

**DESAIN ANALISIS OTOMATIS SIA (*SEQUENTIAL INJECTION ANALYSIS*)
UNTUK MONITORING GAS H₂S DALAM BIOGAS**

SKRIPSI

Oleh:

Aditayan Andrianto

NIM 141810301029

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



DESAIN ANALISIS OTOMATIS SIA (*SEQUENTIAL INJECTION ANALYSIS*) UNTUK MONITORING GAS H₂S DALAM BIOGAS

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh
Aditayan Andrianto
NIM 141810301029

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Almamater Tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
2. Ibuku Siti Mariyam, Ayahku Boni Arianto dan adikku Audi Tita Islamiyah yang senantiasa memberikan doa, cinta, kasih sayang, pengorbanan, kesabaran, keikhlasan, bimbingan, didikan, nasehat, teladan, perjuangan dan atas segala yang telah diberikan dengan tulus ikhlas kepada saya hingga saya bisa meraih semua ini;
3. Bapak dan Ibu guru di TK Muslimat NU Jatisari, SDN 1 Jatisari, SMPN 1 Tempeh, dan SMAN 1 Tempeh, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran;
4. Keluarga keduaku “MAJESTY” angkatan 2014 yang selalu ada untuk memberikan bantuan serta motivasi,
5. Dwi Indarti, S.Si., M.Si. dan Asnawati, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing, serta Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.dan Tri Mulyono, S.Si, M.Si selaku Dosen Penguji.
6. Seluruh *civitas* akademika di almamater tercinta, jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
7. Semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu persatu.

MOTTO

“Ibu adalah guru besar saya, yang mengajarkan tentang kasih sayang, cinta dan keberanian. Apabila cinta itu manis seperti sekuntum bunga maka ibu saya adalah bunga indah yang penuh dengan cinta kasih ” (Stevewonder)*

“Bagi seorang ayah bertambah tua, tidak ada yang lebih berharga dari anak perempuannya.” (Euripides)*



*) Wonder, Stevie. 2008. *The Independent*. MSNBC.com: Associated Press.

**) Euripides. 1968. *A Collection of Critical Essays*. Englewood Cliffs: Prentice-Hall.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aditiyan Andrianto

NIM : 141810301029

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Desain Analisis Otomatis SIA (*Sequential Injection Analysis*) Untuk Monitoring Gas H₂S Dalam Biogas” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 15 Januari 2019

Yang menyatakan,

Aditiyan Andrianto

NIM 141810301029

SKRIPSI

DESAIN ANALISIS OTOMATIS SIA (*SEQUENTIAL INJECTION ANALYSIS*) UNTUK MONITORING GAS H₂S DALAM BIOGAS

Oleh
Adityan Andrianto
NIM 141810301029

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Asnawati, S.Si., M.Si.\

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Desain Analisis Otomatis SIA (*Sequential Injection Analysis*) Untuk Monitoring Gas H₂S Dalam Biogas” karya Aditiyan Andrianto Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP.197409012000032004

Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Anggota II,

Anggota III,

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.
NIP.196810021998021000

Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.
NIP. 196605291993031003

RINGKASAN

Desain Analisis Otomatis SIA (*Sequential Injection Analysis*) Untuk Monitoring Gas H₂S Dalam Biogas Aditayan Andrianto, 141810301029; 2019; 50 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Biogas merupakan salah satu bahan bakar alternatif yang banyak digunakan oleh masyarakat untuk memenuhi kehidupan sehari-hari. Biogas tersusun atas beberapa gas diantaranya yaitu metana, nitrogen, hidrogen, hidrogen sulfida dan lain-lain. Gas yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah gas hidrogen sulfida. Hidrogen sulfida (H₂S) merupakan salah satu contoh dari gas pengotor yang terdapat pada industri gas komersial. Hidrogen sulfida bersifat korosif dikarenakan pada proses pembakaran gas menghasilkan sulfur dan asam sulfat yang dapat menyebabkan korosi pada logam yang ada di instalasi pemipaan biogas. Metode yang dapat digunakan untuk menghilangkan adanya gas H₂S di biogas yaitu menggunakan metode pemisahan dengan membran. Membran yang digunakan dalam penelitian ini yaitu membran PVDF. Membran PVDF dipilih karena memiliki sisi non polar yang spesifik terhadap H₂S, bersifat inert, stabilitas termal yang tinggi dan hidrofobik yang tinggi.

Permeasi gas H₂S menggunakan membran PVDF dilakukan dengan menggunakan metode analisis SIA (*Sequential Injection Analysis*). SIA merupakan suatu metode analisis yang terautomisasi dan dikendalikan dengan menggunakan *software* LabVIEW. SIA memiliki pompa dua arah yang mempermudah dalam pengambilan sampel dan mengatur waktu reaksi dengan adanya pemberhentian aliran di holding coil. Permeasi gas H₂S menggunakan sistem aliran *cross flow* dan *Knudsen*. Larutan penangkap gas H₂S yang digunakan yaitu larutan SAOB. Larutan SAOB ini dapat mengubah gas H₂S menjadi S²⁻ dan mencegah spesi S²⁻ berubah menjadi HS⁻ ataupun terbentuk kembali menjadi gas H₂S. Proses permeasi gas H₂S dilakukan menggunakan media akrilik. Gas H₂S yang telah lolos melewati membran disebut sebagai permeat yang kemudian akan ditangkap oleh larutan SAOB. Permeat yang

diperoleh kemudian direaksikan dengan reagen FeCl_3 dan larutan *N,N*-Dimethyl-1,4-Phenylene Diamine sehingga terbentuk kompleks metilen biru. Permeat yang sudah bereaksi dianalisis dengan spektrofotometer visible.

Permeasi gas H_2S menggunakan SIA secara langsung dan tidak langsung dilakukan dengan variasi laju alir gas H_2S pada flowmeter untuk mengetahui persen penghilangan gas H_2S yang optimal. Persen penghilangan gas H_2S merupakan presentase banyaknya gas H_2S yang dapat lolos melewati membran. Persen penghilangan yang dihasilkan menunjukkan banyak gas yang dapat dihilangkan. Berdasarkan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pada variasi laju alir gas, hasil persen penghilangan gas H_2S optimum yang diperoleh pada laju alir gas sebesar 0,7 L/menit dengan persen penghilangan permeat sebesar 96,25% untuk metode SIA dan 92,93% untuk metode tidak langsung. Hal ini dimungkinkan karena pada laju 0,7 L/menit tumbukan/interaksi gas H_2S dengan membran PVDF yang dihasilkan semakin banyak sehingga dapat meloloskan gas melewati membran dan partikel-partikel gas H_2S yang masuk ke dalam pori membran bergerak secara stabil.

Kinerja SIA akan lebih maksimal jika dilakukan optimasi pada sistem SIA tersebut. Optimasi SIA pada penelitian ini yaitu optimasi volume larutan standart sulfida dan waktu *delay* pada *holding coil*. Hasil optimasi volume larutan sulfida didapatkan pada volume 100 μL dengan absorbansi sebesar 0,476. Hal ini dimungkinkan karena pada volume 100 μL akan membentuk dispersi sempurna. Hasil optimasi waktu *delay* di *holding coil* didapatkan waktu *delay* yang optimal yaitu 50 s dengan absorbansi sebesar 0,523. Hasil membuktikan bahwa pada waktu reaksi 50 s terjadi reaksi yang sempurna sehingga dispersi yang dihasilkan sempurna.

Hasil pengukuran pada metode SIA dapat dilihat dari karakterisasi pengukuran yang meliputi linieritas, sensitifitas, dan limit deteksi. Hasil yang didapatkan yaitu linieritas sebesar 99,93%, sensitifitas sebesar 0,4781, dan limit deteksi sebesar 0,023 ppm.

PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Desain Analisis Otomatis SIA (*Sequential Injection Analysis*) Untuk Monitoring Gas H₂S Dalam Biogas”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

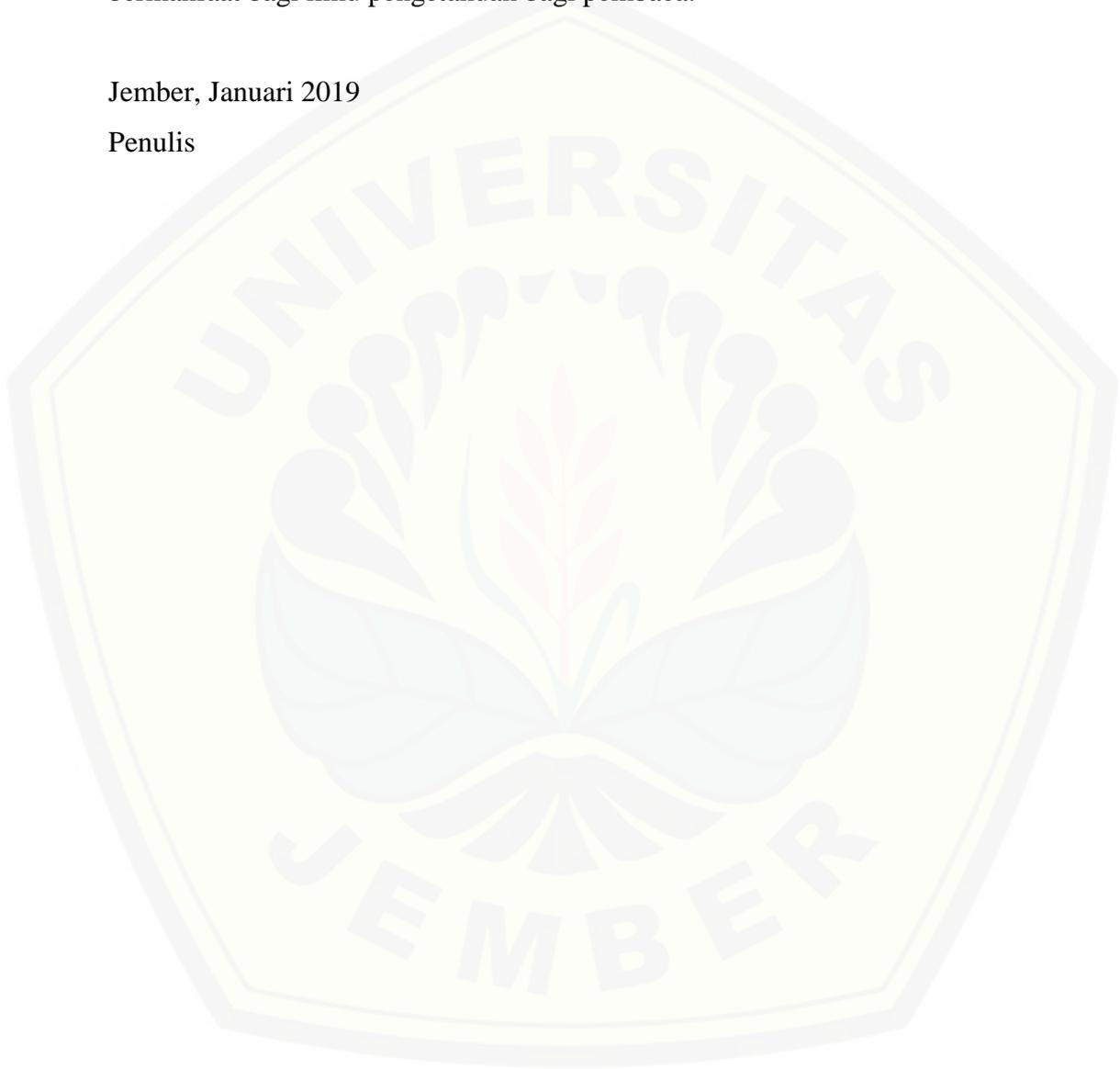
1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si.,M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Kepala Laboratorium Kimia Analitik dan Kepala Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Tri Mulyono, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji I dan Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktu untuk menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Asnawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah membimbing, meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam penulisan skripsi ini;
6. Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik;
7. Tim penelitian gas H₂S yang telah banyak membantu dalam penelitian saya.
8. Sahabat seperjuangan lanang cupu, terima kasih atas doa, motivasi, keceriaan dan kebersamaan selama ini;
9. Teman-teman seperjuangan di laboratorium Kimia Analitik dan Kimia Fisik terima kasih atas kebersamaan dan solidaritasnya selama di kota perantauan;
10. Segenap dosen pengajar jurusan kimia FMIPA Universitas Jember;

11.Semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis berharap, semoga setiap kalimat yang ada dalam skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan bagi pembaca.

Jember, Januari 2019

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Hidrogen Sulfida (H₂S)	5
2.2 Pemisahan Gas dengan Teknologi Membran	8
2.3 Membran	9
2.3.1 Membran <i>Polyvinylidene fluoride</i> (PVDF).....	10
2.4 Larutan SAOB (<i>Sulfat Antioxidant Buffer</i>)	11
2.5 Sequential Injection Analysis (SIA)	13
2.6 Spektrofotometri UV-Vis	14
2.7 LabVIEW	16
BAB 3. METODELOGI PENELITIAN	19
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat.....	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Diagram Alir Penelitian	20
3.4 Desain Instrumentasi Penelitian	21
3.4.1 Desain Instrumentasi Penelitian pada metode tidak langsung.....	21
3.4.2 Desain Instrumentasi Penelitian pada metode SIA spektrofotometri	22
3.5 Prosedur Penelitian	25
3.4.1 Preparasi pembuatan larutan	25
a. Pembuatan larutan SAOB (<i>Sulfide Anhidride</i>)	

<i>Oxidant Buffer</i>).....	25
b. Pembuatan Reagen <i>N,N dimethyl-p-phenylene diamine hydrochloride</i>	25
c. Pembuatan Reagen FeCl ₃	25
d. Pembuatan Larutan KIO ₃ 2140 ppm	25
e. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 0,1 M.....	26
f. Pembuatan larutan standart S ²⁻ 100 ppm.....	26
g. Pembuatan larutan standar sulfida dari larutan induk	26
3.5.2 Standarisasi larutan sulfida	26
3.5.3 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang	26
3.5.4 Teknik Sampling.....	27
3.5.5 Proses pemisahan gas H ₂ S dari biogas	27
3.5.6 Analisis konsentrasi gas H ₂ S dengan sistem SIA secara otomatis	27
a. Respon volume larutan sulfide	28
b. Respon waktu <i>delay</i> di <i> Holding Coil</i>	28
3.5.7 Kriteria Pengukuran Analitik.....	28
a. Linieritas	28
b. Sensitivitas	29
c. Limit Deteksi	29
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1 Pengaruh volume larutan standart S²⁻ terhadap absorbansi larutan standart S²⁻ 0,4 ppm	30
4.2 Pengaruh waktu delay pada <i>holding coil</i> terhadap absorbansi larutan standart S²⁻ 0,4 ppm	32
4.3 Karakterisasi Pengukuran pada metode SIA	33
4.3.1 Linieritas	33
4.3.2 Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi.....	35
4.3.3 Sensitivitas	35
4.4 Pengaruh laju alir biogas terhadap nilai % penghilangan gas H₂S yang dihasilkan dari pemisahan dalam biogas	36
4.4.1 Pengaruh waktu terhadap kestabilan larutan SAOB dan membran PVDF.....	39
4.4.2 Pengaruh laju alir biogas terhadap persen penghilangan gas H ₂ S pada permeasi gas H ₂ S dengan metode SIA (Sequential Injection Analysis)	43
BAB 5. PENUTUP	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA	46
LAMPIRAN	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Tingkat konsentrasi H ₂ S (ppm) dan efek fisik pada manusia	6



