

JURNAL

KINETIKA

VOLUME 6, Juli 2015

JURUSAN TEKNIK KIMIA
POLITEKNIK NEGERI SRIWIJAYA

VOL.6	NO.2	HAL 1-52	Palembang Juli 2015	ISSN : 1693-9050
-------	------	----------	------------------------	------------------

SUSUNAN DEWAN REDAKSI

- Pelindung Pengarah : Direktur Politeknik Negeri Sriwijaya (RD. Kusumanto, S.T., MM.)
- :
1. Pembantu Direktur I (H. Firdaus, S.T., M.T.)
2. Pembantu Direktur II (H. L. Suhairi Hazisma, S.E., M.Si.)
3. Pembantu Direktur III (Ir. Irawan Rusnadi, M.T.)
4. Pembantu Direktur IV (Dr. Ing. Ahmad Taqwa, M.T.)
- Penanggung Jawab : Ketua Jurusan Teknik Kimia (Ir. Robert Junaidi, M.T.)
- Pimpinan Redaksi : Yuniar, S.T., M.Si.
- Sekretaris Redaksi :
1. Zulkarnain, S.T., M.T.
2. Meilianti, S.T., M.T.
- Staf Redaksi/Editor :
1. Ir. Muhammad Yerizam, M.T.
2. Ir. Jaksen, M.Si
3. Ir. Erwana Dewi, M.Eng
4. Ir. Leila Kalsum, M.T.
5. Ir. Rusdianasari, M.Si.
6. Ir. Selastia Yuliati, M.Si.
- Mitra Bestari :
1. Dr. M. Hatta Dahlan, M.Eng (Universitas Sriwijaya)
2. Dr. I Gede Arse, M.T. (ITB)
- Bendahara Tata Letak : Anerasari Meidinariasty, B.Eng, M.Si.
:
1. Ir. Aisyah Suci Ningsih, M.T.
2. Ibnu Hajar, S.T., M.T.
3. Adi Syakdani, S.T., M.T.
- Administrasi/Sirkulasi:
1. Bambang Juliansyah, AMd
2. Ranty, AMd

DAFTAR ISI

Pemanfaatan Limbah Kulit Kopi dan Serbuk Gergaji menjadi Briket Sebagai Sumber Energi Alternatif (Hilwatullisan)	1-5
Pembuatan Briket Arang dari Campuran Cangkang Bintaro dan Tempurung Kelapa Menggunakan Perekat Amilum (Ida Febriana, Sofiah, Nyayu Zubaidah, dan Ade Kurniawan)	6-12
Pengaruh Komposisi Bahan Baku pada Pembuatan Silika Gel dari Abu Cangkang dan Serabut Kelapa Sawit (Idha Silviyati, Adi Syakdani, Uci Melinda)	13-18
Pembuatan Plastik <i>Biodegradable</i> dari Limbah Ampas Tahu dengan <i>Plasticizer</i> Gliserin (Meilianti)	19-23
Pengaruh Variasi Tekanan pada Pembuatan Biobriket dengan Bahan Baku Daun Pisang dan Tempurung Kelapa (M. Yerizam, Sahrul Effendi, dan Indah Dwi Astuti)	24-28
Pengaruh Lama Perendaman Kertas Koran menggunakan Air Panas terhadap Kadar Timbal pada Ikan Asin Gabus (Pra Dian Mariadi, Ian Kurniawan, dan Agnes Felicia Lubis)	29-34
Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dengan Menggunakan HCL sebagai Aktivator untuk Mengurangi Dampak Lingkungan dari Limbah Industri Tahu (Surya Hatina).....	35-41
Analisis Kadar Klorin Terlarut secara Potensiometri (Yohandri Bow)	42-46
Pengaruh Jenis Pelarut dan Uji Stabilitas Warna pada Ekstraksi Klorofil Daun Katuk (<i>Sauropus Androgynus</i>) (Yuniar , Idha Silviyati, dan Lufita Lutfia Andriani)	47-52

ANALISIS KADAR KLOLIN TERLARUT SECARA POTENSIOMETRI

ANALYSIS CHLORINE DISSLOVED WITH ELECTROMETRIC

Yohandri Bow

Staf Pengajar, Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Sriwijaya
Jln. Srijaya Negara Bukit Besar Palembang 30139
email: yohandriBow@gmail.com

