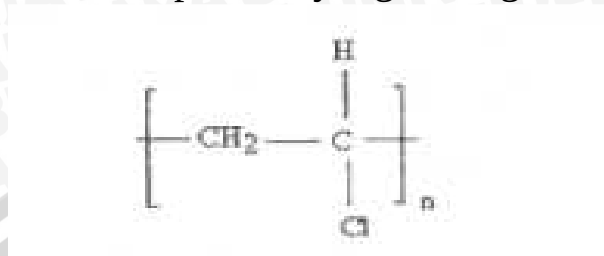


Gambar 2.8 struktur grafit

2.8.1.3 Polivinilklorida (PVC)

Polivinilklorida (PVC) merupakan bahan pendukung yang paling banyak digunakan pada elektroda bermembran. PVC banyak digunakan sebagai matriks polimer karena PVC memiliki nilai transisi gelas (T_g) relatif tinggi yaitu $81^{\circ}C$ tetapi PVC harus di kombinasikan dengan *plasticizer* agar terbentuk membran yang lentur sehingga mudah diatur pada saat *coating* pada kawat Pt [28].

Pada dasarnya Polivinilklorida (PVC) bersifat kaku, inert dan hidrofobik sehingga tidak mudah menguap dan tidak larut dalam air ketika di kombinasikan dengan bahan pendukung lainnya. Polivinilklorida (PVC) dalam pembuatan membran berguna sebagai matriks polimer yang homogen [20].

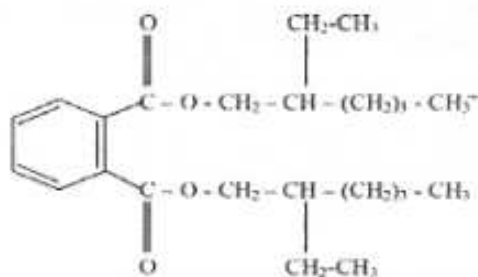


Gambar 2.9 struktur polivinylklorida

2.8.1.4 Dioktilftalat (DOP)

Dioktilftalat (DOP) merupakan bahan pendukung yang berupa *plasticizer*, dimana *plasticizer* ini bersifat melarutkan bahan pendukung membran seperti polivinilklorida (PVC). Pemilihan jenis bahan pendukung juga dapat mempengaruhi membran, ketika bahan pendukung tersebut sesuai atau memiliki kesamaan struktur dengan *plasticizernya* maka akan dihasilkan membran yang baik dengan di indikatori homogenya larutan campuran antara bahan pendukung dengan *plasticizernya*.

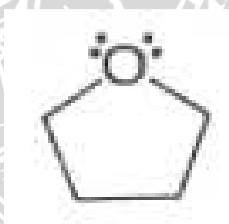
Pada dasarnya Dioktilftalat (DOP) bersifat elastis dan biasanya disebut zat pemlastis. Umumnya bahan *plasticizer* bersifat mempunyai daya campur lebih baik dan perembesan yang kurang, merupakan jenis yang non migrasi, tidak mudah menguap atau tekanan uapnya rendah, memiliki karakteristik termal yang menguntungkan, tidak mudah terurai oleh panas, tidak mudah rapuh pada suhu rendah, tidak mudah terbakar, memiliki sifat isolasi listrik yang baik dan unggul dalam sifat dielektrik berfrekwensi tinggi, tidak mudah larut dalam air, asam, alkali atau pelarut organik, stabil terhadap sinar ultraviolet, tidak berwarna, tidak berbau dan tidak beracun, sehingga dapat digunakan untuk pemrosesan makanan [26]. Zat pemlastis pada membran berfungsi untuk proses pembentukan tekstur pada membran.



Gambar 2.10 struktur dioktilftalat

2.8.1.5 Tetrahidrofuran (THF)

Tetrahidrofuran (THF) merupakan pelarut yang bersifat basa lewis yang pada umumnya digunakan untuk melarutkan membran. Tetrahidrofuran (THF) memiliki viskositas yang rendah, tetapi memiliki tingkat kepolaran yang sedang tetapi memiliki kelebihan yaitu dapat melarutkan berbagai macam senyawa non polar maupun polar. Pelarut ini dapat dikatakan sebagai donor elektron dengan konstanta dielektrik 7,6 [32]. Berikut merupakan struktur dari tetrahidrofuran (THF) :



Gambar 2.11 struktur tetrahidrofuran

2.8.2 Kawat Platina (Pt)

Pada proses pembuatan membran kawat Pt berfungsi sebagai tiang yang akan dilapisi membran yang nantinya berfungsi sebagai sensor. Sifat-sifat yang dimiliki oleh kawat Pt yaitu bersifat inert, tahan terhadap pengaruh temperatur sekitar maupun temperatur yang tinggi sekalipun serta memiliki sifat konduktifitas yang stabil.



Gambar 2.12 Kawat Platina

2.8.3 Badan Elektroda

Badan elektroda dapat dibuat dari plastik polietilen dimana plastik polietilen ini bersifat inert sehingga tidak mempengaruhi data hasil pengukuran, kelebihan lainnya yaitu mempunyai sifat isolator yang baik sehingga pada saat pengukuran adanya kontak membran dengan larutan analit tidak akan mempengaruhi hasil pengukuran potensialnya [21].

Cara pembuatan badan elektroda yaitu mula-mula kawat Pt yang berdiameter 0,5 mm dipotong dengan panjang ± 5 cm, setelah kawat berukuran ± 5 cm, 1,5 cm pada ujung atas dan bawah dibiarkan terbuka dan ujung lainnya ditutup dengan plastik polietilen sehingga didapat ujung atas dan ujung bawah. Pada ujung atas dirangkaikan dengan kabel koaksial RG 58 yang disambungkan ke pH meter sedangkan pada ujung bawah direndam dengan asam nitrat (HNO_3) 65% selama 5 menit kemudian dibilas dengan akuades dan dikeringkan sehingga dihasilkan badan elektroda.

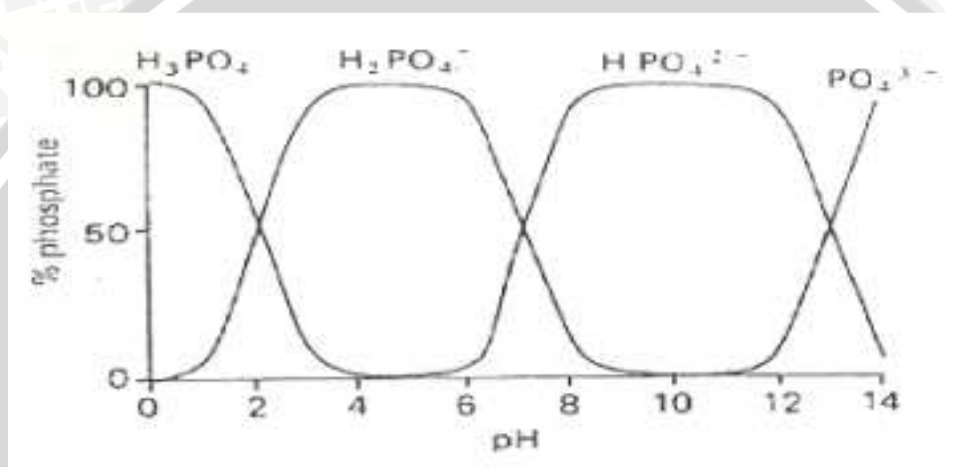
2.8.4 Karakteristik

2.8.4.1 Pengaruh pH

Menurut Setyorini (2011), pada saat pengukuran pH, sampel perlu ditambah larutan buffer, namun penambahan buffer dapat menyebabkan kesalahan yang sangat signifikan pada saat pengukuran. Pada pH asam terjadi perubahan potensial, hal tersebut dikarenakan ion H^+ meningkat, peningkatan ion H^+ tersebut juga mempengaruhi jumlah ion H^+ yang berada pada membran sehingga terjadi kompetisi antara sisi aktif penukar

kation dengan ion H^+ . pada pH basa perubahan potensial dipengaruhi oleh meningkatnya ion OH^- dalam larutan.

Larutan buffer yang digunakan adalah buffer fosfat. Asam fosfat mengandung lebih dari satu atom hidrogen terionisasi yang dikenal sebagai asam poliprotik dan multiprotik. Asam fosfat akan terionisasi menjadi spesi-spesi asam fosfat terhadap pH dan dapat di tunjukkan pada gambar 11 yang menunjukkan spesi ortofosfat H_3PO_4 pada pH 1, spesies $H_2PO_4^{2-}$ pada pH 3 – 6, HPO_4^{2-} pada pH 8 – 12 dan PO_4^{3-} pada pH 14 [42].



Gambar 2.13 Spesies ortofosfat pada berbagai pH

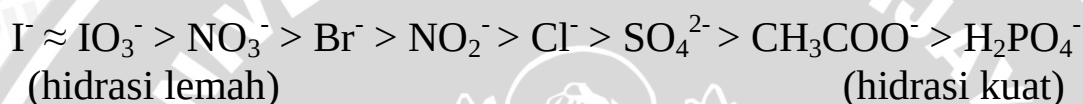
Menurut penelitian Evan (1991), pH yang sangat rendah sangat mempengaruhi selektivitas ESI, maka pengukuran pada pH rendah sangat dihindari. Pada ESI kation ion H^+ dapat membentuk kompleks dengan bahan aktif, sedangkan pada pH alkali harus diperhatikan jika ion H^+ sangat tinggi maka dapat mengganggu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

2.8.4.2 Pengaruh Ion Asing

Ion asing adalah ion jenis lain selain ion utama yang perlu diketahui keberadaannya yang berada pada larutan analit dan dapat mempengaruhi hasil pengukuran potensial sel berdasarkan tingkat aktifitas ion tersebut [6]. Ion asing perlu diteliti keberadaannya karena membran yang digunakan pada

penelitian ini merupakan membran selektif ion, seluruh ion yang terdapat pada larutan analit dapat berdifusi ke membran, namun hanya ion utama saja yang akan disensor oleh membran. Oleh karena itu penting untuk diketahui kandungan ion asing yang terdapat pada larutan analit dan pengaruh ion asing tersebut terhadap selektivitas ESI sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit.

Ion pengganggu merupakan ion lain selain ion yang ditentukan yang berada dalam larutan analit yang dapat mempengaruhi harga potensial [6]. Elektrode selektif membran anion di dasarkan pada pertukaran ion, yang selektivitasnya sesuai dengan urutan dalam deret Hofmeister berikut ini [43] :



Selektivitas membrannya dikontrol oleh entalpi hidrasi dari ion-ion yang terdapat dalam larutan analit atau sampel dan membran itu sendiri [43]. Entalpi hidrasi berbanding terbalik dengan jari-jari ion (untuk ion monoatomik) dan berbanding lurus dengan kuadrat kerapatan muatannya, dimana persamaannya dapat dituliskan sebagai berikut [45] :

$$\Delta H_{\text{hyd}}^0 = \frac{-700 z^2}{r_c} \quad (2.2)$$

Sedangkan untuk ion-ion poliatomik r_c merupakan jari-jari termokimia yang dapat dihitung melalui persamaan berikut :

$$r_c = (r_1 + 0,3 \text{ \AA}) \quad (2.3)$$

Dengan r_1 adalah jari-jari ion ($\text{\AA}$).

2.8.4.3 Aplikasi ESI sulfat tipe kawat terlapis

Ion sulfat diendapkan dalam suatu medium asam hidroklorida dengan barium klorida dengan cara sedemikian sehingga terbentuk kristal barium sulfat dengan ukuran yang

sama. Absorbansi barium sulfat diukur dengan fotometri dan konsentrasi ion sulfat ditetapkan dengan membandingkannya dengan kurva standar. Warna atau zat tersuspensi dalam jumlah yang besar akan mengganggu dalam metode ini, beberapa zat tersuspensi dapat dihilangkan dengan cara penyaringan, jika perbandingannya sangat kecil dengan ion sulfat dikoreksi dengan menambahkan barium klorida pada blangko [2].

Silika yang lebih dari 500 mg/L akan mengganggu dan dalam air yang sejumlah besar mengandung senyawa organik tidak dapat mengendapkan barium sulfat. Kadar minimal yang diketahui mendekati 1 mg/L sulfat. Diatas 10 mg/L sulfat metode ini tidak dapat digunakan hingga kadar mencapai 60 mg/L, diatas 40 mg/L ketelitian dari metode ini menurun dan suspensi barium sulfat kehilangan kestabilan. Berikut merupakan kadar maksimum sulfat yang dianjurkan sebesar 200 mg/L dan batas maksimum yang diperbolehkan yaitu 400 mg/L [2]. Oleh karena itu perlu dilakukan uji sulfat terhadap sampel jajanan es yang diambil secara acak di daerah pandaan agar dapat meminimalisir penyakit akibat mengkonsumsi jajanan yang mengandung sulfat.

2.9 Koefisien Selektif Ion

Menurut Setyorini (2012), koefisien selektivitas ion merupakan kemampuan suatu sensor selektif ion untuk membedakan ion utama dengan ion asing atau perbedaan ion satu dengan ion lainnya. Koefisien selektifitas, K_{ij} dievaluasi oleh respon emf dari elektroda selektif ion dalam larutan yang mengandung ion utama (i) dan ion pengganggu (j) yang disebut metode larutan tercampur atau dalam larutan terpisah i dan j yaitu metode larutan terpisah. Aktifitas ion utama (i) dan ion pengganggu (j) pada K_{ij} ditentukan secara spesifik, sehingga dapat dirumuskan dengan persamaan Nikolsky-Eisenman [6].

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 merespon secara selektif ion utama (i) dari pada ion pengganggu (j) [31]. Semakin tinggi nilai K_{ij} maka semakin besar pengaruh ion pengganggu. Harga koefisien selektifitas dapat ditentukan melalui dua metode yaitu metode

larutan terpisah dan metode larutan tercampur. Pada metode larutan tercampur potensial elektroda diukur dalam larutan yang mengandung aktifitas ion pengganggu (α_j) tetap dan aktifitas ion utama, (α_i) bervariasi atau sebaliknya. IUPAC menyarankan penggunaan metode larutan tercampur dari pada menggunakan metode larutan terpisah. Keunggulan metode larutan tercampur yaitu dapat menggambarkan kondisi pengukuran larutan analit atau sampel yang sebenarnya [18].

Pada penelitian pengaruh pH dan ion asing serta aplikasi elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit ini koefisien selektivitas ditentukan dengan metode larutan tercampur dengan mengukur potensial elektrode larutan yang mengandung aktifitas ion utama (α_i) tertentu yang terukur sebagai (E_1), kemudian mengukur potensial elektroda larutan yang mengandung aktifitas ion pengganggu (α_j) yang terukur sebagai (E_2). Pada pengukuran tersebut maka diperoleh [31] :

$$E_1 = E^0 - 2,303 \frac{RT}{nF} \log a_i \quad (2.4)$$

$$E_1 = E^0 - 2,303 \frac{RT}{nF} \log \left(a_i + K_{ij} a_j^{n/z} \right) \quad (2.5)$$

Dengan mengurangkan E_1 terhadap E_2 , maka diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$E_2 - E_1 = -2,303 \frac{RT}{nF} \log \left(\frac{a_i + K_{ij} a_j^{n/z}}{a_i} \right) \quad (2.6)$$

Keterangan :

E = beda potensial sel

E^0 = potensial elektroda standar

α_i = aktivitas ion utama

α_j = aktifitas ion pengganggu

n = muatan ion utama

z = muatan ion pengganggu

i = ion utama " SO_4^{2-} "

j = ion pengganggu

Apabila persamaan 2.6 dimasukkan harga gas ideal (R) = $8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$, tetapan Faraday (F) = $96.485 \text{ C mol}^{-1}$ dan temperatur (T) = 298 K , maka diperoleh persamaan K_{ij} yaitu :

$$E_2 - E_1 = -0,0296 \log (a_1 + K_{ij} a_j^{n/z}) \quad (2.7)$$

$$K_{ij} = K_{ij} \frac{10 \left(\frac{E_2 - E_1}{-0,0296} \right) a_i - a_i}{a_j^{n/z}} \quad (2.8)$$

Jika aktivitas ion utama (i) adalah ion SO_4^{2-} dan aktifitas ion asing (j) adalah x^- maka dihasilkan persamaan sebagai berikut :

$$K_{\text{SO}_4^{2-}, x^-} = \frac{\left(10^{\frac{(E_2 - E_1)}{\text{slope}}} \cdot a_{\text{SO}_4^{2-}} \right) - a_{\text{SO}_4^{2-}}}{(ax^-)^{n/z}} \quad (2.9)$$

2.10 Hipotesis

2.10.1 Pengaruh pH

Pada penelitian pengaruh pH di indikatori oleh harga Faktor *Nernst*, ketika terjadi penyimpangan terhadap harga Faktor *Nernst* melebihi harga teoritisnya yaitu $29,6 \text{ mV/dekade}$ konsentrasi maka ukuran pH dapat mempengaruhi kinerja ESI sulfat bermembran piropilit.