DAFTAR GAMBAR

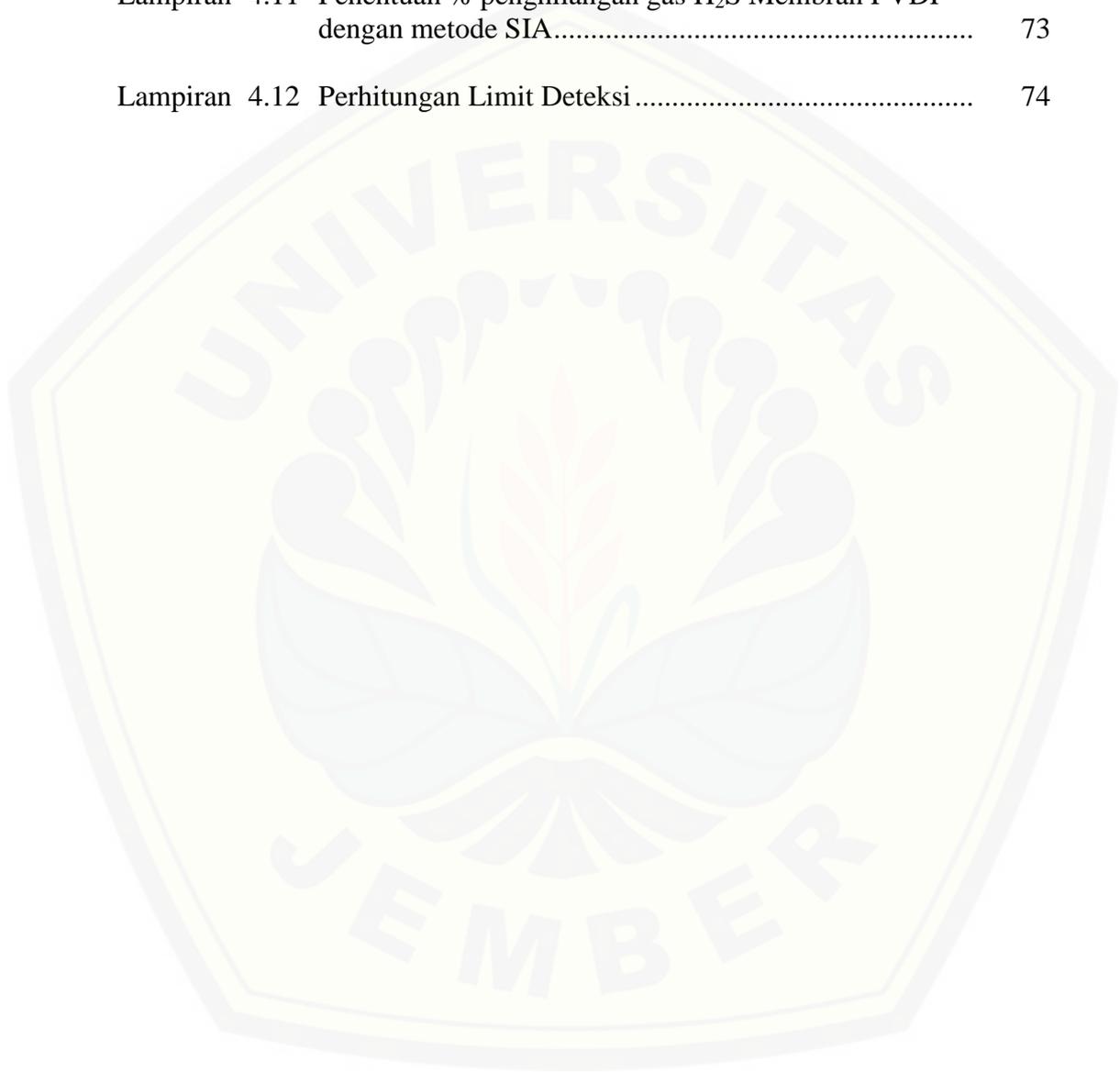
	Halaman
2.1 Proses pemisahan gas dengan membran.....	8
2.2 Struktur <i>Polyvinylidene fluoride</i> (PVDF).....	10
2.3 Reaksi pembentukan metilen biru dari S^{2-} dengan DMPD dan Fe(III)	12
2.4 Zona dispersi larutan sebelum masuk ke detektor	14
2.5 Tampilan halaman kerja pada software labview	18
3.1 Diagram alir penentuan kadar gas H_2S	20
3.2 Desain alat permeasi gas H_2S secara tidak langsung.....	21
3.3 Desain SIA untuk proses permeasi gas H_2S	22
3.4 Tampilan halaman kerja pada software labview yang digunakan pada metode SIA spektrofotometri.....	24
3.5 Skema alat analisis SIA otomatis secara on-line	27
3.6 Rangkaian skema alat permeasi gas H_2S secara tidak langsung.....	28
4.1 Optimasi Volume larutan standart S^{2-} pada metode SIA dengan spektrofotometer visibel.....	32
4.2 Optimasi waktu delay larutan standart S^{2-} 0,4 ppm, kecepatan alir larutan 20 $\mu L/s$ dengan metode SIA spektrofotometer visibel	33
4.3 Kurva kalibrasi larutan standart S^{2-} pada panjang gelombang maksimum 664 nm menggunakan SIA spektrofotometer.....	35
4.4 Kurva kalibrasi larutan standart S^{2-} pada panjang gelombang maksimum 664 nm menggunakan SIA	35
4.5 Pengaruh laju alir biogas terhadap absorbansi kompleks S^{2-}	39
4.6 Pengaruh laju alir gas H_2S terhadap persen penghilangan gas H_2S dengan laju alir larutan SAOB 0.85 mL/menit.....	39

4.7	Warna dari larutan SAOB, (a) SAOB awal 0 jam; (b) SAOB 1-2 jam; SAOB 3 jam lebih.	41
4.8	Grafik kestabilan larutan SAOB pada laju alir 0,1 L/menit.....	41
4.9	Perubahan warna membran PVDF: (a) Membrane awal dan (b) membran akhir.	42
4.10	Kurva kestabilan absorbansi permeat membran PVDF.....	43
4.11	Reaksi permukaan membran PVDF dengan gas H ₂ S.....	43
4.12	Pengaruh laju alir gas H ₂ S terhadap persen penghilangan gas H ₂ S dengan laju alir larutan SAOB 0.85 mL/menit menggunakan metode SIA spektrofotometri	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 3.1 Pembuatan Larutan Induk S^{2-} 1000 ppm	52
Lampiran 3.2 Pembuatan larutan KIO_3 2140 ppm.....	53
Lampiran 3.3 Standarisasi larutan standart S^{2-} 1000 ppm dengan KIO_3 2140 ppm	53
Lampiran 3.4 Pembuatan larutan standart S^{2-} 100 ppm dari larutan larutan standart S^{2-} yang telah distandarisasi	53
Lampiran 3.5 Pembuatan larutan standart S^{2-} untuk pembuatan kurva kalibrasi	54
Lampiran 3.6 Penentuan panjang gelombang maksimum	55
Lampiran 3.7 Penentuan kurva kalibrasi larutan standart S^{2-} pada metode tidak langsung	56
Lampiran 4.1 Penentuan konsentrasi awal gas H_2S	57
Lampiran 4.2 Penentuan konsentrasi gas H_2S hasil pemisahan dengan menggunakan membran PVDF.....	58
Lampiran 4.3 Penentuan % penghilangan gas H_2S Membran	59
Lampiran 4.4 Penentuan kestabilan larutan SAOB.....	60
Lampiran 4.5 Penentuan kestabilan membran PVDF	61
Lampiran 4.6 Penentuan optimasi volume larutan S^{2-} 0,4 ppm pada metode <i>Sequential Injection Analysis</i> (SIA) pada waktu delay 10 detik	62
Lampiran 4.7 Penentuan optimasi waktu delay pada <i>holding coil</i> S^{2-} 0,4 ppm pada metode <i>Sequential Injection Analysis</i> (SIA) pada volume sampel optimum 100 μ L.....	66
Lampiran 4.8 Pembuatan kurva kalibrasi larutan S^{2-} dengan menggunakan SIA	70

Lampiran 4.9	Penentuan konsentrasi awal gas H ₂ S dengan menggunakan metode SIA.....	72
Lampiran 4.10	Penentuan konsentrasi gas H ₂ S hasil pemisahan dengan menggunakan membran PVDF pada SIA.....	73
Lampiran 4.11	Penentuan % penghilangan gas H ₂ S Membran PVDF dengan metode SIA.....	73
Lampiran 4.12	Perhitungan Limit Deteksi	74



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sequential Injection Analysis (SIA) adalah salah satu metode pengembangan kedua dari teknik *Flow Injection Analysis* (FIA) yang diciptakan oleh Ruzicka dan Marshall yang dapat digunakan sebagai metode analisis sampel (Ruzicka J, Marshall GD, 1990). SIA merupakan teknik analisis yang didasarkan pada aliran berurutan dari larutan dalam *holding coil* sebagai zona terpisah, diikuti oleh pengangkutan sampel menuju detektor melalui *reaction coil*. Prinsip SIA berlaku untuk skema deteksi yang berbeda, seperti sinar spektrofotometri uv-vis, chemiluminescence, spektrometri inframerah, serapan atom dan potensiometri (Lenehan, C *et al.*, 2002). Idris (2011) menyatakan bahwa menggunakan metode SIA spektrofotometri dapat menjadi metode analisis yang dapat mengurangi kerja dan waktu analisis. Hasil deteksi dari spektrofotometer visibel akan langsung diproses menggunakan software LabVIEW.

Perangkat lunak LabVIEW cocok untuk tugas mengotomatisasi instrumentasi analitis. Keuntungan dari penggunaan LabVIEW yaitu memiliki fleksibilitas yang baik dan pemilihan parameter operasional yang disederhanakan, akuisisi data, presentasi, dan evaluasi hasil (Economou, A *et al.*, 2002). Metode analisis dengan SIA merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menganalisis suatu analit yang pada penelitian ini yaitu H₂S. H₂S adalah gas yang mudah menyebabkan korosi pada logam sehingga logam cepat berkarat (ATSDR, 2003). Gas H₂S memiliki tingkat kelarutan yang tinggi daripada gas CO₂ dalam logam, sehingga biogas dapat meningkatkan kecepatan korosi dan dapat mengakibatkan kerusakan pada *casing*, *tubing*, sistem perpipaan dan *surface facilities* (Halimatuddahlia, 2003).

Penentuan sulfida menggunakan sistem *batch* dilakukan secara iodometri, tetapi kurang sensitif terhadap penentuan sulfida pada konsentrasi 1 mg/L. Deteksi sulfida secara potensiometri dengan menggunakan elektroda selektif ion S²⁻ juga telah dilakukan oleh Zulaekha (2006). Metode lain yang dapat dilakukan untuk

menganalisis gas H₂S adalah menggunakan kromatografi gas untuk mengetahui kandungan gas-gas yang ada di dalam gas alam pada kolom kromatografi (Tampubolon, 2009). Analisis gas H₂S dengan menggunakan teknik analisis secara *flow* merupakan teknologi terbaru dengan memanfaatkan sistem aliran. Pengembangan metode analisis lewat aliran ini telah menentukan gas H₂S dalam kultur bakteri (Sakamoto-Arnold *et al.* 1986). Metode lain yang telah dilakukan oleh Redondo *et al.* (2017) yang menyatakan bahwa respon dan stabilitas sinyal ditentukan oleh volume injeksi reagen dan laju alir cairan pada sistem FIA. Metode SIA dipilih pada penelitian ini dikarenakan difusi gas dan pendekatan SIA menawarkan sejumlah peluang untuk peningkatan selektifitas secara signifikan pada metode yang ada dengan menggunakan metode kinetika dan teknik pemisahan yang cepat (Farrell *et al.* 1996).

Analisis gas H₂S memerlukan langkah pendahuluan yaitu pemisahan gas H₂S dari campuran menggunakan membran. Membran PVDF (*PolyvinylideneFluoride*) sangat efisien ketika memisahkan gas seperti N₂, H₂S, HCOOH dan CH₃COOH (Baeza M, Alonso J, Bartrolf J., 2005). Kelebihan lainnya dari membran PVDF adalah mempunyai resistensi kimia yang baik, inert, stabilitas termal yang tinggi, serta mempunyai koefisien gesekannya kecil. Gas H₂S yang melewati membran akan ditangkap oleh larutan penangkap yaitu SAOB. Redondo *et al.* (2017) menggunakan larutan SAOB (*SulfideAnhydride Oxidant Buffer*) yang terdapat di bawah membran untuk menangkap gas H₂S yang terpisah dari biogas pada laju alir optimum 0,5 mL/min. Larutan tersebut akan mengubah gas H₂S menjadi ion S²⁻ dan akan mempertahankan dalam bentuk ionnya dan membentuk larutan kompleks sulfida. Sistem alir yang digunakan pada penentuan gas H₂S dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti volume pereaksi, laju alir pada *syringe pump*, waktu *delay* pada *holding coil*, dan panjang pipa yang digunakan (Silva *et al.*, 2001). Silva *et al.* (2001) telah menggunakan metode SIA untuk menganalisis sulfida dalam sampel sedimen sungai

dengan variasi panjang pipa dan volume sampel pada laju alir 100 $\mu\text{L/s}$ pada kisaran konsentrasi sulfida sebesar 0.05 mg/L sampai dengan 32 mg/L. Variasi panjang pipa yang dilakukan oleh Silva *et al.* (2001) adalah 50; 100; 200; 300 cm dan didapatkan panjang pipa optimal 100 cm, selanjutnya yaitu volume sampel dengan variasi 50; 100; 150; 200 μL dan didapatkan volume sampel optimal sebesar 150 μL . Kubáñ *et al.* (1992) menganalisis sulfida dalam air limbah dengan FIA pada waktu reaksi optimal yaitu 20 detik yang diamati dalam pH 14. Berdasarkan beberapa parameter tersebut, optimasi pada penelitian dilakukan pada parameter panjang pipa, volume sampel, dan waktu *delay* pada *holding coil* yang menentukan waktu reaksi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dijabarkan di atas, diperoleh rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi volume larutan standart sulfida terhadap nilai absorbansi larutan standart S^{2-} ?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu *delay* pada *holding coil* larutan standart sulfida terhadap nilai absorbansi larutan standart S^{2-} ?
3. Bagaimana hasil karakterisasi pengukuran pada metode SIA (*Sequential Injection Analysis*)?
4. Bagaimana pengaruh variasi laju alir biogas terhadap nilai % penghilangan gas H_2S yang dihasilkan dari pemisahan dalam biogas?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, didapatkan tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi volume larutan standart sulfida terhadap nilai absorbansi larutan standart S^{2-} .

2. Mengetahui pengaruh variasi waktu *delay* pada *holding coil* larutan sulfida terhadap nilai absorbansi larutan standart S^{2-} .
3. Mengetahui hasil karakterisasi pengukuran pada metode SIA (*Sequential Injection Analysis*)?
4. Mengetahui pengaruh variasi laju alir biogas terhadap nilai % penghilangan gas H_2S yang dihasilkan dari pemisahan dalam biogas.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Larutan penangkap H_2S yang digunakan adalah larutan SAOB (*Sulfide Anhydride Oxidant Buffer*).
2. Pengambilan sampel biogas ini dilakukan di YPSM Sukorambi Jember
3. Analisis gas H_2S dalam campuran gas metana menggunakan reagen *N,N-Dimethyl-1,4-Phenylene Diamonium* dan $FeCl_3$
4. Membran yang digunakan adalah membran PVDF (*Polyvinylidene Fluoride*) komersial memiliki pori $0,22 \mu m - 10,0 \mu m$.
5. Instrumentasi SIA menggunakan mixing coil dengan ukuran diameter dalam sebesar 0,8 mm dan panjang 1,4 m
6. Laju alir pada *syringe pump* yang digunakan yaitu $20 \mu L/s$

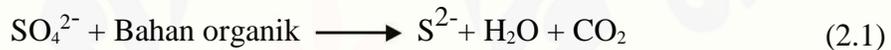
1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah mendapatkan desain analisis otomatis SIA (*Sequential Injection Analysis*) yang berguna untuk menganalisis sampel secara otomatis dan diharapkan dapat diterapkan untuk analisis pemisahan H_2S pada digester biogas.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hidrogen Sulfida (H₂S)

Hidrogen Sulfida (H₂S) merupakan senyawa yang berwujud gas, tidak berwarna, beracun dan memiliki bau yang tidak sedap pada konsentrasi 0,13-30 ppm. Hidrogen sulfida memiliki berat molekul 34,08 g/mol, nyala api pada suhu 260 C dan titik didih sebesar -60,2 C (Elnusa, 2015). Menurut Wyk dan Scarpa (1999), H₂S terbentuk akibat dari bahan organik yang terdekomposisi pada keadaan anaerob. Proses dekomposisi bahan mengakibatkan adanya reduksi ion sulfat menjadi hidrogen sulfida yang dapat dilihat dari persamaan 2.1 dan 2.2 sehingga dapat meningkatkan korosifitas logam dan menghasilkan bau yang tidak sedap.



Hidrogen sulfida dapat dioksidasi oleh bakteri Thiobacillus menjadi sulfat pada keadaan aerob. Hidrogen sulfida juga dapat dioksidasi menjadi sulfur dengan beberapa bakteri, misalnya Chlorobactriaceae dan Thiorhordaceae (Effendi, 2003). Hidrogen sulfida (H₂S) merupakan salah satu contoh dari gas pengotor yang terdapat pada industri gas komersial. Hidrogen sulfida merupakan gas yang bersifat korosif pada logam, sehingga dibatasi penggunaannya pada bahan bakar pada mesin. Hidrogen sulfida bersifat korosif dikarenakan pada proses pembakaran gas menghasilkan sulfur dan asam sulfat. Gas hidrogen sulfida (H₂S) yang terdapat dalam gas hasil fermentasi dapat menyebabkan korosi pada logam yang ada di instalasi pemipaan biogas. Hidrogen sulfida yang terdapat di dalam biogas akan mengalami pembakaran sehingga akan berubah menjadi sulfur oksida yang dapat menyebabkan korosi pada instalasi biogas yang terbuat dari logam. Minyak pelumas mesin dapat berubah menjadi asam jika digunakan misalnya pada mesin CHP (*combines heat and power generation*). Gas hidrogen sulfida (H₂S) harus dihilangkan atau dipisahkan untuk mencegah terjadinya korosi dan kerusakan pada

instalasi biogas (Metty dkk., 2012). Paparan Hidrogen sulfida juga dapat menyebabkan gangguan pada manusia. Kandungan H_2S dapat menyebabkan kematian sebesar 200 ppm dalam kisaran waktu 30 menit (Elnusa, 2015).

Tabel 2.1. Tingkat konsentrasi H_2S (ppm) dan efek fisik pada manusia

Tingkat H_2S (ppm)	Efek pada manusia
0.13	Bau minimal masih terasa
4.6	Mudah dideteksi, bau yang sedang
10	Permulaan iritasi mata
27	Bau tidak enak dan tidak dapat ditoleransi lagi.
100	Batuk, iritasi mata dan kehilangan rasa penciuman setelah 2 sampai 5 menit
200 - 300	Ditandai dengan konjungtivitis (pembengkakan mata) dan iritasi sistem pernafasan setelah 1 jam kontaminasi.
500 - 700	Kehilangan kesadaran cessasi (berhenti atau berhenti sejenak) sistem respirasi dan kematian
1000-2000	Ketidaksadaran seketika, dengan cessasi awal pernafasan dan kematian dalam beberapa menit. Kematian dapat terjadi meskipun korban segera dibawa ke udara terbuka

Sumber: Elnusa, 2015

Berdasarkan Tabel 2.1 dapat dijelaskan pengaruh H_2S terhadap tubuh manusia dengan mekanisme sebagai berikut:

- a. H_2S yang terhirup melewati saluran pernafasan sehingga akan mengiritasi selaput lendir yang dapat menyebabkan penutupan pada saluran pernafasan. Iritasi terjadi pada bagian rongga hidung, tenggorokan dan jaringan paru-paru.
- b. Oksigen diserap oleh darah dan disebarkan ke seluruh tubuh oleh hemoglobin pada keadaan normal. Oksigen akan tergantikan oleh H_2S jika seseorang menghirup udara bercampur H_2S . H_2S yang terbawa oleh darah akan mengalir menuju pengendali sistem pernafasan sehingga menyebabkan lumpuhnya saraf penciuman.