ABSTRACT

Based on Clark type electrode, chlorine electrode has been made for measuring chlorine electrometrically. The electrode consisted of platinum working electrode, silver/silver chloride reference electrode, potassium chloride as an electrolyte, polyethylene polymer (32 μm thick) membrane and the electrode body was made of polyester resin. The result of the study indicated that the sensor was suitable for determining the dissolved chlorine at optimum operating characteristics with an applied voltage of 0.9 Volt, using saturated solution of potassium chloride as an electrolyte. The steady state reduction current was achieved after 12 seconds. The standard calibration curve (concentration dissolved chlorine-reduction current) showed a linier relationship in the range of 2.9 – 30 ppm. The analytical performance characteristic of the probe indicated: least square fitting test $y = 0.4214x - 0.3714$, sensitivity 0.3714 ppm/ μA and detection limit 2.9 ppm.

Key words : electrode, electrometric, membrane, dissolved chlorine, steady state

PENDAHULUAN

Banyak industri yang berada di pinggiran sungai menggunakan klorin seperti industri tekstil dan kertas dimana fungsinya sebagai bahan pemutih dan sanitasi yang limbahnya dialirkan ke sungai sehingga dapat menimbulkan pencemaran pada lingkungan. Kerugian yang dapat ditimbulkan oleh klorin antara lain jika klorin bereaksi dengan amina yang ada akan menghasilkan komponen-komponen klor-organik penyebab kanker seperti mono kloro amin (*Chlorine Institute*, 2001).

Klorin mempunyai sifat yang khas yaitu baunya tajam menyengat. Gas ini merupakan racun yang berbahaya. Klorin yang berada di udara bebas dan terlarut dalam air dapat terserap melalui pernapasan dan pencernaan kemudian terbawa ke jaringan tubuh sehingga dapat menyebabkan mati lemas. Konsentrasi klorin minimum pada industri air minum 1-2 ppm, 15,1 ppm menyebabkan gangguan tenggorokan, 30,3 ppm menyebabkan batuk, dan pada batas 1000 ppm mengakibatkan kematian (*Journal Chlorine*, 2002).

Sampai saat ini analisis klorin sulit dilakukan terutama di lapangan sehingga diperlukan suatu prosedur analisis yang mudah dan sederhana untuk analisis klorin terlarut agar dapat ditentukan dengan cepat.

Dengan metode instrumen yang ada terdapat kesulitan dalam penentuan kadar klorin terlarut disebabkan secara alami kadar klorin terlarut selalu berubah akibat perubahan suhu, tekanan dan terdisosiasi. Penentuan kadar klorin terlarut biasa dilakukan dengan metode titrasi iodometri pada SNI.06-2506-1991 dan secara spektrofotometri. Secara ideal penentuan kadar klorin terlarut

dilakukan secara in situ atau pengukuran langsung di lokasi. Untuk pengukuran kadar klorin terlarut secara in situ diperlukan alat ukur portabel yang lebih sederhana, murah tetapi selektif dan akurat, misalnya dengan menggunakan elektroda elektrokimia (Langdon, 1984).

Beberapa keuntungan elektroda yaitu (Wang, 1994):

1. Penggunaan alat sangat praktis, sederhana dan mudah dibawa sehingga cocok untuk keperluan analisis secara in situ.
2. Pengukuran dapat dilakukan secara langsung tanpa preparasi sampel.
3. Mempunyai waktu respon yang cepat sehingga pengukuran hanya memerlukan waktu singkat dalam orde detik.
4. Mempunyai rentang pengukuran yang lebar.

Bahan yang digunakan untuk elektroda kerja Didasarkan model rancangan elektroda Clark maka dalam penelitian ini dibuat elektroda elektrokimia bermembran polietilen yang merupakan termoplastik sintetik transparan yang tahan terhadap oksidasi dari bahan kimia yang bersifat asam, alkali, basa dan resistensi terhadap arus listrik (James, 2002).

Dengan demikian timbul rumusan masalah apakah elektroda elektrokimia dapat digunakan untuk mengukur kadar klorin terlarut yang ada dalam larutan selain metoda titrasi sehingga pengukuran dapat dilakukan secara in situ dengan pengujian karakteristik kinerja yang meliputi *linearity* pengukuran standar, rentang pengukuran (*measurement range*), batas deteksi dan sensitivitas pengukuran, serta apakah ada perbedaan yang signifikan terhadap pengukuran dengan metode iodometri. (Skog, 1997).

