

PEMANFAATAN ZEOLIT TERAKTIVASI SEBAGAI BAHAN AKTIF SENSOR POTENSIOMETRI ION SULFAT

Qonitah Fardiyah¹, Atikah¹ dan Rivaatun Dwi N¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya

ABSTRACT

Fardiyah et al., 2014. Utilization of zeolite activated upon which sensors of potentiometric sulphate ion

The purpose of this study was to determine the composition of the membrane and soaking time optimum character of the sensor resulting in a *Nernstian* potentiometric sulfate ions. Soaking the membrane is done in a solution of 0.4 M K₂SO₄ at 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, and 80 minutes. Basic characterization of potentiometric sensors sulfate ions was studied: the Nernst factor, linear concentration range, detection limit, response time and life time. The results showed that the composition of sulfate ion potentiometric sensor membranes obtained at the optimum composition of zeolites: active carbon:PVC: DOP = 49:3:16:32 (% w/w), the optimum soaking time membrane obtained at 30 minutes. Sulfate ion potentiometric sensor showed a linear response to the concentration of sulfate ions in the range of 10⁻⁵ M to 10⁻¹ M, the Nernst factor prices 29,17 mV / decade of concentration, the detection limit of 4.27 x 10⁻⁶ M or equal to 0.410 ppm sulfate, response time of 70 seconds and a service life of 41 days.

Keywords: Nernst Factor, detection limit, respon time, life time

ABSTRAK

Fardiyah dkk. 2014. Pemanfaatan zeolite teraktivasi sebagai bahan aktif sensor potensiometer ion sulfat

Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan komposisi membran dan waktu perendaman yang optimum sehingga menghasilkan karakter sensor potensiometri ion sulfat yang *Nernstian*. Perendaman membran dilakukan dalam larutan K₂SO₄ 0,4 M pada 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, dan 80 menit. Karakterisasi dasar sensor potensiometri ion sulfat yang diteliti: faktor Nernst, kisaran konsentrasi linear, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi membran sensor potensiometri ion sulfat optimum diperoleh pada komposisi zeolit : karbon aktif: PVC : DOP = 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b), waktu perendaman membran optimum diperoleh pada 30 menit. Sensor potensiometri ion sulfat menunjukkan respon linier terhadap ion sulfat pada kisaran konsentrasi 10⁻⁵ M hingga 10⁻¹ M, harga Faktor Nernst 29,17mV/dekade konsentrasi, batas deteksi 4,27 x 10⁻⁶ M atau setara dengan 0,410 ppm sulfat, waktu respon 70 detik dan usia pemakaian 41 hari.

Kata kunci: Faktor Nernst, batas deteksi, waktu respon, usia pemakaian

PENDAHULUAN

Sensor potensiometri berupa elektroda selektif ion (ESI) merupakan elektroda membran yang merespon secara selektif aktivitas ion tertentu (Monk, 2001). Elektroda tipe kawat terlapis merupakan sebuah tipe ESI dimana bahan elektroaktif digabungkan dalam membran polimer tipis sebagai pendukung secara langsung yang dilapiskan pada konduktor logam. Substrat dalam elektroda kawat terlapis biasanya berupa logam inert seperti kawat platina, tetapi logam lain seperti perak, tembaga dan grafit juga dapat digunakan (Wygladacs, 2006).

Membran merupakan suatu lapisan yang memisahkan dua fasa yang mengandung bahan semipermeabel dengan permeabilitas yang terkontrol. Membran yang digunakan dalam sensor potensiometri sulfat dalam penelitian ini merupakan campuran dengan bahan aktif zeolit. Zeolit adalah senyawa zat kimia alumino-silikat berhidrat dengan kation natrium, kalium, dan barium. Selain zeolit yang digunakan sebagai bahan aktif membran, komponen lain dalam membran adalah karbon aktif, yang berfungsi sebagai bahan pendukung membran. Badan luar elektroda

sensor potensiometri ion sulfat tipe kawat terlapis yang dipergunakan adalah plastik polietilen. Selain itu digunakan kawat platina (Pt) karena bersifat *inert* dan mempunyai harga konduktivitas yang baik ($0,17 \Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$) serta tahan terhadap temperatur yang tinggi. Kawat Pt inilah yang kemudian akan dilapisi membrane dengan komposisi tertentu. Waktu perendaman merupakan waktu yang diperlukan untuk menjenuhkan sensor potensiometri dengan ion yang akan diimbangkan sehingga menghasilkan potensial yang stabil (Rundle, 2000). Karakteristik sensor potensiometri ditunjukkan oleh beberapa parameter antara lain: waktu perendaman, Faktor Nernst, kisaran konsentrasi, batas deteksi, waktu respon, dan usia pemakaian. Parameter tersebut menunjukkan kualitas sensor potensiometri dan layak tidaknya sensor tersebut untuk digunakan sebagai alat pengukuran.

