

DETERMINASI GAS H_2S SECARA OPTIK
MENGUNAKAN REAGEN KERING TIMBAL ASETAT
DENGAN TEKNIK SOL-GEL

SKRIPSI



Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Oleh : Dianawati
NIM. 981810301110

Terima : Hadiah Pembelian : Tgl. 27 Feb 2003

S
Klass
542
D/A
d
C-1

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2003

MOTTO

"Apapun yang dapat engkau lakukan, atau impian dapat engkau lakukan, lakukanlah itu! Keberanian itu punya kuasa, keajaiban, serta kejeniusan di dalamnya"
(GOETHE)

"Seandainya kita tahu apa yang sedang kita kerjakan, itu takkan disebut riset bukan?"
(*Albert Einstein*)

"Siapapun yang belum pernah membuat kekeliruan tidak pernah mencoba sesuatu yang baru"
(Albert Einstein)

"Hasrat untuk mengetahui adalah wajar bagi orang-orang yang benar, karena cinta yang besar dari pengertian yang besar akan sesuatu yang dicintai"
(Curiosita)

"Tak banyak yang dapat kita lakukan sendiri; sangat banyak yang dapat kita lakukan bersama-sama"
(Helen Keller)

"TIDAK MUNGKIN ADA PERSAHABATAN TANPA KEPERCAYAAN, DAN TIDAK ADA KEPERCAYAAN TANPA INTEGRITAS"
(Samuel Johnson)

PERSEMBAHAN

Hasil Karya ini kupersembahkan untuk :

- ☞ Allah SWT atas karunia dan hidayah-Nya yang selalu menuntunku dalam menjalani kehidupan ini.
- ☞ Keluargaku: Mama, Bapak, A' Hendra, Ka' Debi dan Icha. Terima kasih atas semua kasih sayangnya, doa, kesabarannya, nasehat, semangatnya, motivasinya baik moril maupun materil .
- ☞ Keluarga Cimindi. Terima kasih telah menjadi sponsor utama selama empat tahun ini.
- ☞ Terima kasih pada Pak Bambang atas ide, bimbingannya, sarannya, diskusinya dan *Ocean Optics* serta serat optiknya sebagai alat pendukung tugas akhir ini.
- ☞ Terima kasih pada Pak Gani atas bimbingannya, sarannya, diskusinya, kritiknya, serta motivasi untuk menjadi lebih maju di masa depan.
- ☞ Rekan kerja SG: Neny, Yanti dan Rosmalia. Terima kasih atas kerja samanya, kekompakkannya, saran dan diskusinya. Ika, Remy, Dayat, Ndri, Tri, Heru, Sity, Via terima kasih untuk semuanya terutama motivasinya sangat berharga.
- ☞ Sahabat terbaikku Tanti, atas ketulusanmu, persahabatanmu dan pengertianmu, semoga menjadi sahabat sejutaku; dan Handoko, terima kasih atas bekerja samanya di laboratorium analitik dan diskusinya selama penelitian ini.
- ☞ Keluarga besar kimia angkatan'98 (jangan lupakan BKK'98) dan semua warga kimia yang telah banyak membantu dalam penelitian ini.
- ☞ Titin, Sulis, Eni, Yeni, Elis, Diah dan Aning. Terima kasih atas kekeluargaannya dan keakraban kalian selama di Jember.
- ☞ Almamater Tercinta

DEKLARASI

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan Maret 2002 sampai dengan Januari 2003 di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Februari 2003

Dianawati



ABSTRAK

Determinasi Gas H_2S Secara Optik menggunakan Reagen Kering Timbal Asetat Dengan Teknik Sol-Gel, Dianawati, 981810301110, Skripsi, Februari 2003, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Sensor gas H_2S yang berbasis reagen kering terdiri dari timbal asetat, H_2O , TEOS, etanol, dan HCl telah dibuat. Pembuatan ini dilakukan pada temperatur ruangan dengan teknik sol-gel. Selanjutnya sensor ini digunakan untuk mengukur konsentrasi gas H_2S di udara. Sol-gel yang dihasilkan memiliki kondisi fisik berwarna putih keruh, membrannya kaku dan memiliki ketebalan 0,45mm. Berdasarkan hasil penelitian ini menunjukkan karakteristik sebagai berikut: perubahan warna dari putih keruh menjadi abu-abu gelap dengan waktu respon sensor sekitar 67,52 detik. Daerah konsentrasi yang diamati 0-58,80 ppm dan memiliki reproduibilitas yang tinggi ditunjukkan oleh koefisien variasi sebesar 0,107%. Sensor dengan sol-gel ini memiliki batas deteksi 12,66 ppm dan tingkat sensitivitasnya sebesar 0,0293. Karakteristik yang dimiliki sensor reagen kering tersebut dapat dijadikan sebagai metode alternatif untuk memonitor gas H_2S dan sol-gel ini merupakan sensor sekali pakai.

Kata Kunci: sensor reagen kering, gas H_2S , timbal asetat, sol-gel

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember pada :

Hari : KAMIS

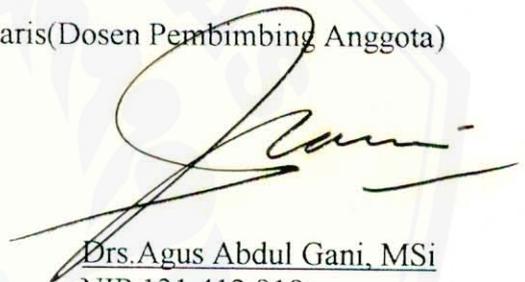
Tanggal : 27 FEB 2003

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua(Dosen Pembimbing Utama)

Sekretaris(Dosen Pembimbing Anggota)

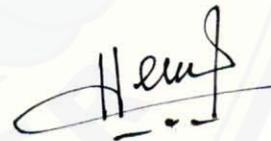
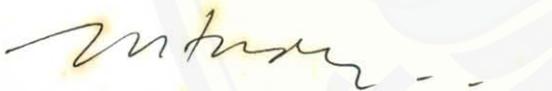


Drs. Bambang Kuswandi, MSc. PhD
NIP 132 094 129

Drs. Agus Abdul Gani, MSi
NIP 131 412 918

Anggota I

Anggota II

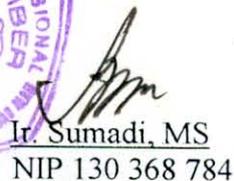


Drs. Mukh. Mintadi, MSc
NIP 131 945 804

Asnawati, S.Si, MSi
NIP132 240 146



Mengesahkan
Dekan FMIPA UNEJ



Ir. Sumadi, MS
NIP 130 368 784

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala berkah dan rahmat-Nya, akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan serta dukungan dari banyak pihak, baik moril maupun saran dan pemikiran. Untuk itu tidak lupa penulis sampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
3. Dosen Pembimbing Utama, atas ide, bimbingan dan sarannya.
4. Dosen Pembimbing Anggota, atas bimbingan dan saran-sarannya.
5. Dosen Penguji, atas kritik dan sarannya.
6. Ketua Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia fakultas MIPA Universitas Jember.
7. Seluruh keluargaku tercinta yang telah banyak memberikan dukungan baik moril maupun material.
8. Keluarga besar kimia angkatan '98
9. Seluruh pihak yang telah membantu dari awal hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Harapan penulis semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi di bidang kimia analitik. Untuk itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang dapat membangun dari kesempurnaan skripsi ini.

Jember, Februari 2003

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN MOTTO	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN DEKLARASI	iv
ABSTRAK	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Pencemaran Udara.....	4
2.2 Karakteristik Gas Hidrogen Sulfida	5
2.3 Pembuatan Gas Hidrogen Sulfida	5
2.4 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik.....	6
2.5 Sol-Gel.....	9
2.5.1 Reaksi Hidrolisis	10
2.5.2 Reaksi Kondensasi	11
2.6 Prekursor Sol-Gel Berbasis Silikon Alkoksida	13
2.7 Peranan Katalis Pada Sol-Gel.....	14

2.8	Teknik Imobilisasi.....	15
2.8.1	Adsorpsi.....	15
2.8.2	Enkapsulasi.....	15
2.8.3	Entrapment.....	16
2.8.4	Cross-linking.....	16
2.8.5	Ikatan Kovalen.....	16
2.9	Karakteristik Timbal Asetat.....	17
2.10	Metode Iodimetri.....	17
III. METODE PENELITIAN		19
3.1	Tempat dan Waktu Penelitian.....	19
3.2	Rancangan Penelitian.....	19
3.2.1	Diagram Alir Percobaan.....	19
3.2.1.1	Diagram Alir Pembuatan Sol-Gel.....	19
3.2.1.2	Diagram Alir Penentuan Konsentrasi Gas H ₂ S Standar.....	19
3.2.2	Diagram Eksperimen.....	20
3.3	Rancangan Alat.....	21
3.3.1	Penentuan Gas H ₂ S dengan Metode Iodimetri.....	21
3.3.2	Pengukuran Gas H ₂ S secara Optik dengan Sol-Gel Timbal Asetat.....	21
3.4	Bahan dan Alat.....	22
3.4.1	Bahan.....	22
3.4.2	Alat.....	22
3.5	Prosedur Kerja.....	22
3.5.1	Preparasi bahan.....	22
3.5.1.1	Preparasi Larutan Baku Iod 0,05M.....	22
3.5.1.2	Preparasi Larutan Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1M.....	22
3.5.1.3	Larutan ZnSO ₄ 1M.....	23
3.5.2	Standarisasi Larutan Iod.....	23
3.5.3	Penentuan Gas H ₂ S dengan Metode Iodimetri.....	23
3.5.3.1	Pembuatan Gas H ₂ S Standar.....	23
3.5.4	Titration dengan I ₂	24

3.5.5	Pengukuran Gas H ₂ S dengan Metode Sol-Gel	24
3.5.5.1	Optimasi Komposisi Sol-Gel.....	24
3.5.5.2	Preparasi Sol-gel.....	24
3.5.5.3	Pencetakan Sol-Gel	24
3.5.6	Parameter yang Ditentukan	25
3.5.6.1	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	25
3.5.6.2	Penentuan Waktu Respon Sensor.....	25
3.5.7	Karakterisasi Sol-Gel Timbal Asetat.....	25
3.5.7.1	Pembuatan Kurva Kalibrasi	25
3.5.7.2	Daerah Konsentrasi	26
3.5.7.3	Batas Deteksi.....	26
3.5.7.4	Sensitivitas.....	27
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Kondisi Fisik Imobilisasi Timbal Asetat pada Sol-gel.....	28
4.2	Respon Sol-Gel Timbal Asetat Terhadap Gas H ₂ S	29
4.3	Karakteristik Sol-Gel Timbal Asetat.....	32
4.3.1	Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}).....	32
4.3.2	Waktu Respon Sensor	33
4.3.3	Kurva Kalibrasi	35
4.3.4	Batas Deteksi	36
4.4.5	Sensitivitas	36
V.	KESIMPULAN DAN SARAN	37
5.1	Kesimpulan	37
5.2	Saran	37
DAFTAR PUSTAKA		38

DAFTAR GAMBAR

Gambar-1 Sistem Pengukuran Serat Optik	7
Gambar-2 Sistem Pengukuran Refleksi	8
Gambar-3 Mekanisme Reaksi Hidrolisis	11
Gambar-4 Mekanisme Reaksi Protonasi Pada Silanol.....	12
Gambar-5 Mekanisme Reaksi Kondensasi Air	12
Gambar-6 Mekanisme Reaksi Kondensasi Alkohol	13
Gambar-7 Proses Protonasi Silikon Alkoksida dengan Katalis Asam ..	14
Gambar-8 Diagram Alir Imobilisasi Timbal Asetat pada Sol-Gel.....	19
Gambar-9 Diagram Alir Pembuatan Konsentrasi Gas H ₂ S Standar.....	19
Gambar-10 Rancangan Alat Penentuan [H ₂ S] secara iodimetri.....	21
Gambar-11 Rancangan Alat Pengukuran [H ₂ S] dengan Serat Optik	21
Gambar-12 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pada Konsentrasi 58,80 ppm	33
Gambar-13 Grafik Waktu Respon Sensor pada λ_{maks} 578,21 nm	34
Gambar-14 Penentuan Kurva Kalibrasi pada λ_{maks} 578,21 nm dan Daerah Konsentrasi 0-58,8 ppm.....	35

DAFTAR TABEL

Tabel-1 Perbandingan Komposisi Massa Besi Sulfida (FeS) dan Volume HCl 1M.....	23
Tabel-2 Tabel Pengamatan Hasil Optimasi Pembuatan Sol-gel	28
Tabel-3 Data Hasil Titrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan I_2	46
Tabel-4 Data Perhitungan Konsentrasi Gas H_2S dengan Iodimetri.....	46
Tabel-5 Data Perhitungan Limit Deteksi.....	49



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran-1 Data Intensitas Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	41
Lampiran-2 Data Intensitas Penentuan Waktu Respon Pada λ_{Maks} 578,21 nm	43
Lampiran-3 Data Kalibrasi Sol-Gel-Timbal Sulfida Pada λ_{Maks} 578,21 nm	45
Lampiran-4 Perhitungan Penentuan Konsentrasi Gas H ₂ S dengan Metode Iodimetri	46
Lampiran-5 Perhitungan Uji-t Untuk Koefisien Korelasi (r) Kurva Kalibrasi	48
Lampiran-6 Perhitungan Limit Deteksi.....	49
Lampiran-7 Perhitungan Reprodusibilitas.....	51
Lampiran-8 Perbedaan Fisik Sol-Gel Timbal Asetat Sebelum dan Sesudah Reaksi dengan Gas H ₂ S.....	52



I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Udara merupakan atmosfer bumi yang memiliki fungsi penting bagi kehidupan makhluk hidup, di mana udara memiliki komposisi tertentu. Sejalan dengan perkembangan industri pada daerah perkotaan, kesetimbangan komposisi udara terganggu bahkan komposisinya berubah yaitu dengan masuknya zat-zat pencemar seperti polutan. Kebanyakan polutan adalah produk reaksi kimia yang dapat menimbulkan masalah jika terdapat dalam lingkungan dengan konsentrasi yang sangat kecil yaitu ppm (bagian per juta) atau ppb (bagian per milyar) menurut massa (Ratnaningsih, 1997). Salah satu polutan udara yang berbahaya adalah gas H_2S . Oleh karena itu perlu suatu cara untuk memonitor kadar gas H_2S di udara.