2.10.2 Pengaruh Ion Asing

Pada penelitian pengaruh ion asing digunakan metode tercampur secara konfensional yaitu didasarkan pada selektivitas ion terhadap kinerja ESI sulfat dengan ion $[\text{SO}_4^{2-}]$ sebagai ion utama dari berbagai konsentrasi dengan penambahan ion pengganggu $[\text{PO}_4^{3-}]$ dengan konsentrasi $1 \times 10^{-3} \text{ M}$.

2.10.3 Pengaplikasian ESI Sulfat Tipe Kawat Terlapis

Pada penelitian aplikasi ESI sulfat tipe kawat terlapis digunakan metode turbidimetri secara kualitatif dan metode spektrofotometri digunakan secara kuantitatif. Pada proses uji secara kualitatif dinyatakan positif mengandung sulfat ketika

mengeluarkan sedikit busa pada saat pengadukan. Pada proses uji kuantitatif dilakukan pengukuran sampel dengan menggunakan spektrofotometer pada $\lambda = 420 \text{ nm}$.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian pengaruh pH dan ion asing terhadap kinerja elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit untuk mendeteksi sulfat pada minuman dilaksanakan selama 3 (tiga) bulan, mulai bulan Agustus hingga bulan November 2012, di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan Penelitian

3.2.1.1 Mineral Piropilit

Bahan membran yang digunakan yaitu mineral piropilit yang berupa bongkahan batu berwarna putih kehijauan yang disampling dari Kecamatan Sumbermanjing Kabupaten Malang.

3.2.1.2 Bahan Kimia

Bahan-bahan yang diperlukan antara lain : 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) Bj = 1,71 Kg/L, HNO_3 65% (b/b), dan akuades. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini diproduksi oleh Merck Germany.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang diperlukan antara lain : ESI sulfat tipe kawat terlapis, Elektrode pembanding Ag/AgCl merek Hamilton, 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, Gelas kimia 50 mL dan 250 mL, Labu ukur 50 mL dan 100 mL, Gelas arloji, Pipet ukur 0,5 mL, 5 mL dan 10 mL dan Pipet tetes.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan prinsip kerja dari metode potensiometri yaitu mengukur potensial larutan kalium sulfat (K_2SO_4) dari rentang konsentrasi $1 \times 10^{-8} - 1 \times 10^{-1}$ M menggunakan elektroda selektif ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Adapun tahapan penelitian yang akan dilakukan antara lain :

1. Preparasi alat dan bahan
2. Pembuatan membran piropilit
3. Pelapisan membran pada kawat Pt
4. Perangkaian elektroda
5. Rangkaian ESI sulfat bermembran piropilit
6. Karakterisasi ESI
7. Pengukuran potensial ESI sulfat pada pH 3 hingga pH 10
8. Pengukuran potensial ESI ion utama dan dengan ion asing
9. Pengaplikasian ESI sulfat terhadap minuman
10. Pengolahan dan analisis data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Kalsinasi Piropilit

Mula-mula batuan piropilit dihaluskan, setelah halus dilakukan pengayakan dengan menggunakan ayakan 150 mesh dari proses tersebut didapatkan piropilit dengan ukuran 150 mesh dan piropilit kasar. Piropilit yang berukuran 150 mesh selanjutnya dicuci dengan akuades, dikeringkan dengan temperatur $105^{\circ}C$. setelah piropilit tersebut kering maka diambil sebanyak 10 gram dan dimasukkan kedalam beaker glass 300 ml kemudian ditambahkan larutan NH_4Cl 2 M sebanyak 100 ml, dikocok hingga homogen dengan pengaduk magnet selama 24 jam. Setelah proses pengadukan selama 24 jam usai selanjutnya dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring bebas abu maka didapatkan residu dan filtrat, residu yang didapat dicuci dengan akuades hingga bebas Cl^- . Setelah residu negatif Cl^- kemudian residu tersebut dipanaskan dalam tanur dengan

temperatur 600°C selama 5 jam sehingga dihasilkan piropilit teraktivasi.

3.4.2 Pembuatan Membran Cair

Mula-mula piropilit yang telah teraktivasi ditimbang sebanyak 0,49 gram kemudian dimasukkan pada botol sampel yang terbuat dari kaca selanjutnya ditambahkan karbon aktif sebanyak 0,03 gram, ditambahkan polivinilklorida (PVC) sebanyak 0,16 gram, ditambahkan dioktilftalat (DOP) sebanyak 0,32 gram, ditambahkan pelarut tetrahidrofuran (THF) sebanyak 2 ml, setelah semua berada didalam botol kaca dan ditutup rapat-rapat maka dilakukan pengadukan dengan menggunakan pengaduk magnetik selama 3 jam hingga diperoleh campuran yang homogen yang dinamakan membran.

3.4.3 Pembuatan Badan Elektroda

Mula-mula kawat Pt yang berdiameter 0,5 mm dipotong dengan panjang ± 5 cm, setelah kawat berukuran ± 5 cm, 1,5 cm pada ujung atas dan bawah dibiarkan terbuka dan ujung lainnya ditutup dengan plastik polietilen sehingga didapat ujung atas dan ujung bawah. Pada ujung atas dirangkaikan dengan kabel koaksial RG 58 yang disambungkan ke pH meter sedangkan pada ujung bawah di rendam dengan asam nitrat (HNO_3) 65% selama 5 menit kemudian dibilas dengan akuades dan dikeringkan sehingga dihasilkan badan elektroda.

3.4.4 Pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis

Mula-mula kawat Pt yang *design* dan ukurannya telah ditentukan kemudian di lapiskan membran cair yang telah dibuat dengan komposisi tertentu yang telah diketahui sebelumnya.

3.4.5 Pada pengaruh pH

3.4.5.1 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M

Padatan K_2SO_4 ditimbang sebanyak 6,970 gram dengan menggunakan neraca analitik, hasil penimbangan padatan K_2SO_4 dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambahkan dengan sedikit akuades dan diaduk hingga larut. K_2SO_4 yang telah

larut dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif, ditambahkan akuades hingga tanda batas pada larutan K_2SO_4 dan dikocok hingga homogen.

3.4.5.2 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,401 gram dengan menggunakan neraca analitik, hasil penimbangan NaOH dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambahkan dengan sedikit akuades dan diaduk hingga larut. K_2SO_4 yang telah larut dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif, ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

3.4.5.3 Pembuatan larutan H_3PO_4 0,1 M

Larutan H_3PO_4 85% dipipet sebanyak 1,34 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 200 ml secara kuantitatif kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.4.5.4 Pembuatan larutan Bufer fosfat

Larutan H_3PO_4 0,1 M dipipet sebanyak 25 ml dengan menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 ml dan ditambah NaOH 0,1 M hingga pH 3. Untuk pembuatan larutan buffer fosfat dengan pH 4 – 10 dilakukan dengan prosedur yang sama tetapi disesuaikan pada penambahan NaOH hingga mencapai pH yang diinginkan.

3.4.5.5 Pembuatan larutan sulfat 0,4 M

Mula-mula padatan sulfat ditimbang sebanyak 3.843 gr, kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml, diaduk hingga larut. Setelah padatan sulfat larut kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, dikocok hingga homogen.

3.4.5.6 Pembuatan larutan sulfat dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1} M$

Larutan sulfat 0,4 M dipipet sebanyak 25 ml kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, dikocok hingga homogen. Pada pembuatan larutan sulfat 1×10^{-2} M dan 1×10^{-3} M dibuat dari larutan induk sulfat 1×10^{-1} M sedangkan pada pembuatan larutan sulfat dengan konsentrasi 1×10^{-4} M dan 1×10^{-5} M dibuat dari larutan induk sulfat 1×10^{-3} M. Pengenceran masing-masing pada volume 100 ml.

3.4.5.7 Pembuatan larutan K_2SO_4 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M

Larutan K_2SO_4 0,2 M dipipet sebanyak 12,5 ml kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml, ditambah dengan sedikit akuades selanjutnya diukur pH larutan tersebut dengan pH meter dan ditetesi larutan buffer dengan pH 3 hingga larutan menjadi pH 3, setelah pH larutan 3 larutan tersebut dipindahkan kedalam labu ukur 50 kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Larutan dengan konsentrasi 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M dengan pH 4 – 10 prosedur yang digunakan sama dengan prosedur diatas, hanya diatur pada penambahan larutan buffernya saja hingga sesuai dengan pH yang diinginkan.

3.4.5.8 Pembuatan Larutan Sulfat 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M

Pada pembuatan larutan sulfat dengan konsentrasi 1×10^{-1} M, mula-mula larutan sulfat 0,4 M dipipet sebanyak 25 ml kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dilakukan secara kuantitatif lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Pada pembuatan larutan sulfat dengan konsentrasi 1×10^{-2} M dan 1×10^{-3} M dibuat dari larutan induk fosfat 1×10^{-1} M sedangkan pada pembuatan larutan dengan konsentrasi 1×10^{-4} M dan 1×10^{-5} M dibuat dari larutan induk fosfat 1×10^{-3} M, pengenceran masing-masing dengan volume 100 ml.

3.4.5.9 Pengukuran potensial ESI Sulfat pada pH 3 – 10

Larutan K_2SO_4 dengan konsentrasi 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M pada pH 7, masing-masing diukur potensialnya selama 10 detik

dengan menggunakan buffer 7. Pengukuran potensial ESI terhadap pengaruh pH dilakukan 3x (tiga kali) pengukuran.

3.4.5.10 Pengaruh Pengukuran Pada pH

Larutan Sulfat $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M diukur potensialnya pada pH 3 – 10 dengan penambahan buffer fosfat hingga didapatkan data potensial, Harga potensial yang didapat, dapat dihitung Faktor *Nernst* serta dapat dibuat kurva hubungan antara pH dengan Faktor *Nernst*.

3.4.6 Pengaruh Ion Asing

3.4.6.1 Pembuatan larutan fosfat 0,1 M

Mula-mula padatan Na_3PO_4 ditimbang sebanyak 3,801 gram dengan menggunakan neraca analitik kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml, ditambahkan dengan sedikit akuades, diaduk hingga larut kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif, ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

3.4.6.2 Pengukuran potensial ESI tanpa adanya ion pengganggu

Larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M tanpa adanya ion pengganggu diukur potensialnya dan dicatat potensial yang dihasilkan.

3.4.6.3 Pengukuran potensial ESI dengan adanya ion pengganggu

Larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M dengan adanya ion pengganggu dicampur dengan ion asing PO_4^{3-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-3} \text{ M} - 1 \times 10^{-8}$ kemudian diukur potensialnya, ditentukan harga koefisien selektifitasnya sehingga dapat dihitung dengan cara dimasukkannya harga potensial yang didapat kedalam persamaan rumus.

3.4.7 Pengaplikasian ESI sulfat tipe kawat terlapis

Mula-mula dibuat larutan stok SO_4^{2-} dengan konsentrasi 5 ppm dan 10 ppm dengan cara memipet larutan stok SO_4^{2-} 1000 ppm sebanyak 10 ml menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, sehingga dihasilkan larutan stok SO_4^{2-} 100 ppm. Dari larutan stok SO_4^{2-} 100 ppm dibuat larutan dengan konsentrasi 5 ppm dan 10 ppm, dengan cara memipet 5 ml dan 10 ml larutan stok SO_4^{2-} 100 ppm kemudian masing-masing larutan yang telah dipipet dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Setelah larutan 5 ppm dan 10 ppm. jadi, kemudian dipindahkan kedalam Erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan dengan reagen kondisioning sebanyak 5 ml, dikocok hingga homogen. Setelah laruta homogen maka ditambahkan Kristal BaCl_2 sesendok spatula penuh, dicatat waktunya sebagai “start time” dan dilakukan pengocokan selama 1 menit dengan kecepatan yang konstan. Setelah penambahan Kristal BaCl_2 dan dilakukan pengocokan selama 1 menit larutan standar harus segera diukur absorbansinya yaitu pada $\lambda = 420 \text{ nm}$.

Pada pembuatan larutan blangko, mula-mula diambil akudes sebanyak 100 ml dan perlakuan yang dilakukan sama seperti pada prosedur pembuatan larutan standar. Sedangkan pada sampel uji, diambil sampel sebanyak 100 ml (jika sampel berupa larutan bening), (jika sampel berupa larutan agak pekat dan pekat maka dilakukan pengenceran terlebih dahulu kemudian diendapkan, mengenai prosedur yang dilakukan sama seperti pada prosedur pembuatan larutan standar.

3.4.8 Analisis Data

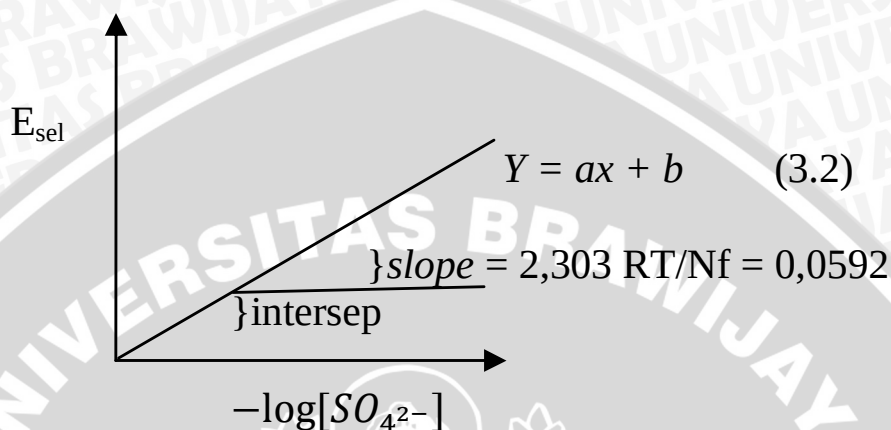
3.4.8.1 Penentuan nilai faktor Nernst

Harga potensial yang didapatkan dari percobaan pada berbagai konsentrasi ion sulfat kemudian dibuat grafik hubungan antara potensial terukur dengan $-\log [\text{SO}_4^{2-}]$ seperti pada gambar 3.1.

Dari grafik yang telah diperoleh maka diperoleh persamaan garis $y = ax + b$ yang dianalogikan dengan persamaan :

$$E_{\text{sel}} = E^0 - 0,0592 \log[SO_4^{2-}] \quad (3.1)$$

Maka diperoleh nilai Faktor *Nernst* merupakan *slope* atau kemiringan dari grafik.



