



PENGEMBANGAN SENSOR GAS HIDROGEN SULFIDA BERBASIS REAGEN KERING TIMBAL ASETAT

SKRIPSI



Diajukan Guna Memenuhi Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Oleh :

Handoko Budi Drasetiyo
NIM. 981810301010

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER

2002

Aksi	Handoko	Kelas
Tarikh Dpt:	21 OCT 2002	533
No. Induk :		PRA
		P
		C.1



PENGEMBANGAN SENSOR GAS HIDROGEN SULFIDA BERBASIS REAGEN KERING TIMBAL ASETAT

SKRIPSI



Ditajukan Guna Memenuhi Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Oleh :

Handoko Budi Prasetyo

NIM. 981810301010

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER

2002

Aud	Handoko	Kelas
Yorone Tgl:	21 OCT 2002	533
No. Induk :		PRA
		P
		C-1

MOJJO

"Bacalah dengan (menyebut) nama Tuhanmu Yang Menciptakan. Dia telah menciptakan manusia dari segumpal darah. Bacalah, dan Tuhanmulah Yang Paling Pemuruh. Yang mengajar (manusia) dengan perantaraan kalam. Dia mengajarkan kepada manusia apa yang tidak diketahuinya"
(Q.S. Al 'Aluy: 1 - 5)

"Apabila anak Adam meninggal, maka putuslah semua amal perbuatannya, kecuali 3 macam amal, yakni: 1. Ilmu yang bermanfaat; 2. Amal baik sewaktu di dunia; 3. Anak yang shaleh yang senantiasa mendraskan kedua orangtuanya"
(Hadist Nabi Muhammad SAW)

"Barang siapa menempuh perjalanan menuntut ilmu, Allah akan memudahkan baginya jalan menuju surga"
(H.R. Muslim)

"Tchadku sudah bulat, Kimia adalah pilihan terbaik untuk menjemput masa depan gemilang"
(Hund, 1995)

PERSEMBAHAN

Sebagai ungkapan rasa syukur, skripsi ini kupersembahkan kepada :

- ☞ Keluargaku di rumah; Bapak Suparmin dan Ibu Sudjiarsih serta adikku tersayang Heni Budi Rahayu, terima kasih atas rangkaian doa yang tulus dan tiada henti, segala dukungan, motivasi dan perhatian, kasih sayang yang tiada ternilai, hingga Hand jadi sarjana.*
- ☞ Keluargaku di Ngarjuk, Kediri, Banjarmasin, Sidoarjo, Malang dan Bogor. Terima kasih atas dukungan dan motivasinya.*
- ☞ Almamater yang kubanggakan.*

Secara khusus, teriring ungkapan terima kasihku kepada :

- Keluarga Besar Kimia '98, terima kasih atas suasana kekeluargaan dan persaudaraan yang selama ini terbina di antara kita.
- Teman-teman angkatan senior (Kim '97) dan angkatan junior (Kim '99, '00, '01, '02).
- Ato' Urochman sobatku senasib seperjuangan, serta partnerku Diana, terima kasih atas segala kerjasamanya di laboratorium selama kita penelitian bersama.
- Group Sol Gel (Rosmalia, Yulianti, Neny, Hendri, Kurnia), group Nata (Ewa, Tanti, Jacky, Ika), group Zeolit (Indra, Uji, Heru), group Kupang (Haris, Ananta, Jimmy), group Organik (Fia, Siti, Nurul, Yulia, Dian) dan teman-teman lainnya (Remy, Tri, Dayat, Prima Nafri, Cahyo, Udin).
- Sobat-sobatku KKN (Rofiq, Imam, Djoko, Renno, Aris, Sulis, Wiwit, Lailin). Sukses untuk kalian semua.
- Sobat-sobatku di Sadewo 82 (Budi, Slamet, Yusuf, Heri, Amat, Sukron, Rully, Sigit, Ronald), terima kasih atas kekeluargaan dan keakrabannya. Hari-hari bersama kalian penuh sensasi.

PERNYATAAN

Skripsi ini berisi hasil kerja/penelitian mulai bulan Oktober 2001 sampai dengan bulan Juni 2002 di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia – FMIPA Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali jika disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, 30 September 2002

Saya yang menyatakan,

Handoko Budi Prasetyo

ABSTRAK

HANDOKO BUDI PRASETIYO (NIM. 981810301010, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember. "Pengembangan Sensor Gas Hidrogen Sulfida Berbasis Reagen Kering Timbal Asetat". Dosen Pembimbing: Drs. Bambang Kuswandi, MSc, PhD (DPU) dan Drs. Mukhamad Mintadi, MSc (DPA).

Gas hidrogen sulfida (H_2S) merupakan suatu polutan udara yang sangat berbahaya bagi kehidupan manusia, terutama karena toksisitasnya yang tinggi. Gas ini merupakan produk dari reaksi asam dengan sulfida logam yang banyak terdapat di batuan alam. Untuk mengetahui keberadaan serta kadar gas H_2S di alam, salah satu caranya dapat dilakukan dengan melakukan monitoring udara, yang diawali dengan pendeteksian (pensoran) dan dilanjutkan dengan penentuan kadarnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah timbal asetat yang diimobilisasi ke dalam material PVC dapat merespon gas H_2S dan mempelajari sensitifitas serta karakteristik sensor reagen kering timbal asetat terhadap gas H_2S . Hasil penelitian menunjukkan bahwa timbal asetat yang diimobilisasi ke dalam PVC dapat merespon keberadaan gas H_2S dengan baik, ditandai dengan perubahan warna sensor dari putih menjadi hitam. Dari segi sensitifitas, sensor reagen kering timbal asetat ini memiliki kemampuan yang baik dalam hal merespon keberadaan gas H_2S . Konsentrasi mempengaruhi tingkat respon sensor reagen kering timbal asetat, ditandai dengan semakin cepatnya waktu respon sensor dan semakin hitamnya warna sensor seiring meningkatnya konsentrasi gas H_2S (pada konsentrasi 114,4 ppm sensor memberikan respon dalam waktu ± 2 jam). Dari hasil pengamatan dapat diketahui bahwa sensor ini memiliki limit deteksi pada konsentrasi 47,2 ppm, dengan daerah kerja pada konsentrasi antara 47 – 115 ppm. Sensor reagen kering timbal asetat ini dapat digunakan berkali-kali (5 kali) dengan meregenerasi menggunakan HNO_3 6M, sebanyak 4 kali.

Kata kunci : sensor, gas H_2S , reagen kering timbal asetat, PVC, intensitas turbidimetri.

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

Hari : Senin

Tanggal : 21 OCT 2002

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember

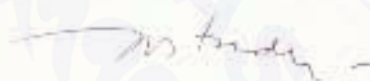
Tim Penguji,

Ketua



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

Sekretaris



Drs. Mukhammad Mintadi, MSc
NIP. 131 945 804

Anggota I



D. Setyawan P. Handoko, SSi, MSi
NIP. 132 085 807


Anggota II



Ir. Neran, MKes
NIP. 131 521 903

Mengesahkan,
Dekan Fakultas MIPA
Universitas Jember




Ir. Sumadi, MS
NIP. 130 368 784

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala berkah dan rahmat-Nya, akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul "Pengembangan Sensor Gas Hidrogen Sulfida Berbasis Reagen Kering Timbal Asetat", tepat waktu.

Maksud dari penyusunan skripsi ini adalah untuk melengkapi salah satu persyaratan menyelesaikan program sarjana strata satu Universitas Jember. Di samping itu sesuai dengan temanya, penyusunan skripsi ini diharapkan mampu memberikan kontribusi yang nyata bagi perkembangan teknologi di bidang kimia lingkungan, khususnya yang berkaitan dengan monitoring lingkungan untuk gas toksik H₂S di alam.

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

1. Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember, Ir. Sumadi, MS
 2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA, drh. Wuryanti Handayani, MSi
 3. Drs. Bambang Kuswandi, MSc, PhD selaku Dosen Pembimbing Utama serta Drs. Mukhamad Mintadi, MSc selaku Dosen Pembimbing Anggota, yang senantiasa membimbing penulis dengan sabar dan penuh perhatian selama penulis melaksanakan Tugas Akhir, mulai dari penentuan topik hingga selesainya penyusunan skripsi ini.
 4. D. Setyawan Purwo Handoko, SSi, MSi atas bimbingan dan waktunya yang dengan senang hati selalu bersedia bertukar pikiran dengan penulis.
 5. Ir. Neran, MKes atas perbaikan dan sarannya demi kesempurnaan skripsi ini.
 6. Ketua Laboratorium Kimia Analitik yang telah memperkenankan penulis menggunakan Lab Analitik dan memanfaatkan fasilitas yang tersedia.
- Serta tak lupa pula penulis ucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang tak dapat disebutkan satu persatu, yang telah membantu penulis dari awal hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Penulis selalu berharap semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi dan manfaat yang besar bagi penulis khususnya dan bagi subjek-subjek yang secara nyata terkait dengan penelitian ini. Untuk itu tidak segan-segan penulis menerima segala kritik dan saran yang positif demi mewujudkan obsesi tersebut.

Akhirnya semoga Allah SWT, selalu memberikan naungan rahmat serta hidayah-Nya kepada kita sekalian. Amin.

Jember, 30 September 2002
Penulis,

Handoko Budi Prasctiyo

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN MOTTO	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN UNGKAPAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN ABSTRAK	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR GRAFIK	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan dan Manfaat	4
1.4 Batasan Masalah	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Sifat dan Karakteristik Reaksi Gas Hidrogen Sulfida	6
2.2 Kegunaan Gas H ₂ S	7
2.3 Pembuatan Gas H ₂ S	8
2.4 Sifat dan Karakteristik Timbal	8
2.5 Endapan Timbal Sulfida (PbS)	9
2.6 Reaksi Timbal dengan Hidrogen Sulfida	9
2.7 Identifikasi H ₂ S Menggunakan Timbal Asetat	10
2.8 Beberapa Teknik Deteksi Gas H ₂ S Berbasis Sensor	11

2.9 Teknik Imobilisasi	12
2.10 Polivinil Klorida (PVC) sebagai Agen Pengimobilisasi	13
2.11 Penambahan Plastisiser pada PVC	14
2.12 Pelarut PVC menggunakan Tetra Hidro Furan	14
2.13 Titrasi Iodimetri untuk Penentuan Gas H ₂ S secara Redoks	15
2.14 Turbidimetri sebagai Teknik Fotometri	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Bahan dan Alat	17
3.3 Desain Set Alat	18
3.4 Prosedur Kerja	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 PVC sebagai Material Pendukung Reagen Kering Timbal Asetat	23
4.2 Kemampuan Imobilisasi Timbal Asetat PVC Merespon Gas H ₂ S ...	26
4.3 Sensitifitas Sensor	30
4.4 Karakteristik Sensor Reagen Kering Timbal Asetat	34
4.4.1 Limit Deteksi dan Daerah Kerja Sensor	34
4.4.2 Kemampuan Regenerasi Sensor Timbal Asetat	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39