Faktor Nernst dapat ditentukan melalui kemiringan garis linear dari kurva hubungan antara potensial sel (E) dengan $-\log$ asulfat. Faktor Nernst yang diperbolehkan untuk ion divalen berkisar 25 – 30 mV/dekade konsentrasi. Kisaran konsentrasi suatu sensor potensiometri dinyatakan sebagai batas konsentrasi dimana kurva potensial E (mV) terhadap $-\log$ asulfat masih memberikan garis lurus, sehingga masih memenuhi persamaan Nernst. Pada umumnya, kurva hasil pengukuran elektroda menunjukkan daerah linear pada kisaran konsentrasi antara 10^{-1} hingga 10^{-6} M. Batas deteksi merupakan harga konsentrasi terendah yang masih memberikan respon yang dapat dibedakan dengan blanko. Batas deteksi dapat ditentukan melalui perpotongan garis antara daerah linear dan non linear dari kurva hubungan E (mV) terhadap $-\log$ asulfat (Wroblewski, 2005).

Waktu respon adalah waktu yang diperlukan sensor potensiometri untuk memberikan respon potensial yang konstan. Semakin cepat sensor potensiometri memberikan respon potensial yang konstan maka semakin baik kualitas sensor tersebut. Waktu respon dipengaruhi oleh tipe membran dan mobilitas ion, semakin cepat pergerakan ion pada permukaan elektroda maka akan memberikan waktu respon yang semakin cepat (Monk, 2001). Usia pemakaian adalah berapa lama sensor potensiometri masih mempunyai harga Faktor Nernst yang masih diperbolehkan

(25-30mV/dekade konsentrasi). Usia pemakaian ditentukan dengan mengukur harga Faktor Nernst setiap selang waktu tertentu (hari), jika Faktor Nernst menyimpang jauh dari harga Faktor Nernst yang diperbolehkan, maka sensor potensiometri tidak layak digunakan untuk pengukuran. Usia pemakaian sensor potensiometri sangat tergantung pada sifat mekanik membran, dimana sifat mekanik ini dipengaruhi oleh kelenturan membran (Fardiyah, 2003)).

Umumnya sulfat ditemukan dalam konsentrasi yang cukup tinggi dan bersifat kontaminan. Berdasarkan peraturan pemerintah No. 20 Tahun 1990 menyatakan bahwa batas maksimum sulfat di perairan umum yang diijinkan maksimal 400 mg/L. Sulfat dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan air berasa pahit dan berasa obat. Di dalam tubuh, sulfat dengan konsentrasi tinggi akan mengganggu fungsi pencernaan yaitu mengalami iritasi pencernaan, dehidrasi dan diare (Anonymous, 2009). Tujuan penelitian ini adalah menentukan komposisi membran dan waktu perendaman yang optimum sehingga menghasilkan karakter sensor potensiometri ion sulfat yang *Nernstian*

BAHAN DAN METODE

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: zeolit diambil dari gunung kapur di Kecamatan Turen, Kabupaten Malang, karbon aktif, pemlastis dioktilfalat (DOP), polivinilklorida (PVC) diperoleh dari Sigma, tetrahidrofur (THF), kawat Pt (diameter 0,5 mm dan panjang 5 cm), kabel koaksial RG-58, HNO₃ 65%, ammonium klorida, barium klorida, kalium sulfat, gliserol, perak nitrat diperoleh dari E-Merck dan etanol 96% diperoleh dari Brastachem. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: potensiometer Fisher model 955, elektroda pembanding Ag/AgCl, neraca analitik merek Adventurer model AR 2130, oven Fisher Scientific 655 F, tanur Nabertherm model N-31, pengaduk magnet statif, botol semprot, botol sampel, sendok takar dan kertas Whatman No. 40.