- c. H₂S yang terdapat dalam paru-paru akan bercampur dengan air dan menghasilkan asam lemah. Asam lemah tersebut akan menyebabkan paru-paru melepuh dan bengkak sehingga paru-paru akan melemah sampai tidak bekerja, akibatnya seseorang tersebut akan mengalami ketidaksadaran bahkan sampai meninggal dunia.

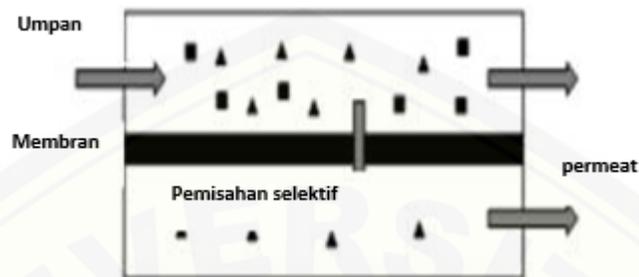
(Elnusa, 2015).

Parro (1984) menyatakan penggunaan membran untuk menghilangkan gas asam dari gas alam pertama kalinya pada tahun 1984. Absorpsi gas yang berkembang saat ini yaitu absorpsi amina dalam pengolahan gas alam. Teknologi membran dinilai efektif untuk pemisahan gas-gas lain dalam gas alam pada saat ini dikarenakan memiliki banyak keuntungan, diantaranya:

- a. Sistem lebih ringan dan sederhana
- b. Menghilangkan gas H₂S dan uap air secara simultan
- c. Kemudahan pada perawatan dan tidak membutuhkan pengawasan manusia
- d. Konsumsi energi rendah
- e. Tidak mudah meledak
- f. Biaya operasional dan modal rendah

Penghilangan gas asam (H₂S) dengan menggunakan membran digunakan untuk meminimalisir kemungkinan korosi. Proses pemisahan dengan membran dapat diterapkan untuk menghilangkan H₂S dari gas alam. Proses ini merupakan salah satu contoh intensifikasi proses berbasis teknologi membran. Gas alam di Indonesia memiliki kandungan H₂S merupakan permasalahan bagi pemanfaatan gas alam. Teknologi membran merupakan teknologi alternatif yang tepat untuk pemisahan H₂S menggantikan teknologi konvensional. Pemisahan gas H₂S dari gas alam dalam upaya untuk meningkatkan kualitas gas alam yang dihasilkan menggunakan kontakor membran. Teknologi ini diharapkan dapat mengatasi permasalahan adanya gas asam sehingga dapat memajukan industri gas alam dan minyak bumi di Indonesia (Wenten, 2000).

2.2. Pemisahan Gas dengan Teknologi Membran



Gambar 2.1 Proses pemisahan gas dengan membran (Sumber: Fritzsche, 1990).

Membran digunakan untuk memisahkan satu atau lebih gas dari umpan campuran gas seperti pada Gambar 2.1. Permeabilitas dan selektifitas merupakan dua hal yang mempengaruhi kinerja membran. Permeabilitas adalah fluks gas yang melalui membran, sedangkan selektifitas adalah kemampuan membran untuk menangkap gas yang spesifik dan menolak gas lainnya. Lima mekanisme yang terdapat pada pemisahan membran yaitu *sieving molecular*, difusi Knudson, kondensasi kapiler, pemisahan difusi, dan difusi permukaan. Mekanisme yang terjadi pada membran polimer tidak berpori adalah *solution diffusion*. Hal tersebut didasarkan pada kelarutan gas spesifik dengan membran dan proses difusi melalui matriks membran (Fritzsche, 1990).

Nilai selektivitas yang sebesar itu tidak dapat dicapai oleh material membran yang sekarang. Permeabilitas berbanding terbalik dengan luas membran yang dibutuhkan untuk pemisahan. Permeabilitas yang tinggi dapat menurunkan harga pembuatan membran. Namun harus diperhatikan bahwa apabila permeabilitas tinggi maka selektivitas membran akan turun. Kenaikan permeabilitas dan selektifitas bukan satu satunya karakteristik membran yang penting. Bahan penyusun membran harus secara termal dan kimia kuat, tahan terhadap faktor usia untuk memastikan performa yang kontinyu untuk waktu yang lama, dan secara biaya efektif untuk proses manufaktur sebagai modul standar membran (C. Roberts, 2004). Alat yang

digunakan untuk pemisahan gas biasanya berupa *hollow fiber* bertekanan tinggi dan modul *spiral-wound*. Pemisahan tidak hanya tergantung pada difusi namun juga tergantung pada interaksi kimia antara gas dengan polimer yang menentukan banyaknya gas terakumulasi dalam matriks membran (Wenten, 2000).

2.3 Membran

Membran didefinisikan sebagai suatu media berpori, berbentuk film tipis, bersifat semipermeabel yang berfungsi untuk memisahkan partikel dengan ukuranmolekuler dalam suatu sistem larutan. Spesi yang memiliki ukuran yang lebih besar dari pori membran akan tertahan sedangkan spesi dengan ukuran yang lebih kecil dari pori membran akan lolos menembus pori membran (Kesting, 2000). Proses pemisahan dengan membran dapat terjadi karena adanya perbedaan ukuran pori, bentuk, serta struktur kimianya. Membran demikian biasa disebut sebagai membran semipermeable, artinya dapat menahan spesi tertentu, tetapi dapat melewatkan spesi yang lainnya. Fasa campuran yang akan dipisahkan disebut umpan (*feed*), hasil pemisahan disebut sebagai *permeat* (Heru pratomo, 2003).

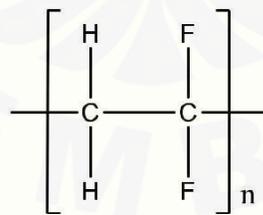
Membran yang biasa digunakan memiliki beberapa struktur, adapun struktur-struktur membran dapat dikelompokkan menjadi dua yaitu membran simetris dan asimetris. Membran simetris biasanya homogen, berpori rata dan berbentuk silinder, sedangkan membran asimetris ciri-cirinya yaitu berpori tebal dipuncak dan campuran. Proses pemisahan gas membutuhkan membran dengan permeabilitas dan selektivitas tinggi. Kriteria tersebut dipenuhi oleh membran asimetris karena memiliki lapisan tipis dan rapat yang ditunjang dengan sublapisan yang tebal dan berpori (Paul, 1999).

Aplikasi membran ini menggunakan modul *hollow fiber*. *Hollow fiber* dapat diartikan sebagai membran kapiler yang terdiri dari bagian tube dan shell, sama seperti *heat exchanger*. Jenis membran yang digunakan bisa berupa membran *porous* maupun membran *non-porous*. Membran *non-porous* berfungsi sebagai batas antara fasa gas dan fasa liquid, sedangkan pada membran porous terjadi proses selektif dan

perpindahan partikel yang terkontrol dari fasa gas ke fasa cairan. Membran porous menyebabkan transfer perpindahan massa dari gas ke cairan menjadi kecil akibat tahanan dari membran. Membran porous lebih disukai pada aplikasi membran kontaktor. Membran kontaktor terjadi kontak non-dispersif, yang artinya tidak terjadi kontak secara langsung antara absorben dan gas. Permukaan (interface) fluida/fluida terbentuk pada mulut pori membran, dan perpindahan massa akan terjadi melalui difusi pada permukaan fluida di dalam pori membran. Berbeda dengan jenis membran reverse osmosis ataupun nanofiltrasi yang menggunakan tekanan sebagai gaya dorong karena pada membran kontaktor gaya dorong yang digunakan adalah perbedaan konsentrasi (BackHouse, 1986).

2.3.1 Membran *Polyvinylidenefluoride* (PVDF)

PVDF merupakan polymer yang banyak digunakan sebagai material pembuatan membran. Hal ini karena, PVDF memiliki sifat resistensi tinggi terhadap oksidasi termasuk oleh ozon, resisten terhadap kebanyakan mineral dan asam organik, hidrokarbon alipatik dan aromatik, alkohol dan pelarut terhalogenisasi. PVDF larut pada pelarut apotik dan memiliki sifat fisik yang stabil pada rentang temperatur -50°C sampai 140°C . Struktur membran PVDF ditunjukkan pada gambar 2.2 (Mulder, 1996).



Gambar 2.2: Struktur *Polyvinylidenefluoride* (PVDF)

Spesifikasi membran untuk distilasi membran yaitu memiliki surface energy yang serendah mungkin untuk menghindari *wetting* (pembasahan). Material *hydrophobic* yang dibutuhkan agar tidak terjadi *wetting* seperti *Polypropylene* (PP), *Polyethylene* (PE), *Polytetrafluoroethylene* (PTFE), *Polyvinylidenefluoride* (PVDF).

Selektifitas ditentukan oleh keseimbangan uap dan cair, sehingga membran tidak dapat dioptimalkan lebih lanjut. Fluks dapat dioptimalkan dan parameter yang paling penting adalah porositas. Porositas tinggi sering dikaitkan dengan meningkatnya ukuran pori tetapi faktor ini mempengaruhi *wetting*. Porositas tinggi (70-80%) dengan ukuran pori berkisar 0.2-0.3 μm sangat dibutuhkan. Ukuran pori maksimum adalah penting karena pembasahan berkaitan dengan ini dan karenanya pori-pori terbesar tidak boleh terlalu berbeda dari ukuran pori rata-rata. Membran harus setipis mungkin dan mempunyai pori yang dapat digunakan dalam proses ini hampir sama dengan yang digunakan dalam mikrofiltrasi (Mulder, 1996).

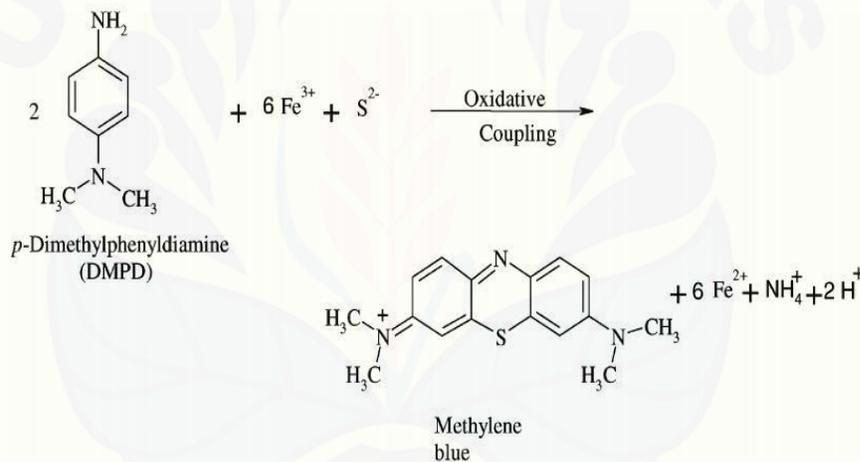
2.4 Larutan SAOB (*Sulfat Antioxidant Buffer*)

Hidrogen sulfida akan diubah menjadi ion sulfat (SO_4^{2-}) untuk dapat dipisahkan dari campurannya. Sulfida merupakan gas asam belerang. Sulfida merupakan hasil pembusukan zat organik berupa hidrogen sulfida (H_2S) pada air limbah. Hidrogen sulfida yang dihasilkan oleh bakteri pembusuk dari zat-zat organik bersifat racun terhadap ganggang dan mikroorganisme lainnya. Hidrogen sulfida dapat digunakan oleh bakteri fotosintetik sebagai donor elektron/hidrogen untuk mereduksi karbondioksida (CO_2). Hasil pembusukan zat-zat organik tersebut menimbulkan bau busuk yang tidak menyenangkan pada lingkungan sekitarnya. (Margareth, 2009). Keberadaan sulfida dalam bentuk hidrogensulfida sangat mengganggu karena dapat menyebabkan kerusakan pada beton-beton dan juga menyebabkan berkaratnya logam-logam (pipa penyaluran) dalam bidang industri. Penetapan sulfida bertujuan untuk menganalisa gas asam belerang dalam air limbah yang terjadi dari proses penguraian zat-zat organik (senyawa belerang) penyebab timbulnya bau busuk pada perairan (Mahida, 2009).

Sulfur terdapat di alam sebagai unsur, sebagai H_2S dan SO_2 , dalam bijih sulfida logam dan sebagai sulfat seperti gips dan anhidrit. Sulfur diperoleh dalam skala besar dari gas hidrokarbon alamiah seperti yang ada di Alberta, Kanada yang

mengandung sampai 30% H₂S, ini dihilangkan melalui interaksi dengan SO₂, yang diperoleh dari pembakaran sulfur dalam udara. (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Pengukuran ESI Sulfida memerlukan buffer SAOB (*Sulfat Antioxidant Buffer*), yang terdiri dari NaOH, asam askorbat, dan Na₂EDTA. Fungsi SAOB untuk mempertahankan ion S²⁻ agar tidak terbentuk HS⁻ atau H₂S sehingga respon elektroda terhadap S²⁻ akan maksimal. ASTM (*Standard Water and Environmental Technology*) merekomendasikan buffer yang dikenal dengan nama SAOB (*Sulphide Anti-Oxidant Buffer*). Larutan ini ditambahkan ke dalam sampel dengan perbandingan volume 1:1. Buffer ini dibuat dari sodium hidroksida (80 g/l), disodium EDTA (67 g/l), dan asam askorbat (35 g/l) (ASTM, 1987).



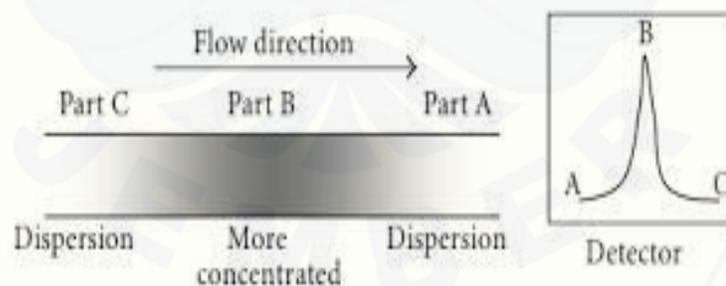
Gambar 2.3: Reaksi pembentukan metilen biru dari sulfida dengan DMPD dan Fe(III) (Yuan and Kuriyama, 2000).

Gambar 2.3 menjelaskan tentang reaksi pembentukan metilen biru yang diperoleh dari kompleks sulfida dengan SAOB bereaksi dengan *N,N*-dimethyl-*p*-phenylenediamine dan FeCl₃ (Redondo *et al.*, 2017). FeCl₃ mengoksidasi terlebih dulu reagen DMPD (*N,N*-dimethyl-*p*-phenylenediamine) untuk membentuk senyawa intermediet, kemudian direduksi oleh sulfida untuk membentuk zat warna *phenothiazinium* metilen biru (Boltz dan Howell, 1978). Kubáñ *et al.* (1992) meneliti reaksi tersebut dan membuktikan bahwa kinetika dan produk yang dihasilkan

bergantung pada konsentrasi reagen, perbandingan Fe(III) dengan DMPD dan waktu reaksi. Kompleks metilen biru berwarna biru dapat dideteksi dengan spektrofotometer visibel (Silva, 2001).

2.5 Sequential Injection Analysis (SIA)

Sequential Injection Analysis (SIA) adalah metode pengembangan kedua dari teknik *Flow Injection Analysis* (FIA) yang digunakan sebagai metode analisis sampel (Ruzicka J, Marshall GD, 1990). Perbedaan SIA dengan *Flow Injection Analysis* (FIA) terletak pada jenis pompa, multiposition valve, pengaturan sistem kerja dan seluruh pengaturan SIA dikendalikan oleh komputer (Paraskevas,2012). Mutiposition valve SIA terdapat beberapa channel yang dihubungkan dengan sampel, reagen, mixing coil, limbah dan detektor. Pengaturan sistem multiposition valve tersebut disesuaikan dengan kebutuhan analisa sampel. Sampel dan reagen dapat diinjeksikan masuk ke dalam sistem SIA menggunakan jenis pompa dua arah (*syringe pump*). Jenis pompa ini memiliki kemampuan untuk menarik (*aspirate*) dan mendorong (*dispense*) larutan. *Holding coil* pada sistem SIA ditempatkan antara pompa dan multiposition valve yang berguna sebagai tempat pemberhentian sementara sampel dan reagen (Paraskevas,2012).



Gambar 2.4: Zona dispersi larutan sebelum masuk ke detektor (Supaporn K,2012).

Mekanisme kerja SIA secara umum dapat dilihat pada gambar 2.4 yang dimulai dari larutan sampel dan reagen akan ditarik masuk ke dalam holding coil

menggunakan pompa *syringe* pada posisi *aspirate* secara berurutan. Larutan tersebut kemudian dialirkan ke dalam mixing coil dengan menggunakan jenis pompa yang sama pada posisi *dispense* untuk menyempurnakan proses reaksi. Larutan sampel dan reagen akan terdorong masuk ke dalam mixing coil. Pada keadaan ini sampel dan reagen bereaksi secara kimia sehingga dapat diukur secara kuantitatif menggunakan detektor. Larutan campuran kemudian dialirkan menuju detektor menggunakan carrier. Carrier dapat mendispersi larutan campuran sehingga menghasilkan puncak sinyal yang terbaca pada detektor (Supaporn K, 2012).

