

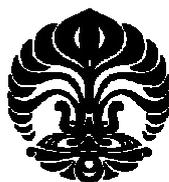
UNIVERSITAS INDONESIA

**DETEKSI ION LOGAM BERAT SECARA SIMULTAN PADA
ELEKTRODA *BORON-DOPED DIAMOND* DENGAN
METODE *ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY***

TESIS

**SRI WIDAYAH
0806421943**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA S2
DEPOK
DESEMBER 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**DETEKSI ION LOGAM BERAT SECARA SIMULTAN PADA
ELEKTRODA *BORON-DOPED DIAMOND* DENGAN METODE
*ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY***

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister sains

**SRI WIDAYAH
0806421943**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA**

Universitas Indonesia

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Sri Widayah

NPM : 0806421943

Tanda Tangan :

Tanggal :

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Sri Widayah
NPM : 0809421943
Program Studi : Kimia
Judul Tesis : Deteksi Ion Logam Berat Secara Simultan pada
Elektroda *Boron-Doped Diamond* dengan Metode
Anodic Stripping Voltammetry

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ivandini Tribidasari A (.....)
Penguji : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi (.....)
Penguji : Dr. Yuni Krisyuningsih K. (.....)
Penguji : Dr. Yoki Yulizar (.....)
Penguji : Dr. rer. nat. Agustino Zulys (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 29 Desember 2010

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, Rabb semesta alam, yang telah memberikan rahmat, kekuatan, dan hidayahNya kepada penulis sehingga penulis dapat merampungkan thesis ini dengan baik. Shalawat dan salam penulis haturkan kepada Nabi Muhahammad SAW beserta keluarganya yang member kabar gembira pada orang-orang yang sabar dan tawakal.

Tesis yang berjudul “Deteksi Ion Logam Berat Secara Simultan pada Elektroda *Boron Doped Diamond* dengan Metode *Anodic Stripping Voltammetry*” ini disusun dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Ucapan terimakasih yang tak terhingga penulis sampaikan kepada anak-anakku yang tercinta Shofia dan Farah serta suamiku atas segala doa-doanya serta pengertian yang kalian berikan selama ini.

Penulis pun ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Dr. Iwandini Tribidasari A. selaku pembimbing atas segala saran, masukan, kebaikan dan kesabarannya serta semangat yang luar biasa dalam membimbing penulis dalam melakukan penelitian maupun dalam proses penyelesaian tesis (mohon maaf karena selalu merepotkan ibu) semoga Allah selalu memberikan keberkahan pada Ibu dan keluarga
2. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku ketua Departemen Kimia.
3. Bapak Dr.Endang Saepudin selaku ketua Program Pasca Sarjana Kimia
- 3 Bapak dan Ibu Dosen yang telah dengan sabar memberikan wawasan dan ilmu pengetahuan kepada penulis
4. Bapak Drs.H. Sukandi selaku Kepala SMA 105 atas dukungan dan doanya.
5. Bapak Hedi (terima kasih atas ruangnya), Mbak Ina,dan Mbak Cucu yang telah membantu dalam peminjaman alat dan penyediaan bahan.
6. Bapak Marji,Bapak Hadi, Bapak Amin, Bapak Kiri, Bapak Trisno serta seluruh karyawan dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI.

7. Seluruh guru dan karyawan SMA 105 atas dukungan dan doanya.terutama bu Islah (maaf kalau selalu merepotkan dan terima kasih atas bantuan dan pengertiannya selama ini)
8. Bapak dan ibu, kakak dan adik-adik atas segala dukungan dan doan-doanya.
9. Teman-teman seperjuangan kelompok non hayati Yeni (terima kasih telah memberi banyak insipirasi), Rida, Yanti, Pak Amin, Pak Do, Pak Parno serta Wahyu juga Pak Netra (sesama pengguna potensiostat) atas persahabatan dan kebersamaan selama ini.
10. Semua teman dari Dikmenti terima kasih atas persahabatan dan kebersamaan selama ini semoga kita tetap dapat memberikan yang terbaik untuk anak didik kita.
11. Faizah dan Feni ,terimakasih atas segala bantuan yang tak terhingga dan kesabarannya membantu penulis selama ini (semoga Allah selalu memberikan keberkahan kepada kalian)
12. Mas Iman atas kesabarannya membimbing penulis dalam proses perkuliahan serta rekan-rekan angkatan 2008 terimakasih atas persahabatannya.
13. Pak Holid, Pak Irwan, Pak Antoni, Dante terimakasih karena telah berbagi potensiotat dan membagi ilmu kepada penulis.
14. Teman-teman penelitian lantai 3 dan lantai 4, yang saling menyemangati.
15. Anak-anakku di SMA 105 kalian adalah sumber inspirasi agar ibu dapat berbuat lebih baik untuk kalian.
16. Seluruh pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu yang telah banyak membantu penulis selama ini.

Akhir kata saya berharap semoga Allah SWT membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini. Semoga tesis ini memberikan manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2010

**LEMBAR PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sri Widayah
NPM : 0806421943
Program Studi : Non Hayati
Departemen : Kimia
Fakultas : MIPA
Jenis karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :
Deteksi Ion Logam Berat Secara Simultan pada Elektroda *Boron-Doped Diamond* dengan Metode *Anodic Stripping Voltammetry*.

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 29 Desember 2010
Yang menyatakan

(Sri Widayah)

ABSTRAK

Nama : Sri Widayah
Program Studi : Kimia
Judul : Deteksi Simultan Ion Logam Berat pada Elektroda *Boron-Doped Diamond* dengan Metode *Anodic Stripping Voltammetry*

Deteksi 5 ion logam berat secara simultan (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+}) dilakukan dengan menggunakan metode *anodic stripping voltammetry*. Elektroda *boron-doped diamond* digunakan sebagai elektroda kerja, platina sebagai elektroda pendukung, dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Elektrolit yang digunakan adalah 0,1 M HCl. Kondisi optimum diperoleh pada potensial deposisi -1,3V, waktu deposisi 45 detik, *scan rate* 0,25 V/s. Batas deteksi untuk logam Zn, Cd, Pb, Cu dan Hg masing-masing sebesar 7,42 ppm, 1,48 ppm, 1,48 ppm, 0,74 ppm, dan 0,42 ppm. Kedapatan ulangan yang baik ditunjukkan melalui pengukuran berulang (20 kali berturut-turut) dengan nilai RSD sebesar 3,77%, 3,72%, 2,72%, 2,66%, dan 2,59%. masing-masing untuk logam Zn, Cd, Pb, Cu, dan Hg.

Kata Kunci : *Anodic stripping voltammetry*, elektroda *boron-doped diamond*, Zn, Cd, Pb, Cu, Hg.
xiii + 59 halaman : 27 gambar
Daftar Pustaka : 33 (1998-2010)

ABSTRACT

Name : Sri Widayah
Program Study : Chemistry
Title : Simultaneous Detection of Heavy Metals at Boron-Doped
Diamond Electrode by Anodic Stripping Voltammetry Method.

Simultaneous of 5 heavy metal ions, including Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , and Hg^{2+} using anodic stripping voltammetry method was examined boron-doped diamond was utilized as working electrode, whereas platinum and Ag/AgCl were used as counter and reference electrodes respectively. A solution of 0.1 M HCl was used as the electrolyte. Optimum condition was obtained at the deposition potential of -1.3 V, deposition time of 45 seconds, and scan rate of 0.25 mV/s. Limits of detection of 7.42 ppm, 1.48 ppm, 1.48 ppm, 0.74 ppm and 0.42 ppm could be achieved for Zn, Cd, Pb, Cu, and Hg ions, respectively. Good reproducibility was shown with RSD values of 3.77%, 3.72%, 2.72%, 2.66%, and 2.59%, respectively for Zn, Cd, Pb, Cu, and Hg ions (n=20).