Gambar 3.1 Grafik E_{sel} terhadap $-\log[SO_4^{2-}]$

3.4.8.2 Perhitungan nilai potensial rata-rata

Nilai rata-rata dari hasil pengukuran potensial dari larutan uji dapat dihitung melalui persamaan berikut [46] :

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n x^i / n \quad (3.3)$$

Keterangan :

- $\bar{x}$ = rata-rata
- x^i = sampel ke i
- i = pengulangan ke i
- n = jumlah pengulangan
- Σ = jumlah sampel

3.4.8.3 Perhitungan nilai simpangan baku

Nilai atau presisi dapat diketahui ketelitiannya dari nilai standar deviasinya. Semakin kecil standar deviasi maka pengukuran tersebut memiliki ketelitian tinggi, begitu pula sebaliknya. Harga standar deviasi dapat diketahui melalui persamaan berikut ini [46] :

$$SD = \sqrt{\sum \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.4)$$

Keterangan :

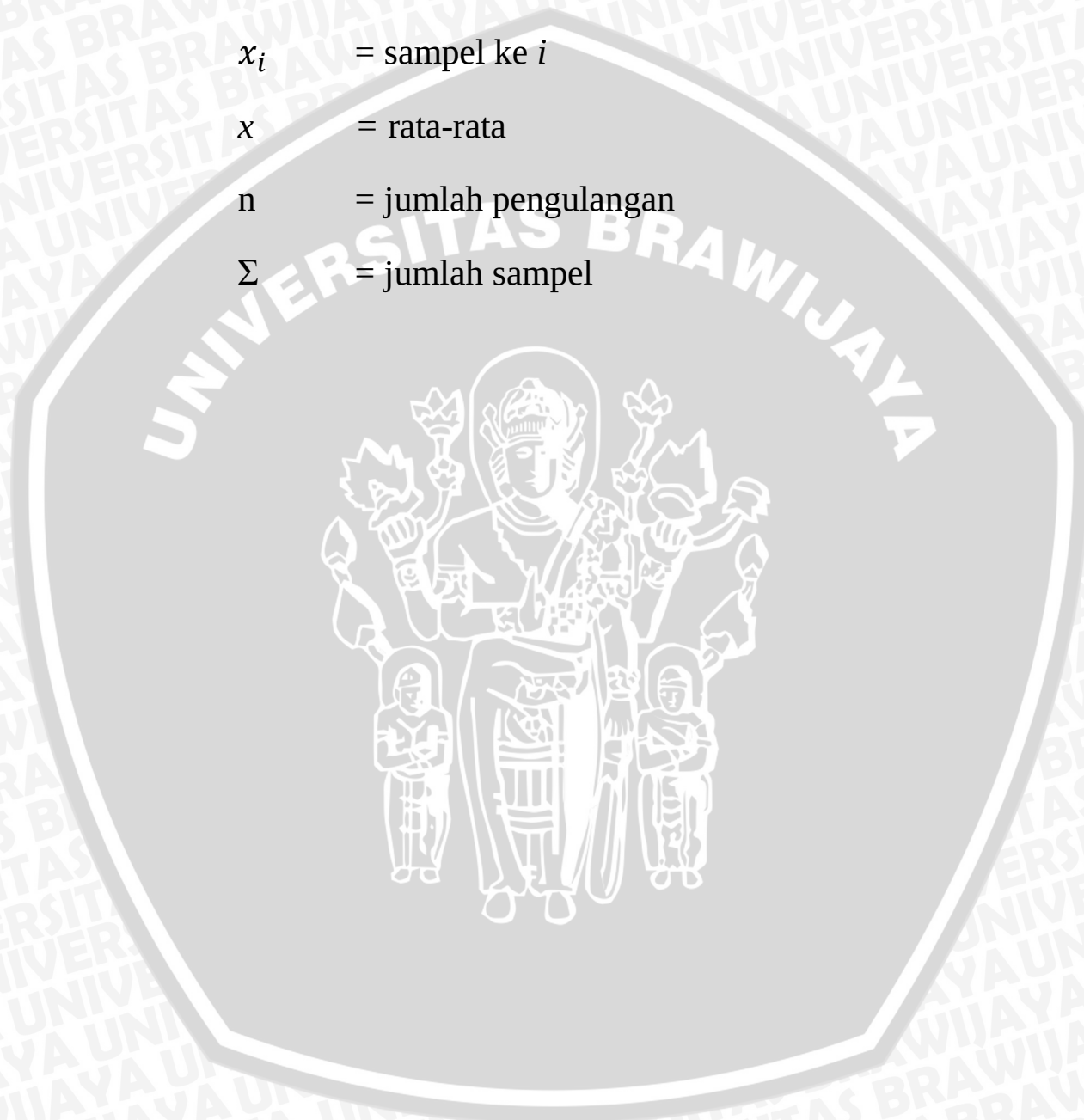
SD = standar deviasi

x_i = sampel ke i

$\bar{x}$ = rata-rata

n = jumlah pengulangan

Σ = jumlah sampel



BAB IV

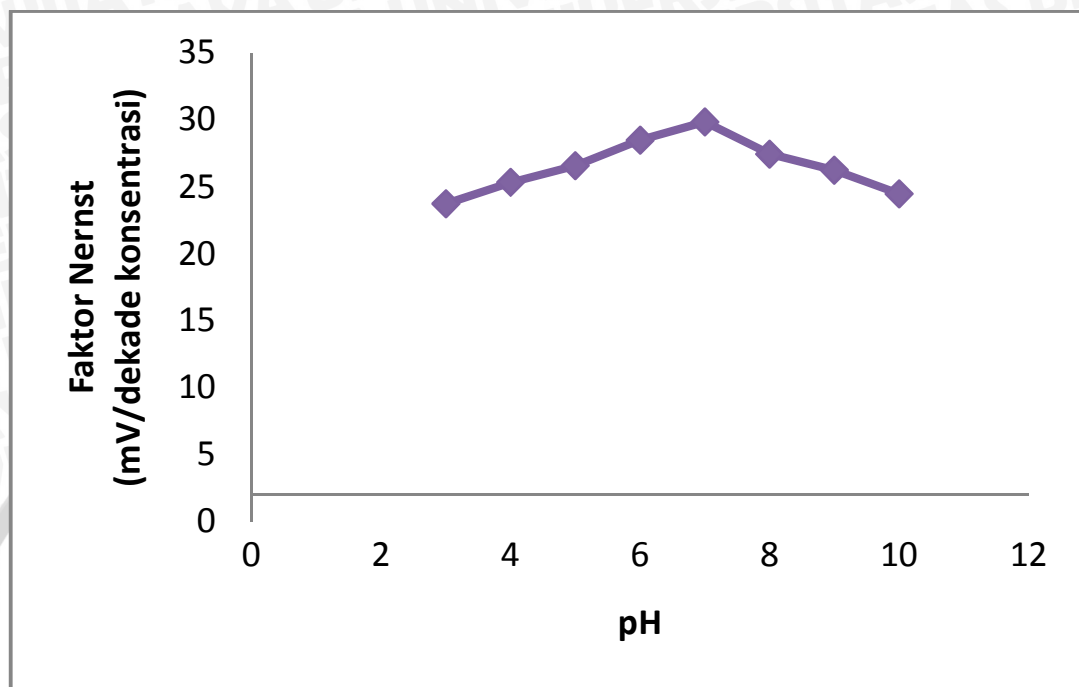
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian sebelumnya yang dikembangkan oleh Deviana (2012) telah dibuat Elektroda Selektif Ion (ESI) sulfat berbasis piropilit. Perbandingan komposisi optimum membran yang digunakan tersusun dari bahan aktif piropilit : PVC : DOP : karbon aktif = 0,49 % : 0,16 % : 0,32 % : 0,03 % dengan menambahkan pelarut THF. ESI sulfat yang dihasilkan mempunyai harga Faktor Nernst sebesar 29,23 mV/dekade konsentrasi dengan rentan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M dengan konsentrasi limit deteksi sebesar $1,15 \times 10^{-6}$ M atau setara dengan 0,1104 ppm sulfat. Waktu respon selama 80 detik dan usia pemakaiannya selama 51 hari. Agar ESI sulfat dapat digunakan secara langsung untuk mendeteksi sulfat pada minuman, maka perlu dipelajari parameter lain yang dapat mempengaruhi kinerja ESI sulfat bermembran piropilit ini, diantaranya : pengaruh pH dan pengaruh ion asing. Pada penelitian ini digunakan piropilit dari Sumber Manjing Malang Selatan karena piropilit Sumber Manjing memiliki volume pori-pori dan jari-jari pori masing-masing 7,695 (cm^3/g) dan 24,12 Å ketika dibandingkan dengan piropilit dari Nawangan dan Arjosari [22].

4.1 Pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat berbasis piropilit

Hasil penentuan pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit yang digunakan dalam penelitian ini pada rentang konsentrasi larutan sulfat $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M dan rentang pH pH 3 – 10 disajikan dalam Gambar 1. Evaluasi pengaruh pH terhadap kinerja ESI sulfat dilakukan dengan mengevaluasi harga Faktor Nernst yang diperoleh dibandingkan dengan harga Faktor Nernst teoritis untuk ion divalen adalah $29,6 \pm 5$ mV/dekade konsentrasi. Batas minimal harga Faktor Nernst yang diijinkan adalah 24,6 mV/dekade

konsentrasi dan batas maksimal yang diperbolehkan adalah 34,6 mV/dekade konsentrasi.



Gambar 1 Pengaruh pH terhadap faktor Nernst ESI sulfat bermembran piropilit

Data dalam Gambar 1 menyatakan bahwa pada kondisi asam (pH 3) keberadaan ion H^+ dalam jumlah besar (10^{-3} M) dapat mengganggu ESI sulfat, yang ditunjukkan oleh harga faktor Nernst 23.73 mV/dekade konsentrasi di mana ion H^+ akan bertindak sebagai koion bagi muatan membran yaitu Al^{3+} dan Si^+ yang terkandung dalam piropilit. Keberadaan ion H^+ yang besar ini menyebabkan membran kehilangan sifat permeabilitasnya karena tidak mampu melakukan tolakan Donnan sehingga respon ESI tidak *Nernstian*. Selain itu juga dapat di deteksi dari segi pori-pori yang ada pada piropilit, semakin banyak ion H^+ yang berada dalam larutan analit menyebabkan semakin banyaknya penghambat pada saat proses penukaran ion dari bahan aktif membran (piropilit) dengan larutan analit sehingga potensial yang dihasilkan sangat rendah, menyebabkan respon ESI tidak *Nernstian*.

Pada pH 4 dan pH 5 menghasilkan harga Faktor Nernst berturut-turut 25.33 dan 26.57 mV/dekade konsentrasi hal ini karena reaksi pertukaran ion sulfat pada antar muka membran dengan larutan analit tidak dapat berlangsung secara optimal karena masih ada ion H^+ dalam larutan analit yang mengisi pori-pori pada sisi aktif membran menyebabkan situs aktif atau gugus positif pada membran yang terbentuk dari proses kalsinasi cenderung akan merespon kation dibandingkan anionnya menyebabkann respon ESI kurang Nernstian meskipun masih dalam rentang harga yang diperbolehkan.

Pada pH 6 jumlah konsentrasi H^+ adalah $10^{-6}M$ menggambarkan bahwa minimnya ion H^+ yang terkandung pada antar muka membran-larutan sehingga proses kesetimbangan elektrokimia dapat terjadi meskipun tidak optimum yang dapat dilihat dari harga Faktor Nernst sebesar 28.47 mV/dekade konsentrasi yang mendekati harga teoritis 29,2 mV/dekade konsentrasi dan masih dalam rentang harga yang diperbolehkan.

Pada pH 7 membran ESI sulfat bekerja optimum yang ditunjukkan oleh sifat Nernstian ESI dengan harga Faktor Nernst sebesar 29.83 mV/dekade konsentrasi. Secara teoritis harga Faktor Nernst yang dihasilkan pada pH 7 sangat mendekati harga Faktor Nernst ion divalen. Hal ini karena membran dapat menolak ion H^+ yang terkandung dalam larutan analit cukup kecil yakni $10^{-7} M$, menyebabkan reaksi pertukaran ion sulfat membran dengan sulfat dalam larutan uji tidak terjadi gangguan, sehingga kesetimbangan elektrokimia dapat terjadi secara optimum.

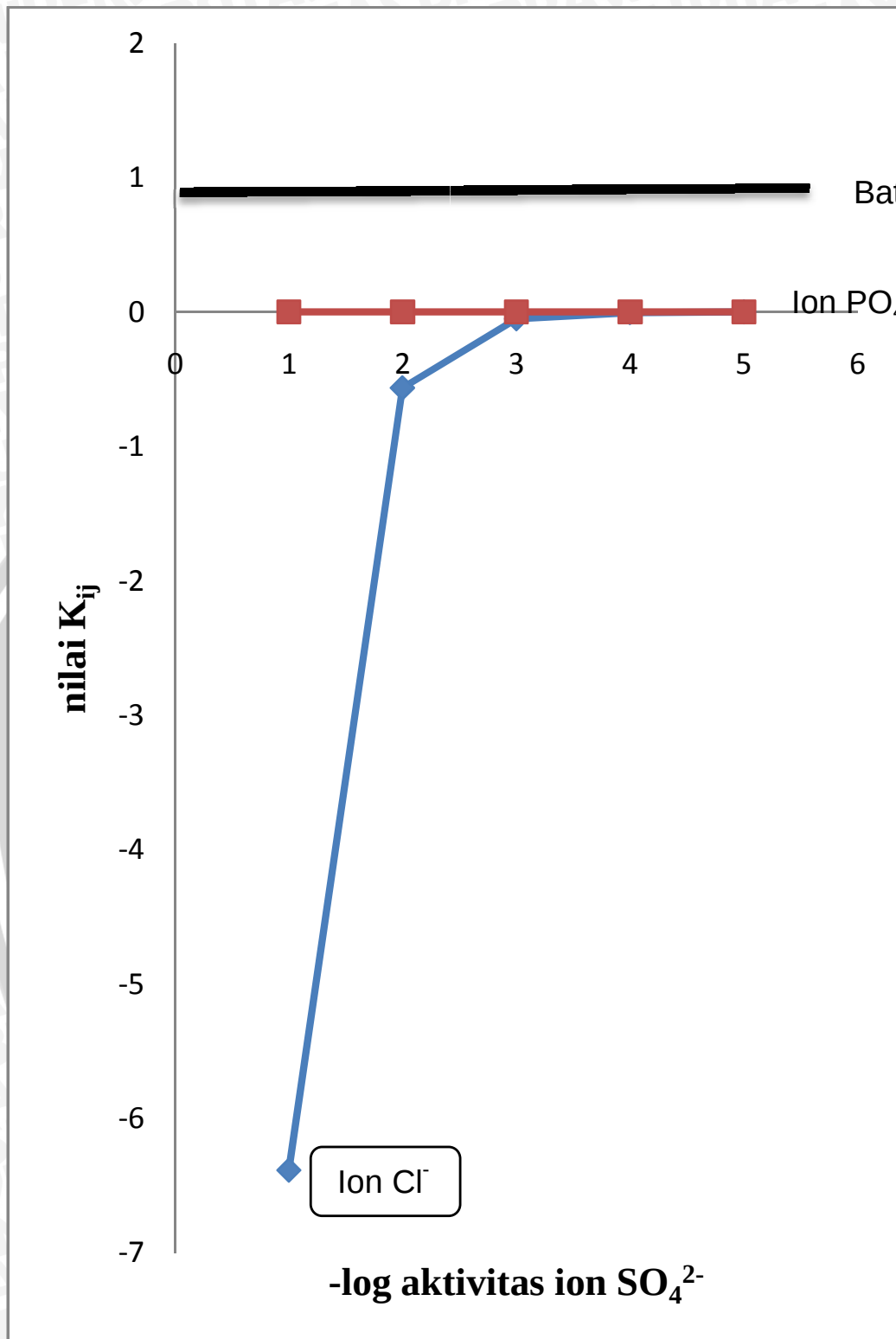
Pada pH 8 dan pH 9 ESI sulfat masih bekerja optimum yang ditunjukkan oleh sifat Nernstian ESI dengan harga Faktor Nernst berturut-turut sebesar 27.43; 26.43 mV/dekade konsentrasi. Sedikitnya ion H^+ yang terkandung dalam antar muka membran larutan analit ($< 10^{-6} M$) menyebabkan proses pertukaran ion sulfat pada membran dengan sulfat larutan uji dapat terjadi tanpa adanya gangguan dari ion H^+ , sehingga respon Esi sulfat mendekati Nernstian meskipun masih dalam rentang harga yang diperbolehkan. Pada pH 8 dan pH 9 ini juga jumlah ion OH^- yang bersifat sebagai ion pengganggu cukup besar ($\geq 10^{-6} M$), akan berkompetensi dengan ion sulfat dalam larutan analit untuk

menempel pada sisi aktif antar muka membran-larutan menyebabkan proses pertukaran ion pada antar muka membrane-larutan kurang stabil sehingga harga Faktor Nernst mendekati harga teoritis 29,2. mV/dekade konsentrasi dan masih dalam rentang harga yang diperbolehkan.