DAFTAR PUSTAKA

- Lampiran 1. Perhitungan
- Lampiran 2. Konsentrasi Gas H₂s Dengan Teknik Iodimetri
- Lampiran 3. Perbedaan Sensor Reagen Kering Timbal Asetat
- Lampiran 4. Foto Penelitian

DAFTAR TABEL

Tabel-1. Tabel Perbandingan Komposisi Massa FeS dan Volume HCl 1M	20
Tabel-2. Karakteristik Sensor Reagen Kering Timbal Asetat	25
Tabel-3. Pengaruh Tingkat Regenerasi terhadap Intensitas Awal	25
Tabel-4. Respon Membran PVC terhadap Gas H ₂ S	28
Tabel-5. Pengaruh Konsentrasi Gas H ₂ S terhadap Waktu Respon Sensor	30
Tabel-6. Perbedaan Waktu Respon antara Kondisi Sensor Basah dan Kering	34
Tabel-7. Pengaruh Konsentrasi Gas H ₂ S terhadap Intensitas Sensor	34
Tabel-8. Kemampuan Tingkat Regenerasi Reagen Kering Timbal Asetat	37

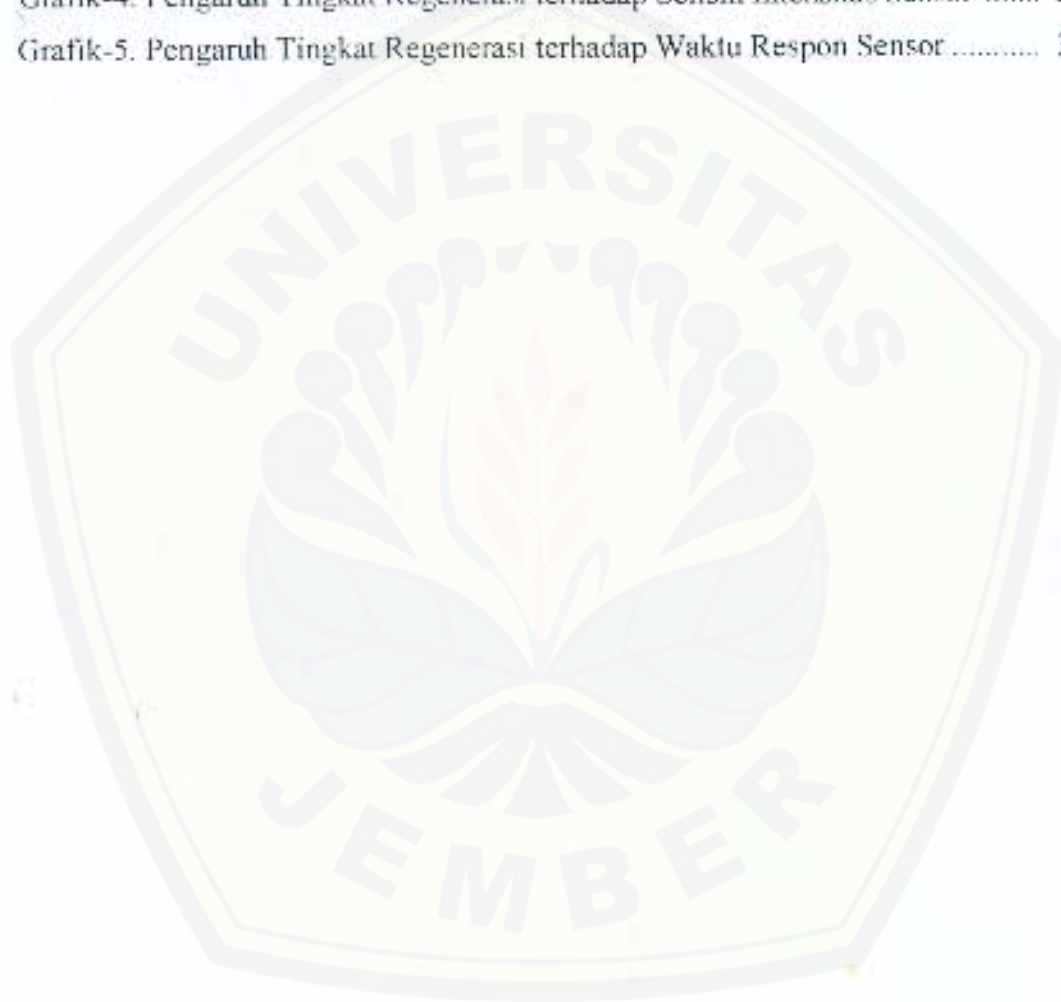


DAFTAR GAMBAR

Gambar-1. Desain Set Alat	18
Gambar-2. Mekanisme Pembentukan Reagen Kering Timbal Asetat	24
Gambar-3. a. Struktur Mikroskopik Sensor sebelum Pensesoran	27
b. Struktur Mikroskopik Sensor setelah Pensesoran	27
Gambar-4. Struktur Mikroskopik Membran PVC tanpa Timbal Asetat	27
Gambar-5. Interaksi H_2S dengan Timbal Asetat hingga Terbentuknya PbS	29
Gambar-6. Akumulasi Molekul H_2S akibat Temperatur yang Rendah	33
Gambar-7. Difusi Gas H_2S melewati Dua Media Berbeda	33

DAFTAR GRAFIK

Grafik-1. Pengaruh Tingkat Regenerasi terhadap Intensitas Awal	26
Grafik-2. Pengaruh Konsentrasi Gas H ₂ S terhadap Waktu Respon Sensor	31
Grafik-3. Pengaruh Konsentrasi Gas H ₂ S terhadap Intensitas Sensor	35
Grafik-4. Pengaruh Tingkat Regenerasi terhadap Selisih Intensitas Sensor	38
Grafik-5. Pengaruh Tingkat Regenerasi terhadap Waktu Respon Sensor	38





BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Pencemaran lingkungan merupakan salah satu permasalahan global dan serius saat ini, yang meliputi pencemaran air, pencemaran tanah dan pencemaran udara. Menurut Keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup No.02/MENKLH/I/1998, "yang dimaksud dengan polusi atau pencemaran air dan udara adalah masuk atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi atau komponen lain ke dalam air/udara, atau berubahnya tatanan (komposisi) air/udara oleh kegiatan manusia atau oleh proses alam, sehingga kualitas air/udara turun sampai pada tingkat tertentu yang menyebabkan air/udara menjadi kurang atau tidak dapat lagi berfungsi sesuai dengan peruntukannya".

Peningkatan aktifitas industri, baik industri migas, pertanian, maupun industri non migas lainnya, membuat semakin meningkat pula tingkat pencemaran pada air, tanah dan udara yang disebabkan oleh hasil buangan industri-industri tersebut. Namun terlepas dari itu semua, permasalahan pencemaran lingkungan yang paling serius saat ini lebih dititikberatkan pada pencemaran udara. Hal ini dapat dipertimbangkan, karena udara memiliki mobilitas yang tinggi dan cepat peredarannya sulit dikendalikan dan sulit diindera secara visual. Di samping itu, udara merupakan media penyebaran berbagai jenis sumber penyakit, sehingga pencemaran udara merupakan musibah yang mengancam kehidupan manusia.

Beberapa gas yang terdapat di alam terindikasi merupakan gas-gas dengan tingkat toksisitas tinggi. Seperti pada gas hidrogen sulfida (H_2S), yang merupakan produk dari reaksi asam dengan sulfida logam yang banyak terdapat di batuan alam. Gas H_2S ini bersifat tidak berwarna serta memiliki toksisitas yang jauh melampaui beberapa senyawa beracun seperti HCN (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Gas H_2S terdapat dalam jumlah yang relatif banyak di alam. Gas H_2S merupakan suatu polutan udara yang salah satunya bersumber pada pertanian dan industri (Alloway dan Ayres, 1997). Menurut Wardhana (1994), selain bersumber

pada pertanian dan industri, gas H_2S juga dihasilkan dari pemakaian batu bara. Penggunaan minyak dan gas bumi, disamping menghasilkan karbon juga menghasilkan gas H_2S sebagai sampingan. Selain itu, gas H_2S juga ditemukan pada beberapa polutan yang mencemari lingkungan, khususnya udara.

Ariens *et al.* (1994) memaparkan, bahwa konsentrasi batas rata-rata yang diijinkan dari H_2S selama jangka waktu tertentu berada di lingkungan (umumnya 8 jam), berkisar 10 ppm sampai 15 ppm. Harga ini bukan merupakan harga batas yang aman. Ini hanya menunjukkan konsentrasi maksimum yang masih dapat ditolerir pada kondisi tertentu. Yang jelas, konsentrasi gas H_2S di lingkungan harus jauh di bawah harga tersebut.

Untuk mengetahui keberadaan serta kadar gas H_2S di alam, salah satunya dapat dilakukan dengan melakukan monitoring udara, sehingga dari monitoring udara ini nantinya akan dapat dilakukan upaya yang tepat untuk menangani permasalahan pencemaran udara oleh gas H_2S . Sejalan dengan perkembangan ilmu pengetahuan, para ilmuwan kimia telah berhasil mengembangkan beberapa metode yang praktis dan sederhana, untuk mendeteksi keberadaan gas H_2S baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Contoh praktis yang telah berhasil dikembangkan adalah mendeteksi kadar H_2S dengan memanfaatkan sistem reaksi oksidasi-reduksi (redoks). Dalam metode ini, hidrogen sulfida sebagai agen reduktor dapat diketahui kadarnya dengan cara mentitrasikan larutan iod secara langsung hingga tercapai titik ekuivalen dari kedua senyawa. Metode ini dikenal dengan metode iodimetri (Harjadi, 1990).

Teknik lain yang telah berhasil dikembangkan untuk mendeteksi H_2S , yakni dengan teknik sensor. Teknik sensor ini memanfaatkan sifat sensitifitas serta selektifitas dari suatu zat terhadap zat yang akan dideteksi. Salah satu pengembangan teknik sensor gas H_2S yang telah sukses, adalah dengan menggunakan metode impregnasi kertas. Pada teknik ini, reagen pendeteksi diimobilisasi dengan cara mengimpregnasikan ke dalam kertas berpori, lalu dideteksi oleh detektor melalui serat optik secara reflektansi (Narayanaswamy and Sevilla, 1987). Teknik sensor H_2S yang lain misalnya dengan metode sol gel. Salah satunya ialah sol gel campuran $SnO_2 - CeO_2$, teknik ini menggunakan lapis

tipis dari campuran $\text{SnO}_2 - \text{CeO}_2$ yang sensitif dan selektif terhadap H_2S . Teknik ini mampu mendeteksi kadar H_2S hingga konsentrasi 5 ppm (Fang *et al.*, 2000).