Keywords : Anodic stripping voltammetry, boron-doped diamond, zinc, cadmium, lead, copper, mercury.

xiii +59 page : 27 pictures

Bibliography : 33 (1998-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	iv
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
2. TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Elektrokimia	3
2.2 <i>Anodic Stripping Voltammetry</i>	4
2.3 <i>Boron-Doped Diamond</i>	8
2.4. Logam Berat	8
2.4.1 Merkuri	10
2.4.2 Timbal.....	11
2.4.3 Tembaga.....	11
2.4.4 Cadmium.....	12
2.4.4 Seng.....	12
3. METODE PENELITIAN	14
3.1 Peralatan dan Bahan	14
3.1.1 Peralatan	14
3.1.2 Bahan	14
3.2 Prosedur Kerja.....	14
3.2.1 Preparasi Elektroda BDD.....	14
3.2.2 Pembuatan Larutan.....	14
3.2.2.1 Pembuatan Larutan HCl 1 M.....	14
3.2.2.2 Pembuatan Larutan Baku Hg ²⁺ 1000 ppm.....	15
3.2.2.3 Pembuatan Larutan Hg ²⁺ berbagai Konsentrasi.....	15
3.2.2.4 Pembuatan Larutan Baku Cu ²⁺ 1000 ppm.....	15
3.2.2.5 Pembuatan Larutan Cu ²⁺ berbagai Konsentrasi.....	15
3.2.2.6 Pembuatan Larutan Baku Pb ²⁺ 1000 ppm.....	15
3.2.2.7 Pembuatan Larutan Pb ²⁺ berbagai Konsentrasi.....	15
3.2.2.8 Pembuatan Larutan Baku Cd ²⁺	15
3.2.2.9 Pembuatan Larutan Cd ²⁺ berbagai Konsentrasi.....	16
3.2.2.10 Pembuatan Larutan baku Zn ²⁺ 1000 ppm.....	16
3.2.2.11 Pembuatan Larutan Zn ²⁺ berbagai Konsentrasi.....	16

3.2.3	Optimasi Pengukuran.....	16
3.2.3.1	Penentuan Potensial Deposisi Optimum.....	16
3.2.3.2	Penentuan Waktu Deposisi Optimum.....	17
3.2.3.3	Penentuan <i>Scan Rate</i> Optimum.....	17
3.2.4	Penentuan Batas Deteksi.....	17
3.2.5	Penentuan Kalibrasi Linear.....	17
3.2.6	Penentuan Kedapat Ulangan.....	17
3.2.7	Aplikasi untuk Analisis Kandungan Logam dalam Air.....	18
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1	Kalibrasi Elektroda Boron-Doped Diamond	21
4.1.1	Pengukuran Respon Arus Larutan Blanko.....	21
4.1.2	Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Zn ²⁺	22
4.1.3	Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Cd ²⁺	24
4.1.4	Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Pb ²⁺	25
4.1.5	Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Cu ²⁺	27
4.1.6	Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Hg ²⁺	29
4.2	Optimasi Pengukuran untuk Logam Campuran.....	30
4.2.1	Penentuan Potensial Deposisi Optimum.....	30
4.2.2	Penentuan Waktu Deposisi Optimum	32
4.2.3	Penentuan <i>Scan Rate</i> Optimum.....	34
4.3	Kurva Kalibrasi Logam Campuran.....	36
4.4	Penentuan Batas Deteksi.....	38
4.5	Penentuan Kedapat Ulangan	41
4.6	Aplikasi untuk Analisis Kandungan Logam dalam Sampel Air.....	43
5.	KESIMPULAN DAN SARAN	46
	DAFTAR PUSTAKA.....	47
	LAMPIRAN.....	50

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	<i>Anodic stripping voltammetry</i> : hubungan potensial terhadap waktu (atas) Hasil voltamogram (bawah)	5
Gambar 2.2	Gambar proses <i>anodic stripping voltammetry</i>	5
Gambar 2.3	Proses pembuatan <i>boron-doped diamond</i>	8
Gambar 2.4	<i>Potensial window</i> beberapa elektroda.....	8
Gambar 3.1	susunan elektroda yang digunakan dalam percobaan.....	18
Gambar 4.1	<i>Anodic stripping</i> voltamogram larutan blanko 0,1 M HCl pada elektroda BDD, potensial deposisi -1,3 V, scan rate 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.....	21
Gambar 4.2	<i>Anodic stripping</i> voltamogram ion Zn^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi pada elektroda BDD, potensial deposisi -1,3 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.....	20
Gambar 4.3	Kurva kalibrasi logam Zn. Data diekstrak dari Gambar 4.2.....	23
Gambar 4.4	<i>Anodic stripping</i> voltamogram ion Cd^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi pada elektroda BDD, potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.....	23
Gambar 4.5	Kurva Kalibrasi Logam Cd^{2+} data diekstrak dari Gambar 4.4.....	24
Gambar 4.6	<i>Anodic stripping</i> voltamogram ion Pb^{2+} dalam HCl 0,1 M pada elektroda BDD, potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.....	25
Gambar 4.7	Kurva kalibrasi ion Pb^{2+} diekstrak dari Gambar 4.6	26
Gambar 4.8	<i>Anodic stripping</i> voltamogram ion Cu^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan Variasi konsentrasi pada elektroda BDD potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.....	27
Gambar 4.9	Kurva kalibrasi Cu diekstrak dari Gambar 4.8.....	28
Gambar 4.10	<i>Anodic stripping</i> voltamogram ion Hg^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi pada elektroda BDD, potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.....	28
Gambar 4.11	Kurva kalibrasi ion Hg^{2+} diekstrak dari gambar 4.10.....	29
Gambar 4.12	<i>Anodic stripping</i> voltamogram pengaruh variasi waktu (detik) pada campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam larutan HCl 0,1 M. Pada potensial deposisi -1,3 V dan scan rate 0,25V/s.....	30
Gambar 4.13	Alur respon arus terhadap variasi waktu data diekstrak dari Gambar 4.12.....	32
Gambar 4.14	<i>Anodic stripping</i> Voltamogram dengan variasi potensial deposisi campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam larutan HCl 0.1 M . Pada scan rate 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.	33
Gambar 4.15	Alur respon arus terhadap variasi potensial deposisi data diekstrak dari Gambar 4.14.....	34

Gambar 4.16 <i>Anodic stripping</i> voltamogram pada elektroda BDD dengan variasi <i>scan rate</i> campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam larutan HCl 0,1 M. Pada potensial deposisi -1,3 V dan waktu deposisi 45 detik.....	35
Gambar 4.17 Respon arus terhadap variasi <i>scan rate</i> data diekstrak dari gambar 4.16.....	36
Gambar 4.18 <i>Anodic stripping</i> voltamogram campuran ion logam(Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi Pada elektroda BDD potensial deposisi - 1,3 V, <i>scan rate</i> 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.....	37
Gambar 4.19 Kurva kalibrasi ion logam campuran data diekstrak dari Gambar 4.18.....	39
Gambar 4.20 <i>Anodic stripping</i> voltamogram penentuan LOD campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) dalam HCl 0,1 M pada elektroda BDD. Potensial deposisi -1,3 V <i>scan rate</i> 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.....	41
Gambar 4.21 <i>Anodic stripping</i> voltamogram kedapat ulangan pada campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam HCl 0,1 M pada elektroda BDD. Potensial deposisi -1,3 V, <i>scan rate</i> 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.....	42
Gambar 4.22 Respon arus terhadap banyaknya pengukuran data diekstrak dari gambar 4.20.....	43
Gambar 4.23 <i>Anodic stripping</i> voltamogram pengukuran sampel air minum dalam kemasan pada elektroda BDD. Potensial deposisi -1,3 V, <i>scan rate</i> 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Instrumen Pengukuran.....	51
Lampiran 2 Data Respon Arus Pengukuran Logam Tunggal.....	52
Lampiran 3 Data Respon Arus Pengukuran Optimasi.....	53
Lampiran 4 Data Respon Arus Penentuan Kedapat Ulangan.....	54
Lampiran 5 Data Penentuan Batas Deteksi.....	56
Lampiran 6 Perhitungan Konsentrasi Sampel.....	58



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Logam berat adalah bahan-bahan alami yang berasal dan termasuk bahan penyusun lapisan tanah bumi. Logam berat tidak dapat diurai atau dimusnahkan. Logam berat dapat masuk ke dalam tubuh makhluk hidup melalui makanan, air minum, dan udara. Logam berat berbahaya karena cenderung terakumulasi di dalam tubuh makhluk hidup. Laju akumulasi logam-logam berat ini di dalam tubuh pada banyak kasus lebih cepat dari kemampuan tubuh untuk membuangnya. Akibatnya keberadaannya di dalam tubuh semakin tinggi, sehingga memberikan dampak yang makin merusak. Karena itu perlu adanya pengukuran terhadap masing-masing kandungan logam berat tersebut, sehingga dengan adanya informasi ini dapat diketahui, apakah suatu sampel layak untuk digunakan atau dikonsumsi. Ada banyak metode yang digunakan untuk pengukuran ion logam berat diantaranya spektrofotometri serapan atom, IC-MS, HPLC dan metode elektrokimia.