Paraskevas (2012) menyebutkan keuntungan sistem SIA dibanding FIA adalah:

- a. SIA merupakan sistem yang terautomatisasi sehingga semua perintah dikendalikan oleh komputer.
- b. SIA memanfaatkan manifold sederhana yang dapat digunakan untuk mengambil berbagai jenis larutan
- c. Penggunaan reagen dan carrier jauh berkurang
- d. Operasi dua arah dari sistem pompa SIA dapat memudahkan dalam proses preparasi sampel dan pengukuran dengan detektor.

2.6 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri merupakan alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer adalah sumber sinar dari spektrum dengan panjang gelombang yang spesifik. Fotometer merupakan alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi. Spektrofotometer merupakan alat yang digunakan untuk mengukur energi relatif saat energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi panjang gelombang. Kelebihan spektrofotometer dengan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat dideteksi. Pendeteksian sinar tersebut dapat diperoleh dengan menggunakan alat seperti prisma, grating atau celah optis (Gandjar, 2007).

Sinar putih yang dilewatkan melalui larutan berwarna maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap dengan selektif dan radiasi sinar yang lainnya akan diteruskan. Absorbansi maksimum dari larutan berwarna terjadi pada daerah warna yang berlawanan dengan warna yang diamati. Contohnya yaitu larutan berwarna merah akan menyerap radiasi maksimum pada daerah warna hijau. Warna yang diserap adalah warna komplementer dari warna yang diamati (Suharta, 2005).

Spektrofotometri visibel adalah sumber sinar dari cahaya tampak. Cahaya tampak adalah sebuah spektrum elektromagnetik yang dapat ditangkap oleh mata manusia. Panjang gelombang sinar tampak adalah 380 sampai 750 nm. Sinar yang dapat dilihat oleh kita yaitu putih, merah, biru, hijau, dan lain-lain. Warna tersebut selama masih dapat dilihat oleh mata, maka sinar tersebut termasuk ke dalam sinar tampak (*visible*). Sumber sinar tampak yang umumnya dipakai pada spektro *visible* adalah lampu *Tungsten*. Sampel yang dapat dianalisa dengan metode ini yaitu sampel yang berwarna. Hal ini menjadi kelemahan tersendiri dari metode spektrofotometri *visible*. Sampel yang tidak memiliki warna harus terlebih dulu dibuat berwarna dengan menggunakan reagen spesifik (Suharta, 2005).

Berdasarkan Hukum Lambert, absorbansi berbanding lurus dengan ketebalan sel yang disinari. Berdasarkan Beer, serapan berbanding lurus dengan konsentrasi dan ketebalan sel. Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa intensitas yang diteruskan oleh suatu larutan zat penyerap berbanding lurus dengan tebal dan konsentrasi larutan (Gandjar, 2007). Hukum Lambert-Beer umumnya dikenal dengan persamaan sebagai berikut:

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ atau } A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (2.1)$$

Dimana:

A = absorbansi

b = tebal larutan (tebal kuvet diperhitungkan juga umumnya 1 cm)

c = konsentrasi larutan yang diukur

ϵ = tetapan absorptivitas molar

a = tetapan absorptivitas (jika konsentrasi larutan yang diukur dalam ppm).

(Gandjar, 2007).

Spektrofotometer yang merupakan alat yang sesuai untuk pengukuran pada daerah spektrum ultraviolet-visibel. Alat ini terdiri atas suatu sistem optik dengan kemampuan menghasilkan sinar monokromatis dalam kisaran panjang gelombang 300-800 nm (Cairns D, 2004). Pembentukan metilen biru dari reaksi sulfida dengan DMPD (*N,N-dimethyl-p-phenylenediamine*) dan FeCl_3 dimanfaatkan untuk mengukur kandungan sulfida secara spektrofotometri visibel. Berdasarkan penelitian Widihati *et al.* (2011), panjang gelombang maksimum larutan metilen biru 2 ppm adalah 664 nm, yang merupakan hasil *scanning* pada panjang gelombang 550- 675 nm.

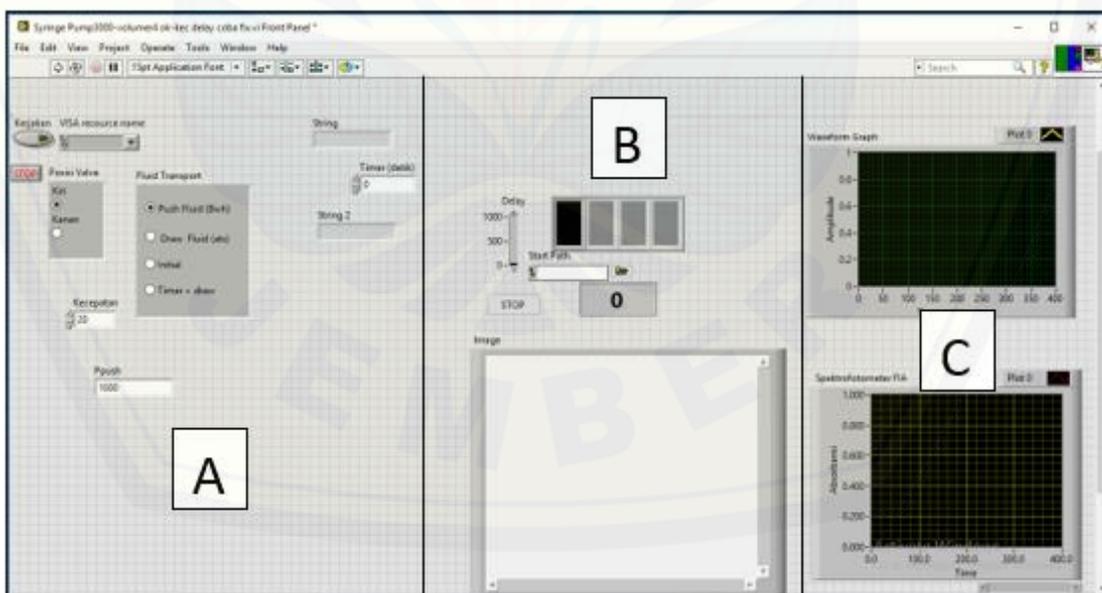
2.7 LabVIEW

LabVIEW (*Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench*) adalah perangkat lunak komputer untuk pemrosesan dan visualisasi data dalam bidang akuisisi data, kendali instrumentasi serta automasi industri yang pertama kali dikembangkan oleh perusahaan National Instruments pada tahun 1986. Perangkat lunak ini dapat dijalankan pada sistem operasi Linux, Unix, Mac OS X dan Windows. Labview menggunakan konsep instrumentasi virtual yaitu suatu cara yang menggunakan *graphical programming software* untuk menciptakan solusi yang dapat menyelesaikan suatu kebutuhan tertentu (Sigiro *et al.*, 2013).

LabVIEW memiliki *tools* yang lengkap untuk merancang bangun sebuah sistem pengukuran atau aplikasi kontrol dengan lebih hemat waktu jika dibandingkan dengan program yang memerlukan *coding*. LabVIEW merupakan bahasa pemrograman berbasis grafik untuk instrumentasi, akuisisi data, otomasi dan kontrol serta komunikasi. Perangkat lunak ini merupakan *developer* sama halnya dengan bahasa pemrograman C/C++, FORTRAN atau BASIC. LabVIEW didesain untuk tidak bergantung pada mesin, sehingga dapat ditransfer antar sistem operasi. LabVIEW juga memiliki banyak perangkat untuk penanganan fungsi matematika,

visualisasi data grafis dan obyek data masukan yang banyak ditemukan pada aplikasi analisis dan akuisisi data (Swarna, 2015).

Virtual instrumen dapat digunakan untuk membuat sistem instrumentasi dan kontrol secara virtual dalam komputer, sehingga dapat mengakuisisi data dari sensor atau instrument, menganalisa serta menampilkan hasil dalam instrumentasi virtual tersebut sesuai dengan keinginan. LabVIEW adalah program yang digunakan untuk mengotomatisasi pengujian dan pengumpulan data. Hal ini pada dasarnya bahasa pemrograman grafis di mana pengguna dapat mengatur program untuk memanipulasi dan menyimpan data. Sisanya tutorial ini merupakan pengenalan dasar LabVIEW dan fitur yang tersedia. Ini hanya dimaksudkan sebagai sebuah pengantar dan anda dianjurkan untuk mengeksplorasi fitur lain dari program ini kuat secara independen. Transmisi data lewat chanel dapat berbentuk parallel dan serial. Bit dari karakter yang diwakili oleh suatu kode ditransmisikan secara serentak satu karakter tiap saat parallel, sedangkan serial, masing masing bit dari suatu karakter dikirimkan secara berurutan yaitu bit per bit (Economou, 2003).



Gambar 2.5 Tampilan halaman kerja pada software labview

Rancangan program LabVIEW dapat dilihat pada gambar 2.5. Program LabVIEW yang digunakan pada proses pemisahan gas H₂S dirancang dan dirangkai sendiri. Rangkaian tersebut mengacu pada penelitian sebelumnya.



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di YPSM Sukorambi, Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Pelaksanaan penelitian pada bulan Maret 2018 sampai November 2018.

3.2 Alat dan Bahan

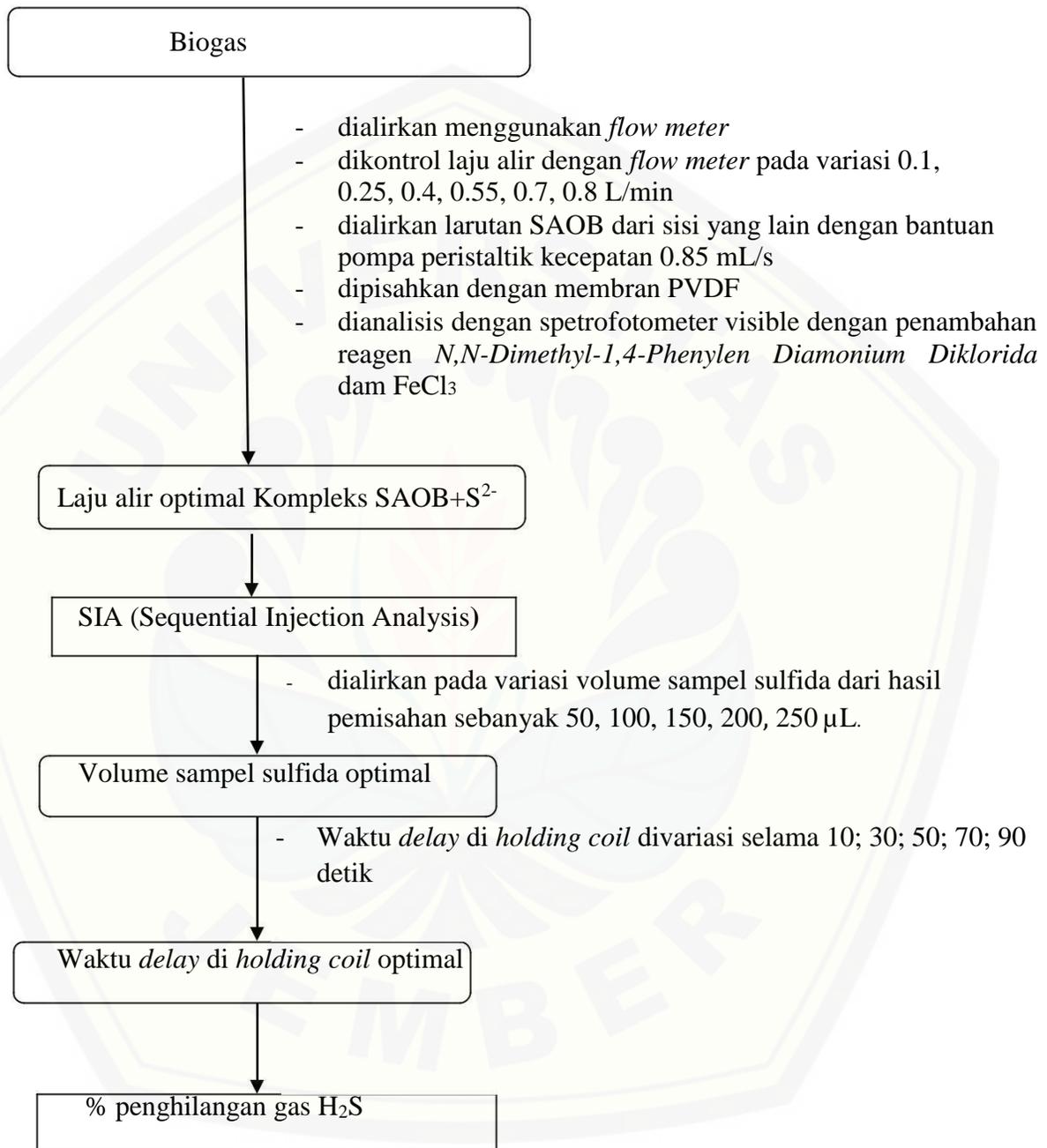
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker 50 mL; 100 mL; 250 mL, labu ukur 50 mL; 100 mL, gelas ukur 10 mL; 50 mL, pipet tetes, pipet volume 1 mL; 50 mL; 100 mL, pipet *mohr* 10 mL, corong gelas, spatula, ball pipet, gelas arloji, batang pengaduk, botol semprot, plat *hollow fiber* membran, spektrofotometer UV-VIS, tabung biogas, selang (pipa), komputer, *software* LabVIEW, syringe pump, manometer, pompa peristaltik, kran gas, sel permeasi akrilik, *flowmeter* 0,1-0,8 L/menit dan 1 set alat SIA (*FIAlab*).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah membran PVDF (*polyvinylidene fluoride*) komersial (Millipore GVHP29325), akuades, kristal NaOH (E Merk; 99%), asam askorbat (E Merk), Na₂S.9H₂O, larutan *N,N*-Dimethyl-1,4-Phenylene Diamonium Diklorida, FeCl₃, biogas, gas N₂, dan Na₂-EDTA.

3.3 Diagram Alir Penelitian

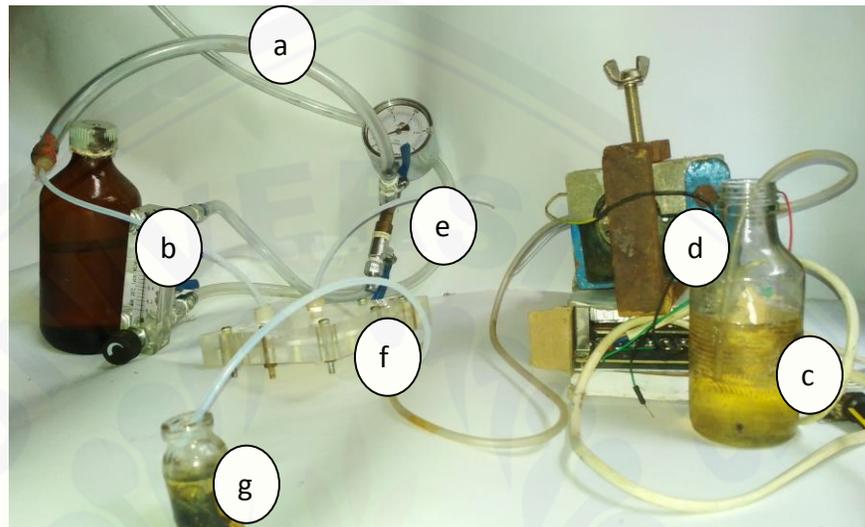


Gambar 3.1 Diagram alir penentuan kadar gas H₂S

3.4 Desain Instrumentasi Penelitian

3.4.1 Desain Instrumentasi Penelitian pada metode tidak langsung

Desain alat permeasi gas H₂S dapat dilihat pada gambar 3.2.