Pada pH 10 proses difusi pada larutan analit dengan membran terhalangi oleh adanya ion OH^- yang cukup besar jumlahnya (10^{-2} M). Selain itu piropilit juga bersifat absorben ion, sifat inilah yang menyebabkan sulitnya proses pertukaran ion dari analit sulfat pada antar muka membran karena bersaing dengan ion OH^- dalam mengikat gugus aktif membran Al^{3+} dan Si^+ dalam piropilit, yang ditunjukkan oleh harga Faktor Nernst sebesar 24.47mV/dekade konsentrasi. Berdasarkan uraian di atas elektroda selektif ion (ESI) sulfat berbasis piropilit yang telah dibuat dapat digunakan untuk rentang pH 4 hingga pH 9 dapat digunakan karena pada pH tersebut didapat harga Faktor Nernst kisaran harga Faktor Nernst teoritis.

4.2 Pengaruh Ion Asing terhadap kinerja ESI sulfat berbasis piropilit

Hasil pengukuran pengaruh ion asing Cl^- dan H_2PO_4^- terhadap kinerja ESI sulfat dilakukan dengan menentukan harga koefisien selektivitas berdasarkan persamaan (1), yaitu ukuran selektifitas ESI dalam merespon ion utama saja atau dapat juga merespon ion asing yang berada dalam larutan analit pada konsentrasi ion utama sulfat $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M tanpa dan dengan ion asing Cl^- dan H_2PO_4^- dengan konsentrasi tetap yaitu 1×10^{-3} M disajikan dalam Gambar 2. Hasil perhitungan KSO_4^{2-} , x^- dari masing-masing ion yang ditentukan disajikan dalam Tabel 1.



Gambar 2 Pengaruh ion asing terhadap Koefisien selektivitas ESI sulfat bermembran piropilit

Tabel 1 Harga K_{ij} ion asing terhadap ESI sulfat bermembran piropilit

Konsentrasi SO_4^{2-}	$K \frac{Pot}{SO_4^{2-}}, Cl^-$	$K \frac{Pot}{SO_4^{2-}}, PO_4^{3-}$
1×10^{-5}	-6.3854	-1.45E-06
1×10^{-4}	-0.5664	-0,00175E-04
1×10^{-3}	-0.0519	-4.28E-05
1×10^{-2}	-0.0058	-1.16E-04
1×10^{-1}	-0.0007	-3.07E-05

Data dalam Gambar 2 dan Tabel 1 menyatakan bahwa harga koefisien selektivitas $K_{SO_4^{2-}, x}$ dipengaruhi oleh konsentrasi ion dalam larutan, menunjukkan semakin besar konsentrasi larutan ion utama sulfat harga $K_{SO_4^{2-}, x}$ semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa selektivitas ESI ditentukan oleh entalpi solvasi yang berarti ditentukan oleh ukuran ion asing dalam larutan. Data dalam Tabel 1 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi larutan ion utama SO_4^{2-} maka nilai K_{ij} pada ion Cl^- dan PO_4^{3-} semakin menurun, sehingga harga Koefisien selektivitas yang dihasilkan kurang dari 1 (satu), yang berarti ion asing Cl^- dan ion asing PO_4^{3-} tidak mengganggu kinerja ESI sulfat bermembran piropilit.

Hal ini karena kelarutan ion Cl^- lebih besar jika dibandingkan kelarutan SO_4^{2-} yaitu 34.6 gr/ 100 gr air sedangkan kelarutan SO_4^{2-} 11.1 gr/ 100 gr air. Semakin besar kelarutan suatu ion dalam pelarut non air, maka selektivitasnya ESI terhadap ion tersebut semakin besar. Selain itu juga karena jari-jari ion SO_4^{3-} yang lebih besar jika dibandingkan jari-jari ion asing Cl^- dan PO_4^{3-} menyebabkan ion SO_4^{2-} akan cepat mencapai fasa antar muka membran dan mempermudah proses difusi ion-ion dalam lapisan

rangkap listrik untuk mengontrol potensial Donnan antara membran dan larutan analit sehingga ion asing Cl^- dan PO_4^{3-} akan ditolak keluar oleh membran. Ion SO_4^{2-} lebih berdifusi dengan membran jika dibandingkan dengan ion asing Cl^- dan PO_4^{3-} . Hal ini ΔG_{hyd} ion SO_4^{2-} lebih besar jika dibandingkan ΔG_{hyd} yang dimiliki oleh ion asing Cl^- dan PO_4^{3-} menyebabkan kemampuan untuk menarik molekul air juga semakin kecil sehingga tingkat kestabilanya juga semakin kecil. Hal ini akan memudahkan ion sulfat untuk melepas molekul air dari ion asing. Tingkat kestabilan ion dengan molekul air juga dapat mempengaruhi laju difusi. Konsentrasi dari suatu ion juga mempengaruhi laju difusi. Semakin besar konsentrasi suatu ion maka semakin besar pula laju difusinya. Kecepatan laju difusi dapat dikontrol ketika volume masing-masing ion (dari membran maupun dari larutan analit) sama dengan satu.

4.3 Aplikasi ESI sulfat berbasis piropilit dalam penentuan kadar sulfat dalam sampel

Penentuan kadar sulfat dari sampel minuman yang diambil atau (*sampling*) dengan metode *simple random sampling*. Diindikasikan pada sampel minuman mengandung sulfat menggunakan ESI sulfat tipe kawat terlapis bermembran piropilit ditentukan secara langsung melalui pengukuran potensial larutan sampel secara potensiometri menggunakan kurva baku. Hasil yang diperoleh akan di bandingkan dengan hasil pengukuran sampel es yang diukur menggunakan metoda spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm untuk mengetahui apakah kedua metoda memiliki akurasi dan presisi sama. Hasil perolehan dari pengukuran secara potensiometri menggunakan persamaan : $Y = ax + B$ ($R^2 =$) dan Y dan spektrofotometri menggunakan persamaan : $= 29,7X + 461,5$ ($r^2 = 0,961$) dapat dilihat dalam Tabel 2.

Tabel 2 Hasil uji perbandingan metode Potensiometri dan Spektrofotometri

Sampel	[Sulfat] secara Potensiometri	Akurasi	presisi	[Sulfat] secara spektrofotometri UV-VIS	Akurasi	Presisi
Es coklat	$1,138 \times 10^{-5}$ M atau 1,093 ppm	99,78%	99,91 %	$7,03 \times 10^{-6}$ M atau 0,674 ppm	99,86 %	98,37 %
Es melon	$1,520 \times 10^{-5}$ M atau 1,459 ppm	99,51%	99,77 %	$7,4 \times 10^{-6}$ M atau 0,711 ppm	82,28 %	91,84 %

Data dalam Tabel 2 menyatakan bahwa kandungan sulfat dalam sampel es coklat adalah 1,903 ppm dan pada sampel es melon adalah 1,459 ppm, berdasarkan peraturan No. 20 Tahun 1990 yang menyatakan bahwa batas maksimum sulfat di perairan yang diijinkan maksimal 250 – 400 mg/L atau ppm maka kandungan sulfat dalam minumannya yang menggunakan bahan utama air yang diambil dari air sungai masih memenuhi persyaratan yang diperbolehkan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa :

1. ESI sulfat bermembran piropilit memiliki harga Nernstian optimum pada pH 7 dengan harga Nernst sebesar 29.83 mV/dekade konsentrasi.
2. Selektivitas ESI sulfat bermembran piropilit tidak terganggu oleh adanya ion asing Cl^- dan PO_4^{3-} pada konsentrasi 1×10^{-3} M dengan harga K_{ij} yang diperoleh dari perhitungan aktivitas ion dari kedua ion asing tersebut kurang dari 1.

Berikut adalah urutan selektivitas ionnya : $\text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^- > \text{PO}_4^{3-}$

3. Pada aplikasi ESI sulfat berbasis piropilit kedua sampel es yaitu sampel es coklat dan sampel es melon mengandung masing-masing 1.038 ppm dan 1,310 ppm. Kandungan ppm sulfat yang dihasilkan dalam penelitian ini masih dalam batas aman. Berdasarkan uji statistika maka didapatkan akurasi sebesar 99,78% dan presisi sebesar 99,91% pada sampel es coklat. Pada sampel es melon didapatkan akurasi sebesar 99,51% dan presisi sebesar 99,77%.

5.1 Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu di lakukan sentrifugasi pada saat penentuan kadar sulfat pada sampel minuman.

Daftar Pustaka

- [1]. Minnesota Department Of Health, 2008, **Sulfate In Well Water**, SMCL (Secondary Maximum Contaminant Level) <http://www.health.state.us/divs/eh/wells/waterquality/sulfate.html>, diakses pada tanggal 4 juni 2012.
- [2]. Sodik Mochamad, 2012. **Kamus Ilmiah**, <http://www.kamusilmiah.com/kesehatan/seperti-apa-standar-air-bersih/>, diakses pada tanggal : 12 November 2012.
- [3]. Asri Juni, 2012. **Metode Penentuan Kandungan Sulfat Dalam Air**. Balai Besar Laboratorium Kesehatan (BBLK), Surabaya.
- [4]. Atikah, 1994, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Nitrat Tipe Kawat Terlapis**. Tesis, Pasca Sarjana Fakultas MIPA - ITB, Bandung.
- [5]. Bailey P.L., 1976, **Analysis With Ion Selective Electrodes**. Heyden & Son Ltd, London.
- [6]. Britannica, 1990, **Analysis**. <http://www.britannica.com/eb/article-80819>, diakses pada tanggal 28 juli 2012.
- [7]. Buck, M., dan L. Eric., 1994. **Recommendations for Nomenclature of Ion Selective Electrodes**, *Pure & Appl. Chem* 66 (12) : 2530 – 2531.
- [8]. Cahalan, P.T., A.H. Jevine, dan Fogt, E.J. 1985. **Method For Ion Selective Membrane**. *Anal Chem*, Acta 73.
- [9]. Cotton, F.A and G.Wilkinson., 1976. **Basic Inorganic Chemistry**. Widjaya, Jakarta.

- [10]. Cuningham, L dan H. Freiser, 1986. **Coated – Wire Ion Selective Electrodes**, *Anal Chem Acta*. 180, 271 – 279.
- [11]. Day R.A dan L.A Underwood, 2002, **Analisa Kimia Kuantitatif**. Erlangga, Jakarta.
- [12]. Deer, W.A., Hawie, R.A., and Zussman, J., 1992, **An Introduction To The Rock-Forming Minerals, Second Edition.**, Pearson Prentice Hall, Harlow, England.
- [13]. Departement of Word Healt Organization, 2004, **Sulfate in Drinking Water**. Word Healt Organization (WHO) Departement, Jenewa, Swiss.
- [14]. Dofner, K dan Hartono, A., 1995, **Ion Exchanger**, Water de Gruyter & Co., Berlin.
- [15]. Edioloeigito, W., 2005, **Pengaruh pH Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion H_2PO_4 Menggunakan Membran Berpendukung PVC Dengan Aliquat 336**, *Jurnal MIPA*, Universitas Hasanuddin, Makasar.
- [16]. Evan, 1991, **Potentiometry and Ion Selective Electrodes**. John willey and Sons, New York.
- [17]. Fyre, K., 1991, **The Insiclopedia Of Mineralogy:IVB**, Hutchinison Ross Publishing Company, Unitid State Of America.
- [18]. 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 Fot The Quick Determination Of Trace Amounts of Sulfate**, *Anal.Sci.*,19(7) : 995.

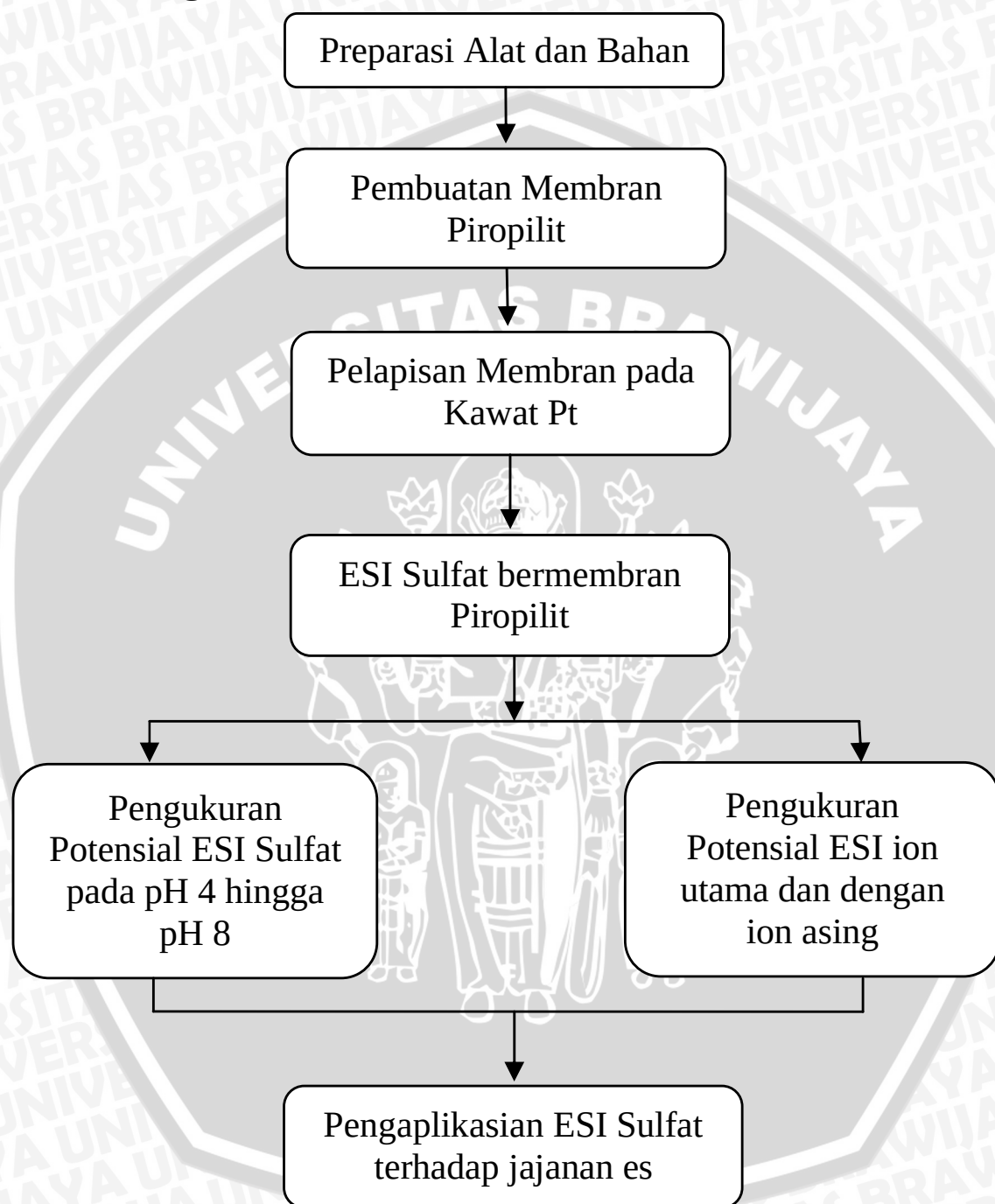
- [19]. IUPAC, 1997, **General Terms Relevant to Ion-Selective 40 Lectrode, IUPAC Compendium of Chemical Technology**. <http://www.iupac.org/cha08sec321.pdf>, diakses pada tanggal : 16 Agustus 2012.
- [20]. Khopkar, S.M, 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**. Universitas Indonesia Press, Jakarta.
- [21]. Kesting, R.E., 1985, **Syntetic Polimer Membranes, A Structural Perspective, 2nd Ed.** John Willey and Sons, New York.
- [22]. Lakshminarayanaiah, N., 1976, **Membrane Electrodes**. Academic Press, New York.
- [23]. Mutrofin, S., A Susilo., T Setianingsih., 2005, **Karakterissi Mineral Piropilit alam Sumbermanjing Malag Selatan, Jurnal Penelitian Universitas Brawijaya, Laporan Penelitian, Biaya Dana DPP/SPP**, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
- [24]. Pranitis, D.M., M.T Diaz dan M.E. Mayerhoff. 1992. **Potentiometric Ion-, Gas-, and Bio-Selective Membrane Electrode**. *Crit. Rev, Anal Chem* : 23, 163 – 186.
- [25]. Pusat Penelitian dan Pengembangan teknologi mineral dan Batubara, 2005. **Kegunaan Piropilit**. Teknologi Informasi Pertambangan.
<http://www.tekmira.esdm.go.id/data/Phiropilit/ulasan.asp?xdir=Phiropilit&commId=28&comm=Phiropilit>.
diakses pada tanggal : 05 Oktober 2012.
- [26]. Presiden RI, 1990, **Peraturan Pemerintah No. 20 Tahun 1990 Tentang : Pengendalian Pencemaran Air**. diakses pada tanggal : 21 Juli 2012.