Teknik yang sudah dikembangkan dalam beberapa tahun terakhir ini untuk mendeteksi gas H_2S adalah teknik sensor. Teknik sensor ini memanfaatkan sifat sensitifitas dari suatu reagen yang diimmobilisasi pada matrik pendukung terhadap analit. Ada beberapa metode yang dikembangkan antara lain: mendeteksi hidrogen sulfida secara sensor optik menggunakan kertas yang diimpregnasi dengan timbal asetat (Narayanaswamy, 1988). Pada metode ini H_2S dideteksi dengan mengukur reflektannya melalui serat optik pada kertas yang diimpregnasi dengan timbal asetat yang mampu mengukur gas H_2S pada konsentrasi 50 ppb dengan reproduibilitas yang tinggi. Faktor yang mempengaruhi responnya adalah kelembaban dan laju alir, jika kelembaban rendah maka pengukuran dalam mendeteksi gas H_2S akan menghasilkan nilai reflektan yang kurang sensitif terhadap perubahan konsentrasi gas H_2S . Kemudian ada metode lain yang digunakan dalam menganalisis gas H_2S yaitu sensor hidrogen sulfida berbasis pada immobilisasi timbal asetat. Ini merupakan suatu analisis secara kualitatif dimana teknik immobilisasi dilakukan secara fisika yaitu mengkapsulasi timbal asetat pada nafion dan chitosan yang diimpregnasi pada kertas (kertas filter). Terjadinya respon dengan perubahan warna dari tidak berwarna menjadi abu-abu gelap sebagai hasil dari pensensoran H_2S , dan lebih jelas perubahan warnanya jika

film tersebut dalam keadaan basah (dibasahi oleh air). Jika film tersebut kering maka perubahan warna tersebut akan hilang menjadi tidak berwarna kembali. Metode ini perlu mempertahankan kelembaban film tersebut agar responnya dapat dipertahankan (Kuswandi, 1999).

Metode lain yang dikemukakan oleh Fang, dan kawan-kawan (2000), yaitu mendeteksi sifat H_2S pada temperatur kamar dan mekanisme sol-gel film tipis CeO_2-SnO_2 . Metode ini dilakukan pada temperatur dibawah 400 K dan tidak menggunakan alkoksida sebagai prekursor tetapi berdasarkan sifat CeO_2-SnO_2 yang sensitif terhadap gas H_2S sehingga dapat memberikan respon yang cepat dan memiliki selektifitas dan sensitifitas yang tinggi. Film tipis CeO_2-SnO_2 mampu mendeteksi gas H_2S hingga konsentrasi 5 ppm. Namun tidak menunjukkan sensitifitas yang baik untuk konsentrasi gas H_2S dibawah 1 ppm.

Metode baru, yang dilakukan oleh Prasetyo (2002), bahwa gas H_2S dapat dideteksi dengan reagen kering timbal asetat yang diimobilisasi oleh PVC sebagai matrik pendukungnya secara entrapment, akan menghasilkan respon yang sangat baik yaitu dengan menunjukkan perubahan warna hitam yang sangat jelas. PVC ini stabil terhadap asam dan dapat diregenerasi sehingga dapat digunakan berulang-ulang. Metode ini mempunyai limit deteksi sekitar 47,2 ppm, namun diperlukan waktu respon yang cukup lama.

Pada penelitian ini, penulis ingin mengembangkan metode lain untuk membuat sensor gas H_2S yaitu teknik sol-gel. Teknik sol-gel ini membuat material pendukung dari kombinasi senyawa organik anorganik yang memiliki sifat yang transparan secara optik (Collinson, *et.al.* 2000). Sol-gel dibuat dengan menerapkan teknik imobilisasi enkapsulasi, dimana reagen yang sensitif untuk analit tertentu dienkapsulasi dalam matriks silika oksida dengan prekursor Tetra Etoksi Orto Silan (TEOS). Reagen yang digunakan adalah timbal asetat. Timbal asetat selektif terhadap gas H_2S , ditandai dengan perubahan warna menjadi hitam (timbal sulfida) saat gas H_2S bereaksi dengan sensor timbal asetat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut, ada beberapa permasalahan yang diungkapkan dalam penelitian ini antara lain:

- 1) sejauh mana kondisi fisik immobilisasi timbal asetat dengan teknik sol-gel?,
- 2) sejauh mana respon sensor sol-gel timbal asetat terhadap konsentrasi gas H_2S ?,
- 3) sejauh mana karakteristik (linier range, limit deteksi, sensitifitas dan reproduibilitas) sol-gel timbal asetat terhadap gas H_2S ?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan sebagai berikut:

- 1) mempelajari teknik immobilisasi timbal asetat dengan teknik sol-gel,
- 2) mempelajari respon sensor sol-gel timbal asetat terhadap gas H_2S ,
- 3) menentukan karakteristik sol-gel timbal asetat terhadap gas H_2S .

1.4 Manfaat Penelitian

- 1) memberikan metode alternatif yang mudah dan sederhana serta memiliki sensitifitas dan reproduibilitas yang tinggi untuk mendeteksi gas H_2S .
- 2) metode sol-gel dimanfaatkan untuk mendeteksi gas toksik di udara sebagai pengembangan teknologi sensor di bidang lingkungan.



II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pencemaran Udara

Pencemaran udara dapat diartikan berubahnya salah satu komposisi udara dari keadaan normalnya, dalam jumlah tertentu untuk jangka waktu yang cukup lama sehingga akan mengganggu kehidupan manusia, hewan, dan tanaman (Wardhana, 1995). Pencemaran udara pada suatu tingkat tertentu merupakan campuran dari satu atau lebih bahan pencemar (polutan), baik berupa padatan, cairan atau gas yang masuk terdispersi ke udara dan kemudian menyebar ke lingkungan dan sekitarnya (Fardiah, 1992).

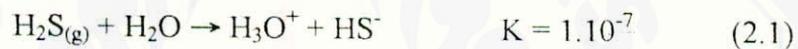
Salah satu polutan yang berbahaya dan bersifat toksik adalah gas H_2S , dimana gas ini dapat dihasilkan dari letusan gunung berapi dan juga dari pembusukan persenyawaan sulfur oleh mikrobia misalnya pada serbuk kayu. Gas H_2S juga dihasilkan dari aktifitas manusia, dimana gas H_2S dibebaskan ke udara pada proses dekomposisi persenyawaan yang mengandung sulfur dan paling banyak ditemukan pada tempat pengolahan minyak bumi, pemakaian batu bara serta industri-industri (Manahan, 1994). Karena gas H_2S mempunyai toksisitas yang tinggi maka nilai ambang batas konsentrasi gas H_2S yang diperbolehkan di udara sekitar 10 ppm sampai 15 ppm dalam selang waktu kurang lebih delapan jam (Ariens, 1994).

Peristiwa pencemaran gas H_2S dapat menyebabkan merusak kesehatan manusia bahkan kematian. Contoh kasus, pada tahun 1950 di Poza Rica Meksiko, terjadi pelepasan H_2S yang digunakan untuk memperoleh sulfur dari gas alam. Peristiwa tersebut menyebabkan 22 orang meninggal dan 300 orang lebih masuk rumah sakit dengan gejala iritasi sistem pernafasan dan kerusakan sistem syaraf pusat. Kasus lain terjadi pada 1975 di Texas, suatu peristiwa kebocoran gas H_2S dari eksperimen sumur minyak sekunder. Eksperimen ini adalah suatu proses memperoleh petroleum dari sumur minyak sekunder dengan mencoba memakai karbondioksida dengan menggantikan air pada tekanan tinggi, yang membunuh 9 orang yang mencoba melarikan diri dari asap yang mematikan ini (Manahan, 1994).

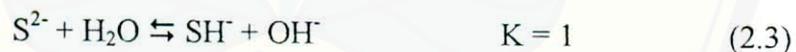
2.2 Karakteristik Hidrogen Sulfida

Hidrogen sulfida (H_2S) mengandung atom hidrogen 5,92% dan sulfur 94,09%. H_2S bersifat toksik, tidak berwarna, mudah terbakar, baunya menyengat dan larut sedikit dalam air dan alkohol (Stecher, 1960). Toksisitas gas H_2S jauh melampaui asam sianida (HCN) (Cotton, 1989). Larutan dari hidrogen sulfida yang jenuh (pada 20°C dan tekanan 1 atm) adalah sekitar 0,1075 mol/L (Svehla, 1990).

H_2S merupakan asam lemah yang berbasa dua, dimana H_2S hanya dapat berdisosiasi sedikit pada konsentrasi rendah. Bila H_2S disolvasi dalam air pada tekanan 1 atm maka akan diperoleh larutan jenuhnya sekitar 0,1M, ini yang menyebabkan H_2S termasuk asam lemah. H_2S dikatakan berbasa dua karena memiliki tetapan ionisasi seperti dibawah ini (Weiss, 1993):



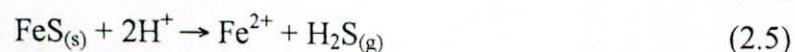
Cotton dan Wilkinson (1989) menjelaskan, sehubungan dengan kecilnya tetapan ionisasi yang kedua, berarti hanya ion-ion SH^- yang ada dalam larutan sulfida ionik, dan S^{2-} hanya terdapat dalam larutan yang bersifat basa. Sesuai dengan kesetimbangan berikut:



Sulfur mempunyai keelektronegatifan lebih rendah dari O_2 , yang berarti senyawanya mempunyai sifat kurang ionik. Ikatan H-S-H merupakan suatu ikatan ionik yang lemah.

2.3 Pembuatan Hidrogen Sulfida

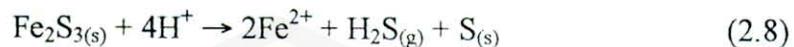
Gas H_2S diperoleh dari reaksi asam dengan sulfida logam (Cotton, 1989). Svehla (1990) menjelaskan bahwa, besi (II) sulfida (FeS) mudah larut dalam asam dengan melepaskan hidrogen sulfida. Endapan yang basah akan menjadi coklat setelah terkena udara karena dioksidasikan menjadi $\text{Fe}_2\text{O}(\text{SO}_4)_2$



Gas H₂S dapat dibuat dari larutan basa, dimana Fe³⁺ direaksikan dengan amonium sulfida (NH₄)₂S dan menghasilkan Fe₂S₃ yang berwarna hitam.



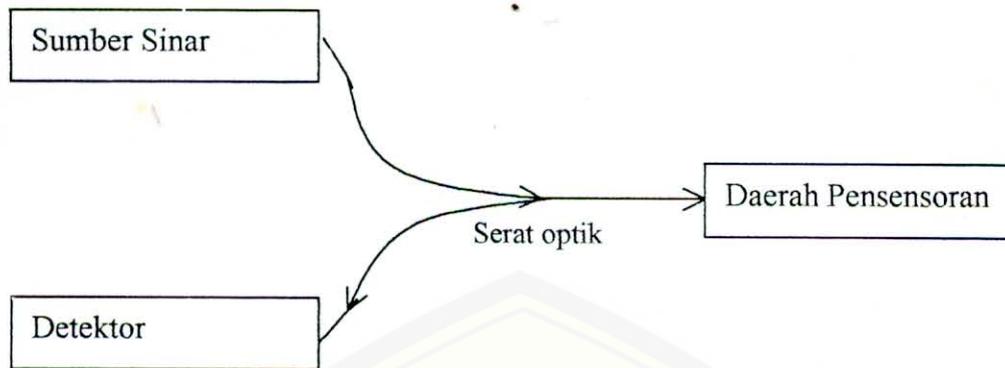
Jika ditambahkan larutan asam, maka ion besi (III) tereduksi menjadi besi (II) dan terbentuk sulfur:



2.4 Sensor Kimia Berbasis Serat Optik

Menurut Kellner (1998), sensor kimia dapat didefinisikan suatu alat yang mempunyai kemampuan untuk mendeteksi suatu spesi kimia baik berupa larutan atau gas. Respon yang diperoleh akan diterjemahkan dalam informasi secara elektrik atau sinyal optik. Sensor kimia tidak hanya digunakan untuk mendeteksi spesi suatu analit tetapi juga untuk pengukuran beberapa parameter yang diperlukan dalam melakukan suatu proses analisis, seperti limit deteksi, selektifitas, reproduibilitas, waktu respon, daerah kerja dan lainnya.