Salah satu metode elektrokimia adalah teknik *stripping voltammetry*. Teknik ini mempunyai banyak keunggulan diantaranya peralatan yang sederhana, biaya yang relatif rendah dibandingkan teknik analisis ion logam berat lainnya dan batas deteksi yang rendah serta dapat digunakan untuk analisis berbagai unsur. Metode ini telah banyak digunakan untuk penentuan ion logam berat diantaranya penentuan kadar seng dalam air ledeng dengan metode *differential pulsed anodic stripping voltammetry* (DPASV) pada elektroda glassy karbon (Yilmaz, et.al., 2009), deteksi ion Cd^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} dengan menggunakan metode *square wave anodic stripping voltammetry* (SWASV) pada elektroda merkuri (Felix, et.al., 2006), deteksi ion Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+} dalam limbah cair dengan menggunakan metode *differential pulsed anodic stripping voltametry* (DPASV) pada elektroda *boron-doped diamond* (Hee Yoon, et.al., 2010) dan deteksi simultan ion Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+} telah dilakukan dengan metode *anodic*

stripping voltammetry pada berbagai elektroda dan ternyata elektroda *boron-doped diamond* memberikan hasil yang paling baik dibandingkan dengan elektroda *glassy carbon*, platina dan emas (Yakun, 2009)

1.2 Perumusan Masalah

Walaupun Yakun dapat menggunakan metode *anodic stripping voltammetry* untuk deteksi 4 ion logam berat secara simultan, aplikasi pada penentuan kualitas air minum membutuhkan lebih banyak ion logam berat yang dapat diukur sekaligus. Oleh karena itu pada penelitian ion yang akan diukur secara simultan jumlahnya ditambahkan.

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengaplikasikan metode ASV untuk mendeteksi 5 ion logam berat (Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+} , Zn^{2+}) secara simultan pada elektroda *boron-doped diamond*.
2. Menentukan kondisi optimum pengukuran.
3. Aplikasinya pada sampel air minum.

1.4 Hipotesa Penelitian

Deteksi simultan ion logam berat (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+}) dapat dilakukan secara simultan pada elektroda *boron-doped diamond* dengan metode *anodic stripping voltammetry*. Dengan adanya tambahan ion Zn^{2+} diperlukan potensial yang lebih negatif untuk mendeposisikan ion Zn^{2+} .

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Elektrokimia

Elektrokimia adalah ilmu yang mempelajari hubungan antara perubahan (reaksi) kimia dengan kerja listrik, biasanya melibatkan sel elektrokimia yang menerapkan prinsip reaksi redoks dalam aplikasinya. Proses dasarnya adalah adanya transfer elektron antara permukaan elektroda dengan molekul di dalam larutan yang berpartisipasi dalam reaksi redoks.

Suatu sel elektrokimia setidaknya terdiri dari dua buah elektroda yang dipisahkan oleh satu fasa elektrolit. Fasa elektrolit merupakan medium penghantar dimana transfer muatan terjadi melalui pergerakan ion-ion. Elektrolit dapat berupa larutan, garam, atau padatan konduktor seperti natrium- β -alumina yang memiliki ion natrium yang dapat bergerak. Untuk menambah konduktivitas elektrolit maka perlu ditambahkan elektrolit pendukung yang merupakan larutan konduktif tempat terjadinya reaksi elektrokimia dan bersifat ion non elektroaktif. Elektrolit pendukung ini biasanya merupakan larutan garam anorganik, asam, atau basa.

Bagian penting lainnya dalam suatu sel elektrokimia adalah elektroda, yaitu tempat terjadinya perpindahan elektron. Elektroda adalah suatu media penghantar listrik atau konduktor dalam suatu sistem elektrokimia. Elektroda sering disebut juga sebagai perunut (*probe*) dalam elektrokimia. Permukaan elektroda merupakan penghubung antara larutan konduktor ionik dengan konduktor elektronik. (Wang,2000)

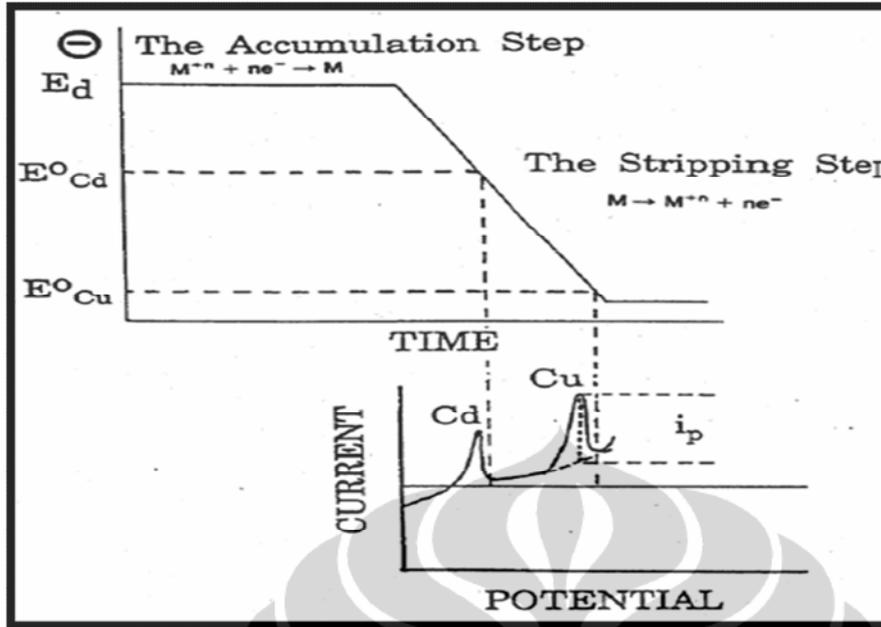
Elektroda tempat terjadinya reaksi reduksi disebut sebagai katoda, sedangkan tempat terjadinya reaksi oksidasi disebut anoda. Efektifitas elektroda dapat dilihat dari keadaan permukaannya dan besarnya hambatan. Permukaan elektroda adalah tempat yang sangat krusial karena disanalah tempat terjadinya reaksi redoks yang akan menimbulkan arus faraday. Sedangkan hambatan akan mempengaruhi arus mengalir ke potensiostat karena semakin besar hambatannya maka transfer elektron yang terjadi akan semakin sulit. (Aurelia,2005)

Secara umum ada tiga metode utama analisis menggunakan metode elektrokimia yaitu konduktometri, potensiometri, dan amperometri.

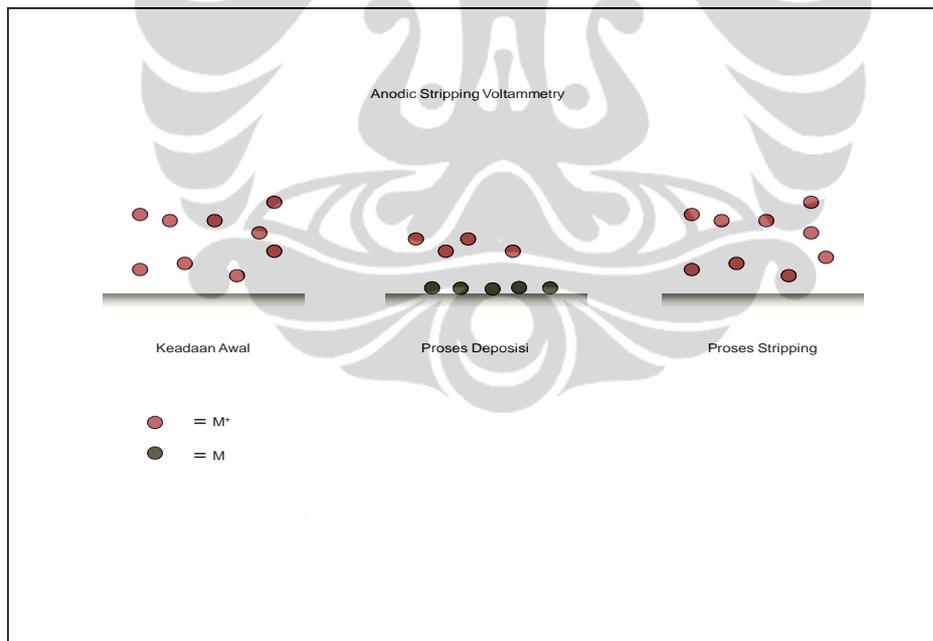
Konduktometri mengukur perubahan hantaran yang timbul antara dua buah elektroda. Sedangkan potensiometri mengukur perbedaan potensial antara sampel dan pembanding, disini dilakukan monitor akumulasi muatan yang dihasilkan karena pengikatan selektif pada permukaan elektroda dan yang ketiga amperometri untuk mengukur arus yang dihasilkan pada reaksi redoks pada potensial tertentu.