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu (1) dapat membuat suatu elektroda bermembran polietilen; (2)

mendapatkan kondisi optimum dari karakteristik elektroda elektrokimia seperti penentuan potensial kerja dan rentang pengukuran ; (3) dapat menentukan kadar klorin terlarut dan menjajagi analisis kadar klorin terlarut secara in situ. Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah (1) dapat mengurangi faktor kesulitan dalam penanganan sampel dan kesalahan akibat perubahan pada saat pengambilan sampel di lapangan menuju laboratorium untuk dianalisis; (2) bagi industri dapat mengetahui kadar limbah klorin yang dihasilkan secara cepat.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah multimeter digital (rentang $-2,5$ V hingga $2,5$ V), flowmeter untuk pengatur tekanan gas, pompa udara, kawat perak 90 % (1 mm), kawat tembaga 75 % (1 mm), plat platina (tebal $0,2$ mm), neraca analitik, *stop watch*, pH meter (methrom), dan peralatan gelas yang lazim digunakan di laboratorium kimia.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah natrium hipoklorit, polietilen (tebal 32 m), kalium klorida, amilum, kalium dikromat, resin poliester, etil-metil keton ester peroksida, natrium tiosulfat, kalium iodida dan gas nitrogen.

Rancangan elektroda yang dibuat

Pembuatan alat elektroda elektrokimia bermembran polietilen dengan menggunakan platina sebagai bahan elektroda kerja, kawat perak/perak klorida sebagai bahan elektroda pembanding, campuran resin poliester dengan etil-metil keton ester peroksida sebagai bahan badan elektroda seperti terlihat pada Gambar 1.

Tabel 1. Parameter yang diuji dalam penelitian

Parameter	Variasi
Potensial kerja	$0,8$ - $1,0$ volt
Konsentrasi Elektrolit	$0,5$ M; 1 M; jenuh
Waktu respon	0 – 30 detik, interval 2 dtk
Luas Platina	1×1 mm dan 1×2 mm

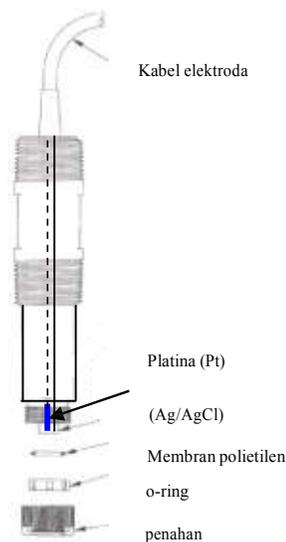
Setelah membuat elektroda, selanjutnya dilakukan prosedur pengujian untuk pengukuran kadar klorin terlarut sebagai berikut:

Pembuatan larutan klorin dan larutan pendukung
Penentuan potensial kerja pada potensial khusus klorin

Penentuan dilakukan dengan mengukur larutan standar klorin 5 ppm dengan voltase antara $0,8$ V sampai dengan $1,0$ V. Dari data ini akan didapatkan nilai arus per satuan detik. Data ini akan menunjukkan nilai arus yang stabil seiring dengan berjalannya waktu (detik).

arus oksidasi-reduksi klorin

Penentuan ini didapatkan dari data profil *steady state* artinya arus di detik tertentu yang didapatkan pada voltase tertentu berada dalam keadaan stabil (perbedaan arus yang didapat tidak terlalu besar). Arus yang diperoleh diplotkan ke dalam grafik hubungan antara arus dan voltase. Dari grafik ini didapatkan data voltase yang sesuai untuk pengukuran klorin secara elektrokimia.



Gambar 1. Bentuk rancangan elektroda yang dibuat

Ada beberapa parameter pada penelitian yang dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum pengukuran.

Penentuan

Penentuan kurva kalibrasi klorin

Penentuan ini dilakukan dengan mengukur berbagai variasi konsentrasi klorin untuk mendapatkan nilai arus. Dari arus yang didapat diplotkan ke dalam grafik hubungan antara arus dan konsentrasi. Pada permulaan dilakukan variasi konsentrasi dengan perbedaan 5 ppm antara 0 – 30 ppm untuk selanjutnya dilakukan pengukuran variasi konsentrasi yang lebih rapat (perbedaan 2 ppm). Pengukuran untuk setiap konsentrasi dilakukan masing masing 3 (tiga) kali. Dari hasil penentuan di atas dapat diketahui batas pengukuran klorin secara elektrokimia.