Sensor kimia berbasis serat optik merupakan salah satu jenis dari sensor kimia. Konsep dasar dari sensor kimia serat optik didasarkan pada rambatan sinar dari sumber sinar melalui serat optik dan diarahkan pada daerah dimana terjadi interaksi antara sistem pengukur dengan transduksi kimiawi. Transduksi kimiawi merupakan suatu reagen yang diimobilisasi dan memiliki sifat spesifik dan sensitif untuk analit tertentu, sehingga mampu digunakan untuk pengukuran trace (mikro). Interaksi ini menghasilkan sebuah modulasi sinyal optik (informasi secara kimia), selanjutnya diterima oleh serat optik lainnya dan dikirim ke sistem pengukuran sinyal optik yaitu detektor, seperti gambar dibawah ini: (Kuswandi, 2001)



Gambar-1. Sistem Pengukuran Serat Optik

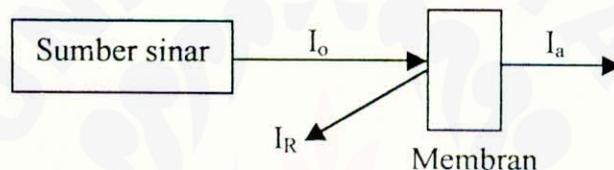
Prinsip pengukuran untuk sensor kimia berbasis serat optik berdasarkan pada variabel kimia yang menyebabkan perubahan dari sifat-sifat optik suatu sensor, sebagai hasil interaksi antara radiasi elektromagnetik dan materi pensor. Pengukuran yang tepat dan secara kuantitatif terhadap perubahan sinyal optik, maka perubahan kimia tersebut dapat dikalibrasi dengan indikator yang sesuai untuk inspeksi visual dan analisis (Kuswandi, 2001).

Salah satu cara dalam sistem transduksi yang dapat memodulasi sinyal dalam serat optik yang biasa digunakan orang adalah intensitas. Intensitas dari suatu sinar yang ditransmisikan dalam serat optik dapat langsung dimodulasi oleh parameter yang memiliki sifat-sifat optik atau reagen khusus yang dihubungkan dengan serat optik. Parameter yang digunakan antara lain seperti konsentrasi, pH dan sebagainya (Kuswandi, 2001).

Mendeteksi analit berdasarkan interaksi analit dan reagen yang diimobilisasi dengan serat optik salah satunya menggunakan teknik refleksi. Menurut Ingle dan kawan-kawan (1988), sifat absorpsi suatu materi yang tidak tembus cahaya tidak dapat diukur secara langsung dengan menggunakan spektrometer UV-VIS, namun menggunakan teknik spektrometri refleksi. Teknik refleksi umumnya digunakan untuk cat, tekstil, plastik, tinta dan sebagainya yang tidak tembus cahaya seperti sol-gel timbal asetat. Dari pengukuran ini memberikan informasi semikuantitatif tentang karakteristik sampel dan juga sifat permukaan (ukuran partikel, bentuk dan orientasi).

Pada penelitian ini sistem pengukurannya menggunakan teknik refleksi. Sistem refleksi yang digunakan adalah sistem refleksi difusi, di mana terjadinya peristiwa refleksi seperti gambar-2 berdasarkan interaksi antara sinar datang (I_o) menumbuk suatu permukaan seperti membran yang tebal atau tidak tembus cahaya sehingga dihasilkan sinar yang dipantulkan kembali (I_R) yang diikuti oleh sebagian sinar yang diabsorpsi (I_a) dan dihamburkan dengan pergerakan sinar yang acak namun keduanya memiliki nilai yang kecil sehingga diabaikan, dan reflektan dapat dirumuskan dengan persamaan:

$$R = I_R / I_o \quad (2.9)$$



Gambar-2. Sistem Pengukuran Refleksi

Hasil interaksi antara sinar dari serat optik dengan analit berupa respon sensor yang tergantung pada jenis analit yang berinteraksi dengan fase reagen. Suatu reagen (R) berinteraksi dengan spesies analit (A) membentuk suatu produk (AR) dapat dinyatakan dalam reaksi:



baik R atau AR biasanya mengabsorpsi atau merefleksikan, sehingga dapat diukur secara optik. Reagen yang digunakan biasanya selektif yang menghasilkan perubahan optik yang kuat dengan analit tertentu. Maka diperoleh kesetimbangan yang terjadi selama reaksi kimia antara A dan R, dan kesetimbangan ini dapat dinyatakan yaitu:

$$K = \frac{[AR]}{[A][R]} \quad (2.11)$$

dimana K adalah konstanta kesetimbangan. Selama reaksi kimia reagen (R) dikonsumsi, sehingga setiap perubahan absorbansi atau reflektan disebabkan oleh berkurangnya R atau bertambahnya AR. Oleh karena itu setiap perubahan

optik dari R atau AR dapat dihubungkan dengan konsentrasinya, sehingga dapat dihubungkan dengan konsentrasi dari suatu analit.

$$[AR] = K [A] [R] \quad (2.12)$$

bila reagen tersebut dikonsumsi selama reaksi berlangsung maka total konsentrasi mula-mula (c_R) dari reagen tersebut pada setiap waktu adalah

$$c_R = [AR] + [R] \quad (2.13)$$

maka dari persamaan 2.12 dan 2.13, konsentrasi analit dapat dinyatakan:

$$[A] = 1/K \{([c_R]/[R]) - 1\} \quad (2.14)$$

Pengukuran menggunakan sensor serat optik ini memiliki kelebihan dari metode konvensional yaitu pasif secara elektrik, fleksibel, dapat diminiatur dengan mudah, tidak mahal, tahan terhadap korosi, dapat dilakukan pengukuran secara *in situ*. Namun sensor juga memiliki kelemahan antara lain waktu respon yang diperoleh lama untuk sensor yang memiliki fasa yang berbeda dengan analit karena adanya transfer massa. Selain itu juga dari sistem optik seperti hilangnya sinyal optik dari konektor, tertekuknya serat optik dan gangguan dari cahaya sekitarnya (Kuswandi, 2001).

2.5 Sol-Gel

Teknologi sol-gel digunakan untuk membuat senyawa campuran organik dan anorganik melalui reaksi kimia yang dilakukan pada temperatur kamar, hingga diperoleh suatu sifat yang baru dan biasanya dimanfaatkan untuk membuat bahan-bahan membran seperti gelas dan keramik (Perry, 1996).

Perry (1996), mendefinisikan sol adalah sistem koloid, dimana partikel atau molekul yang besar terdispersi pada fase larutan. Sedangkan definisi gel adalah suatu sistem koloid yang bersifat padatan terdispersi dalam fase larutan.

Menurut Collinson, *et.al* (2000), proses sol-gel relatif sederhana, yaitu mengimobilisasi reagen secara enkapsulasi ke dalam matrik yang stabil, dimana reagen yang digunakan adalah reagen yang spesifik dan selektif terhadap respon analit.

Proses sol-gel meliputi jaringan anorganik melalui pembentukan suspensi koloid dan gelatinasi pada suspensi koloid tersebut membentuk jaringan dalam

fase cairan (*gel*) (Lev, 1995). Proses sol-gel dapat dibentuk pada temperatur rendah dan berubah menjadi gelas tanpa proses pemanasan dengan temperatur tinggi (Brinker, 1990). Melalui proses ini dapat diperoleh homogenitas material oksida anorganik dengan sifat kekerasan yang diinginkan, tahan terhadap perubahan secara kimia, diperoleh porositas yang diinginkan dan resistan secara termal serta dapat diproduksi pada temperatur rendah (Keefer, 1990).

Sol-gel merupakan proses pembuatan polimer yang berbentuk gel. Menurut Wenten (2000), sol-gel ini menggunakan dua proses antara lain *sintering* yaitu pembentukan pori polimer dari monomer dengan menambahkan serbuk reagen pada temperatur ruangan, karena ukuran pori ditentukan oleh ukuran dan distribusi partikel tersebut. Proses yang kedua adalah inversi fasa yaitu suatu proses dimana terjadi perubahan bentuk polimer larutan menjadi suatu padatan yang dilengkapi dengan penguapan pelarutnya.

Reaksi yang terjadi pada proses sol-gel adalah hidrolisis, kondensasi alkohol dan kondensasi air, dapat dilihat pada mekanisme reaksi dibawah ini (Perry, 1996):

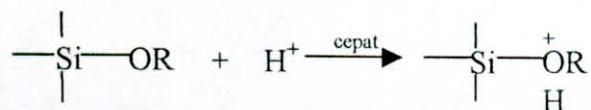


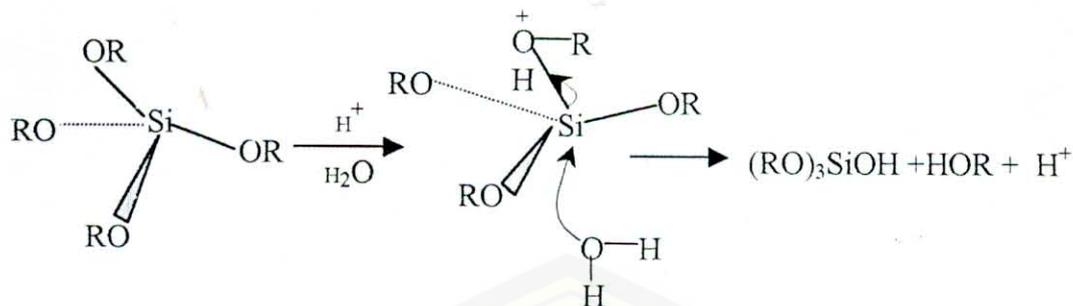
Dimana: M adalah logam (seperti Si); R adalah gugus fungsi

2.5.1 Reaksi Hidrolisis

Secara umum reaksi hidrolisis merupakan reaksi SN_2 yaitu reaksi substitusi dengan terjadinya keadaan transisi yang melibatkan dua partikel seperti nukleofilik dan molekul yang disubstitusi (bimolekuler) (Fessenden, 1999).

Menurut Keefer (1990), reaksi hidrolisis merupakan reaksi penambahan air, gugus alkoksida (OR) digantikan oleh gugus hidroksil (OH), seperti pada gambar dibawah ini:





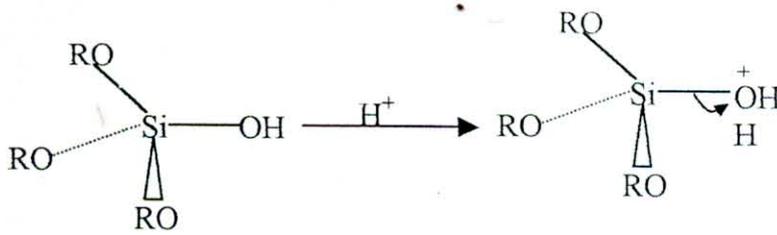
Dimana R adalah CH_3 atau C_2H_5

Gambar-3. Mekanisme Reaksi Hidrolisis

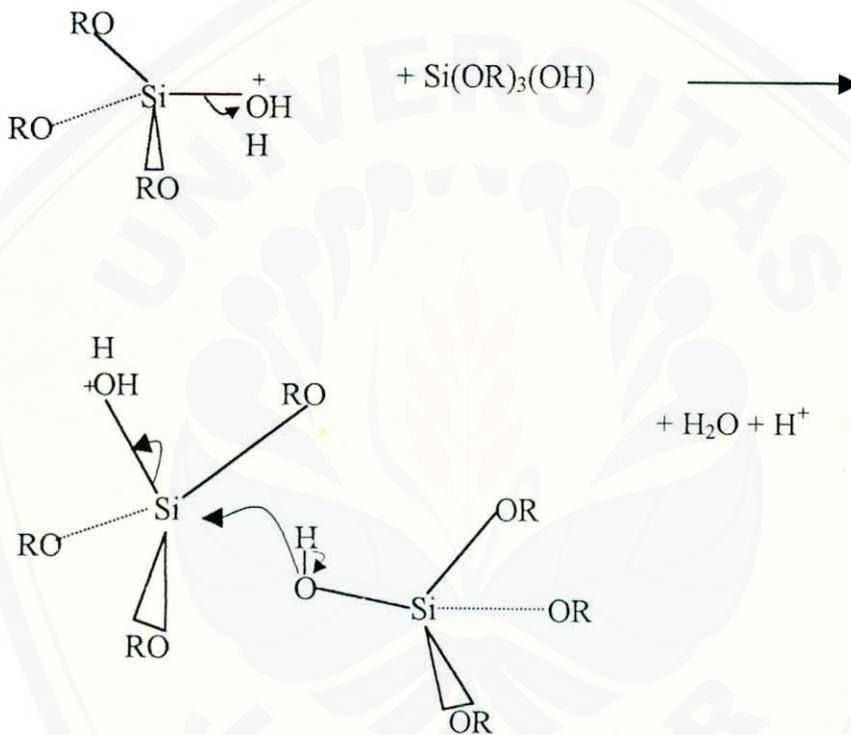
Alkoksida (OR) diprotonasi oleh ion H^+ dengan cepat, dimana ion hidrogen ini berasal dari katalis asam. Setelah terjadi protonasi, atom Si menjadi sangat elektrofil dan mudah diserang oleh air. Air merupakan salah satu nukleofil netral yang mempunyai pasangan elektron bebas sehingga dapat menyerang senyawa lain untuk terjadinya reaksi substitusi (Fessenden, 1999). Pada reaksi hidrolisis ini terjadi reaksi SN_2 yaitu terbentuknya keadaan transisi dimana atom Si membentuk koordinat lima, keadaan transisi terjadi serangan molekul air dan melepas salah satu molekul alkoksida (OR). Hasil dari hidrolisis ini adalah silanol ($\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{OH}$).

