

PENENTUAN KONSENTRASI SULFAT SECARA POTENSIOMETRI

Noor Yudhi

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir - BATAN

ABSTRAK

PENENTUAN KONSENTRASI SULFAT SECARA POTENSIOMETRI. Telah dilakukan penelitian penentuan konsentrasi sulfat dengan metoda *back titration* menggunakan alat potensiometer. Tujuan dari percobaan ini adalah menentukan jangkauannya analisis, batas deteksi terendah dan kesalahan analisis. Metoda *back titration* dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi sulfat (orde ppm) didalam larutan (fase air). Contoh larutan diendapkan sebagai Barium sulfat dengan cara menambahkan Barium klorida berlebihan, kelebihan Barium dititrasi dengan larutan NaEDTA menggunakan elektroda ion selektif Kalsium. Perbedaan antara Barium klorida yang ditambahkan dengan kelebihan Barium yang dititrasi merupakan Barium sulfat yang diendapkan. Dalam percobaan digunakan sulfat standar 1000 ppm, larutan $BaCl_2$ 0,01 M, larutan Ca 1000 ppm dan larutan titer EDTA 0,01 M. Parameter percobaannya yaitu variasi konsentrasi sulfat dari 2, 5, 10 dan 20 ppm, dari hasil percobaan diperoleh bahwa untuk penentuan sulfat jangkauan analisis berkisar dari 5 s/d 20 ppm, kesalahan analisis berkisar antara 1,70 dan 2,40% dengan batas deteksi terendah sebesar 2 ppm. Hasil analisis penentuan sulfat di dalam $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dan Na_2SO_4 sebesar 34,00 dan 67,72%.

Kata kunci : analisis, potensiometri, sulfat (ppm).

PENDAHULUAN

Dalam usaha meningkatkan kualitas pelayanan analisis kimia di Laboratorium Uji Bahan Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, maka pelayanan analisis uji bahan perlu ditingkatkan diantaranya analisis Sulfat. Analisis ini perlu dilakukan untuk menentukan Sulfat di dalam batuan untuk keperluan industri dan untuk menentukan Sulfat di dalam air minum, seperti yang dipersyaratkan oleh *World Health Organization (WHO)* maksimum yang diperbolehkan sebesar 200 ppm.

Sulfur terkandung di dalam mineral sebagai *pyrite*, gypsum dan batubara. Kandungan Sulfur di dalam batubara dapat mencapai 4%, Sulfur dapat berbentuk *pyrite* sebagai S_2 dan sulfat sebagai SO_4 . Sulfat di dalam senyawa organik terdapat sebagai *thiophenols* dan *thiophenes*. Batubara dengan kandungan Sulfur tinggi ketika dibakar akan terbentuk Sulfur dioksida yang dapat menyebabkan polusi di dalam udara. Ada beberapa metoda analisis Sulfat :

1. Metoda gravimetri, sangat tergantung pada konsentrasi Sulfat yang ada dalam larutan, untuk konsentrasi yang kecil akan terbentuk endapan koloid (sangat halus) sehingga endapan yang terbentuk susah dipisahkan (sulit penyaringannya) selain hal di atas waktu pengerjaan dengan gravimetri cukup lama.
2. Metoda titrimetri, perlakuannya (preparasi dan analisisnya) dilakukan secara

konvensional butuh waktu yang lama dan dibutuhkan indikator untuk penentuan *end point* nya.

3. Metoda potensiometri, waktu lebih cepat dibandingkan dengan kedua metoda di atas dan tanpa indikator, caranya sama dengan titrimetri bedanya penentuan titik akhirnya (*end point*) menggunakan elektroda ion selektif Kalsium^[1].

Percobaan ini bertujuan melakukan analisis penentuan Sulfat di dalam standar Sulfat, dari standarisasi diperoleh kurva standar, presisi akurasi dan kesalahan analisis pada setiap titik-titik konsentrasi pengukuran larutan standar. Berdasarkan pengukuran larutan standar di atas dapat ditentukan pula jangkauan analisis dan batas minimal konsentrasi sulfat yang dapat dianalisis di dalam larutan sampel.

Metoda yang digunakan dalam analisis sulfat adalah prosedur *Metrohm, Application Bulletin* No 140/e3 yaitu titrasi potensiometri. Di dalam percobaan ini digunakan satu set alat *titroprocessor Metrohm* yang dilengkapi dengan elektroda utama, ion selektif Kalsium 6.0504.100 dan elektroda pembanding Ag/AgCl 6.0733.100^[2].

METODOLOGI

Metoda yang digunakan dalam percobaan ini mengacu pada *Application Bulletin Metrohm* No 140/e3, ialah analisis dengan pereaksi pengomplek EDTA dan dikerjakan dengan cara *back titration* untuk menentukan *end point* nya digunakan elektroda ion Ca 6.0504.100.