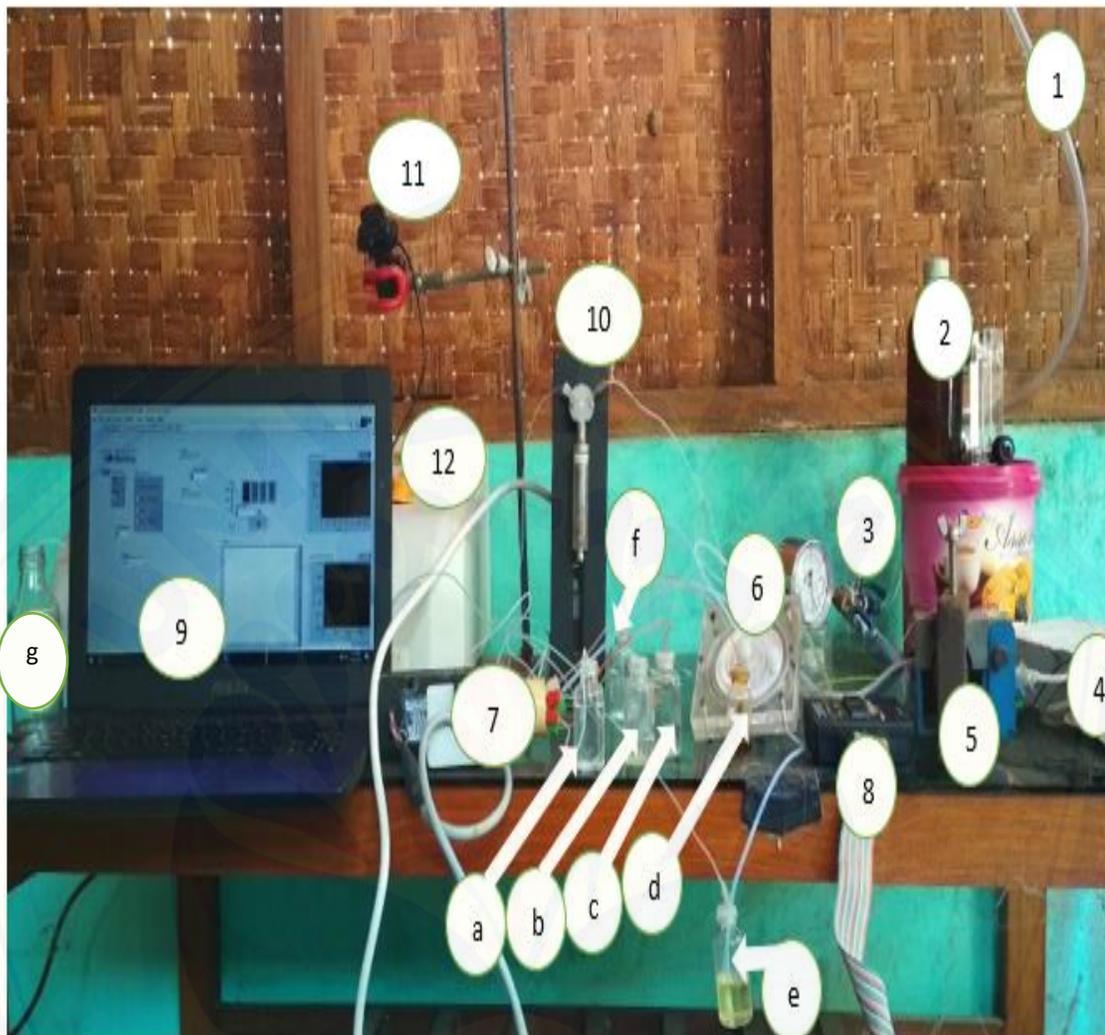


Gambar 3.2 Desain alat permeasi gas H₂S secara tidak langsung

Keterangan :

- | | |
|---------------------------|----------------------|
| a. Selang dari sumber gas | d. Pompa peristaltic |
| b. Flowmeter | e. Manometer |
| c. Larutan SAOB | f. Sel permeasi |
| | g. Penampung permeat |

Berdasarkan gambar 3.2 proses permeasi dimulai saat biogas keluar dari flowmeter (b) kemudian dialirkan ke dalam sel permeasi (f) pada uliran atas. Sel permeasi (f) uliran bawah juga dialirkan larutan SAOB (c). Larutan SAOB (c) dapat mengalir dalam sel permeasi (f) dengan bantuan pompa peristaltik (d). Pompa peristaltik (d) dihubungkan dengan *power supply* ± 24 volt untuk bisa menyala. Pompa peristaltik (d) yang sudah menyala akan bergerak dengan kecepatan tetap, sehingga larutan SAOB mengalir secara konstan. Flowmeter (b) digunakan dalam proses permeasi pada semua range laju alir yaitu 0,1- 0,8 L/menit dengan skala variasi yang terdapat pada (Lampiran 4.1). Gas H₂S yang lolos dari membran ditangkap dengan larutan penangkap SAOB, kemudian keluar dari sel permeasi dalam bentuk permeat yaitu S²⁻ + SAOB.



Gambar 3.3 Desain SIA untuk proses permeasi gas H_2S

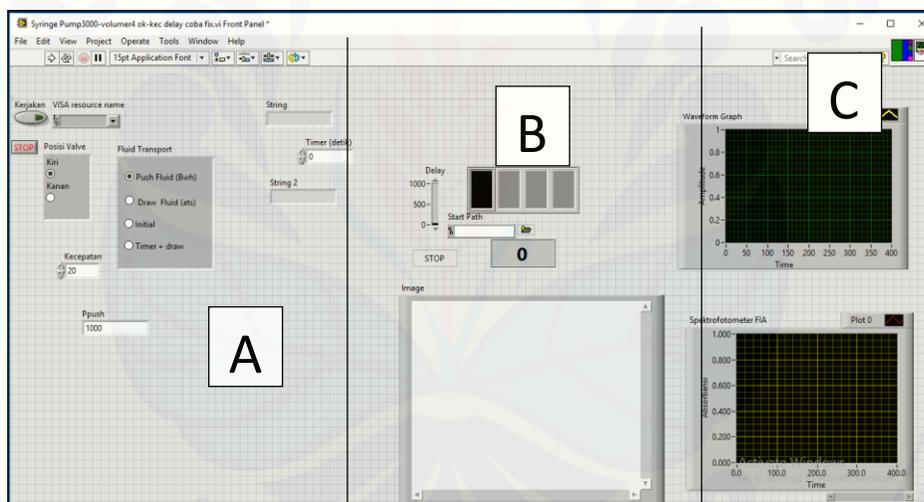
Keterangan gambar diatas:

- | | |
|-----------------------------|--|
| 1. Pipa/selang dari biogas | a. Larutan carrier H_2SO_4 1 M |
| 2. Flowmeter | b. Reagen DMPD |
| 3. Manometer | c. Akuades |
| 4. SAOB | d. Reagen $FeCl_3$ |
| 5. Pompa peristaltik | e. Larutan sampel Kompleks S^{2-} |
| 6. Sel permeasi PVDF | f. Akuades dan Larutan carrier H_2SO_4 1 M |
| 7. Multiposition valve | g. waste |
| 8. Remote kontrol | |
| 9. Laptop | |
| 10. Pompa syringe | |
| 11. Webcam | |
| 12. Spektrofotometer uv-vis | |

Rangkaian SIA spektrofotometer pada gambar 3.3 ini terdiri dari beberapa komponen yaitu *syringe pump*, kamera webcam PC, selection valve, konduktometer, pipa kapiler PTFE dengan diameter 0,8 mm, botol vial, dan komputer yang terinstal software labview 12. Syringe pump, selection valve dan kuvet *flowcell* dihubungkan satu sama lain menggunakan pipa kapiler PTFE, kemudian kamera webcam PC yang berfungsi sebagai perekam absorbansi, dihubungkan langsung pada komputer. Desain SIA dapat dilihat seperti

Berdasarkan gambar 3.3 penelitian ini menggunakan pompa (*syringe pump*) (10) dengan kapasitas 5 mL dan memiliki 3000 langkah (step). Rangkaian alat dibuat dengan menggunakan holding coil dan mixing coil dengan panjang 1,4 meter dan diameter sebesar 0,8 mm. Holding coil berfungsi sebagai tempat pembentukan segmen R-S-R (reagen – sampel - reagen), sedangkan mixing coil berfungsi sebagai tempat terjadinya dispersi antara reagen dengan sampel. Panjang *holding coil* dan *mixing coil* menentukan terjadinya proses dispersi antara reagen dan sampel, semakin panjang *holding coil* dan *mixing coil* yang digunakan maka proses dispersi akan semakin sempurna. *Holding coil* dan *mixing coil* dihubungkan melalui katup multiposisi. Katup multiposisi atau *multiposition valve* (7) yang digunakan memiliki 6 valve yang memiliki panjang tubing masing- masing 20 cm. *Syringe pump* dan *holding coil* terhubung dengan larutan ISA pada port 1 reagen DMPD, port 2 reagen FeCl₃, port 3 Sampel, port 4 akuades, port 6 *carrier* dan port 5 menghubungkan *syringe pump* (10) dan *mixing coil* menuju ke detektor (12). Pemindahan posisi port dilakukan menggunakan remot kontrol (8) yang terhubung langsung dengan instrumen ini. Wadah sampel dan reagen yang digunakan adalah vial kaca yang ditutup rapat. Penutupan vial dilakukan agar tidak terjadi kontak antara sampel atau reagen dengan lingkungan di luar sistem sehingga dapat mempengaruhi perubahan sifat dari zat atau sampel tersebut. *Syringe pump* dapat bergerak naik turun sehingga dapat mendorong dan menghisap reagen, sampel dan carier menuju *holding coil*, *mixing coil* dan detektor.

Syringe pump dan *multiposition valve* didesain untuk bekerja secara otomatis dengan dikendalikan oleh komputer. Pengaturan jumlah volume reagen dan sampel dilakukan menggunakan software LabVIEW 12 (9) (lihat gambar 3.4 bagian A). Segmentasi larutan pada penelitian ini adalah carrier H_2SO_4 1 M-reagen DMPD 70 μL -reagen FeCl_3 70 μL -sampel 100 μL -akuades 100 μL -carrier H_2SO_4 1 M (C-R1-R2-S-A-C). Gambar 3.4 menjelaskan bahwa program LabVIEW dibagi menjadi tiga bagian. Bagian A berfungsi untuk mengatur laju alir menuju detektor, setelah laju alir ditentukan kemudian tekan tombol detektor. Laju alir yang digunakan pada penelitian ini adalah 20 $\mu\text{L}/\text{s}$ dan selanjutnya bersamaan (simultan) bagian B dan C akan menjalankan perintah untuk melakukan pencatatan data. Tampilan software Labview dapat dilihat pada gambar 3.4.



Gambar 3.4 Tampilan halaman kerja pada software labview yang digunakan pada metode SIA spektrofotometri

Bagian B pada gambar 3.4 merupakan tampilan untuk spektrofotometer visibel. Bagian B terdapat *image* berguna untuk memunculkan gambar absorbansi hasil rekaman kamera webcam PC yang selanjutnya akan dibaca oleh sistem dan menghasilkan grafik yang ditampilkan pada bagian C. Bagian C akan menampilkan hasil pembacaan data pada monitor. Data akan tersimpan dalam bentuk file yang

dapat dibaca oleh notepad, wordpad maupun microsoft word setelah proses aliran selesai

3.5. Prosedur Penelitian

3.5.1 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan SAOB (*Sulfide Anhydride Oxidant Buffer*)

Larutan SAOB dibuat dengan cara melarutkan 40 gram NaOH dalam 100 mL akuades pada gelas beaker 1. Asam askorbat sebanyak 17,5 gram dan Na₂EDTA sebanyak 33,5 gram dilarutkan ke dalam akuades dalam beaker 2, kemudian diaduk sampai semua larut. Kedua larutan dicampur dan diencerkan hingga volume 500 mL menggunakan labu ukur. Larutan SAOB diukur dengan pH meter sampai mencapai pH 14 dengan penambahan larutan sabun. Larutan SAOB ini memiliki pH sekitar 14 yang akan mengubah semua gas H₂S menjadi spesi S²⁻ (Redondo *et al.*, 2017).

b. Pembuatan Reagen *N,N* dimethyl-*p*-phenylene diamine hydrochloride

Larutan induk pereaksi asam sulfat-amina dibuat dengan cara mencampurkan 2 mL akuades menggunakan pipet mohr 5 mL dengan 5 mL H₂SO₄pa menggunakan pipet volume 5 mL, kemudian ditambahkan dengan 2.710 gram *N,N*-Dimethyl-1,4-Phenylen Diamine kemudian diencerkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan akuades (simpan dalam botol gelap) (Badan Standart Nasional, 2009)

c. Pembuatan Reagen FeCl₃

Larutan FeCl₃ dibuat dengan cara melarutkan padatan FeCl₃.6H₂O sebanyak 20 gram dalam 8 mL akuades (Badan Standart Nasional, 2009).

d. Pembuatan Larutan KIO₃ 2140 ppm

Larutan KIO₃ 2140 ppm dibuat dengan cara melarutkan 2,14 gram kristal KIO₃ ke dalam akuades, kemudian diencerkan di dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas

e. Pembuatan Larutan H_2SO_4 0,1 M

Larutan H_2SO_4 1 M dibuat dengan cara pengenceran dari HCl 37% yaitu mengambil sebanyak 9,5 ml dan diencerkan dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas.

f. Pembuatan larutan induk sulfida

Larutan standar S^{2-} 100 ppm dibuat dari 0,075 gram $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 10 ml larutan NaOH 0,25 M, kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas.

g. Pembuatan larutan standar sulfida dari larutan induk

Larutan standar sulfida konsentrasi 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 ppm dibuat dari mengambil larutan induk sulfida 100 ppm sebanyak 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4 dan 0,45 menggunakan pipet mohr 1 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan hingga tanda batas.

3.5.2 Standarisasi Larutan Sulfida dan *Scanning* Panjang Gelombang

Standarisasi larutan sulfida dengan metode iodimetri menggunakan larutan KIO_3 . Larutan KIO_3 0,1 M diambil sebanyak 25 ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 1 gram KI dan 3 ml larutan H_2SO_4 3M. Larutan tersebut kemudian dititrasikan dengan larutan standar S^{2-} sampai berubah menjadi warna kuning. Indikator amilum ditambahkan sebanyak 3 ml ke dalam larutan tersebut sehingga berubah warna menjadi biru dan dititrasikan kembali sampai warna biru hilang dan menjadi tidak berwarna. *Scanning* panjang gelombang dilakukan dengan menyediakan larutan standar S^{2-} dalam konsentrasi 0,4 ppm untuk metode tidak langsung. Larutan standar S^{2-} disediakan dalam konsentrasi 0,4 ppm untuk metode langsung. *Scanning* dilakukan terlebih dahulu untuk penentuan panjang gelombang maksimum. *Scanning* dilakukan menggunakan larutan kompleks S^{2-} 0,4 ppm pada range panjang gelombang 600 sampai 800 nm dengan interval 10 nm dan 2 nm. Panjang gelombang maksimum digunakan untuk penentuan absorbansi setiap

konsentrasi. Nilai absorbansi diplotkan dengan konsentrasi sehingga membentuk kurva kalibrasi standar.

3.5.3 Proses pemisahan gas H₂S dari biogas

Redondo *et al* (2017) melakukan pemisahan gas H₂S dalam biogas pada laju alir optimum sebesar 0.1 L/min menggunakan analisis FIA. Berdasarkan acuan tersebut gas H₂S dan metana dari tabung dialirkan dengan menggunakan selang yang dikontrol dengan *flowmeter* pada variasi laju alir gas H₂S sebesar 0.1 L/min. Larutan SAOB dialirkan dengan bantuan pompa peristaltik ke dalam bak pemisahan yang di dalamnya terdapat membran PVDF. Larutan SAOB digunakan sebagai larutan penangkap gas H₂S yang lolos dari membran, yang kemudian akan keluar dalam bentuk S²⁻ seperti pada gambar 3.2. Proses pemisahan gas H₂S dilakukan sampai volume larutan SAOB + S²⁻ sebanyak 5 mL, kemudian dilakukan pengenceran 10 kali agar permeat tidak terlalu pekat di dalam labu ukur 10 mL. Permeat yang sudah diencerkan ditambah dengan reagen FeCl₃ dan larutan *N,N-Dimethyl-1,4-Phenylene Diamonium Diklorida* sebagai reagen yang akan membentuk senyawa berwarna biru ketika bereaksi dengan senyawa sulfida. Analisis dilakukan dengan mengukur absorbansi panjang gelombang maksimum (664 nm) dengan spektrofotometer visibel. Konsentrasi H₂S yang terpisah dapat ditentukan dengan mensubstitusi nilai absorbansi yang didapatkan ke persamaan kurva kalibrasi standar. Percobaan dilakukan dengan tiga kali pengulangan.

3.5.4 Analisis konsentrasi gas H₂S dengan sistem SIA secara otomatis

Analisis konsentrasi gas H₂S menggunakan SIA dilakukan setelah mengoptimasi dua variabel yaitu volume larutan sulfida dan waktu delay di holding coil.

a. Respon volume larutan sulfida

Volume larutan sulfida yang diinjeksikan sebesar 50, 100, 150, 200, 250 mL. Reagen yang digunakan adalah *N,N dimethyl-p-phenylene diamine hydrochloride*

dan FeCl_3 Analisis ini dilakukan dengan mengikuti tahapan injeksi yang telah optimum dan pada waktu *delay* minimum yaitu 10 detik di *holding coil*. Respon yang ditunjukkan akan direkam oleh komputer dan diolah menjadi data. Data yang didapatkan dari komputer berupa absorbansi akan digunakan untuk menentukan konsentrasi gas H_2S dengan cara mensubstitusikan nilai absorbansi maksimum yang diperoleh ke persamaan kurva kalibrasi standar. Tahapan ini dilakukan dengan pengulangan sebanyak 6 kali untuk setiap variasi volume larutan sulfida.

b. Respon waktu *delay* di *Holding Coil*.

Larutan kompleks $\text{SAOB}+\text{S}^{2-}$ dan variasi waktu *delay* di *holding coil* yaitu 10; 30; 40; 50; 70; 90 detik. Analisis ini dilakukan dengan mengikuti tahapan injeksi yang telah optimum dan pada volume sulfida optimum. Respon yang ditunjukkan akan direkam oleh komputer dan diolah menjadi data. Data yang didapatkan dari komputer berupa absorbansi akan digunakan untuk menentukan konsentrasi gas H_2S dengan cara mensubstitusikan nilai absorbansi maksimum yang diperoleh ke persamaan kurva kalibrasi standar. Tahapan ini dilakukan dengan pengulangan sebanyak 6 kali untuk setiap variasi waktu *delay* di *holding coil*.