Namun dari beberapa teknik di atas, masih terdapat kelemahan, misalnya pada metode impregnasi kertas, salah satu kelemahannya adalah fase padatan (kertas) yang kurang kuat dan mudah rusak. Pada teknik sol gel juga memiliki kelemahan, yakni preparasi yang lama dan kurang praktis. Pada penelitian ini diusulkan suatu teknik sensor yang mudah dan sederhana untuk mendeteksi keberadaan gas H_2S , dengan memanfaatkan sifat kimiawi timbal asetat terhadap gas H_2S . Reagen kering tersebut mudah dan praktis dalam pembuatannya serta cepat dalam preparasinya. Di sini penulis menerapkan teknik imobilisasi untuk membuat reagen kering timbal asetat. Dalam hal ini penulis mencoba menggunakan polivinil klorida (PVC) sebagai material pendukung pada imobilisasi timbal asetat tersebut. Penggunaan PVC didasarkan pada asumsi bahwa PVC bersifat stabil dan dapat dibentuk menjadi membran lapis tipis. Bila gas H_2S melewati timbal asetat, sulfur yang terkandung dalam gas H_2S akan diikat dalam bentuk PbS yang spesifik pada perubahan warna menjadi hitam. Mengenai reagen kering yang dihasilkan, diharapkan nantinya memiliki keunggulan, seperti kekuatan media dan fase padatan yang tidak mudah rusak, juga tahan terhadap pengaruh asam, stabil dan mudah untuk diregenerasi. Hal inilah yang mendasari pemikiran untuk melakukan penelitian tentang *sensor gas hidrogen sulfida berbasis reagen kering timbal asetat* yang didasarkan pada teknik imobilisasi. Harapannya, penelitian ini nantinya dapat bermanfaat bagi pengembangan teknologi sensor di bidang kimia lingkungan.

1.2 Rumusan Masalah

Pada penelitian ini terdapat permasalahan yang melandasi dilakukannya penelitian, sebagai berikut :

- 1) Apakah timbal asetat yang diimobilisasi ke dalam material PVC dapat merespon gas H_2S ?
- 2) Bagaimanakah sensitifitas dan karakteristik (limit deteksi, daerah kerja serta kemampuan regenerasi) sensor reagen kering timbal asetat terhadap gas H_2S ?

1.3 Tujuan dan Manfaat

1.3.1 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- 1) Mempelajari respon imobilisasi timbal asetat/PVC terhadap gas H_2S .
- 2) Mempelajari sensitifitas dan karakteristik reagen kering timbal asetat terhadap gas H_2S .

1.3.2 Manfaat

Penelitian ini nantinya diharapkan dapat memberikan manfaat antara lain :

- 1) Untuk mendeteksi keberadaan gas H_2S di udara dengan cara yang mudah dan sederhana.
- 2) Memberikan sebuah metode alternatif yang murah, praktis dan sederhana untuk sistem sensor gas H_2S dengan menggunakan timbal asetat guna menentukan kadar gas H_2S di udara.
- 3) Memberikan kontribusi yang berharga bagi pengembangan sensor gas H_2S yang berguna untuk monitoring kualitas udara.

1.4 Batasan Masalah

Teknik sensor yang digunakan untuk mendeteksi keberadaan gas H_2S bermacam-macam. Sehingga guna memfokuskan penelitian ini pada rumusan masalah sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai, maka penulis perlu membatasi ruang lingkup penelitian ini pada :

- a. Deteksi gas H_2S menggunakan sensor reagen kering timbal asetat pada kisaran konsentrasi H_2S yang diperoleh dari penentuan konsentrasi H_2S secara iodimetri.
- b. Penerapan teknik imobilisasi pada pembuatan reagen kering timbal asetat.
- c. Pengamatan sensitifitas reagen kering timbal asetat terhadap konsentrasi gas H_2S , dengan didukung oleh pengamatan terhadap waktu respon serta perubahan yang dihasilkan.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sifat dan Karakteristik Reaksi Gas Hidrogen Sulfida

2.1.1 Sifat Gas Hidrogen Sulfida

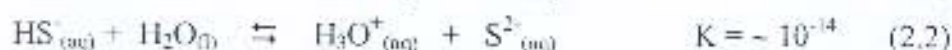
Gas hidrogen sulfida (H_2S) merupakan jenis senyawa asam berbasah dua yang bersifat asam lemah. Gas ini hanya berdisosiasi sedikit pada konsentrasi sedang atau bahkan pada konsentrasi rendah, sehingga gas H_2S memiliki sifat sebagai elektrolit lemah. Gas H_2S tidak berwarna serta bersifat larut dalam air dan alkohol. Sifat lain dari gas H_2S adalah bila ia dialirkan ke dalam larutan, sulfida-sulfida logam akan mengendap. Pengendapan ini hanya dapat terjadi bila hasil kali konsentrasi-konsentrasi ion logam dan ion sulfida melampaui nilai hasil kali kelarutannya. Larutan akua dari hidrogen sulfida yang jenuh (pada $20^\circ C$ dan tekanan 1 atm) adalah sekitar 0,1075 mol/L (Svehla, 1996).

Kecnan *et al.* (1996), memberikan beberapa data tentang hidrogen sulfida, meliputi titik didih H_2S sebesar $-60,3^\circ C$, titik lelehnya sebesar $-85,5^\circ C$, ΔH_f° per mol H_2S sebesar $-20,2$ kJ dan tetapan ionisasi pertama sebesar $1,1 \times 10^{-7}$.

2.1.2 Karakteristik Reaksi Gas H_2S

Bila gas H_2S dialirkan ke dalam larutan arsenik(III) oksida yang telah didinginkan, maka akan terbentuk senyawa arsenik(III) sulfida. Di samping itu, gas H_2S dapat dimanfaatkan untuk mendeteksi keberadaan kadmium dengan cara mengalirkan gas H_2S ke senyawa yang mengandung kadmium yang mudah terdisosiasi. Dari situ akan dihasilkan endapan kadmium(II) sulfida yang berwarna kuning, dengan demikian adanya ion kadmium dapat terbukti (Svehla, 1996).

Cotton dan Wilkinson (1989) menjelaskan, bahwa gas H_2S bersifat larut dalam air dan menghasilkan suatu larutan kira-kira 0,1M pada tekanan 1 atm. Tetapan ionisasinya adalah :

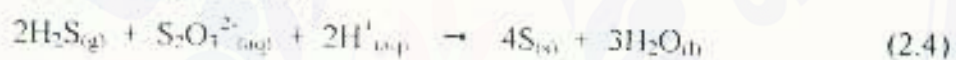


Sehubungan dengan tetapan ionisasi kedua yang kecil, maka benar-benar hanya terdapat ion SH^- yang ada dalam larutan sulfida ionik, dan S^{2-} hanya terdapat dalam larutan yang bersifat basa, sebagai berikut :



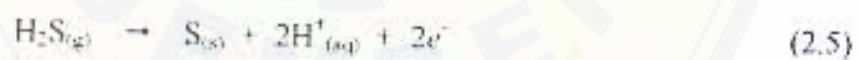
Larutan H_2S dapat teroksidasi oleh oksigen yang ada di udara. Namun reaksinya begitu lambat, sehingga larutan H_2S dapat digunakan sebagai reagensia laboratorium. Larutan H_2S yang terbuka di udara akan dioksidasikan dan menjadi keruh karena mengendapnya sulfur yang berbutir halus.

Dalam larutan asam, H_2S akan mereduksi setiap keadaan positif sulfur sampai menjadi unsurnya. Dalam larutan asam ini, sulfur unsur bersifat stabil terhadap disproporsionasi. Namun dalam larutan yang bersifat asam, sulfur memang berdisproporsionasi. Dalam larutan asam standart, dapat terjadi reaksi dengan $\text{S}_2\text{O}_7^{2-}$, sebagai berikut

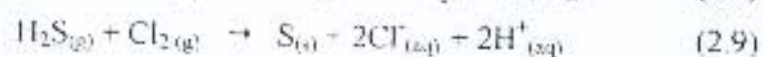
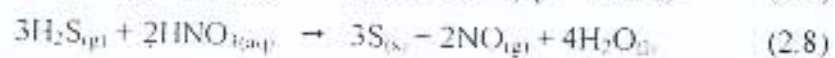
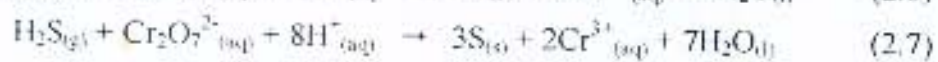
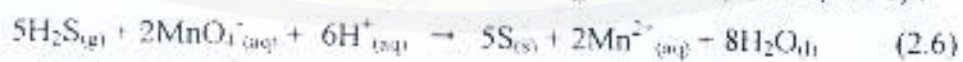


2.2 Kegunaan Gas H_2S

Gas H_2S dapat digunakan sebagai reduktor dalam reaksinya, dengan cara mereaksikan dengan zat oksidator sehingga diperoleh endapan sulfur. Apabila terdapat ion pengoksidasi, seperti $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- , Fe^{3+} , AsO_4^{3-} atau zat-zat seperti HNO_3 atau Cl_2 , ion ini akan mengalami oksidasi, dimana akan terbentuk sulfur dalam wujud unsurnya :



Endapan sulfida yang terbentuk karenanya juga mengandung sejumlah belerang bebas, beberapa persamaan reaksinya adalah sebagai berikut (Svehla, 1996) :



2.3 Pembuatan Gas H₂S

Menurut Keenan *et al.* (1996), salah satu teknik pembuatan H₂S adalah dengan mengalirkan gas tertentu pada sulfur. H₂S merupakan hasil reaksi antara lelehan belerang dengan gelembung-gelembung gas hidrogen yang dialirkan ke lelehan tersebut, dengan reaksi :



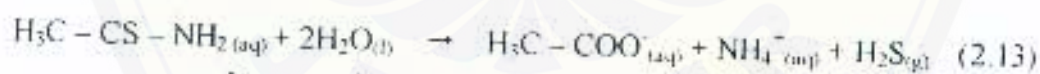
Namun pembuatan H₂S yang umum dilakukan adalah dengan teknik yang lebih mudah, yaitu dengan cara mereaksikan asam klorida dengan sulfida logam :



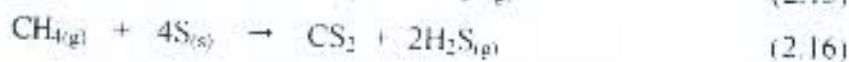
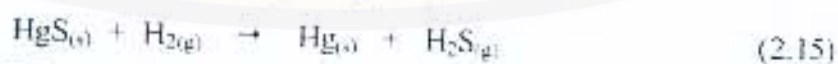
FeS merupakan sulfida logam yang mengandung ion Fe²⁺ yang kurang stabil. Senyawa FeS ini dapat dibuat berdasarkan reaksi antara besi dengan sulfur :



Menurut Roth dan Blaschke (1988), H₂S dapat dibuat dari tioasetamida. Tioasetamida adalah salah satu pereaksi yang dapat memberikan gas H₂S sesuai untuk pengendapan sebagian besar garam logam berat seperti garam tembaga(II). Ion tembaga(II) dengan pengaliran H₂S yang dibebaskan oleh tioasetamida dalam suasana asam, akan memberikan garam tembaga(II) sulfida. Pada penggunaan tioasetamida sebagai pengganti gas H₂S akan diperoleh endapan berupa butir-butir yang dapat disaring dengan baik. Bentuk endapan dan bentuk yang ditimbang bersifat identik.