2.5.2 Reaksi Kondensasi

Reaksi kondensasi berlangsung dua tahap yaitu kondensasi alkohol dan kondensasi air. Reaksi kondensasi alkohol terjadi bersamaan dengan reaksi hidrolisis (Keefe, 1990) karena sama-sama membentuk ikatan dari silan alkoksida yang diprotonasi oleh ion H^+ . Mekanisme yang terjadi pada kondensasi adalah protonasi silanol oleh ion hidrogen, kemudian diserang oleh nukleofil membentuk ikatan siklosana Si-O-Si . Pada kondensasi yang bertindak sebagai nukleofil adalah silanol ($\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{OH}$) yang menyerang silanol yang lain, seperti pada gambar dibawah ini:



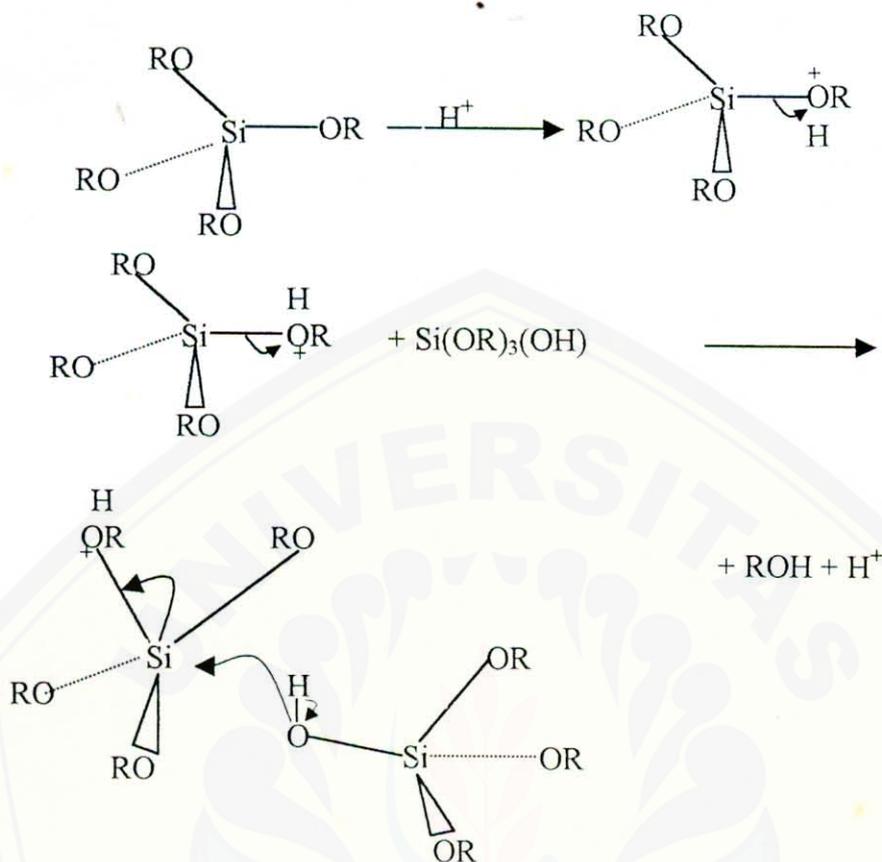
Gambar-4. Mekanisme Reaksi Protonasi pada Silanol



Gambar-5. Mekanisme Reaksi Kondensasi Air

• Pada kondensasi air, reaksi yang terjadi adalah silanol diprotonasi oleh ion H^+ kemudian bereaksi dengan silanol lain membentuk ikatan Si-O-Si dan dihasilkan produk sampingan yaitu air dan ion hidrogen yang akan terbentuk kembali menjadi HCl .

Mekanisme reaksi kondensasi alkohol yang terjadi yaitu silikon alkoksida diprotonasi oleh ion H^+ dan bereaksi dengan silanol membentuk ikatan Si-O-Si dan dihasilkan etanol, seperti gambar dibawah ini:



Gambar-6. Mekanisme Reaksi Kondensasi Alkohol

Hasil dari kedua proses yaitu hidrolisis dan kondensasi adalah terbentuknya polimer organosilan, dan produk sampingan seperti air dan alkohol seperti pada persamaan 2.16 dan 2.17. *Sol* yang terbentuk akan berubah fasa menjadi gel. Selama pengeringan (*drying*), molekul volatil yang dijerat seperti air dan alkohol terlepas atau menguap dan *network sol-gel* yang dihasilkan akan menyusut (Keefe, 1990). Pada *network sol-gel* diisi oleh molekul reagen yang diimobilisasi pada waktu pembuatan sol-gel.

2.6 Prekursor Sol-Gel Berbasis Silikon Alkoksida

Prekursor adalah suatu bahan dasar dalam pembuatan suatu polimer gel, dimana prekursor ini merupakan senyawa alkoksida logam atau logam yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif, kemudian direaksikan dengan spesies yang

aktif seperti air dan membentuk suatu spesies dimana logamnya menjadi aktif (Brinker, 1994).

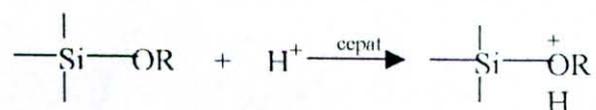
Logam alkoksida yang umum digunakan adalah alkosilan seperti Tetra Etoksi Orto Silan (TEOS) dan Tetra Metoksi Orto Silan (TMOS). Namun ada alkoksida lain yang dapat digunakan seperti alumina, titanium dan borat dan kadang-kadang dicampur dengan TEOS (Lev, 1995).

Silikon alkoksida, $\text{Si}(\text{OR})_4$ merupakan monomer yang memiliki struktur molekul tetrahedral (Baboneau, 1994). Silikon mempunyai elektronegatifitasnya besar dibandingkan dengan logam alkoksida yang lain dan tidak menunjukkan kecenderungan perluasan koordinasi, sehingga reaktifitasnya cukup kecil karena itu stabil terhadap reaksi hidrolisis, kondensasi dan nukleofilik. Sedangkan logam dengan reaktifitas yang besar perlu adanya pengontrolan pada kondisi pembuatan sol-gel seperti kelembaban dan temperatur untuk memperoleh material yang homogen (Perry, 1996). Karena ini sangat mempengaruhi struktur sol-gel yang diperoleh.

2.7 Peranan Katalis pada Sol-gel

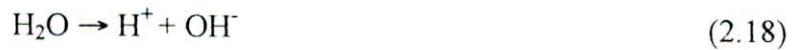
Pada pembuatan sol-gel digunakan katalis yang berperan dalam reaksi hidrolisis. Keberadaan katalis menyebabkan terjadinya reaksi substitusi nukleofilik yaitu dengan mentransfer proton dari molekul yang menyerang alkoksida atau ligan hidroksida dalam keadaan transisi dan terjadi pemutusan spesies yang diprotonasi seperti alkohol dan air (Perry, 1996).

Proses dengan katalis dapat mempercepat waktu reaksi pembuatan sol-gel, karena waktu reaksi mempengaruhi struktur sol-gel yang dihasilkan. Proses sol-gel dengan katalis asam, yang berperan dalam mekanisme reaksi hidrolisis adalah ion H^+ yang memprotonasi silikon alkoksida, seperti pada gambar dibawah ini:



Gambar-7. Proses Protonasi Silikon Alkoksida dengan Katalis Asam

Pada mekanisme reaksi hidrolisis dengan katalis basa maka H_2O akan terdisosiasi dengan cepat membentuk anion hidroksil (OH^-) yang akan menyerang atom silikon, seperti mekanisme reaksi dibawah ini:



Hasil dari pembuatan sol-gel dengan katalis asam adalah struktur polimer yang linier dan hasil dengan katalis basa merupakan suatu struktur polimer yang bercabang (Keefer, 1990).

2.8 Teknik Imobilisasi

Teknik imobilisasi adalah suatu metode dimana material yang sesuai dilekatkan pada matrik pendukungnya. Ada lima teknik yang umum digunakan yaitu adsorpsi, enkapsulasi, entrapment, Cross-linking, dan ikatan kovalen

2.8.1 Adsorpsi

Merupakan teknik yang sederhana karena mudah dalam preparasinya. Reagen yang sensitif diadsorpsi diatas resin polimer khusus (misal XAD series) atau secara langsung pada permukaan serat optik (Kuswandi, 2001). Adsorpsi dibedakan menjadi dua macam yaitu fisisorpsi, dimana ikatan yang terjadi pada material melalui van der waals, kadang-kadang ikatan hidrogen atau berdasarkan transfer muatan. Sedangkan kemisorpsi, ikatan yang terjadi adalah melalui ikatan kovalen. Namun material yang diadsorpsi sangat rentan terhadap perubahan pH, temperatur dan kekuatan ionik. Metode ini hanya sesuai untuk masa penyelidikan yang pendek (Eggins, 1997).

2.8.2 Enkapsulasi

Material yang diletakan dibawah membran, sehingga dihasilkan kontak yang erat antara material dengan transduser. Dalam metode ini, membran yang digunakan untuk menjerat material pada transduser adalah membran inert. Teknik sol-gel umumnya menggunakan imobilisasi enkapsulasi, dimana reagen terperangkap dalam *network* oksida gelas (Kuswandi, 2001). Keunggulan dari teknik imobilisasi ini antara lain dapat mengurangi terjadinya kontaminasi dan

biodegradasi material atau reagen, stabil terhadap perubahan temperatur, pH, kekuatan ionik dan komposisi kimia. Teknik ini dapat dilewati oleh beberapa material seperti molekul-molekul kecil, molekul gas dan elektron. Metode ini pertama kali digunakan untuk biosensor glukosa dengan elektrode oksigen (Eggins, 1997).

2.8.3 Entrapment

Teknik imobilisasi dimana material dicampur dengan larutan monomer, artinya material dijerat didalam matrik polimer gel. Namun ada kelemahan dari teknik ini yaitu menghambat difusi analit sehingga reaksi berjalan lambat dan berpengaruh pada waktu respon sensor dan juga menghambat aktifitas material karena adanya ikatan silang dengan polimernya (Eggins, 1997). Sedangkan menurut Kuswandi (2001) reagen dijerat dalam sebuah struktur polimer yang permeabel terhadap parameter yang diselidiki.

2.8.4 Cross-Linking

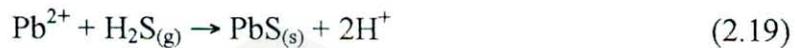
Material diikat secara kimia pada matrik pendukungnya seperti gel. Ini biasanya digunakan untuk menstabilisasikan material yang diadsorpsi. Pada ikatan silang ini memiliki kelemahan yaitu menghambat difusi analit, kekuatan mekaniknya kurang baik, dan merusak aktifitas material (Eggins, 1997).

2.8.5. Ikatan Kovalen

Imobilisasi dimana terjadi ikatan antara gugus fungsi material pada matrik pendukungnya. Ini perlu suatu kondisi yang dapat dikontrol seperti pada temperatur rendah, memiliki kekuatan ioniknya kecil dan pH netral. Kelebihan dari teknik ini adalah ikatan yang terjadi sangat kuat sehingga tidak terjadi pelepasan material pada matriknya (Eggins, 1997). Ikatan kovalen secara praktis adalah mengikat reagen dengan ikatan kovalen baik secara langsung dengan serat optik atau pada matrik pendukung padatan (Kuswandi, 2001).

2.9 Karakteristik Timbal

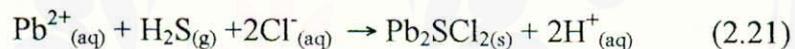
Svehla (1990) memaparkan bahwa, timbal merupakan logam berwarna abu-abu kebiruan. Ion timbal dapat bereaksi dengan hidrogen sulfida dalam suasana netral atau asam encer sehingga dihasilkan endapan timbal sulfida yang berwarna hitam, dimana reaksinya adalah:



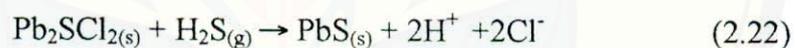
Jika gas H_2S dialirkan pada larutan yang mengandung endapan putih timbal klorida maka dihasilkan timbal sulfida hitam dan terjadi reaksi pertukaran endapan:



Jika uji ini dilakukan dengan adanya klorida dalam jumlah yang banyak maka akan terbentuk endapan berwarna merah dari timbal sulfoklorida, bila gas H_2S dialirkan ke dalam larutan akan terjadi reaksi:



dan dapat terurai jika penambahan H_2S berlebih, sehingga terbentuk endapan hitam timbal sulfida (PbS):



Parker (1986) mengemukakan bahwa, timbal asetat merupakan salah satu senyawaan dari timbal yang diperoleh dalam bentuk hidratnya $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, kristalnya berwarna putih dan baunya seperti asetat. Timbal asetat merupakan reagen yang spesifik dan selektif terhadap H_2S membentuk endapan berwarna hitam PbS .