2.2 *Anodic Stripping Voltammetry (ASV)*

Anodic stripping voltammetry (ASV) adalah metode voltametrik untuk penentuan spesi ion logam secara kuantitatif. Prosedur ASV meliputi dua tahap, pada tahap pertama dalam prosedur ini meliputi akumulasi dan mengakibatkan prekonsentrasi dari logam target dengan elektroreduksi ion-ion yang sesuai dari larutan, proses ini dilakukan dengan mengontrol waktu dan potensial. Potensial deposisi biasanya 0,3 V-0,4 V lebih negatif dibandingkan E^0 untuk setidaknya mereduksi ion logam yang ingin ditentukan jumlahnya dengan lebih mudah. Ion logam akan mencapai permukaan elektroda dengan proses difusi atau konveksi. Durasi untuk tahap deposisi bergantung pada konsentrasi ion logam, mulai dari 0,5 menit hingga 20 menit tergantung dari konsentrasi ion logamnya. Tahap kedua adalah tahap *stripping* atau pelepasan yaitu material yang dideposisikan akan dilepaskan dengan menggunakan potensial yang sesuai pada tahapan ini yang terjadi adalah elektrooksidasi. Arus anodik yang terukur ini ditampilkan sebagai suatu voltamogram dan besarnya arus anodik akan sebanding dengan jumlah konsentrasi ion logam dalam larutan. Metode yang digunakan untuk stripping dapat berupa metode *linear*, *staircase*, *squarewave* atau pulsa.



Gambar 2.1 *anodic stripping voltammetry*: hubungan potensial terhadap waktu (atas) Hasil voltamogram (bawah) (Wang, 2000)



Gambar 2.2 Ilustrasi proses *anodic stripping voltammetry*

ASV biasanya terdiri dari tiga elektroda, yaitu elektroda kerja (*working electrode*), elektroda pendukung (*auxiliary electrode atau counter electrode*) dan elektroda pembanding (*reference electrode*). Elektroda pembanding adalah elektroda yang potensialnya dibuat konstan sehingga dapat digunakan sebagai pembanding terhadap perubahan yang terjadi pada elektroda kerja. Fungsi

elektroda pembanding adalah sebagai penstabil beda potensial pada elektroda kerja dalam sel elektrokimia. Elektroda pembanding yang biasa digunakan adalah elektroda kalomel dan Ag/AgCl. Elektroda Ag/AgCl ini dapat dibuat dengan mudah melalui elektrolisis larutan klorida menggunakan anoda perak, sehingga membentuk lapisan elektrolit AgCl pada permukaan kawat perak.

Elektroda pendukung adalah elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel, elektroda pendukung yang biasa digunakan adalah platina (Pt) yang dapat berupa kawat lurus, kawat spiral, atau cakram (*disk*). Zat lain yang bersifat inert seperti karbon grafit pun dapat juga digunakan sebagai elektroda pendukung.

Elektroda kerja adalah elektroda tempat reaksi reduksi-oksidasi analit berlangsung. Elektroda ini umumnya terbuat dari logam, bahan semikonduktor, dan juga karbon. Elektroda logam yang sering digunakan adalah platina (Pt), emas (Au), dan perak (Ag). Sedangkan elektroda semikonduktor yang umum digunakan adalah Silikon (Si) dan Galium (Ga). Untuk elektroda karbon terdapat beberapa jenis, yaitu pasta, *glassy carbon*, dan juga *pyrolitic graphite*.

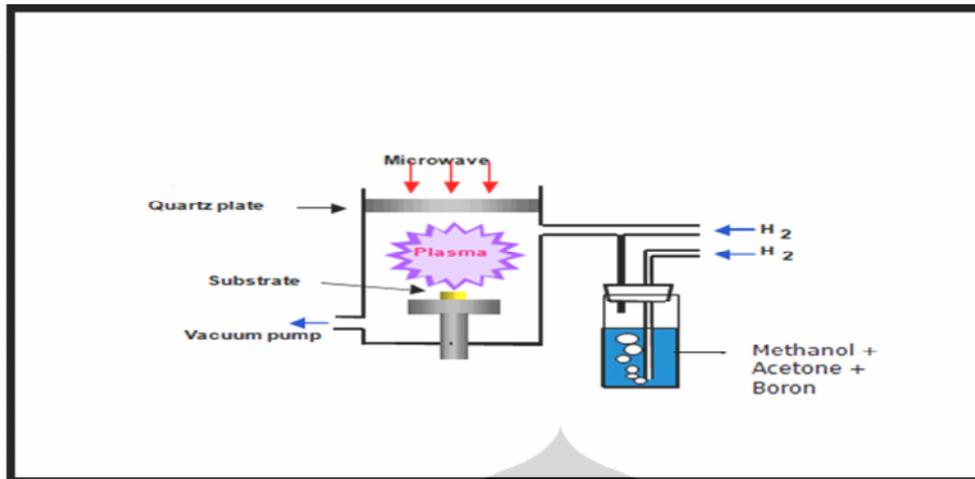
Penggunaan elektrolit di dalam sel elektrokimia juga merupakan hal yang penting di samping elektroda. Elektrolit berfungsi sebagai medium penghantar dimana transfer muatan terjadi melalui pergerakan ion-ion elektrolit tersebut. Larutan elektrolit yang digunakan harus menghantarkan arus listrik dan tidak mengganggu reaksi kimia yang terjadi. Elektrolit dapat berupa larutan, garam, atau padatan konduktor seperti natrium- α -alumina yang memiliki ion natrium yang dapat bergerak. Elektrolit harus ditambahkan kedalam larutan yang dianalisis.

Ada beberapa teknik scanning dalam ASV, diantaranya *Linear Sweep Voltammetry* (LSV) dan *Differential Pulse Voltammetry* (DPV). LSV merupakan teknik yang paling sederhana, pada teknik ini, potensial dipindai secara linear sebagai fungsi waktu sedangkan teknik DPV mempunyai batas deteksi yang lebih rendah dari LSV.

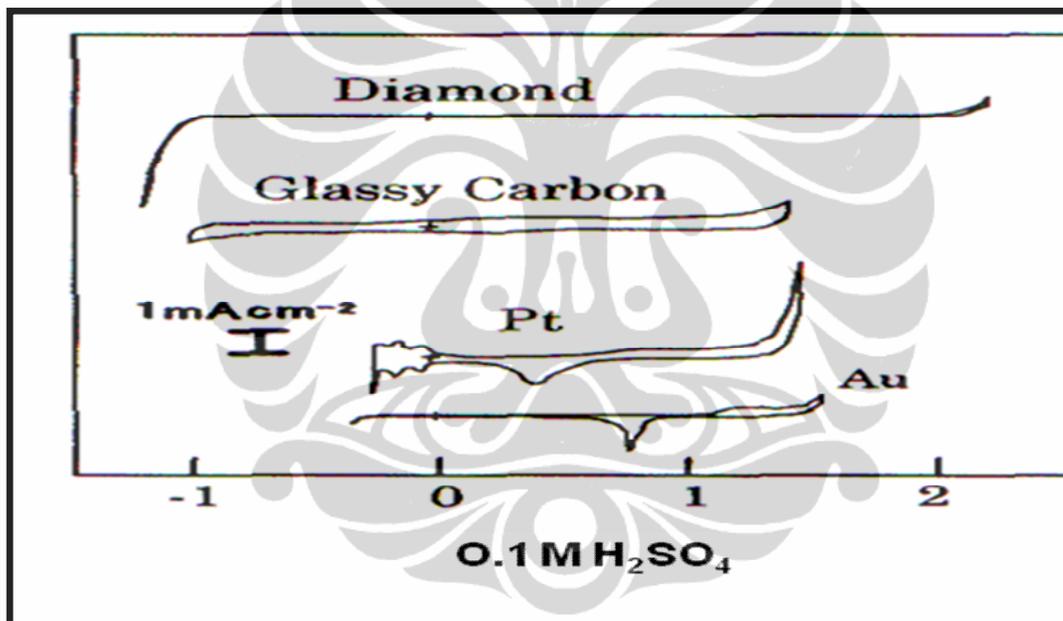
Instrumen yang digunakan dalam ASV adalah potensiostat. Potensiostat merupakan alat yang berfungsi mengontrol beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding.