Di samping itu, gas H₂S juga dapat dibuat dari merkuri sulfida dan metana, dengan reaksi (Cotton dan Wilkinson, 1989) :



2.4 Sifat dan Karakteristik Timbal

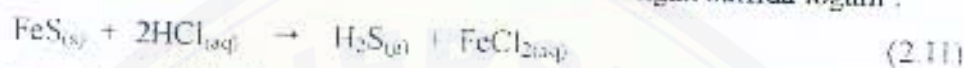
Svehla (1996), menjelaskan bahwa timbal adalah logam yang berwarna abu-abu kebiruan, dengan kerapatan yang tinggi (11,48 g/mL pada suhu kamar). Timbal tak pernah mengendap dengan sempurna bila ditambahkan asam klorida

2.3 Pembuatan Gas H₂S

Menurut Keenan *et al.* (1996), salah satu teknik pembuatan H₂S adalah dengan mengalirkan gas tertentu pada sulfur. H₂S merupakan hasil reaksi antara lelehan belerang dengan gelembung-gelembung gas hidrogen yang dialirkan ke lelehan tersebut, dengan reaksi :



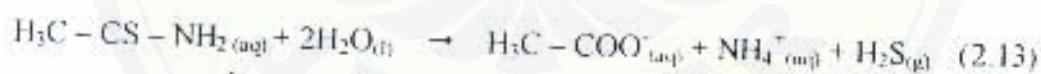
Namun pembuatan H₂S yang umum dilakukan adalah dengan teknik yang lebih mudah, yaitu dengan cara mereaksikan asam klorida dengan sulfida logam :



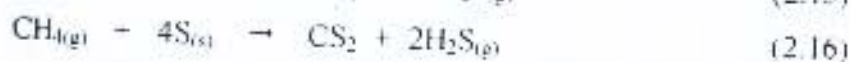
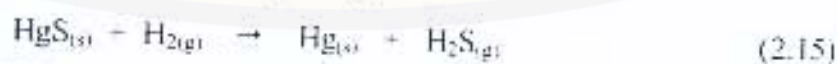
FeS merupakan sulfida logam yang mengandung ion Fe²⁺ yang kurang stabil. Senyawa FeS ini dapat dibuat berdasarkan reaksi antara besi dengan sulfur :



Menurut Roth dan Blaschke (1988), H₂S dapat dibuat dari tioasetamida. Tioasetamida adalah salah suatu pereaksi yang dapat memberikan gas H₂S sesuai untuk pengendapan sebagian besar garam logam berat seperti garam tembaga(II). Ion tembaga(II) dengan pengaliran H₂S yang dibebaskan oleh tioasetamida dalam suasana asam, akan memberikan garam tembaga(II) sulfida. Pada penggunaan tioasetamida sebagai pengganti gas H₂S akan diperoleh endapan berupa butir-butir yang dapat disaring dengan baik. Bentuk endapan dan bentuk yang ditimbang bersifat identik.



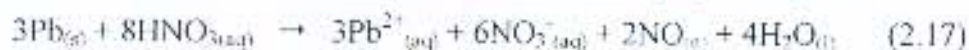
Di samping itu, gas H₂S juga dapat dibuat dari merkuri sulfida dan metana, dengan reaksi (Cotton dan Wilkinson, 1989) :



2.4 Sifat dan Karakteristik Timbal

Svehla (1996), menjelaskan bahwa timbal adalah logam yang berwarna abu-abu kebiruan, dengan kerapatan yang tinggi (11,48 g/ml. pada suhu kamar). Timbal tak pernah mengendap dengan sempurna bila ditambahkan asam klorida

encer kepada suatu cuplikan. Ion timbal yang tersisa itu diendapkan secara kuantitatif oleh hidrogen sulfida dalam suasana asam. Timbal mudah larut dalam asam nitrat dengan kepekatan yang sedang dan terbentuk juga nitrogen oksida.



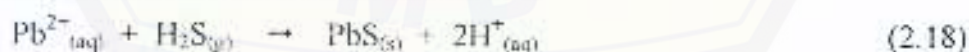
Gas nitrogen oksida yang tak berwarna itu, bila tercampur dengan udara, akan teroksidasi menjadi nitrogen dioksida yang merah. Dengan asam nitrat pekat, terbentuk lapisan pelindung berupa timbal nitrat pada permukaan logam yang mencegah pelarutan lebih lanjut.

2.5 Endapan Timbal Sulfida (PbS)

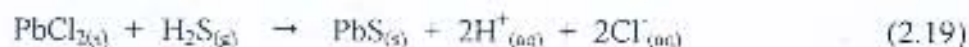
Endapan ini terbentuk sebagai hasil dari pengaliran gas H_2S ke dalam larutan yang mengandung ion Pb^{2+} menghasilkan endapan PbS. Endapan timbal sulfida ini akan terurai bila ditambahkan asam nitrat pekat, dan unsur sulfur yang berbutir halus dan berwarna putih akan mengendap. Endapan sulfur unsur tersebut dapat dioksidasi oleh asam nitrat menjadi sulfat yang langsung bereaksi dengan ion timbal yang ada dalam larutan, membentuk endapan timbal sulfat putih. Endapan timbal sulfida juga dapat membentuk endapan timbal sulfat yang berwarna putih bila dididihkan dengan H_2O_7 (Svehla, 1996).

2.6 Reaksi Timbal dengan Hidrogen Sulfida

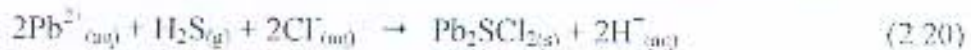
Svehla (1996), menjelaskan bahwa bila hidrogen sulfida dialirkan ke suatu senyawa yang mengandung ion Pb^{2+} , akan membentuk suatu endapan timbal sulfida (PbS) yang berwarna hitam. Reaksinya :



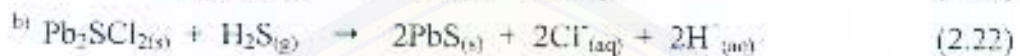
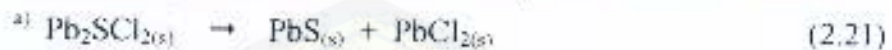
Pengendapan tidak sempurna terjadi jika ada asam mineral kuat dengan konsentrasi lebih dari 2M. Karena terbentuk ion hidrogen dalam reaksi di atas, campuran sebaiknya berada dalam larutan bufer (asetat). Misalnya saja, bila gas hidrogen sulfida dialirkan ke dalam campuran yang mengandung endapan timbal klorida putih, maka juga akan terbentuk suatu timbal sulfida (hitam), dengan reaksi pertukaran endapan :



Jika uji ini dilakukan dengan adanya klorida (misalnya kalium klorida jenuh) dalam jumlah yang banyak, mula-mula terbentuk endapan merah timbal sulfoklorida, bila gas hidrogen sulfida dialirkan ke dalam larutan, maka :

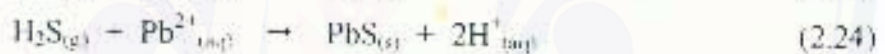


Tetapi endapan tersebut akan terurai jika diencerkan (a), atau setelah ditambahkan hidrogen sulfida lebih lanjut (b), dan terbentuk endapan timbal sulfida hitam.



2.7 Identifikasi H₂S Menggunakan Timbal Asetat

Senyawaan sulfida yang larut dapat bereaksi dengan asam mineral encer, dan H₂S yang terbentuk dapat ditunjukkan oleh timbal asetat dengan terjadinya perubahan warna menjadi hitam.



Jika suatu larutan mengandung campuran ion sulfida, maka sulfida yang didapat langsung ditunjukkan jika sebagian larutan direaksikan dengan asam klorida encer, dan H₂S yang terbentuk dapat ditentukan dengan kertas timbal asetat (Roth dan Blaschke, 1988).

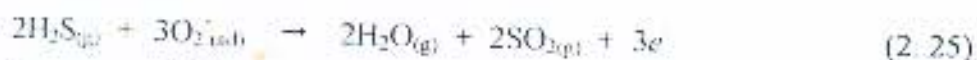
Kelarutan dari timbal sulfida (PbS) yang sangat kecil ($4,9 \cdot 10^{-11}$ g/l.), dapat menjelaskan mengapa H₂S dapat dideteksi oleh timbal (Svehla, 1996). Sedangkan dasar penggunaan timbal asetat untuk mendeteksi gas H₂S seperti yang dijelaskan Narayanaswamy dan Sevilla (1987), karena timbal asetat merupakan senyawa yang memiliki selektifitas tinggi terhadap gas H₂S.

Timbal asetat dengan rumus struktur Pb(CH₃COO)₂, merupakan senyawa berbentuk kristal berwarna putih yang larut di air dan terdekomposisi pada suhu 280°C. Senyawa ini digunakan sebagai reagen analitik (Parker, 1986).

2.8 Beberapa Teknik Deteksi Gas H₂S Berbasis Sensor

2.8.1 Sensor Gas H₂S Menggunakan Sol-Gel Lapis Tipis SnO₂ – CeO₂

Oksida SnO₂ dapat digunakan sebagai sistem sensor gas H₂S, dengan reaksi



Sensor gas H₂S menggunakan lapis tipis SnO₂ dibuat dari sol-gel SnO₂ menggunakan alkoksida sebagai indikator. Hasil percobaan menunjukkan bahwa SnO₂ menjadi lebih sensitif terhadap H₂S jika diimpregnasi dengan ZrO₂ atau CeO₂. Namun demikian, lapis tipis SnO₂ – CeO₂ ternyata memiliki sensitifitas yang baik, selektifitas tinggi dan respon yang cepat untuk sensor H₂S pada temperatur ruang, dibandingkan bila menggunakan lapis tipis SnO₂ – ZrO₂. Sensor sol-gel lapis tipis SnO₂ – CeO₂ ini mampu mendeteksi gas H₂S hingga konsentrasi 5 ppm (Fang *et al.*, 2000).

2.8.2 Sensor H₂S Berbasis Timbal Asetat Terimobilisasi

Dalam teknik ini, gas H₂S dihasilkan dari reaksi antara logam besi(II) sulfida dengan asam klorida. Timbal asetat sebagai reagen sensor dipersiapkan dengan mengimpregnasikannya pada beberapa pilihan matrik, seperti kertas filter Whatman, Chitosan dan Nafion, dan kemudian dibuat film membran.

Larutan nafion, dibuat dengan mencampurkan timbal asetat ke dalam larutan nafion 5%. Sedangkan larutan chitosan, dibuat dengan mencampurkan timbal asetat (dalam pelarut HCl) ke dalam larutan chitosan hingga larutan menjadi jenuh. Matrik film dicetak dengan meresapkan masing-masing larutan ke media yang transparan. Untuk matrik kertas, dibuat dengan meresapkan larutan timbal asetat (dalam pelarut HCl) ke kertas saring Whatman.