2.10 Metode Iodimetri

Prinsip iodimetri adalah analit dioksidasi oleh I_2 sehingga I_2 akan tereduksi menjadi ion iodida. Reaksinya:



dimana iod merupakan oksidator yang tidak terlalu kuat, sehingga hanya zat-zat yang merupakan reduktor yang cukup kuat yang dapat dititrasi. Indikator yang digunakan adalah amilum dengan perubahan warna menjadi biru (Haryadi, 1990).

Menurut Day dan Underwood (1999) bahwa iod merupakan suatu padatan yang sedikit atau sukar larut dalam air, namun mudah larut dalam kalium iodida membentuk ion tri-iodida (I_3^-). Keseimbangan tersebut dapat terjadi dalam larutan itu:



Maka pada metode iodimetri, larutan iod dibuat dengan KI sebagai pelarutnya, namun larutan iod ini tidak stabil dan perlu standarisasi. Larutan iod tidak stabil karena iod mudah menguap, dapat teroksidasi oleh udara pada pH rendah dan oksidasi ini dapat dipercepat oleh cahaya dan panas, maka larutan iod ini harus disimpan dalam tempat yang gelap (Day, 1999).

Larutan iod ini distandarisasi dengan natrium tiosulfat, maka konsentrasi iod total diperoleh sebagai I_2 bebas dan I_3^- tidak bebas karena sesudah iod dihilangkan akibat interaksi dengan natrium tiosulfat, sejumlah iod baru dibebaskan dari tri-iodida agar keseimbangan tidak terganggu (Day, 1999).

Metode iodimetri digunakan untuk menentukan konsentrasi H_2S , iod (I_2) di sini digunakan sebagai oksidator yang mengoksidasi ion sulfida dari H_2S . Iod sendiri mengalami reduksi menjadi I^- dan sulfida akan mengalami oksidasi menjadi unsurnya (Jeffrey, 1986). Reaksinya sebagai berikut:





III. METODOLOGI

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2002 sampai dengan Januari 2003. Penelitian ini dilakukan di laboratorium kimia analitik, jurusan kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Rancangan Penelitian

3.2.1 Diagram Alir Percobaan

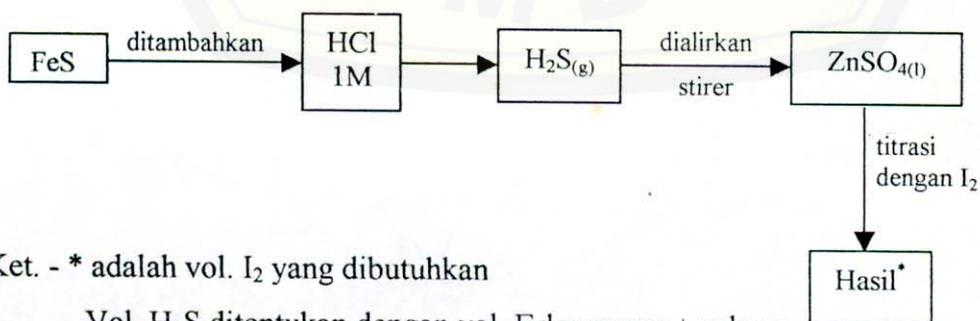
3.2.1.1 Diagram Alir Pembuatan Sol-gel (imobilisasi timbal asetat)



Gambar-8. Diagram Alir Imobilisasi Timbal Asetat Pada Sol-Gel

(Kuswandi, B and Narayanaswamy, 1999)

3.2.1.2 Diagram Alir Penentuan Konsentrasi Gas H₂S dengan Iodimetri

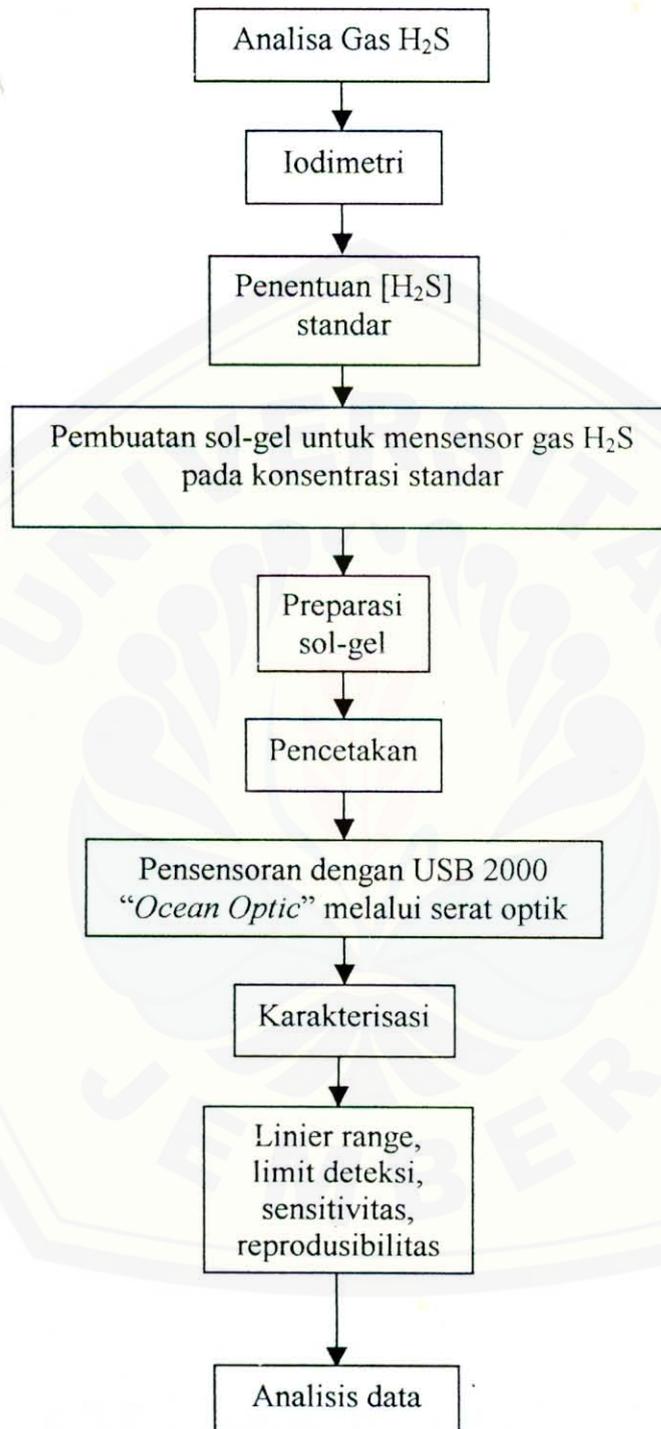


Ket. - * adalah vol. I₂ yang dibutuhkan

Vol. H₂S ditentukan dengan vol. Erlenmeyer + selang

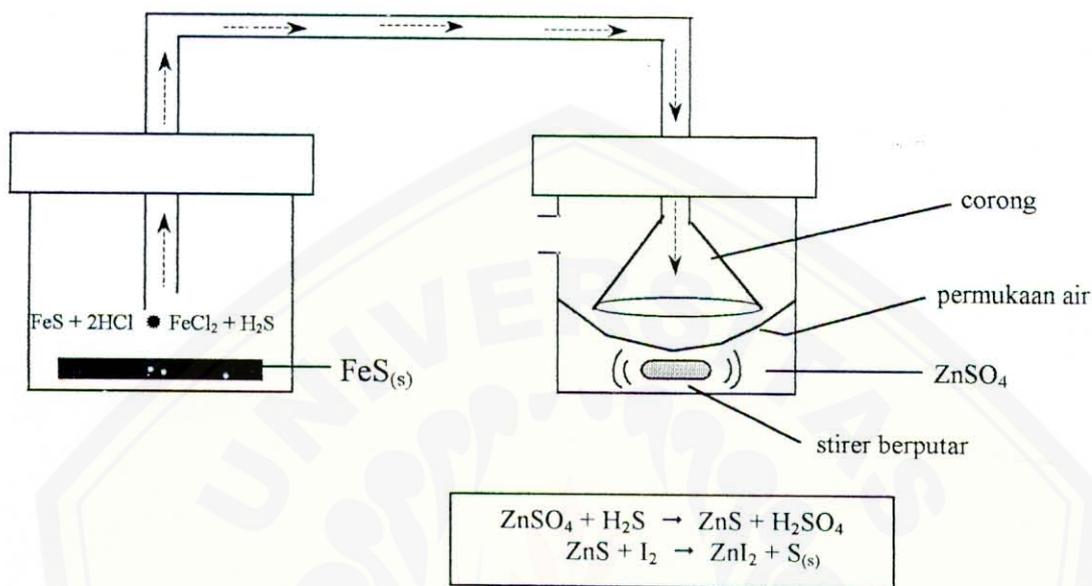
Gambar-9. Diagram Alir Pembuatan Konsentrasi Gas H₂S Standar

3.2.2 Diagram Eksperimen



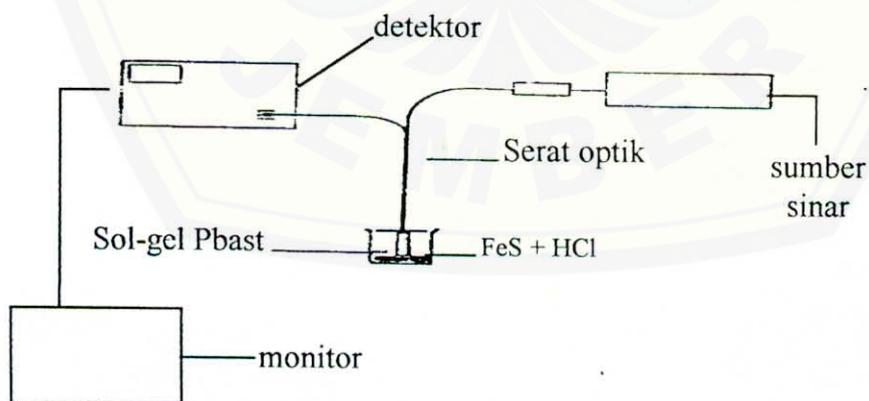
3.3 Rancangan Alat

3.3.1 Penentuan Gas H₂S dengan Teknik Iodimetri



Gambar-10. Rancangan Alat Penentuan [H₂S] secara Iodimetri

3.3.2 Pengukuran Gas H₂S Secara Optik Dengan Sol-Gel Timbal Asetat



(Ahmad, *et.al*, 1998)

Gambar-11. Rancangan Alat Pengukuran [H₂S] dengan Serat Optik

3.4 Bahan dan Alat

3.4.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain: $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (Merck); HCl 37% pa (Merck); TEOS pa (Schuchardt); etanol 98%; FeS (padat); I_2 (padat) (Merck), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Merck); KI (padat) (Merck); $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Merck); amilum pa; akuades; dan kertas saring.

3.4.2 Alat

Peralatan gelas yang digunakan untuk penelitian ini antara lain: erlenmeyer pyrex (25 mL); beaker glass pyrex (50mL, 100mL); labu ukur pyrex (50mL, 100mL, 250mL); pipet mohr pyrex (1mL, 5mL, 10mL); pipet volum pyrex (5mL, 10mL); pipet tetes, botol semprot; buret; penangas; neraca analitis; petri disk; spektrometer *USB 2000 "Oceans Optics"*; serat optik; stirer magnetik; dan aluminium foil.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Preparasi Bahan

3.5.1.1 Preparasi Larutan Baku Iod 0,05 M

Membuat larutan baku iod dengan konsentrasi 0,05M dilakukan dengan melarutkan 3,172 gram iod dalam larutan KI 0,025M hingga volume 250 mL dan distirer hingga homogen dan wadah larutan iod ditutup dengan plastik hitam agar tidak terdekomposisi oleh udara. Larutan ini digunakan untuk titrasi larutan ZnSO_4 dalam penentuan konsentrasi gas H_2S standar.

3.5.1.2 Preparasi Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1M

Membuat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1M dengan cara melarutkan 6,024 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan akuades yang telah dididihkan selama 5-10 menit agar steril dan didinginkan, sampai dengan volume 250mL. Preparasi larutan ini untuk menstandarisasi larutan baku iod.

3.5.1.3 Larutan $ZnSO_4$ 1 M

Membuat larutan $ZnSO_4$ 1M dengan cara melarutkan 28,744 gram $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ dengan akuades sampai dengan 100 mL. Preparasi larutan ini untuk melarutkan gas H_2S yang dihasilkan dari wadah A pada rancangan alat 3.3.1, kemudian dititrasi dengan larutan baku iod yang telah distandarisasi.

3.5.2. Standarisasi Larutan Iod

1 mL larutan $Na_2S_2O_3$ dalam erlenmeyer ditambahkan 3 tetes amilum kemudian dititrasi dengan larutan baku iod hingga terjadi perubahan warna menjadi ungu muda. Prosedur ini dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Standarisasi larutan iod ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi larutan baku iod yang sebenarnya setelah dilarutkan dalam larutan KI 0,025M.