Prosedur penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, antara lain : preparasi larutan; pembuatan sensor ion sulfat (preparasi zeolit, uji kandungan ion Cl⁻, pembuatan membran, pembuatan badan elektroda, pembuatan sensor ion sulfat tipe kawat terlapis); Optimasi komposisi bahan penyusun membran sensor potensiometri ion sulfat; Optimasi waktu perendaman membran sensor potensiometri ion sulfat; Karakterisasi sifat dasar sensor potensiometri ion sulfat (Faktor Nernst dan kisaran konsentrasi, batas deteksi, waktu respon, usia pemakaian). Ketelitian (presisi) digunakan untuk menunjukkan seberapa jauh nilai hasil pengujian suatu ulangan dengan ulangan lainnya. Ketelitian hasil pengukuran dapat ditentukan dengan menghitung SD (standar deviasi) dan % SD dari suatu perlakuan percobaan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Sensor Potensiometri

Konstruksi sensor potensiometri ion sulfat atau lebih dikenal dengan Elektrode Selektif Ion (ESI) sulfat bermembran zeolit yang dihasilkan terdiri atas kabel RG-58 sepanjang 22 cm, *Jek Banana*, badan elektroda dan kawat platina yang terlapis membran zeolit dengan tebal 0,3 – 0,5 mm. Badan elektroda terbuat dari plastik polietilen yang bersifat inert sehingga tidak menimbulkan efek terhadap membran dan larutan analit. ESI sulfat ini dibuat dengan memasukkan semua kawat platina dalam badan elektroda terkecuali kawat yang akan dilapisi oleh membran zeolit. Selanjutnya, ujung bagian atas kawat platina disambungkan dengan kawat RG-58 yang telah dilengkapi dengan *Jek Banana* termodifikasi dan konektor. Pada penentuan komposisi optimum membran sensor potensiometri ion sulfat, membran yang dilapiskan pada kawat Pt terdiri dari campuran zeolit, karbon aktif, PVC dan DOP sesuai tabel 3.1. Campuran tersebut dilarutkan dalam pelarut THF dengan perbandingan 1 : 2 (b/v).

Tabel 1. Perbandingan komposisi membran ESI Sulfat bermembran zeolit

Komposisi Membran	Komposisi membran				harga faktor Nernst (mV/dek kons)	Batas Deteksi (M)
	Zeolit (% b/b)	Karbon Aktif (% b/b)	PVC (% b/b)	DOP (% b/b)		
1	49	3	16	32	29,30 ± 1,002	2,47x10 ⁻⁵
2	32	3	16	49	28,67 ± 1,267	6,65x10 ⁻⁵
3	16	3	16	65	26,97 ± 0,751	9,73x10 ⁻⁵

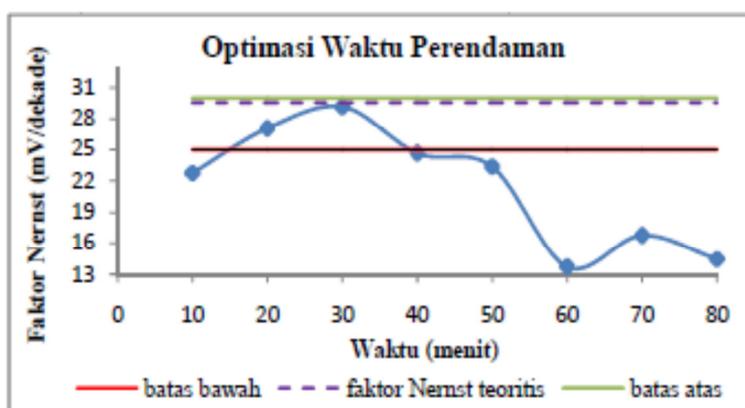
Hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi membran 2 menghasilkan harga Faktor Nernst sebesar 28,67 mV/dekade konsentrasi. Sedangkan komposisi membran 3 menghasilkan harga Faktor Nernst sebesar 26,97 mV/dekade konsentrasi. Kedua komposisi ini belum mendekati harga faktor Nernst teoritis (29,6mV/dekade konsentrasi). Hal ini karena perbandingan DOP yang ditambahkan terlalu banyak dibandingkan PVC, yang mengakibatkan membran terlalu