Hasil deteksi menunjukkan bahwa H₂S yang dialirkan ke matrik film yang mengandung timbal asetat, akan merubah warna matrik film menjadi hitam. Pada penggunaan matrik nafion, dalam kondisi film kering, terlihat tidak adanya perubahan warna yang nyata. Berbeda dengan pada kondisi matrik nafion basah, di situ terlihat adanya perubahan warna yang jelas (Kuswandi, 1999).

2.8.3 Sensor H₂S secara Optik Berbasis Kertas Terimpregnasi Timbal Asetat

Pada teknik ini, timbal asetat diimpregnasikan pada kertas Whatman 1CHR, yang berfungsi sebagai transduser. Gas H₂S dialirkan dengan bantuan pompa pada sistem tekanan atmosfer, dan kertas tersebut berfungsi sebagai transduser untuk mendeteksi gas H₂S. Pengaliran gas H₂S melalui kertas timbal asetat akan merubah warna kertas menjadi hitam. Kertas tadi ditempatkan pada aliran sinar yang berasal dari sumber sinar dan dideteksi oleh serat optik secara reflektansi. Hasil yang tampak bahwa kertas terimpregnasi timbal asetat tersebut memiliki sensitifitas dan selektifitas yang tinggi terhadap gas H₂S. Teknik ini dapat dipandang sebagai pengembangan teknik sensor dengan metode analisis menggunakan kertas atau strip (Narayanaswamy and Sevilla, 1987).

2.9 Teknik Imobilisasi

Teknik imobilisasi merupakan suatu teknik untuk mengidentifikasi suatu substansi kimiawi dengan cara menempatkan reagen pendeteksi di dalam suatu transduser. Ada lima metode imobilisasi yang sering digunakan, yakni adsorpsi, mikroenkapsulasi, ikatan silang, ikatan kovalen dan entrapmen (Eggins, 1996).

Metode adsorpsi merupakan teknik yang sederhana dan praktis karena hanya membutuhkan sedikit preparasi. Namun metode ini memiliki kelemahan, yakni hanya cocok untuk pekerjaan dalam waktu yang relatif singkat. Adsorpsi dapat dibedakan dalam dua jenis, yakni adsorpsi fisika (fisisorpsi) dan adsorpsi kimia (kemisorpsi). Fisisorpsi umumnya terjadi melalui pembentukan ikatan *Van der Waals*. Sedangkan pada kemisorpsi lebih menuju ke pembentukan ikatan kovalen. Dalam hal ini kemisorpsi sedikit memiliki kelebihan dibandingkan fisisorpsi.

Pada teknik mikroenkapsulasi, reagen diletakkan di bawah membran. Membran inert digunakan untuk menjerat reagen pendeteksi pada transduser. Keuntungan metode mikroenkapsulasi ini adalah terdapatnya daerah pembatas antara reagen dengan penjelat serta sangat mudah melakukan adaptasi dengan akurasi yang tinggi.

Metode imobilisasi yang lain yakni ikatan silang. Dalam metode ini, reagen adalah zat yang terikat secara kimiawi untuk mendukung zat lain seperti gel. Jadi dalam hal ini reagen memiliki dua fungsi. Kelemahan dari teknik ini, dapat menyebabkan rusaknya reagen pendeteksi, penyebaran reagen yang terbatas serta kekuatan mekaniknya yang kurang baik.

Metode ikatan silang berbeda dengan metode ikatan kovalen. Dalam metode ikatan kovalen, beberapa gugus fungsi yang tak diperlukan untuk aktifitas katalitik dari reagen, dapat diikat secara kovalen untuk mendukung matrik (tranduser atau membran). Keuntungan dari teknik ini, reagen tidak berkurang selama penggunaannya.

Metode imobilisasi yang juga sering digunakan adalah teknik entrapmen. Di sini, reagen pendeteksi dicampur dengan larutan monomer, yang kemudian dipolimerisasi menjadi gel yang dapat menjerat reagen. Selanjutnya reagen terjerat tersebut diletakkan dalam suatu media. Namun demikian, teknik ini memiliki beberapa kelemahan, yakni laju reaksi sensor relatif lambat dan terdapat pori-pori pada gel yang mengakibatkan berkurangnya aktivitas reagen pendeteksi (Eggins, 1996).

Metode entrapmen dipandang cocok untuk melakukan teknik imobilisasi timbal asetat, dengan asumsi bahwa adanya struktur ikatan silang dalam polimer memungkinkan reagen timbal asetat dapat terjerat di dalamnya, sehingga timbal asetat menjadi terimobilisasi di dalam polimer.

2.10 Polivinil Klorida (PVC) sebagai Agen Pengimobilisasi

Polivinil klorida (PVC) memiliki struktur *head-to-tail*, dimana ikatan antar monomer yang terjadi dalam strukturnya adalah antara $-CH_2$ dari monomer yang satu dengan $-CHCl$ pada monomer yang lain. PVC memiliki berat molekul rata-rata berkisar 40000 – 80000, tetapi untuk bahan yang digunakan dalam bentuk keras dan kaku kisarannya 30000 – 50000. Hasil studi menunjukkan bahwa PVC bersifat amorf, walaupun sebagian kecil dalam bentuk kristal. Hasil studi NMR menunjukkan, bahwa biasanya PVC sekitar 55% strukturnya bersifat sindiotaktik, dan sisanya bersifat tidak teratur atau ataktik (Saunders, 1994).

PVC bersifat tahan terhadap asam dan basa, sehingga bersifat stabil, serta tidak mudah terbakar. Senyawa ini dapat digunakan untuk membentuk film atau lapisan yang tipis dan lentur bila ia ditambahkan dengan suatu plastisiser. Adanya ikatan silang dalam PVC diharapkan dapat dimanfaatkan untuk teknik entrapmen guna menjerat suatu reagen detektor (Cowd, 1991). Hal tersebut di atas menunjukkan bahwa PVC sangat cocok digunakan sebagai *solid support* (fase pendukung padat) pada teknik imobilisasi.

2.11 Penambahan Plastisiser pada PVC

Plastisiser untuk PVC umumnya memiliki kelarutan yang sama dengan polimernya. Umumnya plastisiser yang digunakan untuk PVC berkisar 40 – 60 % tiap bagian polimer. PVC yang berisi plastisiser ini akan bersifat fleksibel seperti karet (Saunders, 1994). Penambahan plastisiser ini dapat memberikan kelenturan dan memperbaiki sifat plastisitas dari PVC, dimana PVC murni bersifat lebih keras dan kaku (Gordon, 1963). Menurut Stevens (2001) pembentukan sifat plastis oleh plastisiser akan mempermudah pencetakan, dimana plastisiser ini berperan menurunkan temperatur gelas (T_g) polimer.

Salah satu plastisiser yang sering digunakan pada PVC adalah tri butil fosfat (TBP). TBP dengan rumus $(C_4H_9)_3PO_4$, bersifat stabil, titik didih $292^\circ C$, sebagai bahan pelentur dan larut dalam banyak pelarut (Parker, 1986).

Penambahan plastisiser pada PVC diperlukan untuk menjadikan PVC agar tidak kaku dan bersifat fleksibel, sehingga mudah membentuk lapisan membran atau film. Tanpa plastisiser, dimungkinkan hasil membran yang terbentuk akan terlihat pecah-pecah dan retak.

2.12 Pelarut PVC menggunakan Tetra Hidro Furan

Pelarut yang sering digunakan untuk melarutkan PVC antara lain sikloheksanon dan tetra hidro furan (THF). THF dengan rumus molekul C_4H_8O merupakan larutan yang tidak berwarna (jernih), titik didihnya $66^\circ C$, larut dalam air dan pelarut organik. THF sebagai pelarut, memiliki tetapan dielektrik 7 dan laju relatif kasar sebesar 0,5 (Fessenden dan Fessenden, 1992).

Sifat THF tersebut, memungkinkan senyawa ini dapat melarutkan senyawa polimer dan senyawa polar (seperti timbal asetat). Hal ini memungkinkan THF dapat membentuk polimer sebagai film atau membran.

2.13 Titrasi Iodimetri untuk Penentuan Gas H₂S secara Redoks

Banyak sekali penerapan metode titimetri yang berprinsipkan pada transfer elektron. Salah satu yang lazim digunakan adalah metode titrasi berdasarkan reaksi oksidasi-reduksi. Reaksi oksidasi reduksi berasal dari transfer elektron secara langsung dari donor ke akseptor. Berbagai macam reaksi redoks dapat digunakan untuk analisis titimetri, asalkan kesetimbangannya berlangsung cepat.

Dalam metode ini analat dioksidasi oleh iod (I_2) secara langsung, sehingga I_2 tereduksi menjadi ion iodida :

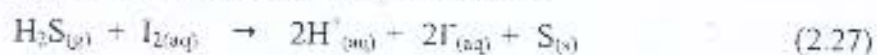


Pada titrasi ini terjadi perpindahan elektron, dimana terdapat unsur-unsur yang mengalami perubahan tingkat oksidasi. Dava oksidasi halogen akan berkurang dengan bertambahnya massa atom relatif (Svehia, 1996).

Iod merupakan oksidator yang tidak terlalu kuat, sehingga hanya zat-zat yang merupakan reduktor yang cukup kuat yang dapat dititrasi. Indikator yang umum digunakan adalah larutan amilum, dengan perubahan dari tak berwarna menjadi biru (Harjadi, 1990).

Harjadi (1990) menjelaskan, karena kemampuan untuk mengoksidasi yang kurang besar dari iod, maka tidak banyak zat yang dapat dititrasi berdasarkan iodimetri. Salah satu penerapannya adalah pemanfaatan kemampuan ikatan rangkap suatu zat organik untuk mengadisi iod. Titrasi ini banyak digunakan untuk menentukan bilangan iod dalam minyak dan lemak.

Pada aplikasi iodimetri untuk penentuan konsentrasi H₂S, prinsipnya iod di sini digunakan sebagai oksidator yang akan mengoksidasi ion sulfida dari H₂S. Iod sendiri akan mengalami reduksi menjadi I⁻ dan sulfida akan mengalami oksidasi menjadi unsurnya. Reaksinya sebagai berikut :



2.14 Turbidimetri sebagai Teknik Fotometri

Turbiditas merupakan sifat optik akibat terjadinya dispersi cahaya. Ia dapat dinyatakan sebagai perbandingan cahaya yang dipantulkan terhadap cahaya yang tiba. Intensitas cahaya yang dipantulkan oleh suatu suspensi merupakan fungsi konsentrasi, asalkan kondisi lainnya konstan. Di sini dilakukan pengukuran terhadap hasil absorpsi akibat partikel yang tersuspensi.

Turbiditas berbanding lurus terhadap konsentrasi dan ketebalan, selain itu turbiditas juga tergantung pada warna. Turbiditas yang diakibatkan suatu suspensi diikhtisarkan dalam rumus:

$$S = \log \frac{P_0}{P} = \frac{Kbcd^3}{\delta^2 \alpha \lambda^2} \quad (2.28)$$

di mana S adalah turbiditas; P_0 adalah intensitas sinar yang datang; λ adalah panjang gelombang; P adalah intensitas sinar yang dipantulkan; c adalah konsentrasi; b adalah tebal sampel; d adalah diameter rata-rata partikel; K dan δ tetapan.