3.5.3 Penentuan Gas H_2S dengan Metode Iodimetri

3.5.3.1 Pembuatan Gas H_2S Standar

Kristal FeS dimasukkan ke dalam erlenmeyer seperti rancangan alat 3.3.1 kemudian ditambahkan HCl 1M dengan menggunakan alat suntikan, kemudian diperoleh gas H_2S . Gas yang dihasilkan tersebut dialirkan melalui selang ke *beaker glass* yang sudah berisi 10 mL larutan $ZnSO_4$ 1M. Proses ini dilakukan dengan distirer selama 5 jam. Pembuatan gas ini dilakukan dengan variasi massa FeS dan volume HCl pada tabel-1. Tujuan membuat variasi komposisi ini untuk pengukuran parameter-parameter yang ditentukan dan pembuatan kurva kalibrasi.

Tabel-1. Perbandingan Komposisi Massa FeS dan Volume HCl 1M

No.	Massa FeS (g)	Volume HCl 1M (mL)	Mol H_2S
1.	0,044	1	$5 \cdot 10^{-4}$
2.	0,088	2	$1 \cdot 10^{-3}$
3.	0,132	3	$1,5 \cdot 10^{-3}$
4.	0,176	4	$2 \cdot 10^{-3}$
5.	0,22	5	$2,5 \cdot 10^{-3}$

3.5.4 Titrasi dengan I_2

Hasil dari prosedur 3.5.3.1 ditambahkan amilum 3 tetes dititrasi dengan larutan baku iod. Titrasi ini dilakukan hingga terjadi perubahan warna menjadi agak keunguan. Prosedur ini dilakukan untuk setiap variasi komposisi FeS dan HCl dan masing-masing dilakukan tiga kali pengulangan. Prosedur ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui jumlah mol H_2S yang dihasilkan dan kemudian diperoleh konsentrasi gas H_2S yang dihasilkan dengan volume gas diukur dari volume erlenmeyer dan selang yang digunakan selama pembuatan gas H_2S .

3.5.5 Pengukuran Gas H_2S dengan Metode Sol-gel

3.5.5.1 Optimasi Pembuatan Sol-gel

Optimasi ini dilakukan dengan merubah perbandingan komposisi sol-gel yang optimum sehingga mampu mendeteksi gas H_2S dengan variasi konsentrasi pada tabel-1 serta waktu respon yang dihasilkan pendek (cepat). Prosedur ini dilakukan dengan merubah jumlah timbal asetat yang ditambahkan sedangkan komposisi sol-gel yang lain tetap (konstan). Selain itu yang dioptimasi adalah sistem pencetakan dan proses *drying* sol-gel. Pengukuran setiap optimasi ini dilakukan secara kualitatif digunakan untuk mensensor gas H_2S .

3.5.5.2 Preparasi Sol-gel

Sebanyak 0,758 gram kristal Pb asetat ditambah 1,38 mL akuades, kemudian 1,5 mL TEOS, dan etanol 98% 1,5 mL serta terakhir HCl 0,1M 0,03 mL. Komposisi campuran ini distirer hingga homogen membentuk larutan yang agak kental (sol).

3.5.5.3 Pencetakan Sol-gel

Larutan yang kental (sol) dicetak pada kertas saring dengan metode plating (seperti sablon) untuk diperoleh sol-gel lapis tipis. Metode ini menggunakan pelat plastik yang permukaannya rata. Kemudian dibiarkan semalam untuk membentuk sol-gel yang kering.

3.5.6 Parameter yang Ditentukan

3.5.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks})

Mengukur intensitas sol-gel timbal asetat menggunakan spektrometer *USB 2000 "Oceans Optics"* yang dihubungkan dengan serat optik. Proses pengukurannya dilakukan pada panjang gelombang 300-800 nm. Prosedur pengukurannya berdasarkan rancangan alat 3.3.2

3.5.6.2 Penentuan Waktu Respon

Waktu respon adalah waktu yang diperlukan untuk sensor mencapai kesetimbangan suatu reaksi. Pengukuran waktu respon sol-gel terhadap gas H_2S dilakukan pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan salah satu konsentrasi gas H_2S . Pengukuran waktu respon dilakukan dengan cara merunut waktu mulai dari disuntikan HCl 1M ke dalam erlenmeyer yang berisi FeS sampai diperoleh intensitas konstan.

3.5.7 Karakterisasi Sol-gel Timbal Asetat

3.5.7.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat berdasarkan komposisi gas H_2S pada tabel-1 dengan perlakuan yang sama seperti prosedur 3.5.6.1.

Kurva kalibrasi dibuat dengan memplotkan antara konsentrasi gas H_2S sebagai absis dan intensitas sebagai koordinat, diperoleh persamaan regresi dan koefisien korelasinya (r). Kemudian dilakukan pengujian terhadap koefisien korelasi dengan uji t , rumus yang digunakan seperti dibawah ini: (Miller and Miller, 1993).

$$t_{hit} = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} \quad (3.1)$$

Pengukuran kurva kalibrasi dilakukan dengan tiga kali pengulangan, sehingga diperlukan pengujian terhadap hasil pengulangan intensitas yaitu mengukur reproduisibilitasnya. Reproduibilitas merupakan metode pengulangan percobaan yang dilakukan memiliki perbedaan nilai antar percobaan semiminal

mungkin. Nilai reproduibilitas diperoleh dari rumus koefisien variasi seperti rumus dibawah ini: (Body *and* Calcutt, 1988)

$$K_v = \left[\frac{s_B}{\bar{x}} \right] \times 100\% \quad (3.2)$$

Dimana: s_B = standar deviasi

\bar{x} = intensitas rata-rata;

K_v = koefisien variasi (RSD)

Semakin besar harga koefisien variasi berarti semakin kecil tingkat reproduibilitasnya.

3.5.7.2 Daerah Konsentrasi (Linier Range)

Linier Range merupakan daerah dimana kurva respon yang linier terhadap slope yang diperoleh. Linier range dapat digambarkan dari kurva kalibrasi dengan memplotkan antara sumbu x dengan sumbu y, dimana sumbu x adalah konsentrasi gas H_2S dan sumbu y adalah intensitas.

Hingga diperoleh persamaan linier yaitu: (Caulcutt *and* Boddy, 1983).

$$y = bx + a \quad (3.3)$$

Dimana: y = intensitas

b = slope

a = intersep

3.5.7.3 Batas Deteksi (Limit Deteksi)

Limit deteksi adalah konsentrasi terkecil yang memberikan sinyal pada sensor, dapat dirumuskan sebagai berikut: (Miller *and* Miller, 1993)

$$Y_{LOD} = y_B - 3S_B \quad (3.4)$$

Dimana: Y_{LOD} = limit deteksi

$y_B = a$ = intersep kurva kalibrasi

$S_B = S_{y/x}$ = standar deviasi kurva kalibrasi

Untuk menghitung nilai S_B , digunakan rumus :

$$S_{y/x} = \left\{ \frac{\sum (y - \hat{y})^2}{n - 2} \right\}^{1/2} \quad (3.5)$$

dimana: \hat{y} diperoleh dengan memasukkan harga x pada pers. regresi

3.5.7.4 Sensitivitas

Sensitivitas yang digunakan pada penelitian ini adalah sensitivitas kalibrasi. Sensitivitas adalah perubahan konsentrasi terkecil yang masih dapat memberikan perubahan sinyal yang besar. Pengukuran sensitivitas ini berdasarkan dari kurva kalibrasi yang dihasilkan dengan mengukur respon sensor sol-gel pada setiap konsentrasi gas H_2S standar. Sensitivitas kalibrasi dibaca berdasarkan slope kurva kalibrasi (m) yang diperoleh (Ingle, *et.al*, 1988).

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian ini dalam determinasi gas H_2S secara optik menggunakan reagen kering timbal asetat dengan teknik sol-gel, dapat disimpulkan sebagai berikut:

- 1) Kondisi fisik sol-gel yang dihasilkan berwarna putih keruh; membran menjadi kaku dan mempunyai ketebalan 0,45mm.
- 2) Respon sensor sol-gel terhadap gas H_2S ditunjukkan oleh perubahan warna dari putih keruh menjadi abu-abu gelap selama 67,512 detik.
- 3) Karakteristik sol-gel timbal asetat yang dihasilkan berdasarkan pengukuran secara optik melalui serat optik antara lain: panjang gelombang maksimumnya 578,21 nm; daerah konsentrasinya 0-58,80 ppm dengan limit deteksi 12,66 ppm dan nilai koefisien variasinya adalah 0,107% serta mempunyai tingkat sensitivitas sebesar 0,0293. Sol-gel timbal asetat merupakan sensor sekali pakai.

5.2 Saran

Penerapan teknik sol-gel untuk gas masih diperlukan pengembangan lebih lanjut yaitu:

- 1) Memodifikasi suatu rancangan alat untuk penentuan konsentrasi gas H_2S yang memiliki ruangan yang benar-benar tersekat.
- 2) Penggunaan media pendukung selain kertas saring seperti plastik transparan yang dapat melekatkan sol-gel dengan harapan sol-gel tersebut dapat diregenerasi dan dipakai berulang-ulang.
- 3) Memodifikasi komposisi sol-gel yang akan digunakan dengan menambahkan suatu matrik yang tidak merubah struktur sol-gel yang dihasilkan terutama untuk skala industri.



DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M., *et.al.* 1998. Development Of an Hg(II) Fibre-Optic Sensor For Aqueous Environment Monitoring. Dalam *Talanta*. No. 47. Hal. 273-283.
- Ariens, E.J., *et.al.* 1994. *Toksikologi Umum Pengantar*. Terjemahan Yoke R.W dari *Allgemeine Toxycologie, Eine Einfuhring* (1987). Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Baboneau, F., *et.al.* 1994. Sol-Gel Synthesis Of Heterometallic Oxopolymer. Dalam *In Organic & Organometallic Polymer II Advanced Material & Intermediet*. ACS Symposium Series 572 (American Chemical Society).
- Brinker, C.J., and G.W. Scherer. 1990. *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. New York: Academic Press. Inc.
- Brinker, C.J, *et.al.* 1994. Structure Property Relationships In Sol-Gel Derived Thin Films. Dalam *In Organic & Organometallic Polymer II Advanced Material & Intermediet*. ACS Symposium Series 572 (American Chemical Society).
- Caulcutt, R. and Boddy, R. 1983. *Statistic For Analytical Chemistry*. London: Chapman and Hall.
- Collinson, M. Maryanne and A.R. Howells. 2000. Sol-Gel and Electrochemistry. Dalam *Analytical Chemistry*. No. 1. Hal 703-709A.
- Cotton, F.A. dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Suhati Suharto dari *Inorganic Chemistry* (1976). Jakarta: Universitas Indonesia.
- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Terjemahan Harry Firman dari *Polymer Chemistry* (1982). Bandung: ITB.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Aloysius. Jakarta: Erlangga.
- Eggins, B. R. 1997. *Biosensor an Introduction*. England: John Wiley and Sons. Inc. A wiley-Interscience Publication.
- Fang, G., Z. Liu, C. Liu and K.L., Yao. 2000. Room Temperatur H₂S Sensing Propeptries and Mechanism of CeO₂-SnO₂ Sol-Gel Thin Film. Dalam *Sensor and Actuators B*, (66): 46-48.
<http://www.elsevier.nl/locate/sensorb>.
- Fardiaz, Srikandi. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Kanisius.

- Fessenden, R.J., dan J.S. Fessenden. 1999. *Kimia Organik*. Jilid 1. Jakarta: Erlangga.
- Haryadi, W. 1990. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Gramedia.
- Ingle, J.R., D.James and Stanley R. Crouch. 1988. *Spectrochemical Analysis*. USA: Prentice Hall International, Inc.
- Jeffrey, G.H., *et.al.* 1986. *Vogel's Text Book of Quantitative Chemical Analysis*. Fifth Edition. New York: longman Scientific and Technical.
- Keefer, K.D. 1990. In: Silicon Based Polymer Science: A Comprehensive Resource. Dalam *American Chemical Society*. Hal 227-240. ACS Advances In Chemistry no. 224A.
- Kellner, R., J.M., and Marmet, M.Otto. 1998. *Analytical Chemistry*. Germany: John Wiley and Sons. Inc. A Wiley-Interscience Publication.
- Kuswandi, B. 1999. *Preparation of Hydrogen Sulphide Sensor Based on Immobilised Lead Acetate: A Preliminary Qualitative Result*. UnPublished. Hal 1-3.
- _____. 2001. *Sensor Kimia Serat Optik: Konsep, Disain, dan Instrumentasi*. Jember: Universitas Jember.
- _____. 2001. *Prospek Pengembangan Sensor Kimia & Biosensor Berbasis Serat Optik Di Indonesia*. Jember: Jurusan Kimia FMIPA UNEJ.
- Kuswandi, B., and R., Narayanaswamy. 1999. *A Distributed Optode for In-Situ Monitoring of Total Heavy Metal Concentrations*. Australian International Symposium on Analytical Science (1999). Hal 83-86.
- Lev, O., *et.al.* 1995. *Analytical Chemistry*. No. 67. Hal. 22-30.
- Manahan, S., E. 1994. *Environmental Chemistry*. Sixth Edition. C.R Press. Inc.
- Miller, J.C., and J.N. Miller. 1993. *Statistic For Analytical Chemistry*. England: Ellis Horwood. PTR. Trentice Hall.
- Narayanaswamy, R. 1993. Optical Chemical Sensors: Transduction and Signal Processing. Dalam *Analyst*. Vol. 118. Hal. 317-322.
- Narayanaswamy, R., and Sevilla, F. 1988. Optosensing of Hydrogen Sulphide Through Paper Impregnated with Lead Acetate. Dalam *Analytical Chemistry*. No. 329. Hal 789-792.