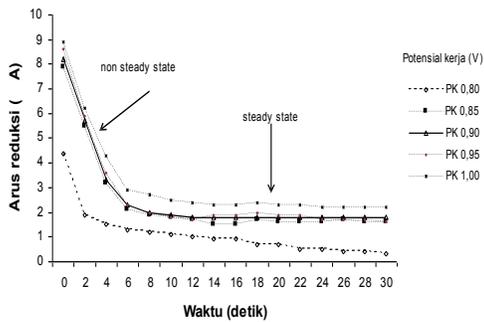
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Kondisi Optimum

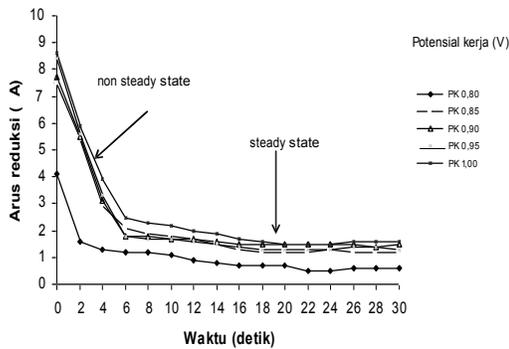
Penentuan profil *steady* dan *nonsteady state* dilakukan untuk mengetahui harga arus konstan pada saat pengukuran yang nantinya akan digunakan sebagai daerah pengukuran. Penentuan profil ini dilakukan dengan cara mengukur salah satu larutan standar klorin (20 ppm) pada pemberian potensial

kerja yang bervariasi, yaitu: 0,80, 0,85, 0,90; 0,95 dan 1,0 V, dengan menggunakan variasi konsentrasi elektrolit 0,1 M; 0,5 M dan jenuh. Pengukuran arus pada setiap satu harga potensial kerja dilakukan dengan tiga kali pengulangan dan pencatatan arus dilakukan setiap selang waktu 2 detik yang dimulai dari waktu 0 detik hingga menunjukkan harga arus yang stabil (*steady state*).

Berdasarkan kurva profil pengukuran menunjukkan pada potensial kerja 0,80-0,10 V menghasilkan daerah *steady* dan *nonsteady state*. Berdasarkan kurva pada Gambar 4 dan 5 dapat diketahui bahwa kondisi *nonsteady state* berada pada detik 0-11 detik, pada kondisi ini degradasi klorin terjadi sangat cepat yang terlihat dari perubahan arus reduksi yang terjadi pada 0 - 11 detik dengan arus 9 μ A hingga 2 μ A. Hal ini dapat dijelaskan bahwa pada keadaan awal (sebelum pemberian potensial kerja) hanya terjadi kesetimbangan klorin pada daerah antarmuka elektroda-larutan elektrolit.



Gambar 2. Kurva profil *steady* dan *nonsteady state* pada arus terhadap waktu dengan potensial kerja berbeda (0,80-0,10V), ketebalan membran 32 m dengan luas elektroda kerja 1x1mm



Gambar 3. Kurva profil *steady* dan *nonsteady state* pada arus terhadap waktu dengan potensial kerja berbeda (0,80-1,00 V), untuk konsentrasi elektrolit jenuh, ketebalan membran 32 m dengan luas elektroda kerja 1x2 mm

Pada saat detik pertama pemberian potensial kerja pada elektroda terjadi arus *double layer* yaitu arus yang terbentuk apabila suatu elektroda tercelup dalam larutan elektrolit, sehingga akan membentuk suatu daerah antarmuka elektroda-larutan elektrolit

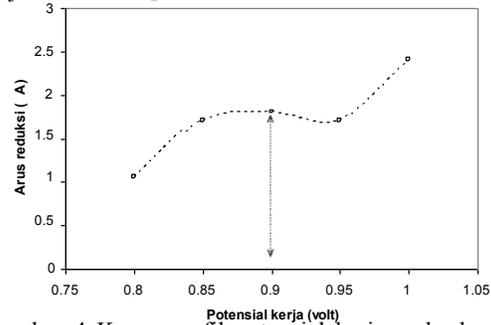
dan mempunyai sifat fisik yang berbeda dengan sifat fisik elektroda maupun sifat fisik larutan elektrolitnya.

Setelah mengalami arus *double layer* akan terjadi penurunan arus yang stabil, pada kurva berada antara waktu 12-30 detik dan selanjutnya kurva akan turun seiring dengan pertambahan waktu sehingga arus yang dihasilkan akan turun menuju nol.