Untuk radiasi yang monokromatis, α , d , K dan δ adalah tetapan, sehingga persamaan di atas dapat diringkas menjadi:

$$S \propto b.c \text{ atau } S = K.b.c \quad (2.29)$$

Persamaan ini serupa dengan hukum Beer (Khopkar, 1989).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember. Waktu yang dibutuhkan untuk menyelesaikan penelitian ini sekitar 8 bulan, dari bulan Oktober 2001 hingga bulan Juni 2002.

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan

- Aquades
- FeS
- Timbal asetat
- Iod (I_2)
- KI
- Natrium tiosulfat
- Polivinil Klorida (PVC)
- Zink sulfat
- Amilum
- Tri Butil Posfat (TBP)
- Tetra Hidro Furan (THF)
- HCl
- HNO_3

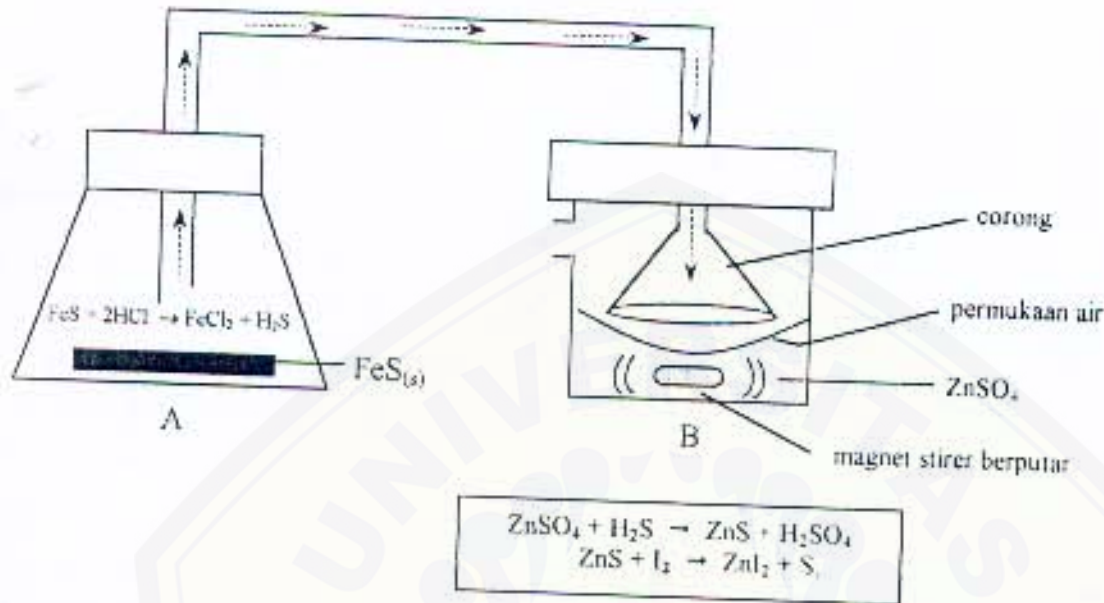
3.2.2 Alat

Set reaktor gas, stirer + magnet, lemari asam, pemanas, neraca analitis, buret mikro, serta beberapa peralatan gelas penunjang.

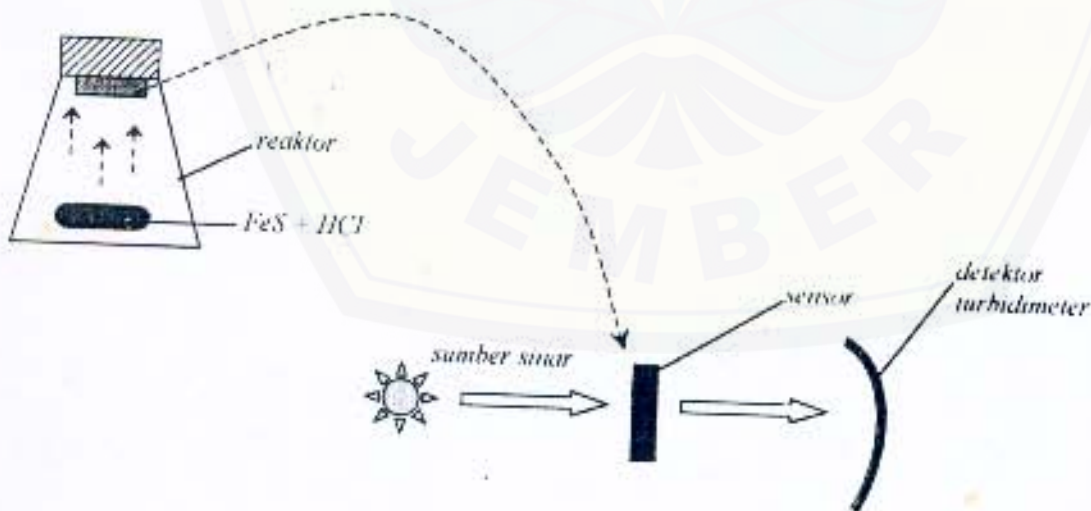


3.3 Desain Set Alat

3.3.1 Penentuan Kandungan Gas H₂S dengan Teknik Iodimetri



3.3.2 Penentuan Kandungan Gas H₂S menggunakan Sensor Reagen Kering Timbal Asetat



Gambar-1. Desain Set Alat

- a. Set Alat Penentuan Kandungan Gas H₂S secara iodimetri
- b. Set Alat Penentuan Kandungan Gas H₂S menggunakan Sensor

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Larutan Baku Iod

Larutan baku iod dalam KI dibuat dengan melarutkan 12,7 gram iod (I_2) dan 4,15 gram KI ke dalam 1000 mL aquades, hingga seluruh bahan tercampur.

3.4.2 Preparasi Larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1M

Satu liter aquades dididihkan selama 5 - 10 menit, kemudian didinginkan hingga temperatur kamar. Larutan $Na_2S_2O_3$ dibuat dengan melarutkan 0,4 gram natrium tiosulfat padat ke dalam 25 mL aquades tadi.

3.4.3. Standarisasi Larutan Iod

1 mL larutan $Na_2S_2O_3$ dalam erlenmeyer, ditambah 3 tetes amilum. Lalu dititrasikan dengan larutan baku iod, hingga tepat pertama kali muncul warna biru agak lama. Standarisasi ini dilakukan secara triplo. Konsentrasi larutan standart iod dapat ditentukan.

3.4.4 Penentuan Kandungan Gas H_2S dengan Teknik Iodimetri

3.4.4.1 Pembuatan Gas H_2S

0,044 gram kristal FeS ditimbang, lalu dimasukkan ke dalam wadah A pada alat yang telah diset (Gambar-1.a). Kemudian ditambah 1 mL larutan HCl 1M hingga terbentuk suatu gas, yang merupakan gas H_2S . Gas H_2S yang terbentuk dialirkan ke wadah B yang berisi 10 mL larutan $Zn(SO_4)$ 1M (dalam pelarut air) yang diputar menggunakan stirer. Proses ini dilakukan selama 7 jam hingga larutan tampak berwarna putih akibat terbentuknya ZnS .

3.4.4.2 Titrasi ZnS dengan I_2

Setelah terbentuk ZnS , selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambah 10 tetes amilum dan segera dititrasikan dengan larutan standart iod (I_2), hingga warna biru yang muncul pada larutan tidak berubah menjadi putih kembali (tetap biru). Prosedur 3.4.4.1 hingga 3.4.4.2 diulangi untuk variasi massa FeS dan volume HCl 1M yang berbeda (sesuai Tabel-1), dan masing-masing dilakukan dengan 3 kali pengulangan.

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

No.	Massa FeS (g)	Volume HCl 1M (ml.)
1.	0,044	1
2.	0,066	1,5
3.	0,088	2
4.	0,22	5
5.	0,44	10

3.4.5 Pembuatan Sensor Reagen Kering Timbal Asetat

3.4.5.1 Imobilisasi Timbal Asetat

0,38 gram timbal asetat dilarutkan ke dalam 10 ml. THF (*campuran 1*). Di tempat lain, 0,4 gram PVC ditambah dengan 0,8 ml. TBP (*campuran 2*). Lalu dilakukan proses imobilisasi timbal asetat ke dalam PVC dengan mencampurkan *campuran 1* dan *campuran 2*, hingga terbentuk larutan membran berwarna putih.

3.4.5.2 Pencetakan Membran

Proses pencetakan membran dilakukan dengan teknik *dip coating*, dengan mencelupkan media transparan ke dalam wadah berisi larutan membran tadi, sedemikian rupa hingga bagian tertentu dari media terlapisi secara merata oleh larutan membran. Setelah proses pencelupan, larutan yang menempel pada media transparan dianginkan hingga kering.

3.4.6 Penentuan Kandungan Gas H₂S Menggunakan Sensor Reagen Kering Timbal Asetat

Seperti pada prosedur 3.4.4.1, namun hanya menggunakan satu wadah yakni erlenmeyer (Gambar-1.b). Pembuatan gas H₂S dilakukan dalam erlenmeyer tersebut dan pada tutup erlenmeyer dilapisi sensor reagen kering timbal asetat. Gas yang terbentuk akan mengalir ke atas dan berinteraksi dengan sensor hingga terjadi perubahan warna pada sensor.

3.4.7 Regenerasi Sensor Reagen Kering Timbal Asetat

Pada setiap pengulangan pensensoran, reagen kering tersebut sebelumnya diregenerasi dulu dengan cara direndam di dalam larutan HNO₃ 6M, hingga warna reagen kering berubah kembali seperti semula (putih).

3.4.8 Ketahanan Reagen Kering Timbal Asetat terhadap Pengaruh Asam

Mula-mula, intensitas awal reagen kering diukur. Lalu direaksikan dengan gas H_2S . Kemudian sensor yang telah bereaksi dengan H_2S (hitam) diregenerasi dengan HNO_3 6M, lalu diukur intensitasnya dan setelah itu digunakan kembali sebagai sensor gas H_2S . Demikian seterusnya hingga tingkat regenerasi mencapai 4 kali.

3.4.9 Pengaruh Humiditi terhadap Respon Reagen Kering Timbal Asetat

Seperti pada prosedur 3.4.6, tetapi dilakukan pada dua kondisi sensor berbeda, yakni kondisi sensor basah dan kondisi sensor kering.

3.4.10 Sensitifitas Reagen Kering

Dilakukan seperti pada prosedur 3.4.6 dengan variasi konsentrasi H_2S yang diperoleh dari prosedur 3.4.4.1 dan 3.4.4.2. Waktu respon sensor ditentukan saat sensor telah berwarna hitam secara nyata. Pengamatan dilakukan setiap 15 menit.

3.4.11 Karakterisasi Sensor Reagen Kering Timbal Asetat

3.4.11.1 Daerah Kerja

Sensor yang berubah warna (setelah pensensoran), lalu diukur intensitasnya menggunakan alat turbidimeter. Prosedur 3.4.6 dan 3.4.7, dilakukan dengan variasi konsentrasi H_2S yang telah diperoleh dari prosedur 3.4.4.1 dan 3.4.4.2.