Bahan

Di dalam percobaan menggunakan Na₂SO₄ standar, Ca(NO₃)₂ standar, BaCl₂, Asam klorida, NaEDTA, Larutan *buffer* pH 10, Ferro sulfat, dan NH₄OH, NH₄Cl

Alat

Pada percobaan digunakan alat potensiometer yang terdiri dari *titroprocessor metrohm 672*, *buret dosimat metrohm 655* dan pengaduk magnet *metrohm 649*, peralatan gelas, timbangan analitik *sartorius*, pipet *ependorf*.

Cara kerja

Dibuat larutan titer, Na EDTA 0,01 M (3,7226 g Na EDTA dilarutkan dalam 1 L larutan NaOH 0,5 M), larutan BaCl₂ 0,01 M, larutan Ca 1000 ppm, larutan SO₄ 1000 ppm dan larutan buffer pH 10 (9 g NH₄Cl dan 60 mL NH₄OH 25% dilarutkan dalam 1 L air.

Parameter percobaannya yaitu variasi konsentrasi larutan ion Sulfat, tiap-tiap parameter dilakukan pengulangan 7 kali. Percobaan dilakukan dengan membuat larutan ion Sulfat dengan konsentrasi 2, 5, 10 dan 20 ppm dari larutan ion Sulfat 1000 ppm, dengan cara dipipet sebanyak 100, 250, 500 dan 1000 mikro L, dilarutkan dalam

50 mL air suling. Pada masing masing parameter ditambahkan 0,5 ml larutan Ca, 1000 ppm, 5 mL larutan *buffer* pH 10, 2 mL larutan BaCl₂ 0,01 M dan dititrasi dengan larutan titer Na EDTA 0,01 M. Titrasi dilakukan dengan alat *titroprocessor*.

Untuk analisis sampel cair diambil 1 mL dimasukkan ke dalam beker 100 mL asamkan dengan asam klorida sampai pH<4, sedangkan untuk padat timbang 0,1 g sampel larutkan dengan 2 mL asam klorida 5 M encerkan sampai volume 25 mL. Pipet 0,5 mL masukkan dalam beker 100 mL. Ke dalam kedua beker tambahkan 2 mL BaCl₂ 0,01 M, 0.5 mL larutan Ca 1000 ppm dan 5 mL larutan *buffer* pH 10 dan dititrasi dengan larutan Na EDTA 0,01 M.

Penentuan sulfat dihitung dengan persamaan (1)^[2]:

$$\text{Kadar kalsium} = \text{EP1} \times \text{CO1} \times \text{CO2} \times \text{CO3} / \text{COO} \text{ (ppm)} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{RS} = \text{EP2} - \text{EP1} \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{Kadar sulfat} = (\text{C30} - \text{RS}) \times \text{CO1} \times \text{CO2} \times \text{CO4} / \text{COO} \text{ (ppm)} \dots\dots\dots (3)$$

dengan :

EP1 = end-point pertama, volume larutan Na EDTA yang bereaksi dengan kalsium, mL

RS = (EP2-EP1), mL, volume larutan Na EDTA yang bereaksi dengan kelebihan barium (yang tidak bereaksi dengan sulfat)

CO1 = 0,01 M, molaritas Na EDTA

CO2 = 1000, konversi ke ppm

CO3 = 40, berat atom Kalsium

CO4 = 96, berat molekul Sulfat

COO = contoh sampel

C30 = mL Na EDTA blangko (mL Barium sulfat yang ditambahkan)

Pengamatan diasumsikan pada tingkat kepercayaan 95%, dengan rumus perhitungan sebagai berikut :

Hasil pengukuran analit sama dengan pengukuran rerata analit ± 2 standar deviasi, kesalahan analisis sama dengan 2 standar deviasi dibagi pengukuran rerata analit dikalikan 100%, sedangkan presisi hasil standar deviasi dibagi pengukuran rerata dikalikan 100% dan akurasi merupakan pengukuran rerata analit dibagi konsentrasi analit dalam standar dikalikan 100%^[4]. Dari hasil analisis ini dapat ditentukan limit deteksi dan daerah kerja.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil percobaan penentuan konsentrasi standar Sulfat dapat dilihat pada Tabel-1, Tabel-2, Tabel-3, Gambar-1 dan Gambar-2. Hasil analisis Sulfat di dalam Na_2SO_4 dan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat pada Tabel-3. Pada Tabel-2 merupakan rangkuman data yang diperoleh dari Tabel-1, Tabel-2 berisi standar sulfat yang dianalisis, sulfat hasil analisis, presisi, akurasi dan kesalahan analisis. Dari Tabel-2 dapat dibuat kurva linieritas, hubungan antara konsentrasi standar dengan konsentrasi hasil analisis dan kurva hubungan antara konsentrasi standar dengan kesalahan analisis.