lentur sehingga aktivitas anion semakin bertambah, bahan aktif terdistribusi lebih banyak ke fasa air, menyebabkan sensitifitas membran menurun. Penurunan sensitifitas membran nampak pada batas deteksi yang dihasilkan yaitu untuk komposisi membran 2 sebesar 6,65 x 10⁻⁶ M dan komposisi membran 3 sebesar 9,73 x 10⁻⁶ M. Selain itu, perbandingan zeolit yang ditambahkan lebih sedikit yang menyebabkan kapasitas tukar anion menurun karena jumlah gugus Si⁺ yang

tersedia untuk mengikat anion sulfat sangat sedikit. Sedangkan pada komposisi membran 1, harga Faktor Nernst mendekati harga Faktor Nernst teoritis (29,6mV/dekade konsentrasi) yaitu , 30 mV/dekade konsentrasi dengan batas deteksi yang rendah dibandingkan komposisi membran 2 dan 3 yaitu sebesar $2,47 \times 10^{-6}$ M. Hal ini menunjukkan kapasitas tukar anion tinggi yang disebabkan gugus Si⁺ banyak karena jumlah zeolit lebih banyak dibandingkan dengan perbandingan komposisi penyusun membran lainnya. Dari hasil penelitian diperoleh bahwa komposisi membran 1 dengan perbandingan zeolit : karbon aktif : PVC : DOP adalah 49 : 3 : 16 : 32 (% b/b) mampu memberikan harga faktor Nernst mendekati harga faktor Nernst teoritis

sebesar 29,6mV/dekade konsentrasi. Sehingga komposisi membran 1 tersebut dipilih sebagai komposisi membran optimum yang digunakan pada tahapan penelitian selanjutnya.

Waktu perendaman merupakan faktor penting yang berpengaruh terhadap kualitas sensor potensiometri ion sulfat yang ditunjukkan oleh harga Faktor Nernst. Waktu perendaman optimum diperlukan supaya menghasilkan sensor potensiometri yang lebih sensitif yang dilihat dari harga Faktor Nernstnya. Selanjutnya sensor potensiometri ion sulfat tersebut digunakan untuk pengukuran larutan sulfat dengan beberapa variasi konsentrasi kemudian dicatat harga potensialnya dan dihitung harga faktor Nernstnya.

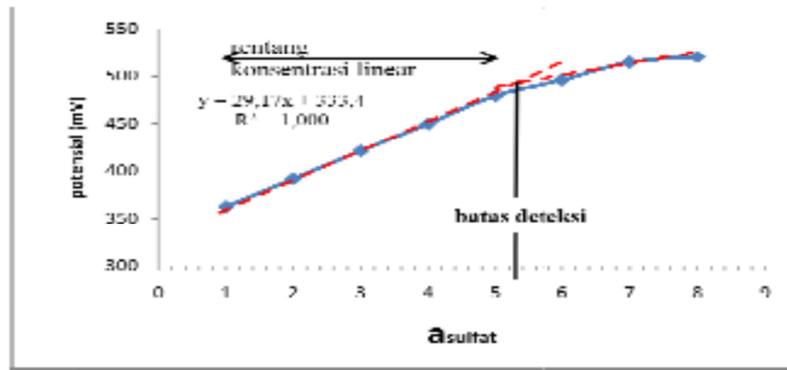


Gambar 1. Pengaruh lama perendaman terhadap harga faktor Nernst

Hasil pengamatan yang disajikan pada Gambar 1. menunjukkan lama perendaman sensor potensiometri ion sulfat pada perendaman 30 menit dan 40 menit masih memberikan harga Faktor Nernst dalam rentang yang masih diperbolehkan untuk ion divalen sulfat (SO_4^{2-}) yaitu 25-30 mV/dekade konsentrasi. Waktu perendaman optimum dicapai pada lama perendaman 30 menit dengan harga Faktor Nernst sebesar 29,30 mV/dekade konsentrasi.