2.3 Boron-Doped Diamond

Salah satu jenis elektroda kerja yang sering digunakan adalah elektroda padat. Materi yang biasa digunakan sebagai elektroda padat adalah platina, emas, perak, nikel, dan karbon. Hal yang penting untuk diperhatikan dalam penggunaan elektroda padat sebagai elektroda kerja adalah adanya ketergantungan respon yang dihasilkan pada permukaan elektroda. Oleh karena itu dibutuhkan perlakuan awal tertentu berdasarkan jenis materialnya untuk meningkatkan reproduisibilitas dari permukaan elektroda tersebut. Ada beberapa cara untuk meningkatkan reproduisibilitas dari permukaan elektroda, antara lain secara mekanik (*polishing* dengan menggunakan material *abrasive*), secara fisika (dengan pemanasan pada suhu tertentu dan kondisi vakum, atau dengan sonikasi dalam pelarut tertentu), dan secara elektrokimia (dengan menggunakan *potential cycling*). Elektroda karbon memiliki kegunaan yang cukup luas dalam bidang elektroanalisis, terutama karena harganya yang relatif lebih murah, mudah diperoleh, memiliki kisaran potensial yang cukup lebar, arus *background*-nya rendah, cukup stabil, *inert* secara kimia, memiliki konduktivitas elektrik yang sangat baik, *biocompatible*, dan dapat digunakan dalam aplikasi sensor, elektroda karbon antara lain glassy karbon dan *boron-doped diamond*. Hibridisasi sp^3 yang dimiliki oleh intan menyebabkan intan bersifat nonkonduktif, oleh karenanya perlu dilakukan suatu perlakuan khusus pada permukaannya agar dapat menjadi bersifat konduktif. Salah satu caranya adalah dengan *doping* permukaannya dengan suatu material yang bersifat konduktif seperti boron. Elektroda BDD dibuat dengan cara mendeposisikan larutan karbon yang mengandung boron menjadi intan pada permukaan silikon. Pembuatan elektroda BDD umumnya dilakukan dengan metode CVD (chemical vapor deposition), untuk sumber karbon umumnya digunakan campuran metanol dan aseton, sedangkan untuk sumber boron digunakan boron trioksida atau diboran dan substrat yang digunakan umumnya adalah silikon karena silikon mempunyai kemiripan sifat dengan intan dan waktu deposisi yang diperlukan antara 5 sampai 8 jam. Proses pembuatan BDD dapat dilihat pada gambar 2.3



Gambar 2.3 Skema pembuatan elektroda *boron-doped diamond*



Gambar 2.4 *Potensial window* berbagai elektroda

Boron-doped diamond banyak diaplikasikan secara luas dalam bidang elektrokimia karena memiliki morfologi dan mikrostruktur permukaan yang stabil dalam kondisi elektrokimia yang ekstrim, memiliki konduktivitas elektrik dan konduktivitas termal yang sangat baik, memiliki arus *background* yang rendah, memiliki kisaran potensial yang lebar, stabil dalam jangka waktu yang lama, sensitivitas terhadap oksigen rendah, memberikan respon terhadap reaksi redoks pada kebanyakan analit tanpa perlu adanya perlakuan awal pada permukaannya, memiliki daya adsorpsi yang lemah terhadap molekul polar karena

adanya gugus akhir hidrogen pada permukaannya yang bersifat non-polar, dan *biocompatible* (Yang,2007).

2.4 Logam Berat

Logam berat didefinisikan sebagai logam yang mempunyai densitas minimal 5 gram/cm³, logam-logam ini merupakan penyusun lapisan kulit bumi. Tubuh manusia juga biasanya mengandung logam-logam berat yang masuk kedalam tubuh melalui makanan, minuman dan udara. Beberapa logam berat diperlukan oleh tubuh (seperti tembaga, selenium dan seng) yang diperlukan dalam metabolisme didalam tubuh manusia tetapi pada konsentrasi yang sangat rendah. Bila konsentrasi logam berat di lingkungan tinggi akan mengakibatkan konsentrasi dalam makhluk hidup akan berlebih dan ini menyebabkan keracunan, keracunan logam berat dapat berasal dari pipa air minum yang dilapisi logam berat atau dari industri.

Didalam tubuh makhluk hidup logam berat mengalami bioakumulasi sehingga kadar bioakumulasi didalam tubuh makhluk hidup lebih besar daripada yang terdapat di lingkungan. Logam berat juga mengalami biomagnifikasi sehingga kadarnya semakin meningkat dengan peningkatan posisi organisme dalam rantai makanan. Laju akumulasi logam-logam berat ini di dalam tubuh pada banyak kasus lebih cepat dari kemampuan tubuh untuk membuangnya. Akibatnya keberadaannya di dalam tubuh semakin tinggi, dan dari waktu ke waktu memberikan dampak yang makin merusak.

2.4.1 Logam Merkuri

Merkuri adalah satu-satunya logam yang berwujud cair pada suhu kamar, mempunyai volatilitas yang paling tinggi diantara semua logam, merupakan konduktor yang terbaik dari semua logam karena hambatannya rendah, bersifat diamagnetik, merkuri merupakan zat pengoksidasi dengan potensial reduksi dari +0,79 V sampai +0,85 dan merkuri mempunyai dua bilangan oksidasi yaitu +1 dan +2.

Merkuri digunakan sebagai bahan amalgam gigi, termometer, barometer, dan peralatan ilmiah lain, walaupun penggunaannya untuk bahan pengisi

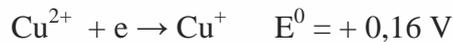
termometer telah digantikan (oleh termometer alkohol, digital, atau termistor) dengan alasan kesehatan dan keamanan karena sifat toksik yang dimilikinya, merkuri juga banyak digunakan baik dalam kegiatan perindustrian maupun laboratorium contohnya natrium amalgam dan Zn yang diamalgamasi seringkali digunakan sebagai zat pereduksi selain itu juga digunakan sebagai komponen cat untuk mencegah lumut dan dalam industri pertambangan logam mulia dengan metoda pengolahan amalgamasi, merkuri digunakan dalam jumlah besar sebagai bahan pelarut emas dan perak. Cairan raksa (Hg_2Cl_2) digunakan dalam elektrode sel elektrokimia, misalnya dalam proses klor-alkali, uap raksa digunakan dalam tabung fluoresensi dan penerangan jalan.

Merkuri bersifat racun bagi semua makhluk hidup baik dalam bentuk logamnya maupun garamnya. Keracunan oleh merkuri non organik terutama mengakibatkan terganggunya fungsi ginjal dan hati. Mengganggu sistem enzim dan mekanisme sintetik apabila berupa ikatan dengan kelompok sulfur di dalam protein dan enzim. Merkuri (Hg) organik dari jenis metil-merkuri dapat memasuki plasenta dan merusak janin pada wanita hamil, mengganggu saluran darah ke otak serta menyebabkan kerusakan otak. Limbah yang mengandung Hg dari kegiatan industri mungkin juga dapat terjadi pada usaha pertambangan logam, di mana ketika memasuki sistem akuatik dapat diserap oleh organisme di dalamnya, kemudian melalui proses metilasi dalam tubuh organisme berkembang menjadi metil-merkuri yang bersifat racun. Dalam bidang pertanian, digunakan sebagai fungisida, insektisida, desinfektan dimana hal ini menjadi penyebab yang cukup penting dalam peristiwa keracunan merkuri pada organisme hidup. Dalam industri pulp dan kertas banyak digunakan senyawa FMA (fenil merkuri asetat). Pemakaian ini bertujuan untuk mencegah pembentukan kapur pada pulp dan kertas basah selama proses penyimpanan. Hal ini menjadi sangat berbahaya karena kertas seringkali digunakan sebagai alat pembungkus makanan.