3.5.5 Kriteria Pengukuran Analitik

a. Linieritas

Linieritas dapat digambarkan dari kurva kalibrasi dengan memplotkan antara sumbu x dan y, dimana sumbu x adalah konsentrasi S^{2-} dan sumbu y adalah absorbansi yang dihasilkan. Konsentrasi S^{2-} yang digunakan adalah 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 ppm untuk metode tidak langsung dengan perlakuan sama seperti prosedur 3.5.5 dan 0,4 ppm, 0,8 ppm, 1,2 ppm, 1,6 ppm dan 2 ppm untuk metode SIA spektrofotometri. Kurva kalibrasi pada SIA dibuat dengan penambahan larutan standart sulfida 100 μL , reagen DMPD 70 μL dan reagen FeCl_3 70 μL . Respon yang linier ditunjukkan melalui persamaan garis $y=mx+c$.

a. Sensitivitas

Sensitivitas dinyatakan sebagai slope dari kurva yang diperoleh dengan range tertentu. Menurut aturan IUPAC, sensitivitas yang dinyatakan dengan slope

merupakan sensitivitas kurva. Silva (2001) menyatakan sensitivitas sebagai rasio perubahan sinyal tiap unit perubahan konsentrasi analit. Nilai sensitivitas yang besar berarti bahwa perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang berarti.

b. Limit Deteksi

Salah satu karakteristik dari detektor adalah kemampuannya untuk mendeteksi konsentrasi suatu analit. Semakin kecil konsentrasi yang bisa dideteksi, semakin baik karakteristik detektor tersebut. Limit deteksi atau batas identifikasi adalah kuantitas atau konsentrasi terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi. Batas deteksi biasanya dinyatakan dalam mikroliter (μL) atau gamma (Svehla, 1985).

$$Y_{\text{LOD}} = Y_{\text{B}} + 3 \text{ SB} \quad (3.1)$$

Dimana :

Y_{LOD} = limit deteksi

Y_{B} = sinyal blanko

SB = standar deviasi kurva kalibrasi

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diperoleh dari penelitian desain analisis SIA pada permeasi gas H₂S dalam biogas menggunakan membran PVDF adalah sebagai berikut:

1. Pengaruh volume larutan sulfida terhadap nilai absorbansi larutan standart S²⁻ yaitu didapatkannya volume larutan sulfida yang optimal dengan nilai absorbansi tertinggi yaitu pada volume 100 µL dengan nilai absorbansi sebesar 0,476.
2. Pengaruh Waktu *delay* pada *holding coil* terhadap nilai absorbansi larutan standart S²⁻ yaitu didapatkannya waktu *delay* pada *holding coil* yang optimal dengan nilai absorbansi tertinggi yaitu pada waktu *delay* 50 s dengan nilai absorbansi sebesar 0,523.
3. Hasil karakterisasi pengukuran yang didapatkan dalam penelitian ini meliputi linieritas sebesar 99,94 %, limit deteksi sebesar 0,023 ppm, dan sensitifitas sebesar 0,487.
4. Pengaruh laju alir biogas terhadap nilai % penghilangan gas H₂S yang dihasilkan dari pemisahan dalam biogas yaitu didapatkannya laju alir yang optimal untuk proses permeasi adalah 0,7 L/menit dengan nilai % penghilangan 92,93 % untuk metode tidak langsung dan 96,05 % pada metode SIA

5.2 Saran

Proses permeasi sebaiknya dilakukan untuk media akrilik yang berbeda sehingga diketahui media akrilik yang optimal untuk proses permeasi. Media akrilik yang seharusnya dicoba pada media akrilik dengan pola aliran yang berbeda dan ukuran kerapatan yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2003. *Lead toxicity. Case Study in Environmental Medicine*. Toronto: US Department of Health and Human Services.
- BackHouse, I.W.1986. *Recovery and Purification of Industrial Gases Using Prism Separators. In Membranes in Gas Separation and Enrichment*. London: Royal Society of Chemistry.
- Baeza, M., J Alonso, J Bartrolí. 2005. Autoadaptive Sequential Injection System For Nitrite Determination In Waste Waters. *Journal of Analytical* 68(2): 245-252
- Cairns D. 2004. *Intisari Kimia Farmasi*. Jakarta: Buku Kedokteran.
- Cotton, dan Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI press.
- Economou, A. 2004. LabVIEW-based Sequential-Injection Analysis System for The Determination of Trace Metals by Square-Wave Anodic and Adsorptive Stripping Voltammetry on Mercury-Film Electrodes. *Journal of Automated Methods & Management in Chemistry*. 25(6): 133–140.
- Effendi, Hefni. 2003. *Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Elnusa, PT. 2015. *Pengetahuan Umum Tentang Gas H₂S*. Jakarta: PT Elnusa Tbk.
- Ermer, J., and Miller, H. 2005. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis A Guide To Best Practice*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA,

- Farrell JR, Iles PJ, Yuan YJ. 1996. Determination Of Arsenic By Hydride Generation Gas Diffusion Flow Injection Analysis With Electrochemical Detection. *Journal of Analytical Chimica Acta* 334(1-2): 193–197.
- Fritzsche A, and J. Kurz. 1990. *The Separation of Gases by Membrans*. In: Handbook Of Industrial Membrane Technology Porter MC, editor oleh William Andrew. United states: Park Ridge, NJ (USA)
- Gandjar, Ibnu. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Halimatuddahlia. 2003. Pencegahan Korosi dan Scale pada Proses Produksi Minyak Bumi. *Skripsi*. Medan: USU Digital Library.
- Hermawan B., Lailatul Qodriyah, dan Candrarini Puspita. 2007. Sampah Organik sebagai Bahan Baku Biogas untuk Mengatasi Krisis Energi Dalam Negeri. *Karya Tulis Ilmiah Mahasiswa*. Universitas Lampung: Bandar Lampung.
- Heru, Pratomo. 2003. Pembuatan dan Karakterisasi Membran Komposit Polisulfon Selulosa Asetat Untuk Proses Ultrafiltrasi. *Jurnal Pendidikan Kimia FMIPA UNY*. Yogyakarta: FMIPA UNY.
- Idris, Nurhasanah. 2011. Analisis Kandungan β -karoten dan Penentuan Aktivitas Antioksidan Dari Buah Melon (Cucumis melo Linn.) Secara Spektrofotometer UV-Vis. *Skripsi*. Makassar: Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar
- Kanehashi, S, K. Nagai. 2005. Analysis Of Dual-Mode Modelparameters For Gas Sorption In Glassy Polimers. *Journal of Membrane Science* 253(1-2): 117-138.
- Kesting, R.E.2000. *Synthetic Polymeric Membranes*.New York: McGraw-Hill Book Company.
- Khopkar, S. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.

- Kubáň V, Dasgupta PK, Marx J. 1992. Nitroprusside And Methylene Blue Methods For Silicone Membrane Differentiated Flow Injection Determination Of Sulfide In Water And Wastewater. *Journal of Analytical Chemistry* 64(1): 36–43.
- Lenehan, C. E., Barnett, N. W. and Lewis, S. W. 2002. Determination Of Hydrogen Sulfide In Seawater Using Flow Injection Analysis And Flow Analysis. *Journal of Analysis*.31 (4): 894–900.
- Mahida, U.N. 1984. *Pencemaran Air dan Pemanfaatan Limbah Industri*. Jakarta: Penerbit Rajawali.
- Margareth. 2009. *Phosphatidylinositol 3-Kinase (PI3K) Pathway Activation In Bladder Cancer*. United Kingdom: Cancer Research UK Clinical Centre
- Metty, Komang. 2012. Pemurnian Biogas Dari Gas Pengotor Hidrogen Sulfida (H₂S) Dengan Memanfaatkan Limbah Gram Besi Hasil Pembubutan. *Skripsi*. Bali: Universitas Udayana.
- Meynell, P.J. 1976. *Methane: Planning a Digester*. Great Britain: Prism Press
- Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology, 2nd edition*. Dordrecht: Kluwer Academic Publisher,
- Paraskevas D. 2012. Sequential Injection Analysis: A useful Analytical Tool in Drug Dissolution Testing, Tzanavaras. *Journal of Pharmaceutical Analytical Acta* 3 (5): 2-5.
- Parro, D. 1984. Membrane CO₂ Proves Out at SACROC Tertiary Recovery Project. *Journal of Oil Gas* 82(39): 85–88.
- Paul, D. R. and Y. P. Yampol'skii. 1994. *Polymeric Gas Separation Membranes*. Boca Raton: CRC Press.

- Redondo, R., Vinicius, CM., Mireia, B., Javier, L., dan David, G. 2017. On-line Monitoring of Gas-Phase Bioreactors for Biogas Treatment: Hydrogen Sulfide and Sulfide Analysis by Automated Flow Systems. *Journal of Analytical Bioanalytical Chemical*. 391: 789-798.
- Riyanto, S. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO /iec 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi Edisi 1*. Yogyakarta: Deepublish.
- Roberts, J.R. Gibbins, R. Panesar, G. Kelsall.2004. *Improvement In Power Generation With Post-Combustioncapture Of CO₂*. Cheltenham: IEA Greenhouse Gas R &D Programme.
- Ruzicka, J and Marshall, G.D. 1990. Sequential Injection: A New Concept For Chemical Sensors, Process Analysis And Laboratory Assays. *Journal of Analytical Chemical Acta* 237: 329-343.
- Sigiro' S. A., Tamba, T., Sitepu, M., dan Setiono, A. 2013. Instrumentasi Virtual Menggunakan Labview dan Soundcard. *Jurnal Saintis Fisika*. 5(1).
- Silva, M. S. P., Silva, I. S., Abate, G., and Masini, J. C. 2001. *Spectrophotometric Determination Of Acid Volatile Sulfide In River Sediments By Sequential Injection Analysis Exploiting The Methylene Blue Reaction*. 53(4): 843–850.
- Skoog, Douglas, A. 2012. *Fundamentals of Analytical Chemistry, 8th Edition*. Kanada: Brooks/Cole
- Suharta. 2005. *Kimia Instrumentasi*. Medan: Jurusan Kimia FMIPA Unimed.
- Supaporn, Kradtap Hartwellm. 2012. Review Article Flow Injection/Sequential Injection Analysis Systems: Potential Use as Tools for Rapid Liver Diseases Biomarker Study, Hindawi Publishing Corporation International. *Journal of Hepatology*. 2012 (10): 2-5.
- Svehla, G. 1985. *Kimia Analisis*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

- Swarna, Prabha Jena, Shanaz Aman, Rupanita Das. 2015. Computerized Green House Data Acquisition System Using Arduino with LabVIEW. *Journal of Advanced Research in Electrical, Electronics and Instrumentation Engineering* 4(4): 2320-3765
- Wenten, I.G. 2000. *Teknologi Membran Industrial*. Bandung: Penerbit ITB.
- Widhiati, L.A.G., Diantariani, N.P., dan Nikmah, Y.F. 2011. Fotodegradasi Metilen Biru dengan Sinar UV dan Katalis Al₂O₃. *Jurnal Kimia*. 5(1):31- 42
- Wyk PV, Scarpa J. 1999. *Water Quality Requirements and Management*. Florida: Harbor Branch Oceanographic Institution.
- Yuan, Y.J., and Kuriyama, H. 2000. Determination Od Hydrogen Sulfide In A Yeast Culture Solution By Flow Analysis Utilising Methylene Blue Spectrophotometric Detection. *Journal Of Biotechnology*.22 (9): 795-799
- Zulaekha, T. 2006. Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion S²⁻ dengan Komposit AgS, Grafit dan Parafin. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

LAMPIRAN

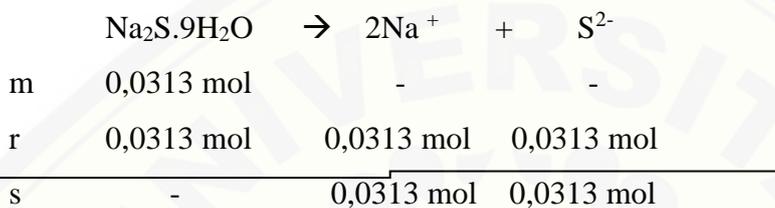
3.1 Pembuatan Larutan Induk S²⁻ 1000 ppm

$$1000 \text{ ppm} = 1000 \text{ mg/L}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{1 \text{ gram}}{L}$$

$$\text{massa S}^{2-} = 1 \text{ gram}$$

$$\text{mol} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr S}} = \frac{1 \text{ gram}}{32 \text{ g/mol}} = 0,0313 \text{ mol}$$



$$\text{mol S}^{2-} = \text{mol Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O} = \text{mol Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$$

$$= 0,0313 \text{ mol} \times 240,1 \text{ g/mol}$$

$$= 7,52 \text{ gram}$$

Massa Na₂S·9H₂O hasil penimbangan = 7,5201 gram dalam 1 L

3.2 Pembuatan larutan KIO₃ 2140 ppm

$$N = 0,01N = 0,01 \text{ M}$$

$$M = \frac{n}{V}$$

$$n = M \times V$$

$$n = 0,01 \text{ M} \times 0,1 \text{ L}$$

$$n = 0,001 \text{ mol}$$

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\text{massa} = n \times \text{Mr}$$

$$\text{massa} = 0,001 \text{ mol} \times 214 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 0,214 \text{ gram}$$

$$\text{massa saat penimbangan} = 0,2140 \text{ gram}$$

$$\text{ppm} = \frac{0,214 \text{ gram}}{0,1 \text{ L}} = \frac{214 \text{ mg}}{0,1 \text{ L}} = 2140 \text{ ppm}$$

3.3 Standarisasi larutan standart S²⁻ 1000 ppm dengan KIO₃ 2140 ppm

Ulangan	Volume (mL)		Konsentrasi larutan standart S ²⁻ (ppm)	SD
	KIO ₃	larutan standart S ²⁻		
1	10	21,9	977,17	7.130
2	10	21,5	987,75	
3	10	21,6	990,74	
Rata-rata			987,75	

3.4 Pembuatan larutan standart S²⁻ 100 ppm dari larutan larutan standart S²⁻ yang telah distandarisasi

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

$$993,8 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{993,8 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = \frac{5000 \text{ mL}}{993,8}$$

$$V_1 = 5,06 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL larutan standart S}^{2-} \text{ 1000 ppm}$$

3.5 Pembuatan larutan standart S^{2-} untuk pembuatan kurva kalibrasi

Konsentrasi larutan standart S^{2-} 100 ppm diambil menggunakan pipet mohr 1 mL dan diencerkan menjadi beberapa konsentrasi dalam labu ukur 50 mL

Konsentrasi larutan standart S^{2-} (ppm)	Volume larutan standart S^{2-} 100 ppm (mL)
0,02	0,01
0,04	0,02
0,10	0,05
0,20	0,10
0,30	0,15
0,40	0,20
0,50	0,25
0,60	0,30
0,70	0,35
0,80	0,40
0,90	0,45

Contoh perhitungan pembuatan larutan standart S^{2-} pada konsentrasi 0,40 ppm:

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

$$0,40 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = \frac{0,40 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{100 \text{ ppm}}$$

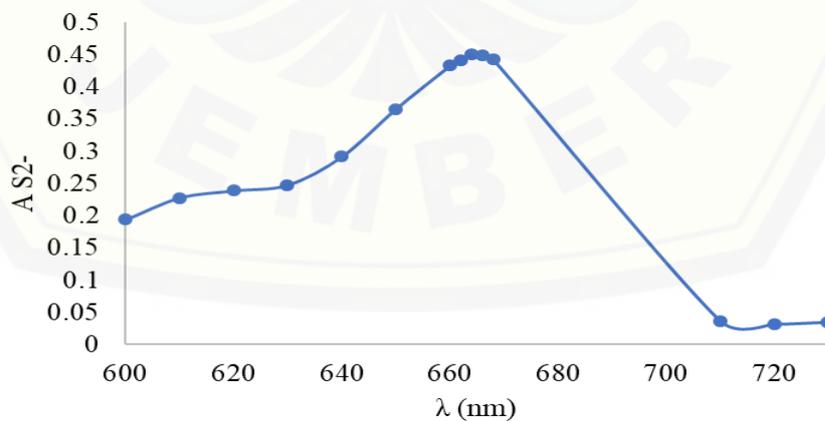
$$V_2 = \frac{20 \text{ mL}}{100}$$

$$V_2 = 0,20 \text{ mL larutan standart } S^{2-} \text{ 100 ppm}$$

3.6 Penentuan panjang gelombang maksimum

a. *Scanning* panjang gelombang maksimum interval 10 dan 2 nm

λ	Absorbansi			Rata-rata	SD
	1	2	3		
600	0,194	0,193	0,193	0,193	0.000577
610	0,228	0,228	0,228	0,228	0.000000
620	0,239	0,238	0,239	0,239	0.000577
630	0,248	0,249	0,249	0,249	0.000577
640	0,292	0,292	0,292	0,292	0.000000
650	0,366	0,367	0,366	0,366	0.000577
660	0,433	0,434	0,433	0,433	0.000577
662	0,442	0,442	0,442	0,442	0.000000
664	0,451	0,45	0,45	0,45	0.000577
666	0,449	0,449	0,449	0,449	0.000000
668	0,443	0,443	0,442	0,443	0.000577
710	0,037	0,037	0,037	0,037	0.000000
720	0,032	0,032	0,031	0,032	0.000577
730	0,035	0,035	0,035	0,035	0.000000
740	0,041	0,040	0,041	0,041	0.000577
750	0,037	0,037	0,037	0,037	0.000000
760	0,029	0,029	0,028	0,029	0.000577
770	0,018	0,018	0,018	0,018	0.000000
780	0,010	0,010	0,009	0,01	0.000577
790	0,006	0,005	0,006	0,006	0.000577
800	0,002	0,003	0,003	0,003	0.000577



Gambar 3.1 Kurva *scanning* panjang gelombang maksimum

3.7 Penentuan kurva kalibrasi larutan standart S^{2-} pada metode tidak langsung

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata	SD
	1	2	3		
0,02	0,015	0,015	0,016	0,015	0.000577
0,04	0,035	0,036	0,036	0,036	0.000577
0,10	0,099	0,098	0,098	0,098	0.000577
0,20	0,194	0,194	0,195	0,194	0.000577
0,30	0,285	0,286	0,285	0,285	0.000577
0,40	0,410	0,411	0,410	0,410	0.000577
0,50	0,498	0,499	0,499	0,499	0.000577
0,60	0,577	0,578	0,577	0,577	0.000577
0,70	0,690	0,691	0,690	0,690	0.000577
0,80	0,789	0,788	0,788	0,788	0.000577

4.1 Penentuan konsentrasi awal gas H₂S pada metode tidak langsung

Pengukuran tekanan ini dilakukan pada sumber biogas:

Selisih tinggi barometer adalah 25 cm.