Karakterisasi sifat dasar ESI sulfat

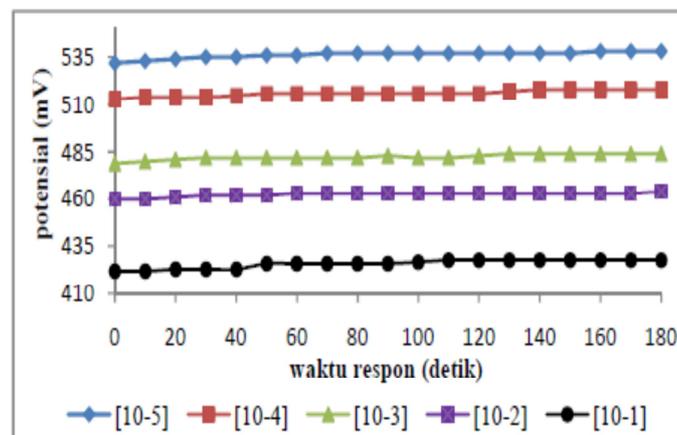
Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh hubungan antara potensial dengan aktivitas ion sulfat yang dapat menentukan batas deteksi dan range konsentrasi linier dari sensor potensiometri ion sulfat yang telah dibuat seperti gambar berikut ini:



Gambar 2. Kurva hubungan potensial (mV) terhadap a_{sulfat} untuk penentuan rentang konsentrasi dan batas deteksi

Dari Gambar 2. dapat diketahui bahwa sensor potensiometri ion sulfat yang dihasilkan memiliki harga Faktor Nernst yang mendekati harga teoritis yaitu 29,17 mV/dekade konsentrasi, memiliki rentang konsentrasi yang lebar yaitu 1×10^{-5} - 1×10^{-1} M. Hasil ini menunjukkan bahwa sensor potensiometri ion sulfat yang dibuat bersifat sensitif dan dapat dijadikan sebagai detektor dengan keakuratan deteksi yang tinggi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu respon yang

dimiliki oleh sensor potensiometri ion sulfat yang telah dibuat pada rentang konsentrasi liniernya (antara 10^{-5} - 10^{-1} M) adalah sebesar 70 detik. Semakin pekat atau makin tinggi konsentrasi larutan sulfat maka waktu responnya akan makin cepat. Hal ini disebabkan karena dalam larutan dengan konsentrasi yang lebih tinggi, terdapat lebih banyak ion sulfat sehingga akan mengakibatkan waktu kesetimbangan akan makin cepat tercapai.



Gambar 3. Kurva hubungan potensial (mV) terhadap waktu (detik) untuk penentuan waktu respon

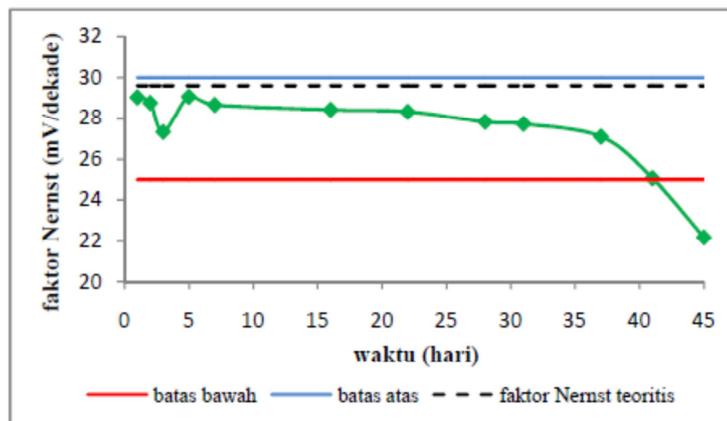
Berdasarkan hasil pengamatan usia pemakaian, dapat dilihat bahwa sensor potensiometri ion sulfat yang dihasilkan relatif stabil. Hal ini ditunjukkan dengan harga faktor Nernst hingga hari ke-41 tidak menyimpang terlalu jauh dari harga faktor Nernst teoritis (29,6 mV/decade konsentrasi) dan masih berada dalam harga Faktor Nernst yang diperbolehkan (25-30mV/dekade konsentrasi).

Stabilitas sensor potensiometri ion sulfat yang dihasilkan dipengaruhi oleh sifat membran yang digunakan.