Tabel-1. Data hasil penentuan ion Sulfat pada berbagai konsentrasi 20, 10, 5 dan 2 ppm

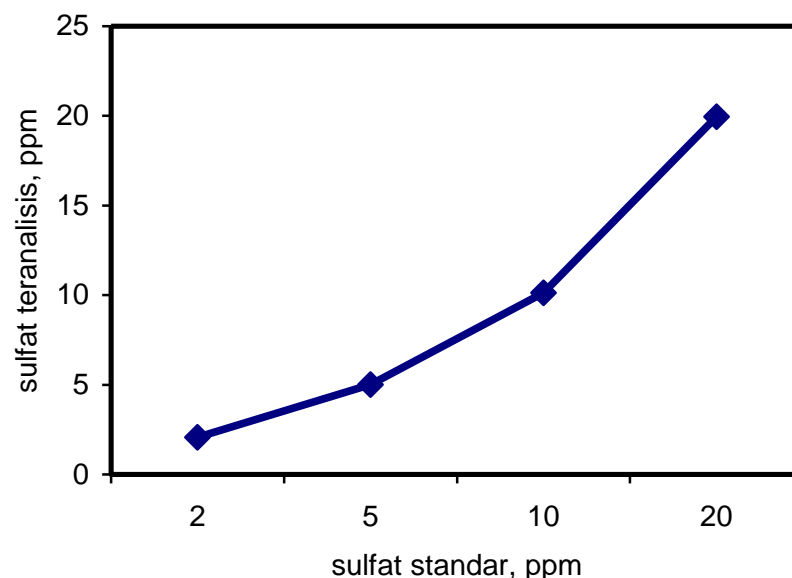
No	Kons.Sulfat, 20 ppm	Kons.Sulfat, 10 ppm	Kons.Sulfat, 5 ppm	Kons.Sulfat, 2 ppm
1	20,08	10,24	4,98	2,00
2	20,18	10,27	4,91	1,94
3	19,94	10,10	5,04	2,09
4	19,95	10,00	5,06	2,19
5	20,02	10,09	5,00	2,19
6	19,99	10,19	5,09	2,04
7	19,51	10,04	5,00	1,95
	rerata=19,95	rerata=10,13	rerata=5,01	rerata=2,06
	SD=0,17	SD=0,09	SD=0,06	SD=0,10
	presisi=0,85%	presisi=0,88%	presisi=1,19%	presisi=5,13%
	akurasi=99,75%	akurasi=101,3%	akurasi=100,2%	akurasi=103%
	error=1,70%	error=1,78%	error=2,40%	error=9,71%

Tabel-2. Data hasil penentuan ion Sulfat (rangkuman dari Tabel-1).

No.	Sulfat standar, ppm	Sulfat hsl.analisis,ppm	Presisi, %	Akurasi, %	Kesalahan analisis, %
1	20	19,95	0.85	99,75	1.70
2	10	10,13	0.88	101,30	1,78
3	5	5,01	1,19	100,20	2,40
4	2	2,06	5,13	103,00	9,71

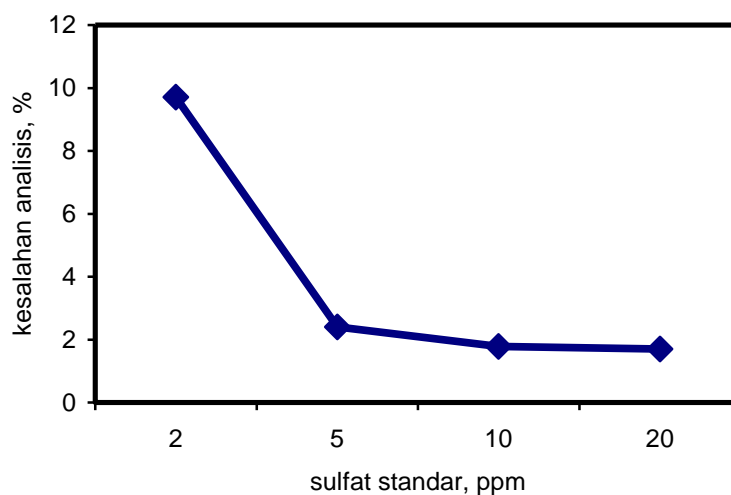
Tabel-2 merupakan data hasil penentuan standar Sulfat dari konsentrasi 2, 5, 10 dan 20 ppm, dari tabel tersebut terbaca ion Sulfat hasil analisis, presisi, akurasi dan kesalahan analisis. Dari hasil percobaan diperoleh presisi berkisar dari 0,88 s/d 5,13%, akurasi berkisar dari 99,85 s/d 103% dan kesalahan analisis berkisar 1,78 s/d 9,71%. Pengamatan diasumsikan pada tingkat kepercayaan 95%, dengan kesalahan analisis maksimum 5%. Dari hasil kesalahan analisis yang diperoleh, tidak semua titik-titik pengamatan dalam setiap parameter konsentrasi memenuhi persyaratan yang ditetapkan yaitu kesalahan analisisnya harus lebih kecil dari 5%. Hal ini dapat dikatakan bahwa jangkauan analisis ion Sulfat berkisar 5 s/d 20 ppm. Batas terendah untuk penentuan ion Sulfat adalah 2 ppm. Dari Tabel-2 terbaca, makin kecil konsentrasi ion Sulfat yang dianalisis kesalahan yang diperoleh semakin besar. Hal ini menandakan bahwa semakin kecil konsentrasi ion Sulfat yang dianalisis semakin besar penyimpangannya, ini ditandai dengan semakin besarnya standar deviasi yang diperoleh, berarti bahwa ketelitian analisis makin berkurang. Dari Tabel-2 dapat dibuat kurva standar pada Gambar-1 dan kurva pengaruh konsentrasi terhadap kesalahan analisis pada Gambar-2.