- [27]. Ridhawati, 2012. **Pengetahuan Bahan Teknik Bab.8 Bahan Tambahan**. Materi kuliah teknik industri, <http://www.lecturer.poliupg.ac.id>, diakses pada tanggal : 25 September 2012.
- [28]. Radojevic dan Bashkin, 1999, **Practical Environmental Analysis**, The Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- [29]. Sax N.I and R.J Lewis. 1987. **Hawley's Condensed Chemical Dictionary 11th E.d**. Van Nostrand Reinhold, New York.
- [30]. Sevilla, G.S. 1993. **Pengantar Metodologi Penelitian**. Universitas Indonesia – Press : Jakarta.
- [31]. TGJ LIPI, 2004, **Sulfat dan Asam Sulfat**. <http://www.kimianet.lipi.go.id/utama.cg?depan>, diakses pada tanggal: 21 Juli 2012.
- [32]. Umezawa, Y., P. Buhlmann, K. Umezawa, K. Tohda dan S. Amemia, 2000, **Potentiometry Selectivity Coefficient of Ion-Selective Electrodes Inorganic Cations Part 1, Pure & Appl.Chem.**72(10) : 1852 – 1854.
- [33]. Vasely J., Darlibor W., Karel S., 1978. **Analisis with Ion Selective Electrode**. John Wiley and Sons, New York.
- [34]. Williard, H. H., L. Lyne, J. Merrit, A.D. John, A. Frank, and S.Settle, 1988, **Instrumental Methodes of Analysis, 7th ed**, Wadsworth Publishing Company, London.
- [35]. Wroblewski, Wojciech., 2005. **Ion Selective Electrode**. <http://www.csr.gch..pw.edu.pl>, diakses pada tanggal : 16 Agustus 2012.

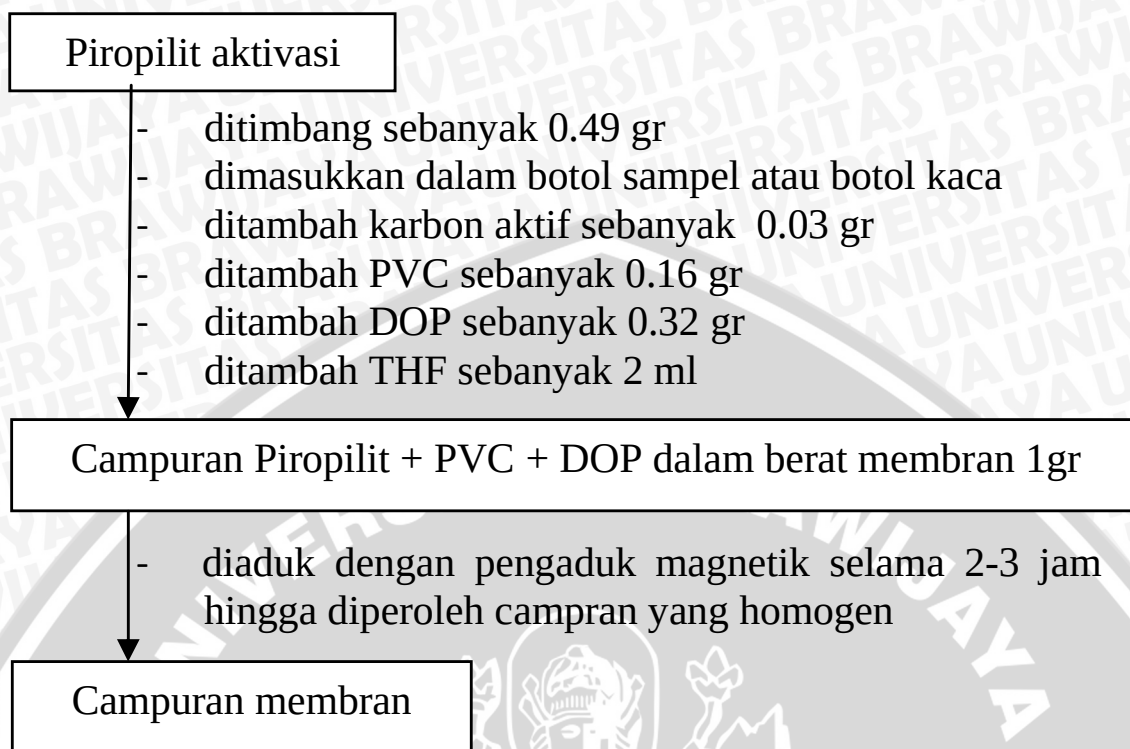
- [36]. Wygladacs, K. 2006 **Solid-State Sensors**. Warsaw University of Technology, Departement of Analitical Chemistry. Poland. <http://csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/solid>. diakses pada tanggal : 20 september 2012.
- [37]. Setyorini D.S., 2011. **Pengaruh pH, Ion Asing Dan Temperatur Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Sulfat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Zeolit**. *Draf Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
- [38]. PERMENKES No.907, 2002., **Karakteristik Air Bersih**. Peraturan Mentri Kesehatan RI.
- [39]. Ningsih R.D, 2011. **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Sulfat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Zeolit**. *Draf Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
- [40]. Mahyin, 2009. **Dampak Kadar Sulfat Yang Tinggi**, UI Press, Jakarta.
- [41]. Rivai. H., 1995, **Asas Pemeriksaan Kimia**. UI Press, Jakarta.
- [42]. Permana M. D., 2011. **Pengaruh pH, Temperatur dan Ion Asing Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion Sianida Tipe Kawat Terlapis Berbahan Aktif Zeolit**. *Draf Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
- [43]. Lynde, S.A., 1997. **Enviromental Sampling And Monitoring**. <http://www.environmental/teach/smprimer.html>. diakses pada tanggal : 19 november 2012.

- [44]. Effendi, H., 2003. **Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan**. Kanisius, Yogyakarta.
- [45]. Anonim, 2012. **Kurva Distribusi Sulfat**. https://www.google.co.id/search?q=rumus+struktur+piropil it&hl=id&prmd=imvns&source=lnms&tbn=isch&sa=X&ei=7LypUJamAY_jrAehs4DwCA&ved=0CAcQ_AUoAQ&biw=1024&bih=580#hl=id&tbn=isch&sa=1&q=distribusi+ion+sulfat+terhadap+pH&oq=distribusi+ion+sulfat+terhadap+pH&gs_l=img.3...286422.306148.4.306545.36.32.0.0.0.0.0..0.0...0.0...1c.1.KvkaIgZqNFk&pbx=1&bav=on.2,or.r_gc.r_pw.r_qf.&fp=91486c4ecb748709&bpcl=38625945&biw=1024&bih=580. diakses pada tanggal : 19 November 2012.
- [46]. Huang X, 2004. **Preparation and Evaluation of Stable Coating for Capillary Electrophoresis Using Coupled Chitosan as Coated Modifier**. Talania, 69, pp 463 – 468.
- [47]. Smith, D.W., 1980. **Ionic Hidration Enthalpies**. *Journal of Chemical Education*, 54, pp 540 - 542.
- [48]. Skoog D.A, West D.U, Holler F.J Crouch S.R., 2004. **Fundamental of Analytical Chemistry 8th Edition**. Brooks/Cole Thomson Learning, United State of America.
- [49]. Powell, D.,1998, **Talc and Pyrophyllite**, <http://mineral.galleries.com/mineral/silicate/pyrophyll/pyrophyl.html>, diakses pada tanggal 10 Desember 2012.
- [50]. Keren, R., P. R., Gross, dan R.L. Keiter, 1994, **Equilibrium and Kinetics of Borate Adsorption-Desorption on Phyrophyllite in Aqueous Suspensions**, *Soil. Sci. Soc. Am. J.*, 58 : 1116 – 1122.

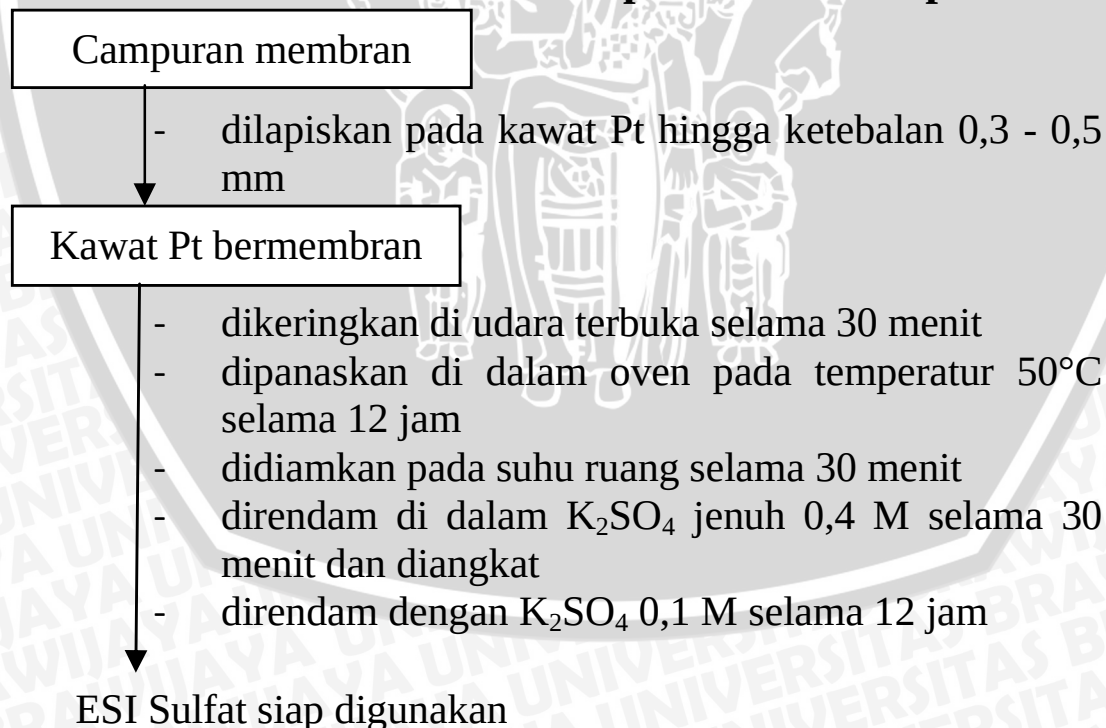
LAMPIRAN A
L.A SKEMA KERJA
L.A.1 Diagram Alir Penelitian



L.A.2 Pembuatan Membran ESI Sulfat



L.A.3 Pembuatan ESI Sulfat Tipe Kawat Terlapis



L.A.4 Pengaruh pH

L.A.4.1 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,4 M

Padatan K_2SO_4

- ditimbang sebanyak 6,970 g dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Larutan K_2SO_4 0,4 M

L.A.4.2 Pembuatan larutan $NaOH$ 0,1 M

Padatan $NaOH$

- ditimbang sebanyak 0,401 g dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Larutan $NaOH$ 0,1 M

L.A.4.3 Pembuatan larutan H_3PO_4 0,1 M

Larutan H_3PO_4 85%

- dipipet sebanyak 1.34 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 200 ml secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas

larutan H_3PO_4 0,1 M

L.A.4.4 Pembuatan larutan buffer fosfat

Larutan H_3PO_4 0,1 M

- dipipet sebanyak 25 ml dengan menggunakan pipet volume
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 ml
- ditetesi dengan NaOH 0,1 M hingga pH 3

Larutan buffer pH 3

Prosedur pembuatan larutan buffer pH 4 – 10 sama dengan prosedur pembuatan buffer pH 3 pada (L.A.4.4) namun penambahan NaOH yang berubah sesuai pH yang diinginkan.