- Parker, S.P. 1986. *Dictionary of Chemical Terms*. Singapore: McGraww-Hill Book Company.
- Perry, C. Dr. Carole. 1996. *Sol-Gel Teknologi The Way Forward for Tomorrow's Materials*. Nothingham. Ternt University. Hal 1-105 sg.
- Prasetyo, B. Handoko, 2002. *Pengembangan Sensor Gas Hirogen Sulfida Berbasis Reagen Kering Timbal Asetat*. Jember: FMIPA Universitas Jember.
- Ratnaningsih, E., Dr., dan Drs. Hiskia Ahmad. 1997. *Kimia Organik Ilmu Kimia & Kehidupan Ilmu Kimia Lingkungan*. Bandung: Koordinator Kimia TPB, Jurusan Kimia FMIPA ITB.
- Stecher, Paul, G., *et.al.* 1960. *The Merck Index of Chemical and reagen*. New Jersey, USA: Merck and Co., Inc.
- Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Terjemahan Ir. L. Setiono dan Dr. A. Hadyana Pudjaatmaka dari *Textbook of Macro and Semimicro Qualitatif Inorganic Analysis* (1979). Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Wardhana, W. Arya. 1995. *Dampak Pencemaran Lingkungan*. Yogyakarta: Andi Offset.
- Weiss, G. S., *et.al.* 1993. *Experiment General Chemistry*. Sixth Edition. Canada: Macmillan Publishing Company.
- Wenten, I.G. 2000. *Development of Technology in Indonesia: Prospect and Chalenges Proceeding 2nd*. ITB-UNESCO.

Lampiran-1. Data Intensitas Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

λ (nm)	INTENSITAS BLANKO			RERATA	• INTENSITAS ANALIT			RERATA	INTENSITAS (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
300.340	106.024	105.495	105.099	105.539	96.904	96.961	96.674	96.845	8.693
306.300	105.931	105.442	105.009	105.461	96.883	96.900	96.653	96.812	8.649
312.250	105.877	105.401	105.002	105.427	96.849	96.861	96.615	96.775	8.652
318.190	105.792	105.274	104.926	105.331	96.804	96.804	96.554	96.721	8.610
324.130	105.783	105.322	104.934	105.346	96.749	96.749	96.481	96.660	8.687
330.060	105.741	105.310	104.928	105.326	96.720	96.717	96.436	96.624	8.702
336.330	105.692	105.268	104.921	105.294	96.685	96.657	96.379	96.574	8.720
340.150	105.646	105.203	104.888	105.246	96.717	96.664	96.429	96.603	8.642
346.060	105.567	105.128	104.812	105.169	96.828	96.786	96.551	96.722	8.447
352.310	105.564	105.100	104.723	105.129	96.831	96.760	96.537	96.709	8.420
358.200	105.590	105.165	104.757	105.171	96.811	96.720	96.503	96.678	8.493
364.080	105.684	105.370	104.848	105.301	96.771	96.698	96.441	96.637	8.664
370.290	105.580	105.273	104.741	105.198	96.721	96.640	96.423	96.595	8.603
376.160	105.598	105.303	104.780	105.227	96.689	96.554	96.370	96.538	8.689
382.010	105.681	105.343	104.821	105.282	96.662	96.535	96.354	96.517	8.765
388.200	105.718	105.405	104.862	105.328	96.584	96.443	96.282	96.436	8.892
394.040	105.760	105.436	104.937	105.378	96.557	96.424	96.267	96.416	8.962
400.210	105.857	105.539	105.062	105.486	96.568	96.427	96.284	96.426	9.060
406.030	106.087	105.781	105.257	105.708	96.621	96.461	96.336	96.473	9.236
412.180	106.268	105.943	105.453	105.888	96.644	96.495	96.344	96.494	9.394
418.310	106.509	106.238	105.684	106.144	96.700	96.542	96.373	96.538	9.605
424.100	106.758	106.481	105.974	106.404	96.747	96.564	96.432	96.581	9.823
430.220	106.941	106.627	106.116	106.561	96.813	96.634	96.490	96.646	9.916
436.330	107.322	107.014	106.434	106.923	96.862	96.701	96.538	96.700	10.223
442.080	107.823	107.419	106.857	107.366	96.869	96.735	96.529	96.711	10.655
448.170	108.385	107.993	107.434	107.937	96.779	96.659	96.429	96.622	11.315
454.240	109.200	108.837	108.301	108.779	96.852	96.761	96.546	96.720	12.060
460.300	110.103	109.774	109.169	109.682	96.977	96.908	96.685	96.857	12.825
466.010	111.125	110.859	110.203	110.729	97.088	97.036	96.817	96.980	13.749
472.050	112.337	112.021	111.397	111.918	97.244	97.211	96.957	97.137	14.781
478.080	113.616	113.374	112.716	113.235	97.360	97.338	97.089	97.262	15.973
484.090	115.094	114.857	114.168	114.706	97.462	97.428	97.188	97.359	17.347
490.090	116.451	116.165	115.496	116.037	97.589	97.559	97.321	97.490	18.548
496.080	117.856	117.566	116.896	117.439	97.732	97.696	97.442	97.623	19.816
502.060	119.226	118.920	118.308	118.818	97.868	97.841	97.589	97.766	21.052
508.020	120.602	120.294	119.778	120.225	98.007	98.009	97.735	97.917	22.308
514.300	121.994	121.685	121.206	121.628	98.142	98.149	97.888	98.060	23.569
520.240	123.186	122.913	122.396	122.832	98.237	98.254	98.005	98.165	24.666
526.160	124.329	124.058	123.562	123.983	98.423	98.442	98.191	98.352	25.631
532.070	125.372	125.049	124.547	124.989	98.502	98.559	98.333	98.465	26.525
538.300	126.315	125.931	125.517	125.921	98.621	98.676	98.486	98.594	27.327
544.180	127.046	126.652	126.233	126.644	98.716	98.774	98.615	98.702	27.942
550.050	127.622	127.244	126.865	127.244	98.850	98.903	98.772	98.842	28.402
556.230	128.244	127.916	127.493	127.884	98.926	99.017	98.868	98.937	28.947
562.060	128.741	128.430	128.033	128.401	98.954	99.045	98.925	98.975	29.427
568.210	129.292	128.970	128.666	128.976	98.974	99.003	98.922	98.966	30.010
574.020	129.694	129.308	128.993	129.332	99.025	99.056	98.940	99.007	30.325
576.280	129.785	129.414	129.095	129.431	99.047	99.092	98.946	99.028	30.403
578.210	129.871	129.500	129.142	129.504	99.054	99.102	98.951	99.036	30.469
580.140	129.860	129.383	129.087	129.443	99.108	99.141	98.975	99.075	30.369
586.240	129.799	129.227	129.034	129.353	99.141	99.205	99.031	99.126	30.228
592.010	129.418	128.855	128.721	128.998	99.179	99.260	99.085	99.175	29.823
598.070	128.984	128.404	128.366	128.585	99.214	99.275	99.131	99.207	29.378
604.120	128.527	127.912	127.910	128.116	99.284	99.311	99.194	99.263	28.853
610.160	128.186	127.476	127.603	127.755	99.351	99.332	99.251	99.311	28.444
616.180	127.909	127.143	127.412	127.488	99.392	99.364	99.289	99.348	28.140
622.180	127.743	126.870	127.273	127.295	99.392	99.355	99.287	99.345	27.951

Lanjutan Lampiran-1

λ (nm)	INTENSITAS BLANKO			RERATA	INTENSITAS ANALIT			RERATA	INTENSITAS (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
628.160	127.431	126.506	126.962	126.966	99.380	99.321	99.247	99.316	27.650
634.120	126.908	125.995	126.416	126.440	99.381	99.289	99.188	99.286	27.154
640.070	126.356	125.461	125.977	125.931	99.383	99.255	99.148	99.262	26.669
646.000	125.854	124.933	125.492	125.426	99.329	99.186	99.040	99.185	26.241
650.040	125.526	124.624	125.240	125.130	99.312	99.136	99.002	99.150	25.980
656.250	125.063	124.172	124.814	124.683	99.257	99.085	98.882	99.075	25.608
662.130	124.577	123.672	124.350	124.200	99.252	99.076	98.845	99.058	25.142
668.300	123.882	123.047	123.689	123.539	99.169	98.989	98.742	98.967	24.573
674.140	122.997	122.178	122.756	122.644	99.007	98.842	98.623	98.824	23.820
680.260	121.640	120.862	121.411	121.304	98.857	98.695	98.455	98.669	22.635
686.060	120.142	119.424	119.961	119.842	98.713	98.546	98.270	98.510	21.333
692.150	118.494	117.767	118.296	118.186	98.510	98.344	98.039	98.298	19.888
698.210	116.848	116.153	116.628	116.543	98.321	98.164	97.838	98.108	18.435
704.250	115.175	114.542	114.922	114.880	98.107	97.942	97.634	97.894	16.985
710.270	113.590	113.112	113.348	113.350	97.950	97.734	97.432	97.705	15.645
716.270	112.316	111.868	111.983	112.056	97.750	97.516	97.241	97.502	14.553
722.250	111.136	110.709	110.727	110.857	97.582	97.354	97.049	97.328	13.529
728.200	110.124	109.704	109.635	109.821	97.439	97.246	96.964	97.216	12.605
734.130	109.159	108.805	108.624	108.863	97.301	97.144	96.824	97.090	11.773
740.030	108.425	108.123	107.841	108.130	97.146	97.008	96.670	96.941	11.188
746.210	107.967	107.621	107.252	107.613	97.037	96.870	96.599	96.835	10.778
752.070	107.643	107.390	106.946	107.326	96.867	96.739	96.444	96.683	10.643
758.200	107.530	107.244	106.787	107.187	96.740	96.634	96.345	96.573	10.614
764.010	107.446	107.189	106.653	107.096	96.705	96.573	96.320	96.533	10.563
770.080	107.346	107.030	106.481	106.952	96.639	96.514	96.261	96.471	10.481
776.130	107.102	106.712	106.188	106.667	96.599	96.491	96.265	96.452	10.216
782.150	106.851	106.465	105.898	106.405	96.591	96.481	96.271	96.448	9.957
788.140	106.570	106.196	105.556	106.107	96.468	96.392	96.207	96.356	9.752
794.110	106.349	105.919	105.378	105.882	96.439	96.387	96.164	96.330	9.552
800.050	106.089	105.656	105.114	105.620	96.382	96.403	96.161	96.315	9.304

Lampiran 2. Data Intensitas Penentuan Waktu Respon
Sol-gel pada λ_{Maks} 578,21 nm

WAKTU (detik)	INTENSITAS			RERATA
	U1	U2	U3	
0.39	90.49	89.11	88.63	89.41
2.07	90.53	88.86	88.80	89.40
3.71	90.37	88.88	88.73	89.33
5.32	90.45	89.01	88.82	89.43
6.98	90.42	89.03	88.90	89.45
13.24	90.50	89.09	88.87	89.49
14.83	90.56	89.09	88.85	89.50
16.50	90.51	89.06	88.93	89.50
18.18	90.64	89.12	88.84	89.53
19.74	90.34	89.28	88.90	89.51
21.42	90.43	89.12	88.89	89.48
23.02	90.33	89.04	88.99	89.45
24.67	90.45	88.88	88.64	89.32
26.34	90.32	88.86	88.70	89.29
27.94	90.31	88.92	88.72	89.32
29.59	90.22	88.83	88.64	89.23
31.26	90.19	88.66	88.56	89.13
32.85	90.11	88.55	88.44	89.03
34.52	90.02	88.60	88.25	88.96
36.19	89.99	88.76	87.44	88.73
37.77	90.00	88.73	87.41	88.71
39.45	89.89	88.68	87.33	88.63
41.04	89.70	88.57	87.35	88.54
42.70	89.87	88.41	87.35	88.54
44.39	89.72	88.40	87.41	88.51
45.96	89.69	88.44	87.44	88.52
47.62	89.58	88.09	87.47	88.38
49.29	89.70	88.25	87.46	88.47
50.88	89.68	88.33	87.48	88.50
52.56	89.62	88.23	87.38	88.41
54.21	89.56	88.25	87.41	88.41
55.90	89.67	88.57	87.35	88.53
57.58	89.53	88.33	87.45	88.44
59.18	89.49	88.29	87.53	88.44
60.83	89.60	88.36	87.46	88.48
62.60	89.60	88.28	87.30	88.39
64.20	89.59	88.27	87.25	88.37
65.86	89.64	88.27	87.41	88.44
67.52	89.59	88.29	87.37	88.42
69.12	89.51	88.35	87.38	88.42
70.79	89.59	88.33	87.33	88.41
72.45	89.48	88.24	87.20	88.31
74.04	89.51	88.21	87.21	88.31
75.70	89.56	88.29	87.15	88.33
77.30	89.55	88.33	87.21	88.36
78.96	89.40	88.13	87.10	88.21
80.62	89.43	88.26	87.18	88.29
82.21	89.36	88.23	87.12	88.23
83.87	89.37	88.07	87.19	88.21
85.57	89.27	88.16	87.36	88.26
87.15	89.27	88.14	87.19	88.20
88.79	89.32	88.26	87.11	88.23
90.46	89.30	88.25	87.09	88.21
92.05	89.30	88.12	87.21	88.21
93.71	89.34	88.12	87.15	88.20
95.33	89.42	88.27	87.20	88.30