Teknik pengukuran turbidimetri diawali dengan kalibrasi alat menggunakan cairan blank berwarna hitam pekat, diatur hingga display menunjukkan angka nol. Selanjutnya dengan menggunakan standart 8 NTU, intensitas membran diukur, baik itu sebelum pensensoran maupun setelah pensensoran.

3.4.11.2 Limit Deteksi

Reagen kering yang telah jadi diukur intensitas awalnya (y_0). Dengan menggunakan perhitungan Miller and Miller (1993) : $y = y_0 - 3.SD$, kemudian nilai y diplotkan ke persamaan yang diperoleh dari prosedur 3.4.11.1

3.4.11.3 Pengaruh Tingkat Regenerasi terhadap Waktu Respon Sensor

Pengamatan dilakukan pada konsentrasi H_2S yang tertinggi, yakni pada komposisi 0,44 gram FeS + 10 mL HCl 1M. Sensor yang direaksikan dengan H_2S diamati waktu responnya. Setelah itu diregenerasi dan direaksikan lagi dengan H_2S , lalu diamati lagi waktu responnya. Demikian seterusnya hingga tingkat regenerasi mencapai 5 kali.



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari serangkaian pengamatan yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan, sebagai berikut :

- 1) Timbal asetat yang diimobilisasi ke dalam material PVC dapat merespon gas H_2S , ditandai perubahan warna menjadi hitam. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa reagen kering yang dibentuk dari PVC bersifat stabil terhadap pengaruh asam.
- 2) Semakin besar konsentrasi gas H_2S akan semakin tinggi respon sensor reagen kering timbal asetat, ditandai dengan semakin cepatnya waktu respon sensor (pada konsentrasi 114,4 ppm waktu respon sensor \pm 2 jam). Sensor reagen kering timbal asetat memiliki limit deteksi pada konsentrasi 47,2 ppm dengan daerah kerja pada konsentrasi antara 47 – 115 ppm dan dapat digunakan sebanyak 5 kali (mampu diregenerasi sebanyak 4 kali, menggunakan HNO_3 6M).

5.2 Saran

Penelitian ini memerlukan pengembangan lebih lanjut dan intensif. Di sini telah diperoleh suatu keunggulan hasil berupa optimalitas material PVC sebagai material pendukung reagen kering timbal asetat. Namun, untuk waktu respon dari sensor reagen kering timbal asetat ini masih perlu diteliti lebih lanjut, guna dicari solusinya yang tepat. Penulis memiliki keyakinan, bahwa terdapat suatu hasil yang optimal terkait dengan waktu respon sensor ini, hanya saja penulis belum menemukannya dalam penelitian ini. Untuk pengembangan lebih lanjut, perlu kiranya dikembangkan suatu teknik imobilisasi timbal asetat ke dalam padatan *zeolit*, misalnya melalui metode impregnasi basah atau kering. Sedangkan untuk tujuan ke depan, perlu difikirkan bagaimana mengemas sensor reagen kering timbal asetat ini dalam desain yang praktis namun canggih, untuk skala industri.

DAFTAR PUSTAKA

- Alberty, Robert A. dan Farrington Daniels. 1984. *Kimia Fisika*. Jilid 2. Edisi Kelima. Terjemahan N.M. Surdia dari *Physical Chemistry* (1980). Jakarta: Penerbit Erlangga
- Alloway, B.J. dan D.C. Ayres. 1997. *Chemical Principles of Enviromental Pollution*. London: Blackie Academic and Professional
- Ariens, E.J., E. Mutschler dan A.M Simonis. 1994. *Toksikologi Umum Pengantar* Terjemahan Yoke R.W. dkk dari *Allgemeine Toxykologie, Eine Einfuhrung* (1987). Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Atkins, P.W. 1997. *Kimia Fisika*. Jilid 2. Edisi Keempat. Terjemahan Irma I.K. dari *Physical Chemistry* (1990). Jakarta: Penerbit Erlangga
- Cotton, F.A. dan G. Wilkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati dari *Basic Inorganic Chemistry* (1976). Jakarta: Universitas Indonesia Press
- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Terjemahan Harry Firman dari *Polymer Chemistry* (1982). Bandung: Penerbit ITB
- Djamil, B. 1986. *Materi Pokok Termodinamika Kimia*. Jakarta: Penerbit Karunika
- Eggins, Bryan R. 1996. *Biosensors an Introduction*. New York: John Willey and Sons
- Fang, G., Z. Liu, C. Liu dan K.L. Yao. 2000. "Room Temperature H₂S Sensing Properties and Mechanism of CeO₂- SnO₂ Sol - Gel Thin Films". Dalam <http://www.elsevier.nl/locate/sensorb>
- Fessenden, R.J dan J.S. Fessenden. 1992. *Kimia Organik*. Jilid 1. Edisi Ketiga. Terjemahan Aloysius H.P dari *Organic Chemistry* (1986). Jakarta: Penerbit Erlangga
- Gordon, M. 1963. *High Polymers*. London: Addison-Wesley Publishing Company Inc

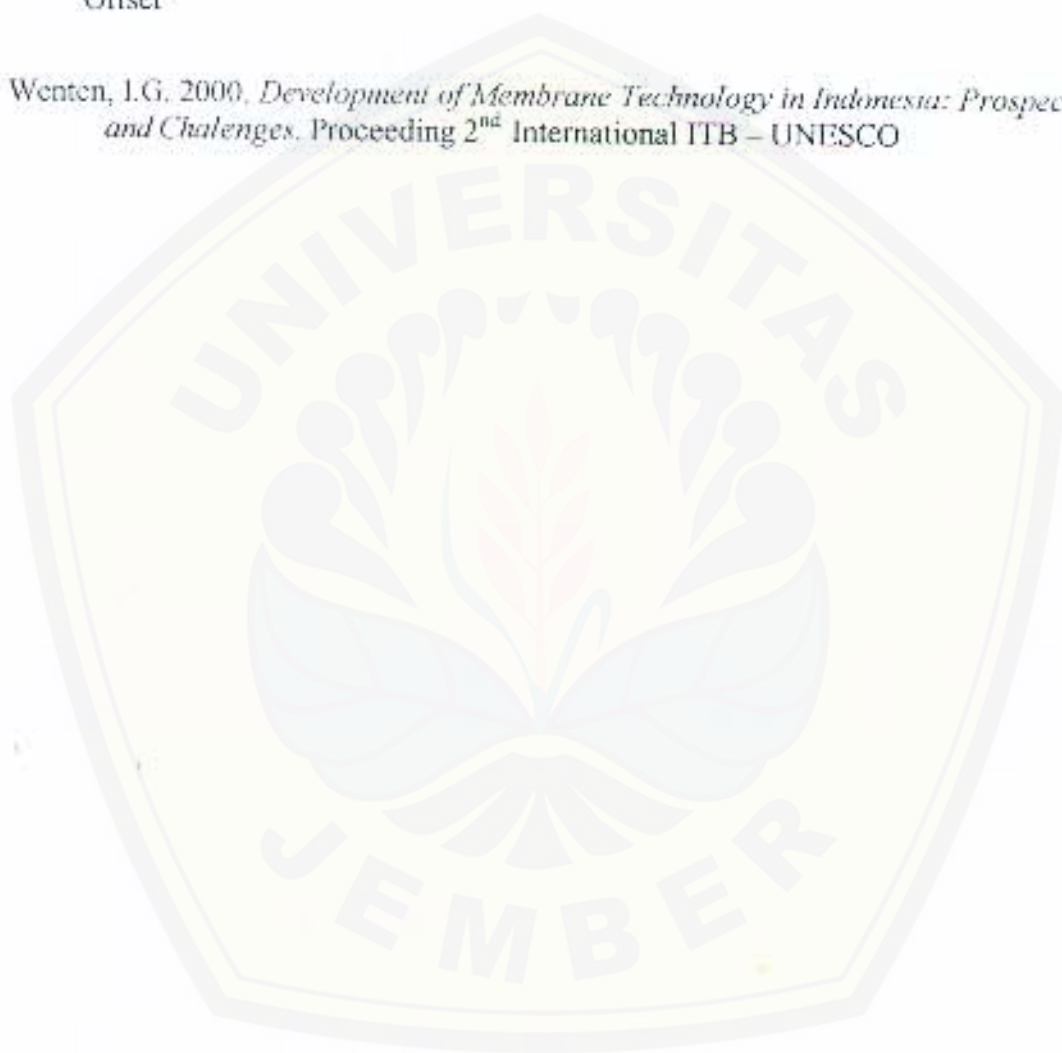
- Harjadi, W. 1990. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: PT. Gramedia
- Keenan, C.W., D.C. Kleinfelter dan J.H. Wood. 1996. *Ilmu Kimia Untuk Universitas*. Jilid 2. Edisi Keenam. Terjemahan Aloysius H.P. dari *General College Chemistry* (1980). Jakarta: Erlangga
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan A. Saptorahardjo dari *Basic Concepts of Analytical Chemistry* (1985). Jakarta: Universitas Indonesia Press
- Kuswandi, B. 1999. *Preparation of Hydrogen Sulphide Sensor Based on Immobilised Lead Acetate: A Preliminary Qualitative Result*, Artikel (Belum Diterbitkan)
- Logan, S.R. 1996. *Fundamentals of Chemical Kinetics*. England: Longman Group Limited
- Miller, J.C. and J.N. Miller. 1993. *Statistics for Analytical Chemistry*, Third Edition. New York: Ellis Horwood PTR Prentice Hall
- Mulder, M. 1991. *Basic Principles of Membrane Technology*. Netherland: Kluwer Academic Publishers
- Narayanaswamy, R. and F. Sevilla. 1998. "Optosensing of Hydrogen Sulphide Through Paper Impregnated with Lead Acetate". Dalam *Analytical Chemistry*. No. 329. p. 789 – 792
- Parker, S.P. 1986. *McGraww-Hill Dictionary of Chemistry*. International Edition. Singapore: McGraww-Hill Book Company
- Reid, R.C., John M.P. dan Thomas K.S. 1991. *Sifat Gas dan Zat Cair*. Edisi Ketiga. Terjemahan Kantjono Widodo dari *The Properties of Gases and Liquids* (1977). Jakarta: PT. Gramedia
- Roth, H.J. dan G. Blaschke. 1988. *Analisis Farmasi*. Terjemahan Sarjono K. dan Slamet dari *Pharmazeutische Analytik* (1981). Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Saunders, K.J. 1994. *Organic Polymer Chemistry*. Second Edition. London: Blackie Academic and Professional

Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Jakarta: PT. Pradnya Paramita

Svehla, G (Ed). 1996. *Vogel's Qualitative Inorganic Analysis*. London: Longman Group Limited

Wardhana, Wisnu A. 1994. *Dampak Pencemaran Lingkungan*, Yogyakarta: Andi Offset

Wenten, I.G. 2000. *Development of Membrane Technology in Indonesia: Prospect and Challenges*. Proceeding 2nd International ITB – UNESCO



Lampiran 1

PERHITUNGAN

1. Standarisasi Larutan Iod (I_2)

Menggunakan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 M sebagai titrat.