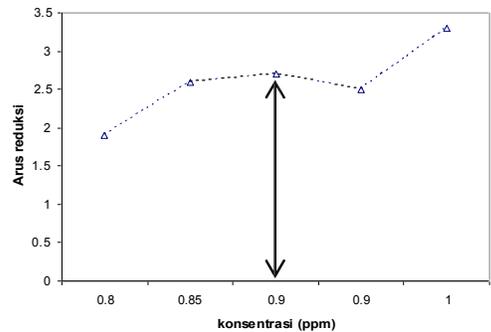
Dari Gambar 2 dan 3 terlihat bahwa titik mulai terjadi kondisi *steady state* yaitu pada waktu detik ke-12 sehingga waktu ini digunakan sebagai waktu pengamatan untuk pengukuran.

Selanjutnya pada waktu pengamatan pada detik ke-30 ditentukan kondisi potensial kerja optimum yang digunakan dengan cara membuat kurva antara arus reduksi yang diperoleh terhadap potensial kerja seperti terlihat pada Gambar 4 dan 5 untuk luas elektroda kerja yang berbeda.

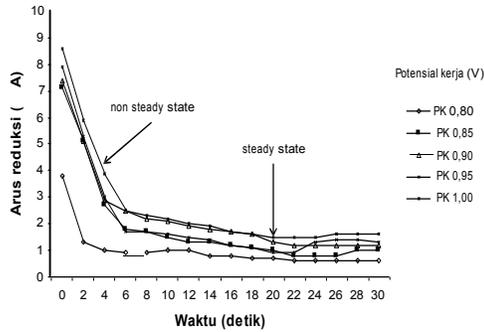
Dari Gambar 4 dan 5 terlihat bahwa potensial kerja mulai dari 0,8 V dan mencapai maksimum pada 0,9 V dan selanjutnya akan menurun kembali setelah potensial 0,9 V. Diperkirakan reduksi klorin berlangsung secara optimum sehingga potensial kerja 0,9 V digunakan sebagai potensial kerja pengukuran, hal ini sesuai dengan literatur yang ada bahwa reduksi klorin terjadi antara rentang 0,8 V sampai 0,9 V. Pada potensial kerja 1 V arus reduksi yang dihasilkan meningkat lagi, hal ini diperkirakan telah terjadi reduksi H₂O.



Gambar 4 Kurva profil potensial kerja pada daerah *steady state* terhadap arus untuk konsentrasi elektrolit jenuh dengan luas elektroda kerja 1x1 mm



Gambar 5 Kurva profil potensial kerja pada daerah *steady state* pada arus terhadap waktu dengan potensial kerja berbeda (0,80-1,00 V) untuk konsentrasi elektrolit jenuh dengan luas elektroda kerja 1x2 mm



Gambar 6. Kurva *steady* dan *nonsteady state* pada arus terhadap waktu dengan potensial kerja berbeda (0,80 – 1,0 V) untuk elektroda dengan ketebalan membran 64 µm, luas elektroda kerja 1x2 mm

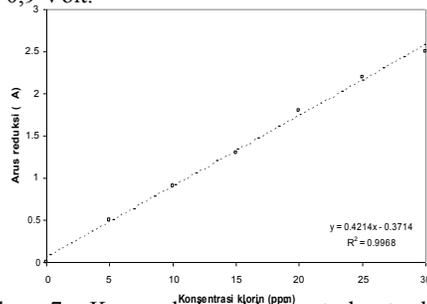
Pada variasi luas elektroda kerja dan ketebalan membran 64 m (Gambar 8) terlihat bahwa arus yang terukur lebih rendah bila dibandingkan dengan ketebalan membran 32 m. Hal ini dapat disebabkan terhambatnya laju difusi klorin menuju elektroda akibat tebalnya membran walaupun luas elektroda yang digunakan lebih besar yaitu 1x2 mm.

Untuk selanjutnya dipilih membran dengan ketebalan 32 m, larutan elektrolit jenuh, luas elektroda kerja 1x1 mm dan waktu pengukuran pada 12 detik.

Penentuan Kurva Baku

Kurva baku klorin terlarut dibuat untuk menentukan karakteristik kinerja elektroda dan penentuan kadar klorin terlarut dalam sampel sebagai penerapan pengukuran dengan mengukur arus yang dihasilkan dari sederetan larutan baku klorin terlarut pada pemberian potensial kerja 0,9 Volt, luas elektroda 1x1 mm, ketebalan membran 32 m dengan menggunakan elektroda elektrometri bermembran polietilen.

Pengukuran arus pada setiap satu jenis larutan baku klorin dengan kadar tertentu dan dilakukan dengan tiga kali pengulangan dan pencatatan arus dilakukan selang 2 detik sehingga menunjukkan arus yang stabil (*steady state*). Kurva baku digunakan pada titik pengukuran ke -12 detik dengan potensial kerja 0,9 Volt.