$$\begin{aligned} P &= \rho gh \\ &= 1000 \times 10 \times 0,25 \text{ m} \\ &= 2500 \text{ N/m}^2 \end{aligned}$$

$$1 \text{ N/m}^2 = 9,860 \times 10^{-6} \text{ atm}$$

$$2500 \text{ N/m}^2 = 2,46 \times 10^{-2} \text{ atm}$$

$$1 \text{ atm} = 1,01 \times 10^2 \text{ kPa}$$

$$2,46 \times 10^{-2} \text{ atm} = 2,46 \text{ kPa}$$

$$\text{Tekanan awal} = 2,46 \text{ kPa}$$

$$\text{Tekanan akhir} = 0,98 \text{ kPa}$$

Laju alir (L/menit)	Tekanan alir (kPa)	Volume SAOB (mL)	fp	Absorbansi			SD	[H ₂ S] (ppm)	
				1	2	3			Rata- rata
0,1 ± 0,05	0,5 ± 0,1	5	10	0,036	0,037	0,038	0,037	0,001	0,392
0,25 ± 0,05	0,6 ± 0,1	5	10	0,085	0,082	0,083	0,083	0,001528	0,858
0,4 ± 0,05	0,8 ± 0,1	5	10	0,254	0,253	0,255	0,254	0,001	2,595
0,55 ± 0,05	0,9 ± 0,1	5	10	0,444	0,448	0,445	0,446	0,002082	4,545
0,7 ± 0,05	1 ± 0,1	5	10	0,630	0,629	0,632	0,630	0,001528	6,434
0,8 ± 0,05	1,5 ± 0,1	5	10	0,737	0,738	0,740	0,738	0,001528	7,511

Contoh perhitungan penentuan konsentrasi H₂S pada volume SAOB ke-1

$$y = 0,9846x - 0,0015$$

$$0,037 = 0,9846x - 0,0015$$

$$x = 0,03916 \times fp$$

$$x = 0,03916 \times 10 = 0,3916 \text{ ppm}$$

*fp = faktor pengenceran

4.2 Penentuan konsentrasi gas H₂S hasil pemisahan dengan menggunakan membrane PVDF pada metode tidak langsung

Pengukuran ini dilakukan pada :

Tekanan awal = 2,18 kPa

Tekanan akhir = 8,9 kPa

Laju alir (L/menit)	Tekanan alir (kPa)	Volume SAOB (mL)	Fp	Absorbansi				SD	[H ₂ S] (ppm)
				1	2	3	r ²		
0,1 ± 0,05	0,4 ± 0,1			0,011	0,011	0,013	0,012	0.001155	0,137
0,25 ± 0,05	0,8 ± 0,1			0,041	0,042	0,039	0,041	0.001528	0,432
0,4 ± 0,05	1 ± 0,1	5	10	0,099	0,097	0,100	0,099	0.001528	1,021
0,55 ± 0,05	1,8 ± 0,1			0,254	0,252	0,250	0,252	0.002	2,575
0,7 ± 0,05	2,2 ± 0,1			0,584	0,585	0,588	0,586	0.002082	5,967
0,8 ± 0,05	2,2 ± 0,1			0,432	0,435	0,433	0,433	0.001528	4,413

Contoh perhitungan penentuan konsentrasi H₂S pada volume permeat ke-1

$$y = 0,9846x + 0,0015$$

$$0,012 = 0,9846x + 0,0015$$

$$x = 0,0137 \times fp$$

$$x = 0,0137 \times 10 = 0,137 \text{ ppm}$$

*fp = faktor pengenceran

4.3 Penentuan % penghilangan gas H₂S Membran PVDF

Volume permeat ke- (mL)	V _{SAOB} (L)	A _{H₂S} awal	fp	[H ₂ S] awal (ppm)	Massa awal gas H ₂ S (mg)	V _{SAOB} (L)	A _{H₂S} akhir	fp	[H ₂ S] akhir (ppm)	Massa akhir gas H ₂ S (mg)	% penghilangan gas H ₂ S (%)
1	0,001	0,037		0,392	3,92 x 10 ⁻⁴	0,001	0,012		0,137	1,37 x 10 ⁻⁴	31,45
2	0,001	0,083		0,858	8,58 x 10 ⁻⁴	0,001	0,041		0,432	4,32 x 10 ⁻⁴	34,81
3	0,001	0,254	10	2,595	2,6 x 10 ⁻³	0,001	0,099	10	1,021	1,02 x 10 ⁻³	38,76
4	0,001	0,446		4,545	4,54 x 10 ⁻³	0,001	0,252		2,575	2,58 x 10 ⁻³	56,38
5	0,001	0,630		6,434	6,43 x 10 ⁻³	0,001	0,586		5,967	5,97 x 10 ⁻³	92,93
6	0,001	0,738		7,511	7,51 x 10 ⁻³	0,001	0,433		4,413	4,41 x 10 ⁻³	72,04,

Contoh perhitungan penentuan % penghilangan gas H₂S pada volume permeat ke-1

Massa gas H₂S awal pada volume 1 mL (1)

$$0,392 \text{ ppm} = \frac{0,392 \text{ mg}}{1} \times 0,001 \text{ L}$$

$$= 3,92 \times 10^{-4} \text{ mg}$$

Massa gas H₂S (akhir) dalam volume 1 mL permeat

$$0,137 \text{ ppm} = \frac{0,137 \text{ mg}}{1} \times 0,001 \text{ L}$$

$$= 1,37 \times 10^{-4} \text{ mg}$$

% penghilangan gas H₂S

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = \frac{\text{massa gas H}_2\text{S permeat}}{\text{massa gas H}_2\text{S awal}} \times 100\%$$

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = \frac{1,17 \times 10^{-4} \text{ mg}}{3,72 \times 10^{-4} \text{ mg}} \times 100\%$$

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = 31,45\%$$

4.4 Penentuan kestabilan larutan SAOB

Laju alir terendah digunakan untuk penentuan kestabilan SAOB yaitu 0,1 L/menit dan pada tekanan alir 1 kpa

Laju alir (L/menit)	Waktu ke- (menit)	Tekanan alir (kPa)	Absorbansi (nm)			SD	Rata-rata (nm)
			Pengulangan				
			1	2	3		
0,1 ±0,05	5	1 ± 0,1	0,008	0,008	0,008	0,000000	0,008
	15		0,008	0,008	0,008	0,000000	0,008
	25		0,007	0,008	0,007	0,000577	0,007
	35		0,012	0,012	0,012	0,000000	0,012
	45		0,010	0,010	0,010	0,000000	0,010
	55		0,011	0,011	0,011	0,000000	0,011
	70		0,015	0,015	0,015	0,000000	0,015
	85		0,012	0,012	0,012	0,000000	0,012
	95		0,011	0,012	0,012	0,000577	0,012
	105		0,009	0,009	0,009	0,000000	0,009
	115		0,005	0,005	0,005	0,000000	0,005

4.5 Penentuan kestabilan membran PVDF

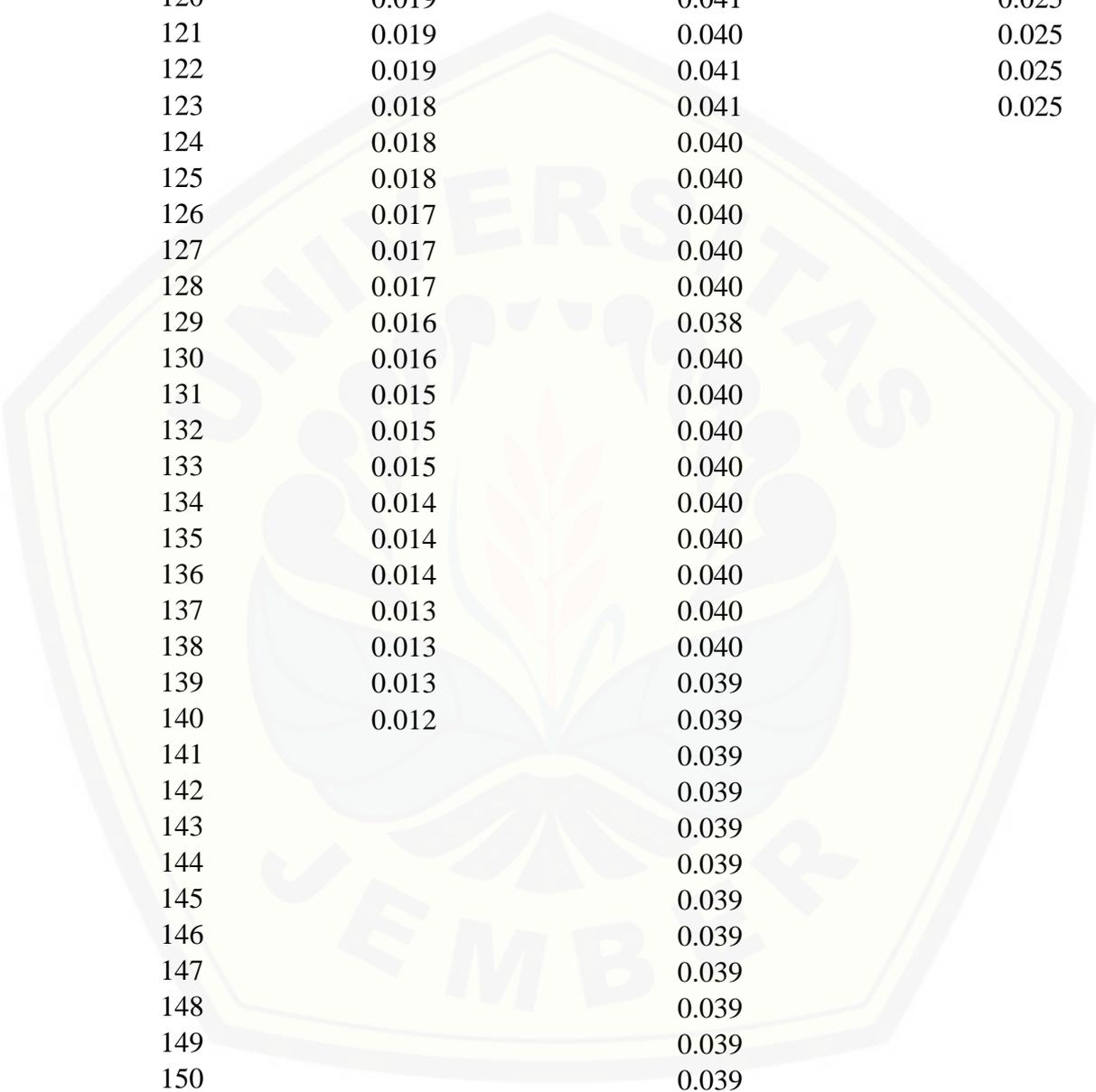
Laju alir (L/menit)	Waktu ke- (menit)	Tekanan alir (kPa)	Absorbansi (nm)			SD	Rata-rata (nm)
			Pengulangan				
			1	2	3		
0,1 ± 0,05	5	1 ± 0,1	0,008	0,008	0,008	0,000000	0,008
	15		0,008	0,008	0,008	0,000000	0,008
	25		0,007	0,008	0,007	0,000577	0,007
	35		0,012	0,012	0,012	0,000000	0,012
	45		0,010	0,010	0,010	0,000000	0,010
	55		0,011	0,011	0,011	0,000000	0,011
	70		0,010	0,011	0,010	0,000000	0,011
	85		0,012	0,012	0,012	0,000000	0,012
	95		0,011	0,012	0,012	0,000577	0,012
	105		0,009	0,009	0,009	0,000000	0,009
	115		0,005	0,005	0,005	0,000000	0,005
	125		0,005	0,005	0,005	0,000000	0,005
	135		0,005	0,005	0,005	0,000000	0,005
	160		0,000	0,001	0,000	0,000000	0,000
	170		0,000	0,000	0,000	0,000000	0,000
	185		0,000	0,000	0,000	0,000000	0,000

4.6 Penentuan optimasi volume larutan S^{2-} 0,4 ppm pada metode *Sequential Injection Analysis* (SIA) pada waktu delay 10 detik

t (detik)	V S^{2-} 0,4 ppm				
	A				
	50 μ L	100 μ L	150 μ L	200 μ L	250 μ L
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
16	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
17	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
19	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
20	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
21	0.000	0.015	0.000	0.000	0.000
22	0.000	0.046	0.000	0.000	0.000
23	0.000	0.076	0.000	0.000	0.000
24	0.000	0.142	0.000	0.000	0.000
25	0.000	0.247	0.000	0.000	0.001
26	0.000	0.295	0.000	0.000	0.022
27	0.013	0.421	0.000	0.026	0.074
28	0.022	0.476	0.000	0.038	0.097
29	0.074	0.414	0.000	0.018	0.098
30	0.117	0.381	0.000	0.040	0.198
31	0.272	0.312	0.000	0.145	0.212
32	0.304	0.273	0.000	0.187	0.256
33	0.413	0.244	0.000	0.314	0.250
34	0.382	0.203	0.000	0.353	0.225
35	0.370	0.185	0.000	0.327	0.203
36	0.309	0.177	0.000	0.290	0.173

t (detik)	50 μ L	100 μ L	150 μ L	200 μ L	250 μ L
37	0.259	0.164	0.000	0.249	0.153
38	0.218	0.154	0.000	0.222	0.123
39	0.187	0.148	0.000	0.203	0.120
40	0.163	0.137	0.000	0.170	0.101
41	0.149	0.129	0.000	0.164	0.092
42	0.138	0.114	0.000	0.159	0.083
43	0.130	0.073	0.000	0.140	0.076
44	0.127	0.055	0.000	0.134	0.070
45	0.106	0.048	0.000	0.123	0.075
46	0.098	0.043	0.000	0.117	0.063
47	0.111	0.041	0.000	0.112	0.069
48	0.193	0.040	0.000	0.140	0.052
49	0.068	0.039	0.000	0.109	0.050
50	0.061	0.038	0.000	0.068	0.037
51	0.058	0.038	0.013	0.055	0.030
52	0.055	0.038	0.040	0.045	0.027
53	0.054	0.038	0.136	0.041	0.026
54	0.053	0.038	0.100	0.032	0.025
55	0.053	0.039	0.180	0.035	0.024
56	0.053	0.039	0.224	0.034	0.024
57	0.053	0.040	0.295	0.033	0.023
58	0.053	0.040	0.343	0.032	0.023
59	0.053	0.040	0.440	0.032	0.023
60	0.053	0.040	0.305	0.032	0.023
61	0.053	0.040	0.255	0.032	0.023
62	0.054	0.040	0.241	0.031	0.023
63	0.054	0.040	0.204	0.031	0.023
64	0.053	0.040	0.174	0.031	0.022
65	0.054	0.040	0.152	0.031	0.026
66	0.054	0.042	0.138	0.031	0.026
67	0.053		0.131	0.031	0.026
68	0.053		0.129	0.031	0.026
69	0.053		0.116	0.032	0.026
70	0.053		0.110	0.031	0.026
71	0.053		0.112	0.031	0.026
72	0.053		0.113	0.031	0.026
73	0.053		0.084	0.031	0.026
74	0.054		0.065	0.031	0.026
75	0.057		0.055	0.031	0.025
76	0.060		0.052	0.031	0.025
77	0.061		0.056	0.031	0.025

t (detik)	50 μ L	100 μ L	150 μ L	200 μ L	250 μ L
78	0.061		0.047	0.031	0.023
79	0.055		0.044	0.031	0.023
80	0.053		0.042	0.031	0.023
81	0.055		0.041	0.031	0.023
82	0.055		0.040	0.031	0.023
83	0.057		0.040	0.029	0.023
84	0.052		0.040	0.032	0.023
85	0.042		0.062		0.022
86	0.037		0.075		0.022
87	0.036		0.063		0.022
88	0.036		0.057		0.022
89	0.035		0.051		0.022
90	0.035		0.046		0.032
91	0.034		0.042		0.032
92	0.034		0.040		0.032
93	0.028		0.040		0.032
94	0.028		0.037		0.032
95	0.028		0.036		0.032
96	0.028		0.035		0.032
97	0.027		0.034		0.031
98	0.027		0.034		0.031
99	0.026		0.034		0.031
100	0.026		0.034		0.031
101	0.026		0.032		0.031
102	0.025		0.032		0.031
103	0.025		0.035		0.031
104	0.025		0.035		0.031
105	0.024		0.035		0.031
106	0.024		0.035		0.026
107	0.024		0.035		0.026
108	0.023		0.035		0.025
109	0.023		0.035		0.026
110	0.022		0.035		0.025
111	0.022		0.040		0.025
112	0.022		0.040		0.025
113	0.022		0.041		0.025
114	0.022		0.041		0.025
115	0.021		0.041		0.025
116	0.021		0.041		0.025
117	0.020		0.041		0.025