$Na_2S_2O_3$: $V = 1$ mL; $M = 0,1$ M; + 3 tetes amilum 1%

I_2 (dalam KI) : $V_1 = 5,1$ mL
 $V_2 = 5,1$ mL
 $V_3 = 5,2$ mL } $V_1 = 5,13$ mL.

Reaksi : $2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightleftharpoons S_4O_6^{2-} + 2I^-$

Ekivalen $\Rightarrow n. S_2O_3^{2-} = 1$ dan $n. I_2 = 2$.

Rumus $\Rightarrow n \times V(I_2) \times M(I_2) = n \times V(S_2O_3^{2-}) \times M(S_2O_3^{2-})$

Maka Konsentrasi I_2 : $M = 0,01$ M

2. Penentuan mol H_2S secara Iodimetri

Konsentrasi : $HCl = 1$ M; $I_2 = 0,01$ M

No.	FeS (g)	HCl (ml.)	Volume I_2 (mL)			Rata-rata Volume I_2	mmol ZnS	mmol H_2S
			I	II	III			
1.	0,044	1	6,1	6	5,31	5,80	0,058	0,058
2.	0,066	1,5	6,5	6,33	8,53	7,12	0,071	0,071
3.	0,088	2	6,9	6,48	10,23	7,87	0,079	0,079
4.	0,22	5	8,5	8,1	11,52	9,37	0,094	0,094
5.	0,44	10	10,8	9,2	18,6	12,87	0,129	0,129

Nilai mol H_2S dihitung dari jumlah mol ZnS, dimana mol ZnS dihitung berdasarkan jumlah mol I_2 saat mol ZnS dan I_2 berada dalam keadaan ekuivalen. Nilai volume I_2 yang digunakan adalah jumlah volume I_2 rata-rata dari ketiga pengulangan. Dari persamaan reaksi, terlihat bahwa mol ZnS = mol H_2S .

Reaksi : $H_2S_{(g)} + ZnSO_{4(aq)} \rightleftharpoons ZnS_{(s)} + H_2SO_{4(aq)}$

$ZnS_{(s)} + I_{2(aq)} \rightleftharpoons ZnI_{2(aq)} + S_{(s)}$

Ekivalen $\Rightarrow n. ZnS = n. I_2 = 2$

Maka : **mili mol ZnS = $(n_{I_2}/n_{ZnS}) \cdot M_{I_2} \cdot V_{I_2}$**

mili mol H_2S = mili mol ZnS

3. Penentuan Konsentrasi Gas H₂S

Nilai konsentrasi H₂S dihitung terhadap volume reaktor yang digunakan. Dalam penelitian ini reaktor yang digunakan adalah erlenmeyer, dengan volume rata-rata sebesar 38,35 mL. Maka konsentrasi gas H₂S dihitung dengan membagi nilai mili mol H₂S terhadap volume erlenmeyer.

Rumus : $M_{H_2S} = \text{m.mol H}_2\text{S} / \text{vol. erlenmeyer}$

m.mol H ₂ S	Vol. reaktor pada pengukuran :			Rerata volume	Konsentrasi gas H ₂ S	
	I	II	III		Molaritas	ppm
0,058	38,35 mL	38,34 mL	38,35 mL	38,35 mL	1,5.10 ⁻³	51,4
0,071					1,9.10 ⁻³	62,9
0,079					2,1.10 ⁻³	70
0,094					2,5.10 ⁻³	83,3
0,129					3,4.10 ⁻³	114,4

4. Perhitungan Limit Deteksi

No.	Intensitas blank (x)	$(x - \bar{x})^2$
1.	7,03	0,0361
2.	7,03	0,0361
3.	6,86	0,1296
4.	6,30	0,8464
5.	5,88	1,7956
6.	8,71	2,2201
7.	8,70	2,1904
8.	6,73	0,2401
9.	6,25	0,9409
10.	6,25	0,9409
11.	8,98	3,0976
12.	7,86	0,4096
13.	7,86	0,4096
14.	6,95	0,0729
15.	6,91	0,0961
n = 15	$\bar{x} = 7,22$	$\Sigma = 13,462$

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}} \\
 &= \sqrt{\frac{13,462}{15 - 1}} \\
 &= 0,981
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{LOD} \longrightarrow y &= y_b - 3 \cdot SD \\
 y &= 7,22 - (3 \times 0,981) \\
 y &= 4,278
 \end{aligned}$$

dimana y adalah intensitas pada limit deteksi
 y_b adalah rerata intensitas blank
 SD adalah standart deviasi blank

Persamaan pada Grafik-3 :

$$y = -0,0411x + 6,2171$$

$$\longleftrightarrow 4,278 = -0,0411x + 6,2171$$

$$x = 47,2$$

dimana "x" menunjukkan nilai konsentrasi gas H_2S pada limit deteksi.

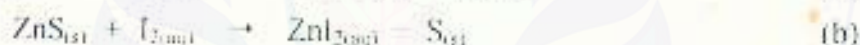
Jadi : nilai **limit deteksi** sensor reagen kering timbal asetat,

$$= 47,2 \text{ ppm}$$

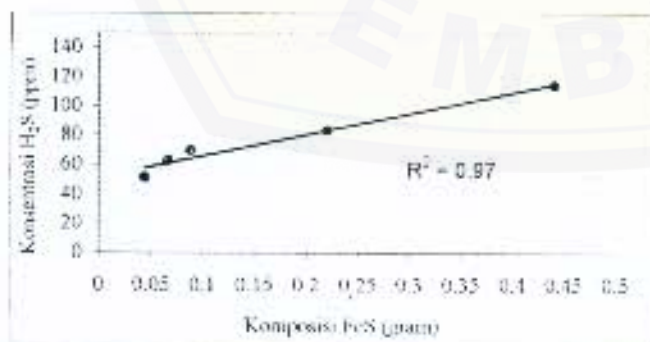
Lampiran 2

KONSENTRASI GAS H₂S DENGAN TEKNIK IODIMETRI

Penentuan gas H₂S secara iodimetri diperlukan untuk memperoleh data konsentrasi H₂S berdasarkan komposisi reaktan, yang akan berguna untuk melihat pengaruh konsentrasi gas H₂S terhadap respon sensor reagen kering timbal asetat. Prinsip dari penentuan H₂S dengan iodimetri ini adalah menghitung jumlah mol ZnS dari hasil titrasi secara langsung dengan I₂. Pada titrasi tersebut terjadi perubahan bilangan oksidasi secara redoks, dimana ion S²⁻ teroksidasi menjadi unsur S sedangkan I₂ tereduksi menjadi ion I⁻. Pada reaksi (a) terlihat bahwa jumlah mol ZnS ekuivalen dengan jumlah mol H₂S, sehingga konsentrasi H₂S diperoleh melalui perbandingan jumlah mol H₂S terhadap volume reaktor. Secara singkat reaksinya sebagai berikut :



Gambar di bawah memperlihatkan hubungan komposisi reaktan terhadap konsentrasi gas H₂S yang dihasilkan (berdasarkan data lampiran 1). Reaksi antara FeS dengan HCl menghasilkan suatu gas tak berwarna, berupa gas H₂S



Komposisi

1. FeS: 0,044 g + HCl: 1 mL.
2. FeS: 0,066 g + HCl: 1,5 mL.
3. FeS: 0,088 g + HCl: 2 mL.
4. FeS: 0,22 g + HCl: 5 mL.
5. FeS: 0,44 g + HCl: 10 mL.

Grafik Hubungan Komposisi Reaktan terhadap Konsentrasi Gas H₂S

Lampiran 3

**PERBEDAAN SENSOR REAGEN KERING TIMBAL ASETAT
SEBELUM DAN SETELAH PENSENSORAN**



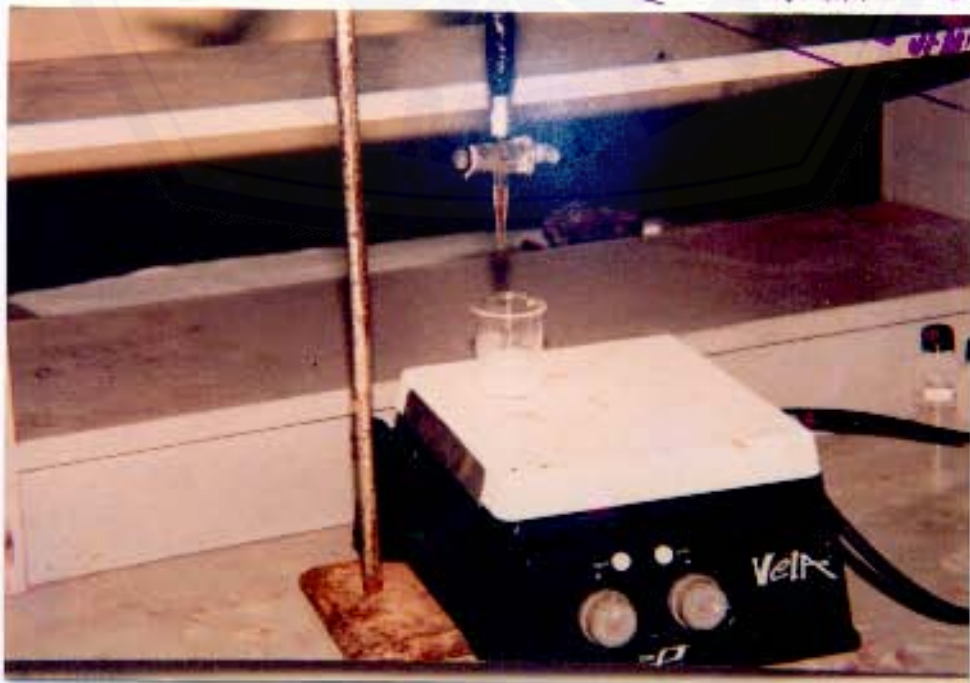
Lampiran 4

FOTO PENELITIAN

1. Proses Reaksi Gas H_2S dengan $ZnSO_4$



2. Titrasi ZnS oleh I_2



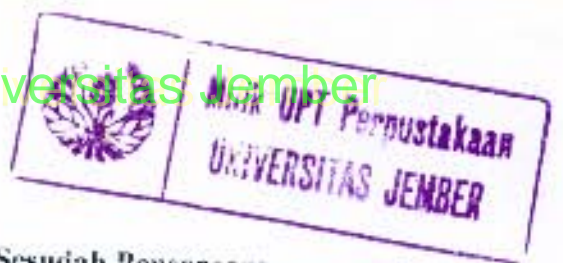
Milik UPT Perpustakaan
UNIVERSITAS JEMBER

3. Sensor Berwarna Hitam saat Pensoran



4. Pengukuran Intensitas Sensor dengan Turbidimeter





5. Perbedaan Kondisi Sensor; Sebelum dan Sesudah Pensensoran



6. Proses Regenerasi; Perendaman Sensor Hitam di dalam Larutan HNO_3

(berturut-turut: sebelum regenerasi, saat regenerasi dan setelah regenerasi)