2.4.2 Logam Tembaga

Tembaga adalah logam kemerahan lunak, ulet, dan konduktor yang sangat baik untuk panas dan listrik.. Tembaga memiliki reaktivitas kimia yang rendah. Dalam udara lembab perlahan-lahan membentuk lapisan kehijauan lapisan ini

melindungi tembaga dari oksidasi lebih lanjut. Tembaga mempunyai dua bilangan oksidasi yaitu +1 dan +2 dengan potensial reduksi



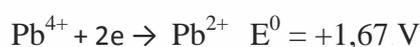
Kebanyakan tembaga digunakan untuk peralatan listrik (60%); konstruksi, seperti atap dan pipa saluran air (20%); mesin-mesin industri, seperti alat penukar panas (15%) dan paduan (5%).

Sedangkan garam tembaga banyak digunakan dalam bidang pertanian misalnya larutan “bordeaux”. Tembaga sulfat biasanya digunakan untuk membasmi jamur pada pohon buah-buahan, selain itu juga sering digunakan untuk membasmi siput sebagai inang pada parasit cacing, juga untuk mengobati penyakit kuku pada domba.

Tembaga diperlukan dalam pembentukan hemoglobin, kolagen dan menjaga kesehatan saraf. Dan kekurangan tembaga dalam tubuh dapat mengakibatkan anemia, radang sendi dan mudah lelah. dan efek dari tembaga yang berlebih akan menyebabkan keracunan yang ditandai dengan muntah, pusing, lemas, sakit perut dan diare. Jika terjadi terus-menerus dapat menyebabkan sakit jantung dan kerusakan hati yang berakibat pada kematian.

2.4.3 Logam Timbal

Timbal merupakan logam lunak berwarna coklat kehitaman dan mudah dimurnikan dalam pertambangan. Beberapa sifat logam timbal yang menguntungkan antara lain titik leburnya yang rendah, lunak sehingga mudah dibentuk, mempunyai sifat kimia yang aktif sehingga dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan, selain itu dapat digunakan untuk melapisi logam lain untuk membentuk campuran yang lebih bagus dibandingkan dengan logam murninya. Timbal mempunyai dua bilangan oksidasi yaitu +2 dan +4, potensial reduksi timbal adalah



Timbal digunakan sebagian besar untuk bahan produksi baterai pada kendaraan bermotor. Timbal juga digunakan untuk memproduksi amunisi, kabel dan solder. Senyawa Pb juga digunakan untuk campuran pembuatan cat sebagai bahan pewarna.

Pada manusia, timbal dapat mengakibatkan bermacam-macam dampak yang bergantung pada banyak dan lamanya paparan. Paparan pada tingkat yang tinggi dapat mengakibatkan dampak keracunan biokimia pada manusia, yang selanjutnya dapat mengarah pada berbagai problem seperti mengganggu proses sintesa hemoglobin, menyerang ginjal, saluran pencernaan, persendian, dan sistem reproduksi, serta menimbulkan kerusakan akut maupun kronis pada sistem saraf. . Beberapa studi menduga, untuk tiap kenaikan konsentrasi timbal dari 10 ke 20/g/dL di dalam darah anak-anak, telah mampu menghilangkan kemampuan intelegensi anak sampai dengan 2 poin IQ.

Pencemaran timbal pada bahan makanan terjadi terutama melalui pengendapan debu yang mengandung bahan timbal dari udara serta hujan yang membawa timbal ke lahan perkebunan dan lahan pertanian. Di Indonesia dan negara berkembang lain, tidak semua bahan bakar minyak yang digunakan telah bebas timbal. Polusi timbal dari asap kendaraan bermotor menjadi penyumbang yang cukup besar.

2.4.4 Logam Cadmium

Berdasarkan pada sifat-sifat fisiknya Cd merupakan logam yang lunak, berwarna putih seperti putih perak. Sedangkan berdasar pada sifat-sifat kimianya, logam Cd didalam persenyawaan yang dibentuknya pada umumnya mempunyai bilangan valensi + 2, potensial reduksi cadmium adalah



Cadmium menurunkan sifat beracunnya dari kesamaan sifat kimianya dengan seng yang merupakan mikronutrien yang esensial untuk tumbuh-tumbuhan, binatang, dan manusia. Cadmium bersifat biopersistent dan sekali diserap oleh organisma, akan menetap selama bertahun-tahun (lebih dari 1 dekade untuk manusia) meskipun sebagian akan juga terbuang melalui sistem pembuangan makhluk hidup.

Cadmium paling banyak digunakan di dalam baterai Ni-Cd (nikel/ cadmium). Selain itu, coating berbahan cadmium juga banyak diaplikasikan karena cadmium mempunyai kemampuan proteksi terhadap karat yang baik, terutama di lingkungan dengan tingkat korosi yang tinggi.. Penggunaan lain dari cadmium adalah sebagai stabiliser untuk PVC, campuran paduan logam (alloys) dan perangkat elektronik. Cadmium juga terdapat sebagai bahan pengotor (impurities) pada produk-produk pupuk fosfat, deterjen.

Pada manusia, paparan pada jangka panjang berakibat pada disfungsi ginjal. Cadmium juga dapat mengakibatkan kerusakan tulang (osteomalacia, osteoporosis) pada manusia dan binatang. Jalan masuk lain adalah melalui udara yang kita hirup dan air minum Rata-rata manusia diperkirakan kemasukan sekitar 0.15/g cadmium dari udara dan 1/g dari air. Disamping itu, merokok 1 pak berisi 20 rokok dapat berarti menghirup sekitar 2 – 4/g cadmium.

2.4.5 Logam Seng

Seng memiliki warna putih kebiruan. Logam ini rapuh pada suhu biasa tetapi mudah dibentuk pada 100-150 derajat Celcius. Seng dapat mengalirkan listrik walau tidak seefektif tembaga dan terbakar di udara pada suhu tinggi. Dalam bentuk senyawanya seng mempunyai bilangan oksidasi +2, harga potensial reduksi seng adalah



Logam ini digunakan untuk membentuk berbagai campuran logam dengan metal lain. Kuningan, perak nikel, perunggu, perak Jerman, solder lunak dan solder aluminium adalah beberapa contoh campuran logam tersebut. Seng dalam jumlah besar digunakan untuk membuat cetakan dalam industri otomotif, listrik, dan peralatan lain semacamnya. Campuran logam *Prestal*, yang mengandung 78% seng dan 22% aluminium dilaporkan sekuat baja tapi sangat mudah dibentuk seperti plastik. Seng juga digunakan secara luas untuk menyepuh logam-logam lain seperti besi untuk menghindari perkaratan. Seng oksida banyak digunakan dalam pabrik cat, karet, kosmetik, farmasi, alas lantai, plastik, tinta, sabun, baterai, tekstil, alat-alat listrik dan produk-produk lainnya. *Lithopone*, campuran seng sulfida dan barium sulfat merupakan pigmen yang penting. Seng sulfida