L.A.4.5 Pembuatan larutan induk K_2SO_4 0,2 M

Padatan K_2SO_4

- ditimbang sebanyak 3,485 g dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif
- ditambah akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Larutan K_2SO_4 0,2 M

L.A.4.6 Pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M untuk variasi pH

Larutan K_2SO_4 0,2 M

- dipipet sebanyak 12,5 ml
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 ml
- ditambah dengan sedikit akuades
- diukur pH larutan tersebut dengan pH meter
- ditetesi larutan buffer dengan pH 3 hingga larutan menjadi pH 3

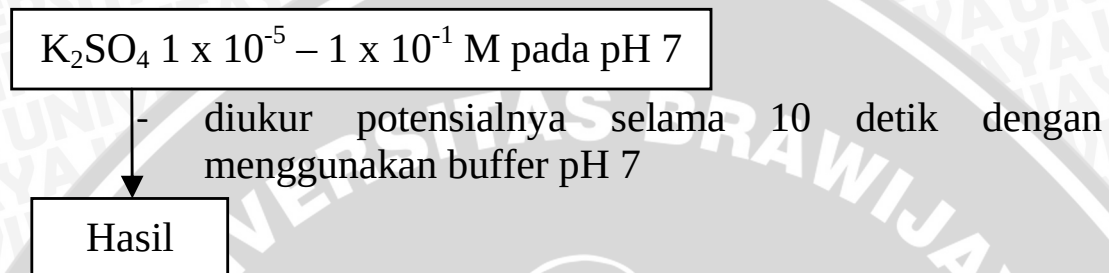
Larutan pH 3

- dipindahkan kedalam labu ukur 50 ml
- ditambahkan akuades hingga tanda batas

Hasil

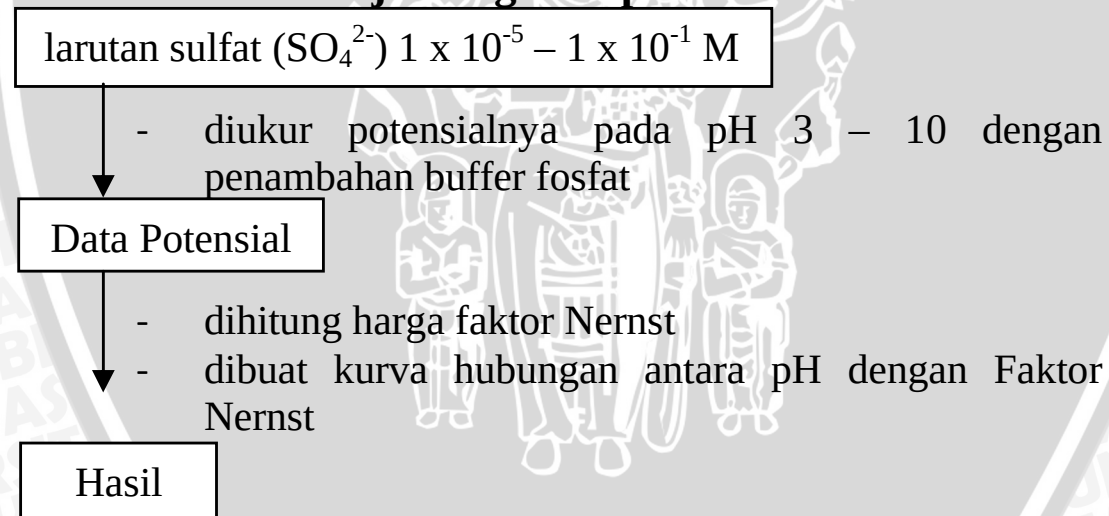
Ket : larutan dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M dengan pH 4 – 10 prosedur yang digunakan sama dengan prosedur di atas (prosedur L.A.4.6), hanya saja diatur pada penambahan larutan buffernya hingga sesuai dengan pH yang diinginkan.

L.A.4.7 Pengukuran potensial elektroda selektif ion sulfat pada pH 3 – 10



Ket : pengukuran potensial ESI terhadap pengaruh pH dilakukan 3x (tiga kali) pengukuran.

L.A.4.8 Skema Kerja Pengaruh pH



L.A.5 Pengaruh Ion Asing

L.A.5.1 Pembuatan larutan Cl^- 0,1 M

Padatan NH_4Cl

- ditimbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,535 gr dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 ml
- ditambahkan dengan sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Hasil

L.A.5.2 Pembuatan larutan PO_4^{2-} 0,1 M

Padatan Na_3PO_4

- ditimbang padatan Na_3PO_4 sebanyak 3,801 gr dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 ml
- ditambahkan dengan sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Hasil

L.A.5.3 Pembuatan Larutan Sulfat 0,4 M

Padatan $\text{K}_2\text{SO}_4^{2-}$

- ditimbang sebanyak 3,843 gr dengan menggunakan neraca analitik
- dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL
- ditambah sedikit akuades
- diaduk hingga larut
- dimasukkan dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif
- ditambah akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen

Larutan SO_4^{2-}

L.A.5.4 Larutan Sulfat dengan Konsentrasi 1×10^{-5} - 1×10^{-1} M

Larutan SO_4^{2-} 0,4 M

- dipipet sebanyak 25 ml
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen
- dibuat larutan sulfat dengan konsentrasi 1×10^{-2} M dan 1×10^{-3} M dibuat dari larutan induk sulfat 1×10^{-1} M sedangkan pada pembuatan larutan dengan konsentrasi 1×10^{-4} M dan 1×10^{-5} M dibuat dari larutan induk sulfat 1×10^{-3} M, pengenceran masing-masing dengan volume 100 ml

Hasil

L.A.5.5 Pengukuran potensial ESI sulfat tanpa adanya ion pengganggu

Larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M tanpa adanya ion pengganggu

- diukur potensialnya
- dicatat respon potensial yang dihasilkan

Hasil

L.A.5.6 Pengukuran potensial ESI sulfat dengan adanya ion pengganggu

Larutan yang mengandung ion utama SO_4^{2-} 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M dengan adanya ion pengganggu

- dicampur ion asing PO_4^{2-} 0,1 M dengan konsentrasi 1×10^{-5} M dan 1×10^{-1} M
- diukur potensialnya
- ditentukan harga koefisien selektifitasnya
- dihitung dengan memasukkan harga potensial yang didapat ke dalam persamaan rumus

Hasil

L.A.6 Aplikasi ESI Sulfat

L.A.6.1 Metode Konvensional (UV-Vis)

L.A.6.1.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Membuat larutan standar SO_4^{2-} 5 ppm, 10 ppm dan 15 ppm

Larutan stok SO_4^{2-} 1000 ppm

- dipipet sebanyak 10 ml menggunakan pipet volume
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml
- ditambahkan akuades hingga tanda batas

Larutan stok SO_4^{2-} 100 ppm

- dipipet sebanyak 5 ml, 10 ml dan 15 ml
- dimasukkan masing-masing larutan ke dalam labu ukur 100 ml
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dipindahkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml
- ditambahkan reagen kondisioning sebanyak 5 ml
- dikocok hingga homogen
- ditambahkan Kristal BaCl_2 sebanyak satu sendok spatula penuh
- dicatat waktunya "START TIME"
- dikocok selama 1 menit dengan kecepatan yang konstan
- dituang ke dalam kuvet setelah pengocokan 1 menit
- diukur absorbansinya pada $\lambda = 420 \text{ nm}$

Hasil

L.A.6.1.2 Pembuatan larutan Blangko

Akuades

- diambil sebanyak 100 ml
- ditambahkan reagen kondisioning sebanyak 5 ml
- dikocok hingga homogen
- ditambahkan Kristal BaCl_2 sebanyak satu sendok spatula penuh
- dicatat waktunya "START TIME"
- dikocok selama 1 menit dengan kecepatan yang konstan
- dituang ke dalam kuvet setelah pengocokan 1 menit
- diukur absorbansinya pada $\lambda = 420 \text{ nm}$

Hasil

L.A.6.1.3 Perlakuan Sampel secara spektrofotometri

Sampel

- diambil sebanyak 100 ml
- ditambahkan reagen kondisioning sebanyak 5 ml
- dikocok hingga homogen
- ditambahkan Kristal BaCl_2 sebanyak satu sendok spatula penuh
- dicatat waktunya "START TIME"
- dikocok selama 1 menit dengan kecepatan yang konstan
- dituang kedalam kuvet setelah pengocokan 1 menit
- diukur absorbansinya pada $\lambda = 420 \text{ nm}$

Hasil

L.A.6.2 Metode potensiometri (ESI Sulfat bermembran Piropilit)

L.A.6.2.1 Pembuatan kurva baku sulfat

Larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M

- diukur potensialnya pada masing-masing konsentrasi
- dicatat respon potensial yang dihasilkan

Data potensial

- dimasukkan pada persamaan $y = ax + b$ harga a sebagai Faktor Nernst (slope)

Hasil

L.A.6.2.2 Perlakuan Sampel

Sampel es

- diambil sebanyak 10 ml
- dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml
- ditambahkan akuades hingga tanda batas
- dikocok hingga homogen
- diukur menggunakan ESI bermembran Piropilit

Hasil Data Potensial

- dikonversikan dari Mv menjadi ppm

Hasil konsentrasi kandungan sulfat dalam sampel

- dibandingkan hasil konsentrasi pengukuran dari ESI bermembran Piropilit dengan hasil konsentrasi dari metode konvensional

Hasil

LAMPIRAN B

L.B Preparasi Larutan

L.B.1 Larutan K_2SO_4 0,4 M

Ditimbang padatan K_2SO_4 sebanyak 6,970 gr dengan menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambah dengan sedikit akuades dan diaduk hingga padatan K_2SO_4 terlarut sempurna. dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.B.2 Larutan NaOH 0,1 M

Ditimbang padatan NaOH sebanyak 0,401 gr dengan menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambah dengan sedikit akuades dan diaduk hingga padatan NaOH terlarut sempurna. dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.B.3 Larutan H_3PO_4 0,1 M

Dipipet larutan H_3PO_4 sebanyak 1,675 ml dengan menggunakan pipet mikro kemudian di masukkan kedalam lau ukur 250 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.B.4 Larutan Buffer Fosfat

Pembuatan larutan buffer fosfat pH 3 – pH 10 yaitu dengan cara menambahkan larutan NaOH 0,1 M kedalam 25 ml larutan H_3PO_4 0,1 M. Volume penambahan larutan NaOH 0,1 M disesuaikan dengan pH-nya.

L.B.5 Larutan K_2SO_4 0,2 M

Ditimbang padatan K_2SO_4 sebanyak 3,485 gr dengan menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambah dengan sedikit akuades dan

diaduk hingga padatan K_2SO_4 terlarut sempurna. dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.B.6 Larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M pada pH 3 – pH 10

Dipipet larutan H_3PO_4 0,1 M sebanyak 6,25 ml kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia 50 ml dan ditambah dengan sedikit akuades. Diukur pH larutan menggunakan pH meter kemudian ditambahkan buffer pH 3 kedalam gelas kimia yang telah berisi larutan H_3PO_4 0,1 M sebanyak 6,25 ml hingga pH 3. Larutan kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 25 ml secara kuantitatif dan ditanda bataskan dengan akuades ber-pH 6 – 7 untuk larutan K_2SO_4 1×10^{-1} M ber-pH 3. Sedangkan pada pembuatan larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-2}$ M dengan pH 4 – pH 10 di lakukan seperti perlakuan di atas namun diesuaikan dengan penambahan buffernya.

L.B.7 Larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M

Dipipet larutan $\text{K}_2\text{SO}_4^{2-}$ 0,4 M sebanyak 25 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml secara kuantitatif kemudian ditanda bataskan dengan akuades lalu dikocok hingga homogen sehingga dihasilkan larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi 1×10^{-1} M. Pada pembuatan larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi 1×10^{-2} M dan konsentrasi 1×10^{-3} M dibuat dari larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi 1×10^{-1} M sedangkan larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi 1×10^{-4} M dan konsentrasi 1×10^{-5} M dibuat dari larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi 1×10^{-3} M.

L.B.8 Larutan Cl^- 0,1 M

Ditimbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,535 gr dengan menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambah dengan sedikit akuades dan diaduk hingga padatan NH_4Cl terlarut sempurna.

Kemudian larutan NH_4Cl dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Kemudian larutan Cl^- 0,1 M diencerkan kembali pada konsentrasi 1×10^{-3} M.

L.B.9 Larutan Na_3PO_4 0,1 M

Ditimbang padatan Na_3PO_4 sebanyak 3,801 gr dengan menggunakan neraca analitik dalam gelas kimia 50 ml kemudian ditambah dengan sedikit akuades dan diaduk hingga padatan Na_3PO_4 terlarut sempurna. Kemudian larutan Na_4PO_4 dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

L.B.10 Pembuatan larutan variasi campuran ion utama dan ion asing SO_4^{2-} 1×10^{-5} – 1×10^{-1} M dengan ion asing Cl^-

Larutan SO_4^{2-} 1×10^{-1} M dicampurkan dengan larutan Cl^- dengan konsentrasi 1×10^{-3} M yang ditempatkan di dalam gelas kimia 50 ml. Kemudian ditetesi buffer pH 7 hingga larutan menjadi pH 7. Kemudian larutan yang pH nya sama dengan 7 tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml ditambahkan akuades hingga tanda batas dan di kocok hingga homogen. Hal tersebut berlaku pula pada pembuatan larutan campuran SO_4^{2-} 1×10^{-5} – 1×10^{-2} M. variasi ion asing PO_4^{3-} juga dilakukan seperti perlakuan diatas.

L.B.11 Preparasi Larutan Sampel

Mula-mula sampel jajanan es diendapkan hingga terbentuk dua fasa. Fasa filtrat diambil sebanyak 10 ml dan diencerkan hingga 100 ml. jika pengenceran tidak menghasilkan larutan bening maka diencerkan lagi hingga larutan sampel menjadi bening.

LAMPIRAN C

L.C Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.C.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan NH_4Cl 2 M

$$\begin{aligned}\text{Mol NH}_4\text{Cl} &= M \times V \\ &= 2 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,2 \text{ mol} \\ \text{massa NH}_4\text{Cl} &= \text{Mol} \times \text{Mr NH}_4\text{Cl} \\ &= 0,2 \text{ mol} \times 53,49 \text{ gram/mol} \\ &= 10,698 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.C.2 Perhitungan dan Pembuatan larutan K_2SO_4 0,4 M

$$\begin{aligned}\text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= M \times V \\ &= 0,4 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,04 \text{ mol} \\ \text{massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{Mol} \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 \\ &= 0,04 \text{ mol} \times 174,26 \text{ gram/mol} \\ &= 6,970 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.C.3 Perhitungan dan Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH} &= M \times V \\ &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{massa NaOH} &= \text{Mol} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 0,401 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.C.4 Perhitungan dan Pembuatan larutan H_3PO_4 0,1 M

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

Volume Pengenceran

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

L.C.5 Perhitungan dan Pembuatan larutan K_2SO_4 0,2 M

$$\begin{aligned} \text{Mol K}_2\text{SO}_4 &= M \times V \\ &= 0,2 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,02 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa K}_2\text{SO}_4 &= \text{mol K}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr K}_2\text{SO}_4 \\ &= 0,02 \text{ mol} \times 179,20 \text{ gram/mol} \\ &= 3,485 \text{ gram} \end{aligned}$$

L.C.6 Perhitungan dan Pembuatan larutan Cl^- 0,1 M

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

$$\begin{aligned} \text{massa NH}_4\text{Cl} &= \text{Mol} \times \text{Mr NH}_4\text{Cl} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 53,49 \text{ gram/mol} \\ &= 0,535 \text{ gram} \end{aligned}$$

L.C.7 Perhitungan dan Pembuatan larutan PO_4^{2-} 0,1 M

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

$$\begin{aligned} \text{massa Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{ H}_2\text{O} &= \text{Mol} \times \text{Mr NH}_4\text{Cl} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 380,13 \text{ gram/mol} \\ &= 3,801 \text{ gram} \end{aligned}$$

L.C.8 Perhitungan dan Pembuatan larutan SO_4^{2-} dengan konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1} \text{ M}$

Larutan Sulfat $1 \times 10^{-1} \text{ M}$

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 0,4 \text{ M} \times V_1 &= 1 \times 10^{-1} \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 25 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk pengenceran $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-2}$ M perhitungan sama dengan perhitungan L.C.8 namun untuk larutan induk yang digunakan berbeda yaitu : (1×10^{-2} dan 1×10^{-3} M digunakan larutan induk 1×10^{-1} M, sedangkan 1×10^{-4} dan 1×10^{-5} M digunakan larutan induk 1×10^{-3} M).