Pada pembuatan sensor potensiometri ion sulfat, penambahan DOP sebagai pemlastis dapat menurunkan temperature transisi gelas (T_g) dari PVC sebagai matriks polimer, sehingga membran menjadi lentur dan kelarutan bahan aktif dalam air semakin dapat

ditahan sehingga semakin kecil kemungkinan keluarnya bahan aktif dari membran.

Akibatnya membran dapat digunakan dalam waktu yang lama.



Gambar 4. Kurva hubungan harga faktor Nernst terhadap waktu (hari)

Pada hari ke-45 pengukuran, sensitivitas sensor potensiometri ion sulfat menurun yang ditandai dengan penurunan harga faktor Nernst. Hal ini disebabkan karena homogenitas membran menurun akibat kurang hidrofobisitas salah satu komponen penyusun membran yang menyebabkan menurunkan sensitivitas dari sensor potensiometri ion sulfat. Kurangnya hidrofobisitas ini juga berpengaruh pada kemampuan tukar anion zeolit. Menurut Tan (1998), zeolit sebagai mineral alam merupakan polimer anorganik yang secara alami dapat mengadakan pertukaran dengan ion lain dari luar dengan adanya pengaruh air. Selain itu, setelah lama kontak dengan air, memungkinkan air terjebak di dalam membran. Hal ini menyebabkan timbulnya daerah-daerah yang berisi air di dalam membran sehingga menyebabkan homogenitas membran dan selektivitas sensor potensiometri ion sulfat akan menurun.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa komposisi optimum sensor potensiometri ion sulfat bermembran zeolit diperoleh pada komposisi perbandingan zeolit: karbon aktif: PVC: DOP sebesar 49:3:16:32 (% b/b) dalam pelarut THF dengan perbandingan 1:2 (b/v). Waktu perendaman optimum untuk sensor potensiometri ion sulfat bermembran zeolit adalah 30 menit. Sensor potensiometri ion sulfat bermembran zeolit dengan komposisi

dan waktu perendaman optimum memiliki karakteristik yang *Nernstian* dengan harga faktor Nernst $29,17 \pm 1,94$ mV/dekade konsentrasi, kisaran konsentrasi 10^{-5} - 10^{-1} M, batas deteksi $4,27 \times 10^{-6}$ M atau setara dengan 0,410 ppm sulfat, waktu respon 70 detik dan usia pemakaian selama 41 hari. Selain itu diperoleh reproduksibilitas yang baik pada sensor potensiometri ion sulfat bermembran zeolit dengan simpangan baku sebesar 1,94%.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous. 2009. *Sulfates*, <http://www.lentech.com/sulfates.htm#Introduction> (05 Juni 2010)
- Fardiyah, Q. & Bukhari. 2003, Aplikasi Elektrode Selektif Ion Nitrat untuk Penentuan Tak Langsung Gas NO_x di Udara, *Tesis*, Pasca Sarjana, ITB: Bandung.
- Fardiyah, Q & Andayani, U. 2005, *Modifikasi Elektrode Selektif Ion Sulfat Berbasis Kawat Platina Terlapis Untuk Penentuan Secara Tak Langsung Gas SO_x*, Penelitian DPP SPP, Universitas Brawijaya, Malang.
- Faridbod, F., Ganjali, M.R., Dinarvand, R. & Narouzi, P. 2008. Developments in The Field of Conducting and Nonconducting Polymer Based on Potentiometric Membrane Sensors for Ions Over The Pas Decad. *Sensors*, 8, 2331-2412

- Monk, P.S., 2001. *Fundamentals of Electroanalytical Chemistry*, England: John Wiley & Sons, Ltd.
- Rundle, C.C. 2000. *Used In Ion Selective Electrode Measurements (With Mathematical Formulae) Nico2000 Ltd*, <http://www.nico2000.net/DataSheets/electrodes.html> (20 Juni 2010)
- Tan, K.H. 1998. *Dasar-dasar Kimia Tanah*, Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada,
- Toebe, M.L., Dillen, J.A. & Jong, K.P. 2001. *Synthesis of Supported palladium Catalysts. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 173, 75-98
- Wroblewski, W. 2005. *Electrodes*, <http://www.csrg.ch.pw.edu.pl> (2 Juni 2010).
- Wygladac, K. 2006. *Solid State Sensors*, Warsaw University of Technology, Department of Analytical Chemistry, Poland.