digunakan dalam membuat tombol bercahaya, sinar X, kaca-kaca TV, dan bola-bola lampu *fluorescent*. Klorida dan kromat unsur ini juga merupakan senyawa yang banyak gunanya. Seng juga merupakan unsur penting dalam pertumbuhan manusia dan binatang. Banyak tes menunjukkan bahwa binatang memerlukan 50% makanan tambahan untuk mencapai berat yang sama dibanding binatang yang disuplemen dengan zat seng yang cukup. Seng berfungsi untuk mempertahankan kesuburan, memperkuat daya tahan tubuh, membantu dalam proses penyembuhan dan mampu membantu tubuh agar menghasilkan sekitar 100 enzim yang diperlukan. Kekurangan enzim-enzim ini membuat metabolisme tubuh terganggu yang dapat menyebabkan berbagai penyakit. Seng juga berguna untuk kecantikan kulit yaitu dapat mencegah timbulnya jerawat, mencegah kulit kering dan membantu regenerasi kulit. Efek jika kekurangan seng menyebabkan luka yang sulit sembuh karena lambatnya regenerasi kulit, tidak ada selera makan, lambatnya pertumbuhan, kelelahan bahkan dapat menyebabkan tidak subur pada pria. Sedangkan jika jika kelebihan jika jumlah zat ini melebihi 2000 mg di dalam tubuh dapat menghambat penyerapan zat tembaga dan folat yang juga diperlukan tubuh. Efek samping dari kelebihan zat ini antara lain pusing, muntah-muntah, sering mengantuk, berkeringat dan kadar kolesterol rendah.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Pembuatan larutan dilakukan dengan menggunakan alat-alat gelas laboratorium seperti botol timbang, labu ukur, pipet ukur, gelas kimia, pengaduk kaca, spatula dan lain-lain. Pengukuran respon arus dengan menggunakan metode *anodic stripping voltammetry* dikerjakan dengan menggunakan potensiostat (EDAQ) dengan sistem tiga elektroda, elektroda kerja yang digunakan adalah elektroda *boron-doped diamond*, elektroda Ag dalam KCl 1 M sebagai elektroda pembanding dan elektroda Pt sebagai elektroda pendukung.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam klorida, 2-propanol, tembaga (II) klorida, merkuri(II) klorida, kadmium (II)sulfat, timbal(II) sulfat, seng sulfat semuanya dengan spesifikasi pro analyst (p.a) dan aquademin.

3.2.1 Preparasi Elektroda *Boron-Doped Dimond*

Pembersihan mekanik dilakukan dengan cara mengamplas sisi silikon BDD untuk mendapatkan konduktivitas yang maksimal. Setelah itu elektroda disonikasi dalam 2-propanol dan aquademin masing-masing 10 menit. Selanjutnya elektroda ini dikeringkan setelah itu elektroda siap untuk digunakan.

3.2.2 Pembuatan Larutan

3.2.2.1 Pembuatan Larutan Baku HCl 1 M

Larutan baku HCl 1 M disiapkan dengan cara mempipet larutan HCl 4 M sebanyak 25 mL kemudian diencerkan dengan aquademin dalam labu ukur 100 mL.

3.2.2.2 Pembuatan Larutan Baku Hg^{2+} 1000 ppm

Larutan baku Hg^{2+} 1000 ppm disiapkan dengan cara menimbang HgCl_2 sebanyak 0,3385 gram kemudian dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2.3 Pembuatan Larutan Hg^{2+} dengan Berbagai Konsentrasi

Dari larutan baku Hg^{2+} 1000 ppm dibuat beberapa variasi konsentrasi larutan Hg^{2+} yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan mengencerkan larutan baku Hg^{2+} 1000 ppm.

3.2.2.4 Pembuatan Larutan Baku Cu^{2+} 1000 ppm

Larutan baku Cu^{2+} 1000 ppm disiapkan dengan cara menimbang $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,6707 gram kemudian dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2.5 Pembuatan larutan Cu^{2+} dengan Berbagai Konsentrasi

Dari larutan baku Cu^{2+} 1000 ppm dibuat beberapa variasi konsentrasi larutan Cu^{2+} yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan mengencerkan larutan baku Cu^{2+} 1000 ppm

3.2.2.6 Pembuatan Larutan Baku Pb^{2+} 1000 ppm

Larutan baku Pb^{2+} 1000 ppm disiapkan dengan cara menimbang $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebanyak 0,3996 gram kemudian dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2.7 Pembuatan larutan Pb^{2+} dengan Berbagai Konsentrasi

Dari larutan baku Pb^{2+} 1000 ppm dibuat beberapa variasi konsentrasi larutan Pb^{2+} yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan mengencerkan larutan baku Pb^{2+} 1000 ppm

3.2.2.8 Pembuatan larutan Baku Cd^{2+} 1000 ppm

Larutan baku Cd^{2+} 1000 ppm disiapkan dengan cara menimbang CdSO_4 sebanyak 0,4635 gram kemudian dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2.9 Pembuatan Larutan Cd^{2+} dengan Berbagai Konsentrasi

Dari larutan baku Cd^{2+} 1000 ppm dibuat beberapa variasi konsentrasi larutan Cd^{2+} yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan mengencerkan larutan baku Cd^{2+} 1000 ppm

3.2.2.10 Pembuatan Larutan Baku Zn^{2+} 1000 ppm

Larutan baku Zn^{2+} 1000 ppm disiapkan dengan cara menimbang $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1,0999 gram kemudian dilarutkan dengan aquademin dalam labu ukur 250 mL.

3.2.2.11 Pembuatan Larutan Zn^{2+} dengan Berbagai Konsentrasi

Dari larutan baku Zn^{2+} 1000 ppm dibuat beberapa variasi konsentrasi larutan Zn^{2+} yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan mengencerkan larutan baku Zn^{2+} 1000 ppm.

3.2.3 Optimasi Kondisi Pengukuran untuk Logam Campuran

3.2.3.1 Penentuan Potensial Deposisi Optimum

Elektroda tersebut digunakan lagi untuk deteksi ion logam berat dengan memvariasikan potensial deposisi -1,0 V, -1,1 V, -1,2 V, -1,3 V, -1,4 V, dan -1,5 V. Dalam hal ini pengukuran dilakukan dengan metode ASV dengan kisaran -1,5 V sampai +1,5 V terhadap Ag/AgCl, waktu deposisi 45 detik dan *scan rate* 0,25V/s. Sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit. Pengukuran dilakukan masing-masing sebanyak tiga kali.

3.2.3.2 Penentuan Waktu Deposisi Optimum

Elektroda yang digunakan untuk aplikasi logam berat dengan menggunakan variasi waktu deposisi 30 detik, 45 detik, 60 detik, 75 detik, dalam hal ini pengukuran dilakukan dengan metode ASV dengan kisaran potensial -1,5 V sampai +1,5 V terhadap Ag/AgCl, potensial deposisi -1,3 V dan *scan rate* 0,25 V/s, sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit. Pengukuran dilakukan masing-masing sebanyak tiga kali.

3.2.3.3 Penentuan *Scan Rate* Optimum

Elektroda yang telah siap digunakan untuk aplikasi deteksi ion logam berat dengan memvariasikan *scan rate* 0,10 V/s, 0,20 V/s, 0,25 V/s dan 0,40 V/s. Dalam hal ini Pengukuran dilakukan dengan metode ASV dengan kisaran potensial -1,5 V sampai +1,5 V terhadap Ag/AgCl, potensial deposisi -1,3 V dan waktu deposisi 45 detik. Sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit. Pengukuran dilakukan masing-masing sebanyak tiga kali.

3.2.4 Penentuan Batas Deteksi

Pengukuran untuk batas deteksi campuran ion logam berat dilakukan dengan variasi konsentrasi 1 ppm, 10 ppm, 50 ppm, 100 ppm, sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit, kondisi pengukuran disesuaikan dengan kondisi yang diperoleh pada saat optimasi. Pengukuran masing-masing dilakukan sebanyak tiga kali.

3.2.5 Penentuan Kalibrasi Linear

Penentuan kalibrasi linear dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi logam berat 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Kemudian arus yang terukur dibuat kurva linear dengan konsentrasi larutan, sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit. Kondisi pengukuran disesuaikan dengan kondisi yang

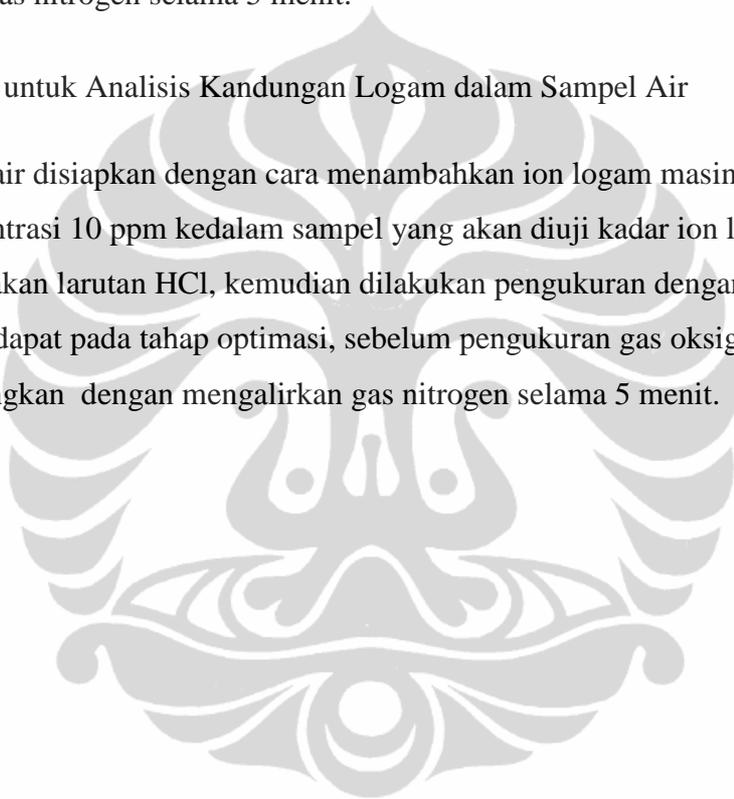
diperoleh pada tahap optimasi. Pengukuran masing-masing dilakukan sebanyak tiga kali.