L.C.9 Perhitungan Pengenceran Larutan Buffer Fosfat

Tabel L.C.1 Pengenceran larutan Buffer

pH	Volume H_3PO_4 0,1 M	Volume NaOH 0,1 M
3	25 Ml	2,17 mL
4	25 Ml	24,6 mL
5	25 mL	25,15 mL
6	25 mL	26,4 mL
7	25 mL	34,4 mL
8	25 mL	46 mL
9	25 mL	49,6 mL
10	25 mL	50,1 mL



$$K_{a1} = 7,1 \times 10^{-3}$$



$$K_{a2} = 6,3 \times 10^{-8}$$



$$K_{a3} = 4,2 \times 10^{-13}$$

1. Buffer pH 3

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 21,7 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,17 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH $\rightleftharpoons$	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
mula	2,5 mmol	2,17 mmol	-
reaksi	2,17 mmol	2,17 mmol	2,17 mmol
sis	0,33 mmol	-	2,17 mmol

$$\begin{aligned} \text{pH} &= \text{p}K_{a1} - \log \frac{[\text{H}_3\text{PO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\ &= -\log 7,1 \times 10^{-3} - \log \frac{[0,33 \text{ mmol}]}{[2,17 \text{ mmol}]} \end{aligned}$$

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

$$= 2,97$$

2. Buffer pH 4

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/mL} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 24,6 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/mL} = 2,46 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH $\square$	NaH_2PO_4 + H_2O
mula	2,5 mmol	2,46 mmol	-
reaksi	2,46 mmol	2,46 mmol	2,46 mmol
sis	0,04 mmol	-	2,46 mmol

$$\text{pH} = \text{pK}_{a1} - \log \frac{[\text{H}_3\text{PO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$= -\log 7,1 \times 10^{-3} - \log \frac{[0,04 \text{ mmol}]}{[2,46 \text{ mmol}]}$$

$$= 3,937 \sim 4$$

3. Buffer pH 5

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 25,15 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,515 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH $\square$	NaH_2PO_4 + H_2O
mula	2,5 mmol	2,515 mmol	-
reaksi	2,5 mmol	2,500 mmol	2,5 mmol
sis	-	0,015 mmol	2,5 mmol

	NaH_2PO_4	+ NaOH $\square$	Na_2HPO_4 + H_2O
Mula	2,500 mmol	0,015 mmol	-
reaksi	0,015 mmol	0,015 mmol	0,015 mmol
sis	2,485 mmol	-	0,015 mmol

$$\text{pH} = \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}$$

$$= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[2,485 \text{ mmol}]}{[0,015 \text{ mmol}]}$$

$$= 7,200 - (2,219)$$

$$= 4,981 \sim 5$$

4. Buffer pH 6

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 26,4 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,64 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH □	NaH_2PO_4 +	H_2O
mula	2,5 mmol	2,64 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,50 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	0,14 mmol	2,5 mmol	-
	NaH_2PO_4	+ NaOH □	Na_2HPO_4 +	H_2O
mula	2,50 mmol	0,14 mmol	-	-
reaksi	0,14 mmol	0,14 mmol	0,14 mmol	-
sis	2,36 mmol	-	0,14 mmol	-

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

5. Buffer pH 7

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 34,4 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 3,44 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH □	NaH_2PO_4 +	H_2O
mula	2,5 mmol	3,47 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,50 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	0,94 mmol	2,5 mmol	-
	NaH_2PO_4	+ NaOH □	Na_2HPO_4 +	H_2O
mula	2,50 mmol	1 mmol	-	-
reaksi	0,94 mmol	1 mmol	1 mmol	-
sis	1,56 mmol	-	1 mmol	-

$$\text{pH} = \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}$$

$$= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[1,56 \text{ mmol}]}{[1 \text{ mmol}]}$$

$$= 7,00$$

6. Buffer pH 8

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 46 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 4,6 \text{ mmol}$$

	H ₃ PO ₄	+ NaOH □	NaH ₂ PO ₄ +	H ₂ O
mula	2,5 mmol	4,6 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,5 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	2,1 mmol	2,5 mmol	-

	NaH ₂ PO ₄	+ NaOH □	Na ₂ HPO ₄ +	H ₂ O
mula	2,5 mmol	2,2 mmol	-	-
reaksi	2,1 mmol	2,2 mmol	2,2 mmol	-
sis	0,4 mmol	-	2,2 mmol	-

$$\text{pH} = \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}$$

$$= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[0,4 \text{ mmol}]}{[2,2 \text{ mmol}]}$$

$$= 7,94 \sim 8$$

7. Buffer pH 9

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 49,6 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 4,96 \text{ mmol}$$

	H ₃ PO ₄	+ NaOH □	NaH ₂ PO ₄ +	H ₂ O
mula	2,5 mmol	4,96 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,50 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	2,46 mmol	2,5 mmol	-

	NaH ₂ PO ₄	+ NaOH □	Na ₂ HPO ₄ +	H ₂ O
mula	2,50 mmol	2,46 mmol	-	-

reaksi	2,46 mmol	2,46 mmol	2,46 mmol	-
sis	0,04 mmol	-	2,46 mmol	-

$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pK}_{a2} - \log \frac{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]} \\
 &= -\log 6,3 \times 10^{-8} - \log \frac{[0,04 \text{ mmol}]}{[2,46 \text{ mmol}]} \\
 &= 7,200 - (-1,789) \\
 &= 8,989 \sim 9
 \end{aligned}$$

8. Buffer pH 10

$$\text{mmol H}_3\text{PO}_4 = 25 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 2,5 \text{ mmol}$$

$$\text{mmol NaOH} = 50,1 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mmol/L} = 5,01 \text{ mmol}$$

	H_3PO_4	+ NaOH □	NaH_2PO_4 +	H_2O
mula	2,5 mmol	5,01 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,50 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	2,51 mmol	2,5 mmol	-

	NaH_2PO_4	+ NaOH □	Na_2HPO_4 +	H_2O
mula	2,5 mmol	2,51 mmol	-	-
reaksi	2,5 mmol	2,50 mmol	2,5 mmol	-
sis	-	0,01 mmol	2,5 mmol	-

	Na_2HPO_4	+ NaOH □	Na_3PO_4 +	H_2O
mula	2,50 mmol	0,1 mmol	-	-
reaksi	0,01 mmol	0,1 mmol	0,01 mmol	-
sis	2,49 mmol	-	0,01 mmol	-

$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pK}_{a3} - \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{Na}_3\text{PO}_4]} \\
 &= -\log 4,2 \times 10^{-13} - \log \frac{[2,49 \text{ mmol}]}{[0,01 \text{ mmol}]} \\
 &= 12,37 - (2,396) \\
 &= 9,974
 \end{aligned}$$

LAMPIRAN D**L.D Data Hasil Penelitian****L.D.1 Pengukuran harga potensial rata-rata dan penentuan harga Nernst pada pH 3 – 10****Tabel L.D.1.1 Penentuan harga Nernst pada pH 3**

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	550	531	531	537.3333
1 x 10 ⁻⁴	529	507	506	514
1 x 10 ⁻³	499	486	480	488.3333
1 x 10 ⁻²	482.00	470	470	474
1 x 10 ⁻¹	455.00	431	430	438.6667
Faktor Nernst (mV/dekade)	23.70	23.70	23.80	23.73
R ²	0.994	0.978	0.973	0.986

Tabel L.D.1.2 Penentuan harga Nernst pada pH 4

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	552	549	538	546.3333
1 x 10 ⁻⁴	528	522	519	523
1 x 10 ⁻³	496	488	488	490.6667
1 x 10 ⁻²	485.00	483	461	476.3333
1 x 10 ⁻¹	446.00	442	441	443
Faktor Nernst (mV/dekade)	25.50	25.30	25.20	25.33
R ²	0.980	0.965	0.993	0.989

Tabel L.D.1.3 Penentuan harga Nernst pada pH 5

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	543	514	511	522.6667
1 x 10 ⁻⁴	516	491	481	496
1 x 10 ⁻³	492	480	460	477.3333
1 x 10 ⁻²	475.00	442	430	449
1 x 10 ⁻¹	430.00	408	402	413.3333
Faktor Nernst (mV/dekade)	26.70	26.10	26.90	26.57
R ²	0.975	0.964	0.997	0.988

Tabel L.D.1.4 Penentuan harga Nernst pada pH 6

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	555	548	531	544.6667
1 x 10 ⁻⁴	530	530	514	524.6667
1 x 10 ⁻³	502	498	482	494
1 x 10 ⁻²	462.00	450	450	454
1 x 10 ⁻¹	449.00	444	420	437.6667
Faktor Nernst (mV/dekade)	28.00	28.80	28.60	28.47
R ²	0.983	0.957	0.990	0.983

Tabel L.D.1.5 Penentuan harga Nernst pada pH 7

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	578	551	533	554
1 x 10 ⁻⁴	542	530	516	529.3333
1 x 10 ⁻³	531	507	473	503.6667
1 x 10 ⁻²	491.00	471	445	469
1 x 10 ⁻¹	454.00	431	420	435
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.90	29.90	29.70	29.83
R ²	0.975	0.979	0.986	0.993

Tabel L.D.1.6 Penentuan harga Nernst pada pH 8

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	562	556	539	552.3333
1 x 10 ⁻⁴	538	527	523	529.3333
1 x 10 ⁻³	510	493	491	498
1 x 10 ⁻²	489.00	487	463	479.6667
1 x 10 ⁻¹	451.00	439	430	440
Faktor Nernst (mV/dekade)	27.10	27.40	27.80	27.43
R ²	0.991	0.962	0.988	0.988

Tabel L.D.1.7 Penentuan harga Nernst pada pH 9

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	574	562	539	558.3333
1 x 10 ⁻⁴	556	531	503	530
1 x 10 ⁻³	519	508	476	501
1 x 10 ⁻²	492.00	488	457	479
1 x 10 ⁻¹	473.00	453	432	452.6667
Faktor Nernst (mV/dekade)	26.60	26.10	26.00	26.23
R ²	0.987	0.991	0.987	0.997

Tabel L.D.1.8 Penentuan harga Nernst pada pH 10

Konsentrasi [SO ₄ ²⁻] M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1 x 10 ⁻⁵	579	550	545	558
1 x 10 ⁻⁴	563	521	521	535
1 x 10 ⁻³	532	508	499	513
1 x 10 ⁻²	506.00	473	470	483
1 x 10 ⁻¹	484.00	452	449	461.6667
Faktor Nernst (mV/dekade)	24.70	24.40	24.30	24.47
R ²	0.992	0.986	0.998	0.997

L.D.2 Pengaruh ion asing terhadap ESI sulfat bermembran piropilit

Tabel L.D.2.1 Harga potensial ESI sulfat tanpa adanya ion asing

Konsentrasi $[\text{SO}_4^{2-}]$ M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1×10^{-5}	620	620	613	617.6667
1×10^{-4}	576	569	565	570
1×10^{-3}	538	525	532	531.6667
1×10^{-2}	519	520	520	519.6667
1×10^{-1}	500	513	488	500.3333
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.7	29.5	29.7	29.7
R^2	0.961	0.962	0.960	0.961

Tabel L.D.2.2 Harga potensial ESI sulfat dengan adanya ion asing Cl^-

Konsentrasi $[\text{SO}_4^{2-}]$ M	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1×10^{-5}	431	432	428	430.3333
1×10^{-4}	407	407	400	404.6667
1×10^{-3}	382	380	379	380.3333
1×10^{-2}	357	350	340	349
1×10^{-1}	309	315	312	312
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.4	29.1	29.2	29.23333
R^2	0.976	0.995	0.992	0.985

Tabel L.D.2.3 Harga potensial ESI sulfat dengan adanya ion asing PO_4^{3-}

Konsentrasi $[\text{SO}_4^{2-}] \text{ M}$	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
1×10^{-5}	421	420	420	420.3333
1×10^{-4}	413	412	408	411
1×10^{-3}	410	407	405	407.3333
1×10^{-2}	360	361	368	363
1×10^{-1}	302	300	293	298.3333
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.1	29.1	29.4	29.2
R^2	0.934	0.937	0.906	0.927

Perhitungan aktifitas ion dan Koefisien selektifitas ion, sebagai berikut :

- Kekuatan Ion

$$I = 0.5 \sum C_i Z_i^2 \quad (\text{L.D.1})$$

Ket : I = Kekuatan Ion
 C_i = Muatan Ion
 Z_i = Konsentrasi Ion

- Koefisien Selektivitas

$$\log \gamma_i = \frac{0.512 |Z_+||Z_-| - \sqrt{I}}{1 + \sqrt{I}} \quad (\text{L.D.2})$$

- Aktivitas Ion

$$A_i = \gamma_i \cdot C_i \quad (\text{L.D.3})$$

Ket : γ_i = Koefisien aktivitas
 C_i = Aktivitas ion

Berikut ini contoh perhitungan aktivitas ion :

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

- Reaksi



- Kekuatan Ion

$$I = 0.5 \sum C_i \cdot Z_i^2$$

$$I = 0.5 [(C_i \text{ } 2\text{K}^+)(Z_i)^2 + (C_i \text{ } \text{SO}_4^{2-})(Z_i)^2] + [(C_i \text{ } \text{NH}_4^+)(Z_i)^2 + (C_i \text{ } \text{Cl}^-)(Z_i)^2]$$

$$= 0.5 [(2 \times 10^{-5})(1)^2 + (1 \times 10^{-5})(2)^2] + [(1 \times 10^{-3})(1)^2 + (1 \times 10^{-3})(1)^2]$$

$$= 0.5 [(2 \times 10^{-5}) + (4 \times 10^{-5}) + (2 \times 10^{-3})]$$

$$= 0.5 \times 2.06 \times 10^{-3} = 1.03 \times 10^{-3}$$

- Koefisien Selektivitas

$$-\log \gamma_i = \frac{0.512 |Z_+||Z_-| - \sqrt{I}}{1 + \sqrt{I}}$$

$$-\log \gamma_i = \frac{0.512 |1_+||2_-| - \sqrt{1.03 \times 10^{-3}}}{1 + \sqrt{1.03 \times 10^{-3}}}$$

$$-\log \gamma_i = \frac{0.512 |1_+||2_-| \times 0.0321}{1 + 0.0321}$$

$$-\log \gamma_i = 0.0319$$

$$\log \gamma_i = 1.0762$$

- Aktivitas ion

$$\begin{aligned} A_i &= \gamma_i \cdot C_i \\ &= 1.0762 \cdot 1 \times 10^{-5} \\ &= 10.762 \times 10^{-6} \end{aligned}$$

Tabel L.D.2.4 Perhitungan aktivitas ion utama dan harga koefisien selektivitas ion Cl^-

Konsentrasi SO_4^{2-}	Aktivitas Ion SO_4^{2-}	Aktivitas Ion Cl^-
1×10^{-5}	10.762×10^{-6}	10.373×10^{-6}
1×10^{-4}	10.854×10^{-5}	10.421×10^{-5}
1×10^{-3}	11.505×10^{-4}	10.725×10^{-4}
1×10^{-2}	14.233×10^{-3}	11.932×10^{-3}
1×10^{-1}	23.057×10^{-2}	15.184×10^{-2}

Tabel L.D.2.5 Perhitungan aktivitas ion utama dan harga koefisien selektivitas ion PO_4^{3-}

Konsentrasi SO_4^{2-}	Aktivitas Ion SO_4^{2-}	Aktivitas Ion Cl^-
1×10^{-5}	11.855×10^{-6}	12.903×10^{-6}
1×10^{-4}	11.893×10^{-5}	12.969×10^{-5}
1×10^{-3}	12.269×10^{-4}	13.589×10^{-4}
1×10^{-2}	14.565×10^{-3}	17.575×10^{-3}
1×10^{-1}	22.217×10^{-2}	35.245×10^{-2}

Berikut merupakan contoh perhitungan harga koefisien selektivitas ESI sulfat :

$$K_{SO_4^{2-}, Cl^-}^{Pot} = \frac{\left(10^{\frac{E_2 - E_1}{Slope} \times \alpha_{SO_4^{2-}}}\right) - \alpha_{SO_4^{2-}}}{(\alpha_{Cl^-})^{\frac{n}{z}}}$$

$$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{Cl}^-} = \frac{\left(10^{\frac{430.33 - 617.66}{29.7}} \times 10.762 \times 10^{-6}\right) - 10.762 \times 10^{-6}}{(10.373 \times 10^{-6})^2_1} = -6385454.072$$