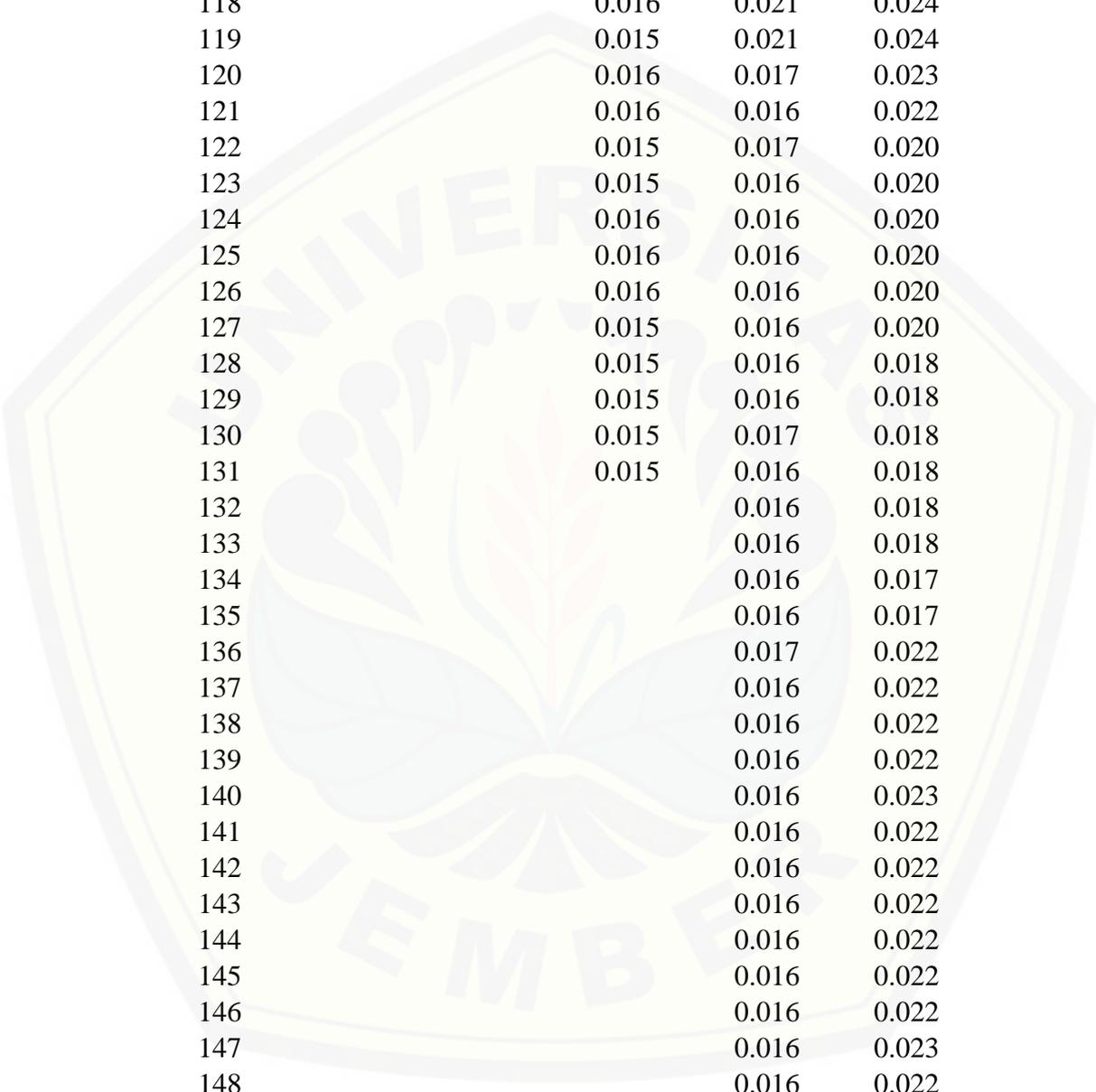
t (detik)	50 μ L	100 μ L	150 μ L	200 μ L	250 μ L
118	0.020		0.041		0.025
119	0.020		0.040		0.025
120	0.019		0.041		0.025
121	0.019		0.040		0.025
122	0.019		0.041		0.025
123	0.018		0.041		0.025
124	0.018		0.040		
125	0.018		0.040		
126	0.017		0.040		
127	0.017		0.040		
128	0.017		0.040		
129	0.016		0.038		
130	0.016		0.040		
131	0.015		0.040		
132	0.015		0.040		
133	0.015		0.040		
134	0.014		0.040		
135	0.014		0.040		
136	0.014		0.040		
137	0.013		0.040		
138	0.013		0.040		
139	0.013		0.039		
140	0.012		0.039		
141			0.039		
142			0.039		
143			0.039		
144			0.039		
145			0.039		
146			0.039		
147			0.039		
148			0.039		
149			0.039		
150			0.039		
151			0.039		
152			0.039		
153			0.039		
154			0.039		
155			0.039		

4.7 Penentuan optimasi waktu delay pada *holding coil* S²⁻ 0,4 ppm pada metode *Sequential Injection Analysis* (SIA) pada volume sampel optimum 100 μ L

T (detik)	Waktu delay pada <i>holding coil</i>				
	A				
	10 detik	30 detik	50 detik	70 detik	90 detik
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
8	0.017	0.000	0.000	0.000	0.000
9	0.049	0.000	0.000	0.000	0.000
10	0.125	0.000	0.000	0.000	0.000
11	0.192	0.000	0.000	0.000	0.000
12	0.313	0.000	0.000	0.000	0.000
13	0.415	0.000	0.000	0.000	0.000
14	0.473	0.000	0.000	0.000	0.000
15	0.317	0.000	0.000	0.000	0.000
16	0.240	0.000	0.000	0.000	0.000
17	0.187	0.000	0.000	0.000	0.000
18	0.172	0.000	0.000	0.000	0.000
19	0.155	0.000	0.000	0.000	0.000
20	0.139	0.000	0.000	0.000	0.000
21	0.132	0.000	0.000	0.000	0.000
22	0.125	0.000	0.000	0.000	0.000
23	0.117	0.000	0.000	0.000	0.000
24	0.111	0.000	0.000	0.000	0.000
25	0.106	0.000	0.000	0.000	0.000
26	0.103	0.000	0.000	0.000	0.000
27	0.110	0.000	0.000	0.000	0.000
28	0.097	0.000	0.000	0.000	0.000
29	0.075	0.000	0.000	0.000	0.000
30	0.062	0.000	0.000	0.000	0.000
31	0.051	0.012	0.000	0.000	0.000
32	0.045	0.088	0.000	0.000	0.000
33	0.041	0.076	0.000	0.000	0.000

t (detik)	10 detik	30 detik	50 detik	70 detik	90 detik
34	0.039	0.232	0.000	0.000	0.000
35	0.037	0.236	0.000	0.000	0.000
36	0.036	0.378	0.000	0.000	0.000
37	0.035	0.508	0.000	0.000	0.000
38	0.034	0.399	0.000	0.000	0.000
39	0.033	0.337	0.000	0.000	0.000
40	0.033	0.279	0.000	0.000	0.000
41	0.032	0.253	0.000	0.000	0.000
42	0.032	0.213	0.000	0.000	0.000
43	0.031	0.196	0.000	0.000	0.000
44	0.031	0.175	0.000	0.000	0.000
45	0.031	0.152	0.000	0.000	0.000
46	0.031	0.133	0.000	0.000	0.000
47	0.031	0.127	0.000	0.000	0.000
48	0.031	0.116	0.000	0.000	0.000
49	0.031	0.091	0.000	0.000	0.000
50	0.031	0.092	0.000	0.000	0.000
51	0.031	0.085	0.000	0.000	0.000
52	0.031	0.056	0.002	0.000	0.000
53	0.030	0.042	0.012	0.000	0.000
54	0.030	0.036	0.041	0.000	0.000
55	0.030	0.033	0.064	0.000	0.000
56	0.033	0.030	0.148	0.000	0.000
57	0.034	0.029	0.247	0.000	0.000
58	0.033	0.028	0.328	0.000	0.000
59	0.033	0.028	0.439	0.000	0.000
60	0.033	0.027	0.523	0.000	0.000
61	0.033	0.027	0.374	0.000	0.000
62	0.033	0.027	0.321	0.000	0.000
63	0.033	0.027	0.269	0.000	0.000
64	0.036	0.027	0.241	0.024	0.000
65	0.036	0.027	0.227	0.058	0.000
66		0.027	0.211	0.066	0.000
67		0.027	0.191	0.106	0.000
68		0.027	0.180	0.231	0.000
69		0.027	0.168	0.283	0.000
70		0.027	0.159	0.419	0.000
71		0.027	0.146	0.518	0.000
72		0.024	0.147	0.346	0.000
73		0.024	0.154	0.297	0.000

t (detik)	10 detik	30 detik	50 detik	70 detik	90 detik
74		0.024	0.083	0.253	0.000
75		0.024	0.065	0.216	0.000
76		0.024	0.048	0.205	0.000
77		0.024	0.040	0.187	0.000
78		0.023	0.032	0.170	0.000
79		0.020	0.028	0.158	0.000
80		0.005	0.026	0.143	0.000
81		0.005	0.025	0.134	0.000
82		0.005	0.025	0.116	0.000
83		0.005	0.024	0.109	0.000
84		0.005	0.025	0.120	0.000
85		0.005	0.024	0.108	0.000
86		0.005	0.024	0.078	0.000
87			0.024	0.068	0.000
88			0.024	0.062	0.000
89			0.024	0.059	0.000
90			0.022	0.048	0.000
91			0.022	0.056	0.002
92			0.022	0.050	0.005
93			0.022	0.041	0.018
94			0.022	0.039	0.072
95			0.022	0.038	0.223
96			0.023	0.035	0.269
97			0.023	0.035	0.348
98			0.023	0.035	0.510
99			0.023	0.034	0.386
100			0.023	0.033	0.315
101			0.023	0.032	0.290
102			0.023	0.039	0.240
103			0.023	0.034	0.205
104			0.023	0.027	0.174
105			0.023	0.024	0.165
106			0.023	0.022	0.142
107			0.023	0.022	0.127
108			0.023	0.022	0.107
109			0.023	0.022	0.095
110			0.023	0.022	0.096
111			0.023	0.022	0.090
112			0.023	0.022	0.098
113			0.023	0.022	0.078
114			0.023	0.021	0.045



t (detik)	10 detik	30 detik	50 detik	70 detik	90 detik
115			0.019	0.021	0.034
116			0.019	0.022	0.030
117			0.015	0.021	0.027
118			0.016	0.021	0.024
119			0.015	0.021	0.024
120			0.016	0.017	0.023
121			0.016	0.016	0.022
122			0.015	0.017	0.020
123			0.015	0.016	0.020
124			0.016	0.016	0.020
125			0.016	0.016	0.020
126			0.016	0.016	0.020
127			0.015	0.016	0.020
128			0.015	0.016	0.018
129			0.015	0.016	0.018
130			0.015	0.017	0.018
131			0.015	0.016	0.018
132				0.016	0.018
133				0.016	0.018
134				0.016	0.017
135				0.016	0.017
136				0.017	0.022
137				0.016	0.022
138				0.016	0.022
139				0.016	0.022
140				0.016	0.023
141				0.016	0.022
142				0.016	0.022
143				0.016	0.022
144				0.016	0.022
145				0.016	0.022
146				0.016	0.022
147				0.016	0.023
148				0.016	0.022
149				0.026	0.022
150				0.026	0.022
151				0.025	0.022
152				0.025	0.031
153				0.025	0.031
154					0.031
155					0.031

t (detik)	10 detik	30 detik	50 detik	70 detik	90 detik
156					0.032
157					0.032
158					0.032
159					0.032
160					0.032
161					0.032
162					0.032
163					0.032
164					0.032
165					0.032
166					0.032
167					0.032
168					0.032
169					0.032
170					0.031
171					0.031
172					0.031
173					0.031
174					0.031

4.8 Pembuatan kurva kalibrasi larutan S^{2-} dengan menggunakan SIA

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi						Rata- rata	SD
	1	2	3	4	5	6		
0	0.01	0.011	0.012	0.02	0.018	0.015	0.014	0.004033
0.4	0.207	0.205	0.209	0.206	0.201	0.21	0.206	0.003204
0.8	0.408	0.4	0.399	0.405	0.407	0.402	0.402	0.003728
1.2	0.576	0.57	0.562	0.579	0.575	0.568	0.572	0.006218
1.6	0.789	0.78	0.788	0.783	0.774	0.778	0.782	0.005831
2	0.95	0.958	0.961	0.975	0.952	0.962	0.959	0.008914



4.9 Penentuan konsentrasi awal gas H₂S dengan menggunakan metode SIA

Pengukuran ini dilakukan pada :

Tekanan awal = 3,16 kPa

Tekanan akhir = 1,48 kPa

v (L/menit)	P _{alir} (kPa)	V SAOB (μL)	A						SD	[H ₂ S] (ppm)	
			1	2	3	4	5	6			Rata ²
0,1 ± 0,05	0,4 ± 0,1	100	0.170	0.177	0.172	0.172	0.175	0.174	0.173	0.002289	0,515
0,25 ± 0,05	0,6 ± 0,1		0.300	0.304	0.31	0.308	0.302	0.303	0.304	0.003457	1,011
0,4 ± 0,05	0,7 ± 0,1		0.439	0.434	0.433	0.435	0.437	0.430	0.434	0.002878	1,334
0,55 ± 0,05	1 ± 0,1		0.615	0.611	0.618	0.613	0.610	0.610	0.613	0.002911	1,893
0,7 ± 0,05	1,1 ± 0,1		0.731	0.738	0.733	0.735	0.730	0.740	0.734	0.003599	2,276
0,8 ± 0,05	1,2 ± 0,1		0.812	0.820	0.817	0.815	0.818	0.816	0.816	0.002498	2,532

Contoh perhitungan penentuan konsentrasi H₂S pada volume SAOB ke-1

$$y = 0.4781x + 0,0088$$

$$0,173 = 0,4781x + 0,0088$$

$$x = 0,3434$$

$$x = 0,3434 \times 1,5$$

$$x = 0,5151$$

$$x = 0,515 \text{ ppm}$$

4.10 Penentuan konsentrasi gas H₂S hasil pemisahan dengan menggunakan membran PVDF pada SIA

Pengukuran ini dilakukan pada :

Tekanan awal = 3,76 kPa

Tekanan akhir = 1,98 kPa

V _{alir} (L/menit)	P _{alir} (kPa)	V SAOB (μL)	A						SD	[H ₂ S] (ppm)	
			1	2	3	4	5	6			Rata ²
0,1 ± 0,05	0,5 ± 0,1	100	0.077	0.078	0.072	0.080	0.068	0.075	0.075	0.004	0,208
0,25 ± 0,05	0,7 ± 0,1		0.256	0.248	0.257	0.250	0.254	0.256	0.254	0.003359	0,770
0,4 ± 0,05	1 ± 0,1		0.370	0.374	0.372	0.377	0.380	0.378	0.375	0.003485	1,149
0,55 ± 0,05	1,2 ± 0,1		0.546	0.543	0.544	0.538	0.540	0.541	0.542	0.002646	1,673
0,7 ± 0,05	1,5 ± 0,1		0.710	0.705	0.714	0.709	0.704	0.700	0.707	0.004546	2,190
0,8 ± 0,05	2,2 ± 0,1		0.703	0.705	0.700	0.708	0.707	0.702	0.704	0.002795	2,181

Contoh perhitungan penentuan konsentrasi H₂S pada volume permeat ke-1

$$y = 0.4781x + 0.0088$$

$$0,075 = 0,4781x + 0,0088$$

$$x = 0,1385 \times fp$$

$$x = 0,1385 \times 1,5$$

$$x = 0,208 \text{ ppm}$$

4.11 Penentuan % penghilangan gas H₂S Membran PVDF dengan metode SIA

Volume permeat ke- (mL)	V (μL)	A _{H₂S} awal	[H ₂ S] _{awal} (ppm)	Massa awal gas H ₂ S (mg)	V (μL)	A _{H₂S} akhir	[H ₂ S] _{akhir} (ppm)	Massa akhir gas H ₂ S (mg)	% penghilangan gas H ₂ S (%)
1	100	0.173	0,515	5,15 x 10 ⁻⁷	100	0.075	0,208	2,08 x 10 ⁻⁷	40,38
2		0.304	1,011	1,01 x 10 ⁻⁶		0.254	0,770	7,70 x 10 ⁻⁷	76,16
3		0.434	1,334	1,33 x 10 ⁻⁶		0.375	1,149	1,15 x 10 ⁻⁶	86,47
4		0.613	1,893	1,89 x 10 ⁻⁶		0.542	1,673	1,67 x 10 ⁻⁶	88,36
5		0.734	2,276	2,28 x 10 ⁻⁶		0.707	2,190	2,19 x 10 ⁻⁶	96,05
6		0.816	2,532	2,53 x 10 ⁻⁶		0.704	2,181	2,18 x 10 ⁻⁶	86,14

Contoh perhitungan penentuan % penghilangan gas H₂S pada volume permeat ke-3

Massa gas H₂S awal pada volume permeat ke-1

$$0,515 \text{ ppm} = \frac{0,515 \text{ mg}}{\text{L}} \times 0,00001 \text{ L}$$

$$= 5,15 \times 10^{-7} \text{ mg}$$

Massa gas H₂S permeat

$$0,208 \text{ ppm} = \frac{0,208 \text{ mg}}{\text{L}} \times 0,000001 \text{ L}$$

$$= 2,08 \times 10^{-7} \text{ mg}$$

% penghilangan gas H₂S

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = \frac{\text{massa gas H}_2\text{S permeat}}{\text{massa gas H}_2\text{S awal}} \times 100\%$$

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = \frac{1,17 \times 10^{-4} \text{ mg}}{3,72 \times 10^{-4} \text{ mg}} \times 100\%$$

$$\% \text{ penghilangan gas H}_2\text{S} = 31,45\%$$

4.12 Perhitungan Limit Deteksi

Ulangan	Absorbansi Blanko (Y)	[Y-Y ₁]	[Y-Y ₁] ²
1	0.010	-0.004333333	1.88E-05
2	0.011	-0.003333333	1.11E-05
3	0.012	-0.002333333	5.44E-06
4	0.020	0.005666667	3.21E-05
5	0.018	0.003666667	1.34E-05
6	0.015	0.000666667	4.44E-07
Rata-rata (Y₁)	0.014		0,0000136

$$y = 0.4781x + 0.0088$$

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum [Y - Y_1]^2}{n - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0000813}{6-1}}$$

$$= 0,00403$$

- Pengukuran $Y_{LOD} = Y_B + 3 S_D$

$$= 0,0143 + 3 (0,00403)$$

$$= 0,0143 + 0,005706$$

$$= 0,02$$

Konsentrasi limit deteksi

$$(X) = \frac{Y - c}{m}$$

$$\underline{\underline{\frac{0,02 - 0,0088}{0,4781}}}$$

$$= 0,023 \text{ ppm}$$