Lanjutan lampiran-2

WAKTU (detik)	INTENSITAS			RERATA
	U1	U2	U3	
96.98	89.46	88.13	87.00	88.19
98.64	89.30	87.99	87.07	88.12
100.24	89.41	88.07	86.99	88.16
101.90	89.42	87.92	86.97	88.10
103.56	89.34	87.94	87.15	88.15
105.25	89.27	87.96	87.03	88.09
108.59	89.23	88.03	87.06	88.11
110.19	89.17	88.13	86.86	88.05
111.84	89.06	87.93	87.01	88.00
113.45	89.03	87.94	86.99	87.99
115.07	89.09	88.03	86.96	88.03
116.76	89.10	88.02	86.89	88.00
118.36	89.12	88.05	86.78	87.98
120.02	89.00	87.94	86.81	87.91
121.69	89.14	87.96	86.89	88.00
123.27	89.06	87.80	86.88	87.91
124.94	89.21	87.89	86.81	87.97
126.61	89.18	87.75	86.92	87.95
128.20	89.07	87.92	86.94	87.97
129.86	89.00	87.86	86.82	87.89
131.46	88.93	87.81	86.81	87.85
133.12	89.02	87.98	86.83	87.94
134.79	88.96	87.84	86.68	87.83
136.37	88.90	87.82	86.84	87.85
138.04	89.14	87.92	86.86	87.97
139.71	89.05	87.87	86.82	87.91
141.30	88.94	87.82	86.87	87.88
142.96	89.05	87.89	86.94	87.96
144.63	88.88	87.84	86.81	87.84
146.22	88.83	87.90	86.83	87.85
147.88	88.75	87.81	86.85	87.80
149.48	88.83	87.83	86.82	87.83
151.15	88.71	87.89	86.91	87.84
152.81	88.77	87.88	86.95	87.87
154.40	88.78	87.76	86.87	87.80
156.07	88.81	87.77	86.73	87.77
157.67	88.86	87.69	86.78	87.78
159.34	88.64	87.61	86.88	87.71
160.98	88.68	87.59	86.81	87.69
162.68	88.70	87.66	86.85	87.74
171.09	88.53	87.63	86.80	87.65
172.73	88.52	87.73	86.71	87.65
174.40	88.56	87.79	86.77	87.71
176.06	88.42	87.60	86.91	87.64
177.66	88.46	87.71	86.76	87.64
179.32	88.51	87.65	86.68	87.61
180.92	88.26	87.53	86.80	87.53

Lampiran-3. Data Kalibrasi Sol-Gel Timbal Sulfida pada $\lambda = 578,21 \text{ nm}$

KONSENTRASI (ppm)	INTENSITAS			RERATA	STDEV
	U1	U2	U3		
0	116.11	116.08	116.215	116.135	0.071
19.48	115.900	115.293	116.002	115.732	0.383
25.96	115.424	114.853	115.842	115.373	0.496
36.73	114.914	114.806	115.758	115.159	0.521
53.61	114.735	114.027	115.518	114.760	0.746
58.8	114.174	113.822	114.978	114.325	0.593



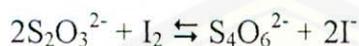
Lampiran-4. Perhitungan Penentuan Konsentrasi Gas H₂S dengan Metode Iodimetri.

a. Standarisasi Larutan Iod (I₂)

Tabel-3. Data Hasil Titrasi Na₂S₂O₃ dengan I₂

Na ₂ S ₂ O ₃ 1M (mL)	Volume I ₂ yang diperlukan (mL)			
	U1	U2	U3	U rata-rata
1mL	3,4	3,4	3,3	3,37

Berdasarkan data tabel 2 dapat ditentukan konsentrasi I₂ dari reaksi:



dengan n (mol ekuivalen) S₂O₃²⁻ = 1

$$n \text{ I}_2 = 2$$

maka dapat dihitung dengan rumus:

$$n \times V (\text{I}_2) \times M (\text{I}_2) = n \times V (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) \times M (\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$$

$$2 \times 3,37 \text{ mL} \times M = 1 \times 1 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M}$$

$$\text{konsentrasi I}_2 = 0,015 \text{ M}$$

b. Penentuan Konsentrasi H₂S dengan Iodimetri

Tabel-4. Data Perhitungan Konsentrasi Gas H₂S dengan Iodimetri

FeS (g)	HCl 1M (mL)	Volume I ₂ yang diperlukan				Mol H ₂ S	[H ₂ S] (ppm)
		U1	U2	U3	Urata-rata		
0,044	1	1,5	1,2	1,8	1,5	2,25.10 ⁻⁵	19,47
0,088	2	1,9	1,8	2,3	2	3.10 ⁻⁵	25,96
0,132	3	2,6	3	3,2	2,83	4,245.10 ⁻⁵	36,73
0,176	4	4	4,5	3,9	4,13	6,195.10 ⁻⁵	53,61
0,22	5	4,1	5,0	4,5	4,53	6,795.10 ⁻⁵	58,80

Mol H₂S dihitung berdasarkan mol ZnS dan I₂ dalam keadaan ekuivalen.

Rumus yang digunakan untuk menghitung mol adalah:

$$\text{Mol ZnS} = (n_{\text{I}_2}/n_{\text{ZnS}}) \times M (\text{I}_2) \times V (\text{I}_2)$$

Berdasarkan reaksi: $\text{H}_2\text{S}_{(g)} + \text{ZnSO}_{4(aq)} \rightleftharpoons \text{ZnS} + \text{H}_2\text{SO}_4$



n ZnS ekuivalen dengan n I₂ = 2

Maka mol ZnS = mol H₂S

Volume gas H₂S diukur berdasarkan volume reaktor dan volume selang pada rancangan alat 3.3.2 = 39,29 mL

Sehingga [H₂S] digunakan rumus:

$$[\text{H}_2\text{S}] = \frac{\text{mol H}_2\text{S} \times 34 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 10^3 \text{ mg}}{39,29 \cdot 10^{-3} \text{ L}}$$



Lampiran-5. Perhitungan Uji-t untuk koefisien korelasi (r) Kurva Kalibrasi

Diketahui data yang diperoleh dari penelitian :

$$\text{persamaan regresi: } y = -0,0293x + 116,2$$

$$R^2=0,9716, \text{ maka koefisien korelasinya } r = 0,9857; t_{\text{tab}}= 3,75$$

$$\text{derajat kebebasan} = 4;$$

maka dapat dihitung nilai t_{hit} :

Rumus yang digunakan :

$$t_{\text{hit}} = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

$$t_{\text{hit}} = \frac{|0,9857|\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,9716}}$$

$$t_{\text{hit}} = 11,699$$

dengan $t_{\text{hit}} > t_{\text{tab}}$, maka nilai r yang diperoleh dari kurva kalibrasi adalah signifikan dan berarti dapat diterima pada tingkat kepercayaan 99%.

Lampiran-6. Perhitungan Limit Deteksi

Diketahui data yang diperoleh dari penelitian :

$$S_B(\text{standar deviasi kalibrasi}): S_{y/x} = \left\{ \frac{\sum (y - \hat{y})^2}{n - 2} \right\}^{1/2}$$

$$Y_B (\text{intersep kalibrasi}) : a = 116,2$$

$$Y_{(LOD)} = Y_B - 3 S_B$$

Tabel-4. Data Perhitungan limit deteksi

X	y	\hat{y}	$ y - \hat{y} $	$ y - \hat{y} ^2$
0	116,135	116,2	0,065	0,004225
19,48	115,732	115,629	0,103	0,01056
25,96	115,373	115,439	0,066	0,004405
36,73	115,159	115,124	0,035	0,001238
53,61	114,760	114,629	0,131	0,017102
58,80	114,324	114,477	0,153	0,023458
				$\Sigma = 0,060989$

$$\text{Rumusnya: } S_{y/x} = \left\{ \frac{0,060989}{6 - 2} \right\}^{1/2}$$

$$S_{y/x} = S_B = 0,123$$

Maka diperoleh nilai $S_B = 3 \times S_{y/x} = 0,3704$

$$\text{Jadi } Y_{LOD} = 116,2 - 0,3704$$

$$= 115,829$$

harga $Y_{(LOD)}$ dapat dimasukkan ke persamaan kurva kalibrasi sehingga diperoleh persamaan dalam menentukan nilai limit deteksi (LOD) :

$$y = mx + c$$

$$x = \frac{y - c}{m}$$

Keterangan :

y = intensitas LOD ; m = slope kurva kalibrasi

x = konsentrasi ; c = intersep

sehingga:

$$y = -0,0293x + 116,2$$

$$x = \frac{116,2 - 115,829}{0,0293}$$

$$x = 12,66 \text{ ppm}$$

Jadi limit deteksi pada daerah konsentrasi 0-58,80 ppm adalah sebesar 12,66 ppm



Lampiran-7. Perhitungan Reprodusibilitas

dimana: S_B = standar deviasi kurva kalibrasi

$$S_B = 0,123$$

x = intensitas rata-rata data kalibrasi

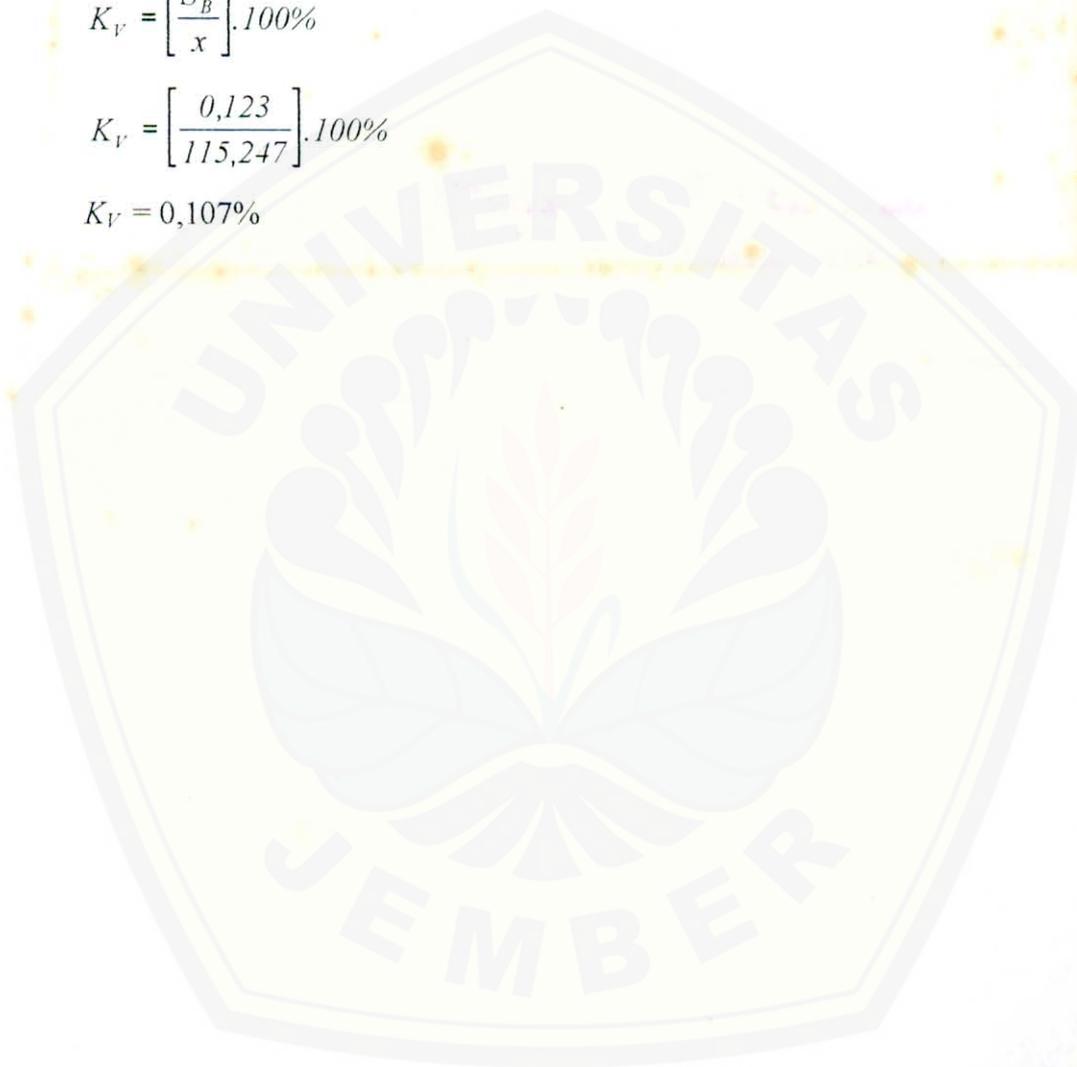
$$x = 115,247$$

Dengan menggunakan rumus:

$$K_V = \left[\frac{S_B}{x} \right] \cdot 100\%$$

$$K_V = \left[\frac{0,123}{115,247} \right] \cdot 100\%$$

$$K_V = 0,107\%$$



Lampiran-8. Perbedaan Fisik Sol-Gel Timbal Asetat Sebelum dan Sesudah Reaksi dengan Gas Hidrogen Sulfida (H_2S)