Tabel L.D.2.6 Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat

Konsentrasi SO_4^{2-}	$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{Cl}^-}$	$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{PO}_4^{3-}}$
1×10^{-5}	-6396518.196	-1.45331
1×10^{-4}	-566439.4009	-1.17498
1×10^{-3}	-51961.895	-4.2754
1×10^{-2}	-5846.539	-11.5804
1×10^{-1}	-633.0732	-30.7331

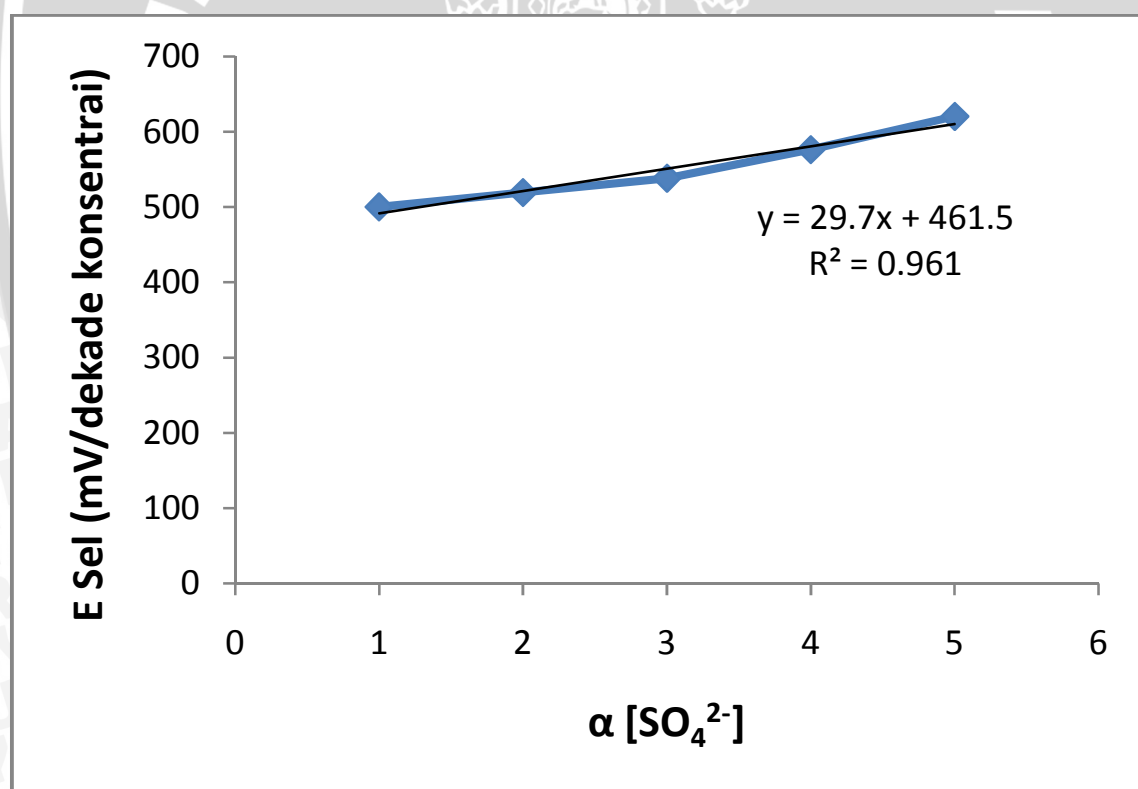
Tabel L.D.2.7 Hasil konversi ke 10^6 dari Harga K_{ij} Potensial ESI sulfat

Konsentrasi SO_4^{2-}	$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{Cl}^-}$	$K_{\frac{\text{Pot}}{\text{SO}_4^{2-}}, \text{PO}_4^{3-}}$
1×10^{-5}	-6.3854	-1.45E-06
1×10^{-4}	-0.5664	-0,00175E-04
1×10^{-3}	-0.0519	-4.28E-05
1×10^{-2}	-0.0058	-1.16E-04
1×10^{-1}	-0.0007	-3.07E-05

L.D.3 Aplikasi ESI sulfat bermembran piropilit

Tabel L.D.3.1 Data potensial larutan K_2SO_4 $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M

P [SO ₄ ²⁻]	P.1	P.2	P.3	Rata-rata
5	620	620	613	617.6667
4	576	569	565	570
3	538	525	532	531.6667
2	519	520	520	519.6667
1	500	513	488	500.3333
Faktor Nernst (mV/dekade)	29.7	29.5	29.7	29.7
R ²	0.961	0.962	0.960	0.961



Gambar L.D.3.1 Kurva baku Sulfat

Dari persamaan grafik tersebut maka diperoleh persamaan garis

$$y = 29.7x + 461.5$$

$$R^2 = 0.961$$

Maka diperoleh faktor Nernst sebesar 29.7 mV/decade konsentrasi

Ket :

y = Potensial terukur

a = Slope

x = Konsentrasi

b = Intersep

Maka dapat dilakukan perhitungan aplikasi ESI sulfat bermembran piropilit pada minuman dengan persamaan sebagai berikut :

Ppm = mg/L

M = mol/L

Mol = gram/Ar

Gram – mg maka di *1000

L.D.3.1 Sampel es coklat

Berikut merupakan salah satu contoh perhitungan penentuan kadar sulfat dalam sampel es coklat :

$$y = ax + b$$

$$y = 29.7x + 461.5$$

$$609 - 461,5 = 29.7x$$

$$147.5 = 29.7x$$

$$4.966 = x$$

$$4.966 = -\log [\text{SO}_4^{2-}]$$

$$= 1.081 \times 10^{-5} \text{ M}$$

$$\text{gram/L} = \text{M} \times \text{Ar} [\text{SO}_4^{2-}]$$

$$= 1.081 \times 10^{-5} \text{ M} \times 96$$

$$= 1.038 \times 10^{-3} \text{ M}$$

$$\text{Mg/L} = \text{gram} \times 1000$$

$$= 1.038 \times 10^{-3} \times 1000$$

$$= 1.038 \text{ ppm}$$

L.D.3.2 Sampel es melon

Berikut merupakan salah satu contoh perhitungan penentuan kadar sulfat dalam sampel es melon :

$$y = ax + b$$

$$y = 29.7x + 461.5$$

$$606 - 461,5 = 29.7x$$

$$144.5 = 29.7x$$

$$4.865 = x$$

$$4.865 = -\log [\text{SO}_4^{2-}]$$

$$= 1.365 \times 10^{-5} \text{ M}$$

$$\text{gram/L} = \text{M} \times \text{Ar} [\text{SO}_4^{2-}]$$

$$= 1.365 \times 10^{-5} \text{ M} \times 96$$

$$= 1.310 \times 10^{-3} \text{ M}$$

$$\text{Mg/L} = \text{gram} \times 1000$$

$$= 1.310 \times 10^{-3} \times 1000$$

$$= 1.310 \text{ ppm}$$

LAMPIRAN E**L.E Data Hasil Uji Statistika****L.E.1 Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst****Tabel L.E.1.1 Tabel Hubungan Antara Variasi pH dengan Faktor Nernst**

Variasi pH	Harga Faktor Nernst			Jumlah	Rata-rata
	P.1	P.2	P.3		
3	23.70	23.70	23.80	71.2	23.73
4	25.50	25.30	25.20	76	25.33
5	26.70	26.10	26.90	79.7	26.57
6	28.00	28.80	28.60	85.4	28.47
7	29.90	29.90	29.70	89.5	29.83
8	27.10	27.40	27.80	82.3	27.43
9	26.60	26.10	26.00	78.7	26.23
10	24.70	24.40	24.30	73.4	24.47
TOTAL				636.2	

1. Menghitung Faktor koreksi

$$FK = \frac{\left(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{p \times n}$$

$$FK = \frac{(636.2)^2}{3 \times 8}$$

$$FK = 16864.6$$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

Tabel L.E.1.2 Tabel Data Pengaruh Variasi pH terhadap Faktor Nernst

Variasi pH	Harga Faktor Nernst			(Harga Faktor Nernst) ²		
	P.1	P.2	P.3	P.1	P.2	P.3
3	23.70	23.70	23.80	561.69	561.69	566.4
4	25.50	25.30	25.20	650.25	640.09	635.0
5	26.70	26.10	26.90	712.89	681.21	723.6
6	28.00	28.80	28.60	784.00	829.44	817.9
7	29.90	29.90	29.70	894.01	894.01	882.1
8	27.10	27.40	27.80	734.41	750.76	772.8
9	26.60	26.10	26.00	707.56	681.21	676.0
10	24.70	24.40	24.30	610.09	595.36	590.9
TOTAL				16953.1		

a. Jumlah kuadrat total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK \\
 &= \text{Total (Harga Faktor Nernst)}^2 - FK \\
 &= 16953.1 - 16864.6 \\
 &= 88.5
 \end{aligned}$$

Tabel L.E.1.3 Data Pengaruh Variasi pH Terhadap Harga Faktor Nernst

Variasi pH	Harga Faktor Nernst			Jumlah	(jumlah) ²
	1	2	3		
3	23.70	23.70	23.80	71.2	5069.44
4	25.50	25.30	25.20	76	5776
5	26.70	26.10	26.90	79.7	6352.09
6	28.00	28.80	28.60	85.4	7293.16
7	29.90	29.90	29.70	89.5	8010.25
8	27.10	27.40	27.80	82.3	6773.29
9	26.60	26.10	26.00	78.7	6193.69
10	24.70	24.40	24.30	73.4	5387.56
TOTAL				636.2	50885.48

b. Jumlah kuadran perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{50885.48}{3} - 16864.6 \\
 &= 16961.8 - 16864.6 \\
 &= 79.2
 \end{aligned}$$

c. Jumlah kuadrat galat percobaan (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = 88.5 - 79.2 = 9.3$$

3. Menghitung kuadrat tengah (KT) setiap sumber keragaman:

a. Kuadrat Tengah perlakuan

$$KTP = \frac{JKP}{dB \text{ Perlakuan}} = \frac{79.2}{7} = 11.31$$

b. Kuadrat tengah galat pada percobaan

$$KTG = \frac{JKG}{dB \text{ galat pada percobaan}} = \frac{9.3}{16} = 0.58$$

4. Harga F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{11.31}{0.58} = 19.5$$

Tabel L.E.1.4 Analisis sidik ragam satu arah Faktor Nernst terhadap pengaruh pH

SK	dB	JK	KT	F	
				Hitung	Tabel
Perlakuan	7	79.2	11.31	19.5	2.66
Galat	16	9.3	0.58		
Total	23	88.5			

Karena $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ maka H_0 ditolak, yaitu variasi pH pada membran ESI sulfat berpengaruh terhadap harga Faktor Nernst yang diperoleh, sehingga perlu dilakukan uji BNT dengan $\alpha = 0.05$

5. Menghitung nilai BNT 5 %

$$BNT (5\%) = F_{\text{tabel}} (\alpha/2 ; dB_{\text{galat}}) \times \sqrt{2 \times \frac{KTG}{n}}$$

$$BNT (5\%) = F_{\text{tabel}} (0.025 ; 16) \times \sqrt{2 \times \frac{0.58}{3}}$$

$$BNT (5\%) = 0.4728 \times 0.622$$

$$BNT (5\%) = 0.295$$

Tabel L.E.1.5 Pengaruh pH terhadap uji BNT

Variasi pH	Harga Faktor Nernst rata-rata								
		23.73	25.33	26.57	28.47	29.83	27.43	26.23	24.47
3	23.73	0							
4	25.33	1.6*	0						
5	26.57	2.84*	1.24*	0					
6	28.47	4.74*	3.14*	1.9*	0				
7	29.83	6.1*	4.5*	3.26*	1.36*	0			
8	27.43	3.7*	2.1*	0.86*	1.04*	2.4*	0		
9	26.23	2.5*	0.9*	0.34*	2.24*	3.6*	1.2*	0	
10	24.47	0.74*	0.86*	2.1*	4*	5.36*	1.04*	1.76*	0

Catatan : * = Berbeda nyata

L.E.2 Data pengamatan kadar sulfat secara potensiometri

Tabel L.E.2.1 Pengukuran sampel es coklat

E (mV/ dekade)	Rata-rata E (mV/dekade)	[SO ₄ ²⁻] (M)	[SO ₄ ²⁻] ppm	$\bar{x}$ [SO ₄ ²⁻]	SD	% K	CV
608	608.33	1.167 x 10 ⁻⁵	1.220	1.138 x 10 ⁻⁵ M atau 1.093 ppm	4.965 x 10 ⁻⁷ atau 0.577	0.218 %	0.095 %
608		1.167 x 10 ⁻⁵	1.220				
609		1.038 x 10 ⁻⁵	1.038				

- Ket : S = Simpangan baku
 % K = Persen kesalahan relatif
 CV = Koefisien variasi
- Akurasi = 100% - % Kesalahan relatif
 = 100% - 0,218%
 = 99.782%
- Presisi = 100% - CV
 = 100% - 0.095%
 = 99.905%

Tabel L.E.2.2 Pengukuran sampel es melon

E (mV/ dekade)	Rata-rata E (mV/dekade)	[SO ₄ ²⁻] (M)	[SO ₄ ²⁻] ppm	$\bar{x}$ [SO ₄ ²⁻]	S	% K	CV
603	604.67	1.723×10^{-5}	1.653	1.52×10^{-5}	1.85×10^{-6}	0.551%	0.235%
605		1.1472×10^{-5}	1.413	Atau	Atau		
606		1.365×10^{-5}	1.310	1.459	1.528		

- Akurasi = 100% - % Kesalahan rlatif
= 100% - 0,551%
= 99.449%
- Presisi = 100% - CV
= 100% - 0.235%
= 99.765%

L.E.3 Data pengamatan kadar sulfat secara spektrofotometri

Tabel L.E.3.1 Pengukuran sampel es coklat

Ppm [SO ₄ ²⁻]	(M) [SO ₄ ²⁻]	$\bar{x}$ [SO ₄ ²⁻]	SD	% K	CV
0,686	7,15 x 10 ⁻⁶	0,674 ppm Atau 7,03 x 10 ⁻⁶ M	0,011	1,14 %	1,63%
0,664	6.92 x 10 ⁻⁶		Atau		
0,673	7,01 x 10 ⁻⁶		1,16 x 10 ⁻⁷		

- Akurasi = 100% - % Kesalahan rlatif
= 100% - 1,14 %
= 98,86%
- Presisi = 100% - CV
= 100% - 1,63%
= 98,37%

Tabel L.E.3.2 Pengukuran sampel es melon

Ppm [SO ₄ ²⁻]	(M) [SO ₄ ²⁻]	$\bar{x}$ [SO ₄ ²⁻]	SD	% K	CV
0,761	7,93 x 10 ⁻⁶	0,711 ppm Atau 7,03 x 10 ⁻⁶ M	0,058	17,72 %	8,16 %
0,647	6.74 x 10 ⁻⁶		Atau		
0,723	7,53 x 10 ⁻⁶		6,06 x 10 ⁻⁷		

- Akurasi = 100% - % Kesalahan rlatif
= 100% - 17,72 %
= 82,28 %
- Presisi = 100% - CV
= 100% - 8,16 %
= 91,84 %

L.E.4 Tabel perbandingan metode Potensiometri dan Spektrofotometri

Sampel	[Sulfat] secara potensiometri	akurasi	presisi	[Sulfat] secara spektrofotometri UV-VIS	akurasi	Presisi
Es coklat	$1,138 \times 10^{-5}$ M atau 1,093 ppm	99,78%	99,91%	$7,03 \times 10^{-6}$ M atau 0,674 ppm	99,86%	98,37%
Es melon	$1,520 \times 10^{-5}$ M atau 1,459 ppm	99,51%	99,77%	$7,4 \times 10^{-6}$ M atau 0,711 ppm	82,28%	91,84%