Gambar 7. Kurva baku klorin terlarut dengan potensial kerja 0,9 V untuk konsentrasi elektrolit jenuh dengan luas elektroda kerja 1x1mm dan tebal membran 32 m

Persamaan garis yang diperoleh dari kurva baku untuk luas elektroda kerja 1x1 mm adalah $i_p = 0,4214x - 0,3714$ dengan koefisien korelasi (r) 0,9968 seperti terlihat pada Gambar 7.

Penentuan Karakteristik Kinerja Elektroda

Kecermatan

Kecermatan prosedur penentuan kadar klorin terlarut menggunakan elektroda dengan luas platina 1x1 mm bermembran polietilen ditentukan dengan menggunakan simpangan baku dan harga rata-rata kadar klorin terlarut hasil pengukuran larutan baku yang dilakukan (Massart, 1980). Hasil perhitungan kecermatan prosedur penentuan kadar klorin terlarut menggunakan elektroda dengan luas platina 1x1 mm diperoleh 10 %.

Sensitivitas

Sensitivitas adalah kemampuan dari suatu alat untuk membedakan perbedaan terkecil dari kadar analit. Sensitivitas merupakan koefisien arah atau kemiringan dari kurva hubungan antara respon (y) dengan analit (x). (Hibbert, 1993). Dari persamaan kurva baku maka sensitivitas pengukuran adalah 0,3714 ppm/ A. Bilangan ini menunjukkan bahwa 1 ppm kadar klorin dapat memberikan respon (arus reduksi) sebesar 0,3714 A.

Batas Deteksi (Batas Terendah)

Batas deteksi adalah kadar analit yang memberikan respon sebesar respon blanko (Y_{blk}) ditambah tiga simpangan blanko ($3S_{blk}$) dengan persamaan respon batas deteksi : $Y_{db} = Y_{blk} + 3S_{blk}$, nilainya dapat dihitung dari persamaan regresi kurva baku. Y_{blk} adalah respon blanko dengan mengasumsikan $Y_{blk} = a$, sedangkan $S_{blk} = S_{y/x}$. Hasil perhitungan ini mendapatkan harga batas deteksi terendah prosedur penentuan kadar klorin terlarut menggunakan elektroda dengan luas platina 1x1 mm bermembran polietilen adalah 2,9 ppm.

KESIMPULAN

Hasil perakitan alat elektrokimia dengan menggunakan elektroda menghasilkan arus reduksi yang stabil dengan potensial kerja optimum 0,90 Volt, ketebalan membran 32 m, luas elektroda kerja 1x1 mm dan menggunakan elektrolit kalium klorida jenuh. Pengukuran dengan menggunakan elektroda ini dapat dilakukan pada pengukuran arus daerah yang stabil, untuk konsentrasi elektrolit kalium klorida jenuh dapat dilakukan pada detik ke-12.

Arus reduksi yang dihasilkan memberikan hubungan linier terhadap kadar klorin terlarut dengan rentang kadar klorin terlarut antara 2,9-30 ppm.

Uji *least square fitting* pada pengukuran sampel secara elektrometri diperoleh harga $y = 0,4214x -$

0,3714 dengan batas deteksi adalah 2,9 ppm, kecermatan 10 % dan sensitivitas 0,3714 ppm/ A.

DAFTAR PUSTAKA

- Chlorine Institute. 2001. *Journal Chlorine: Effects on health and the environment*. (<http://www.clo2/factsheet/factindex.html>)
- Hibbert, D.B. 1993. *Introduction to Electrochemistry*. The Press LTD. London.
- James, W. 2002. *Types of plastic resins*. Agricultural and biological engineering. Pennstate College. Pennsylvania. US.
- Journal Chlorine. 2002. Issues and regulation. (<http://www.clo2.com/wtugrade.html>)
- Langdon, C. 1984. *Dissolved oxygen monitoring system using a pulsed electrode design, performance and evaluation*. Pergamon Perss Ltd.
- Massart, D.L., 1980. *Evaluation and optimization of laboratory methods and analytical procedures*. Elsevier Scientific Publishing Company. New York.
- Skoog. 1997. *Fundamental of analytical chemistry*. 7th ed. International edition. Saunders College Publishing. Orlando, Florida.
- Wang, J. 1994. *Analytical eletrochemistry*. VCH Publisher, Inc. United States of America