Dari Gambar-1 menunjukkan bentuk kurva standar ion Sulfat, terlihat bentuk kurva kurang linier hal ini nampak dari kurva yang melengkung, dengan tidak munculnya persamaan garis lurus maka linieritasnya tidak bisa diperhitungkan.



Gambar-1 : Kurva standar ion Sulfat

Gambar-2 merupakan kurva hubungan antara konsentrasi standar ion Sulfat dengan kesalahan analisis ($\text{kesalahan analisis} = \frac{2SD}{\text{konsentrasi rerata}} \times 100\%$), dari gambar ini terlihat makin kecil konsentrasi ion Sulfat yang dianalisis kesalahan makin besar.



Gambar-2 : Kurva pengaruh konsentrasi terhadap kesalahan analisis

Hal ini disebabkan makin kecil konsentrasi ion Sulfat kepekaan elektroda makin berkurang disamping itu standar deviasi setiap titik-titik pengamatan relatif tetap, sedangkan konsentrasi ion sulfat yang dianalisis makin kecil. Akibatnya kesalahan analisis, presisi dan akurasi akan semakin besar sedangkan ketelitian akan makin berkurang. Daerah mendatar terlihat pada konsentrasi ion Sulfat 5 s/d 20 ppm, daerah inilah merupakan jangkauan analisis dengan ketelitian dan kesalahan analisis relatif kecil.

Tabel-3. Hasil analisis sulfat di dalam $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ dan Na_2SO_4

No.	Berat sampel, g	Sulfat teranalisis	Faktor Koreksi	Rerata, mg	Hasil, %
	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	SO_4 rerata, mg			
1	0,1(34,53 mg SO_4)				
2	idem	44,152	0,77	34,00	34,00
3	idem				
	Na_2SO_4				
1	0,1(67,61 mg SO_4)				
2	Idem	77,84	0,87	67,72	67,72
3	idem				

Hasil analisis Sulfat di dalam $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan Na_2SO_4 dapat dilihat pada Tabel-3, secara teoritis kandungan Sulfat di dalam $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan Na_2SO_4 adalah 34,5 dan 67,6% dari hasil analisis nya adalah 34,00 dan 67,72 %. Untuk analisis Sulfat di dalam limbah cair dan air laut belum bisa dilakukan karena terkendala adanya unsur Ca, Cl dan Mg yang mempengaruhi Sulfat sehingga kesalahan analisisnya cukup besar^[2].

KESIMPULAN

Dari percobaan penentuan ion Sulfat pada konsentrasi 2 s/d 20 ppm diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

Untuk penentuan Sulfat, konsentrasi terendah yang dapat dianalisis sebesar 2 ppm, dan jangkauan analisis yang memberikan hasil cukup baik berkisar antara 5 dan 20 ppm dengan kesalahan analisis berkisar antara 1,70 dan 2,40%. Dari hasil analisis Sulfat di dalam $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan Na_2SO_4 diperoleh hasil 34,00 dan 67,72%.

DAFTAR PUSTAKA

1. VOGEL.A.I, A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis, p 267, London, 1951.
2. Metrohm, Application Bulletin No. 140/3e.
3. ASTM STANDARD, Designation C799-83, Standard Methods for Chemical, Mass Spectrometric, Spectrochemical, Nuclear and Radiochemical Analysis of Nuclear-Grade Uranyl nitrate solution American Standard Institute, p292-294, 1983.
4. KANTASUBRATA J, Validasi Metoda, Pusat Penelitian Kimia-LIPI.