3.2.6 Penentuan Kedapat Ulangan

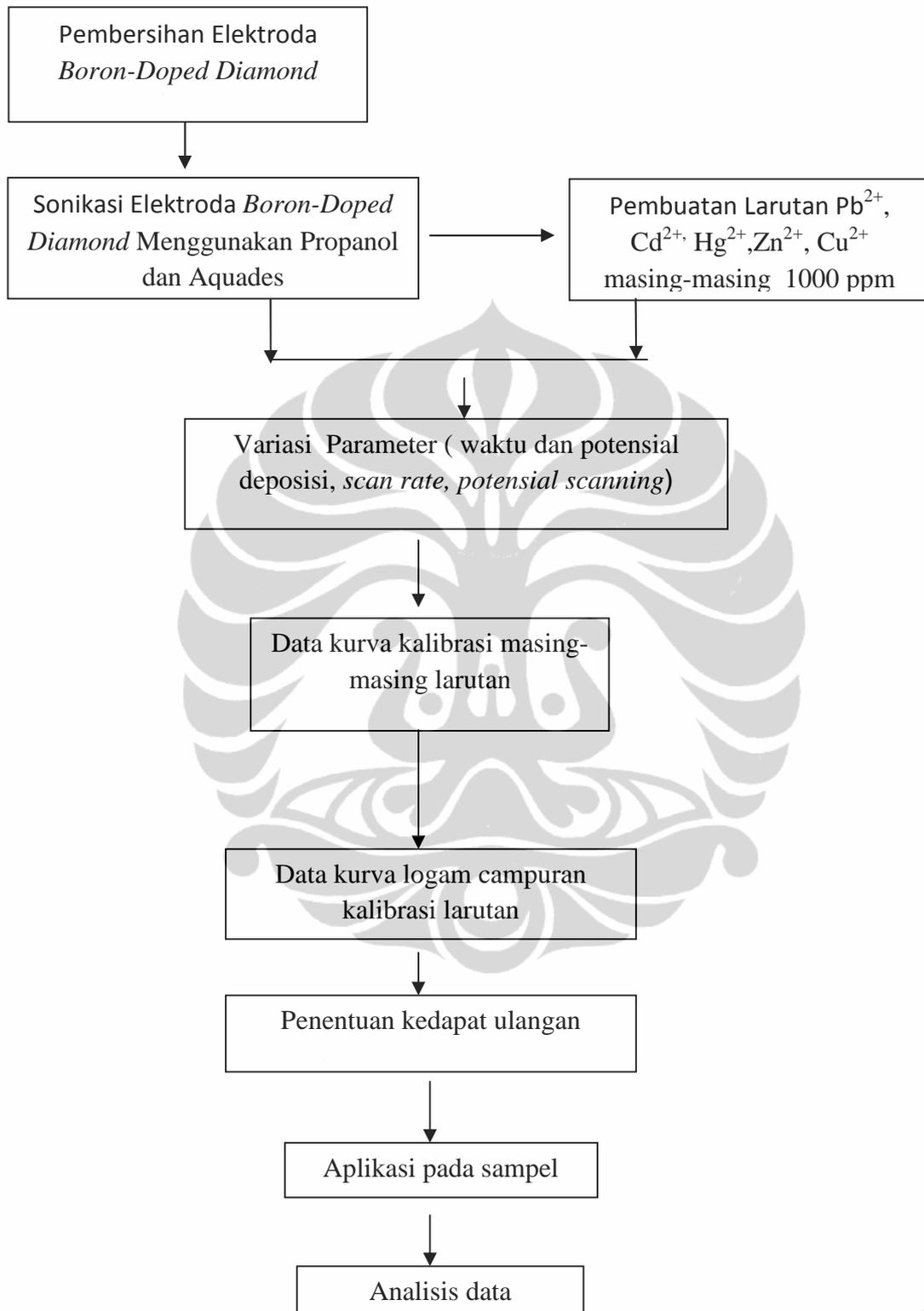
Pengukuran dilakukan sebanyak 20 kali pada konsentrasi ion logam masing-masing 10 ppm dengan menggunakan kondisi yang diperoleh pada tahap optimasi. Sebelum pengukuran gas oksigen dihilangkan dari larutan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit.

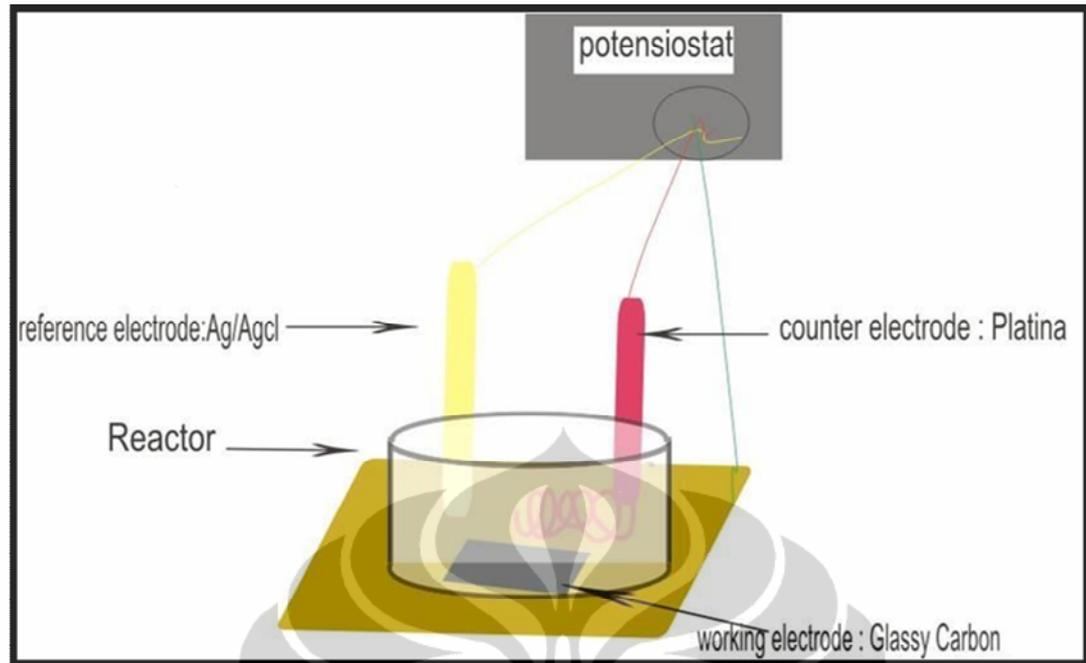
3.2.7 Aplikasi untuk Analisis Kandungan Logam dalam Sampel Air

Sampel air disiapkan dengan cara menambahkan ion logam masing-masing dengan konsentrasi 10 ppm kedalam sampel yang akan diuji kadar ion logamnya dan ditambahkan larutan HCl, kemudian dilakukan pengukuran dengan kondisi yang sudah didapat pada tahap optimasi, sebelum pengukuran gas oksigen pada sampel dihilangkan dengan mengalirkan gas nitrogen selama 5 menit.



Skema Kerja Penelitian





Gambar 3.1 Susunan elektroda yang digunakan dalam percobaan.

BAB 4

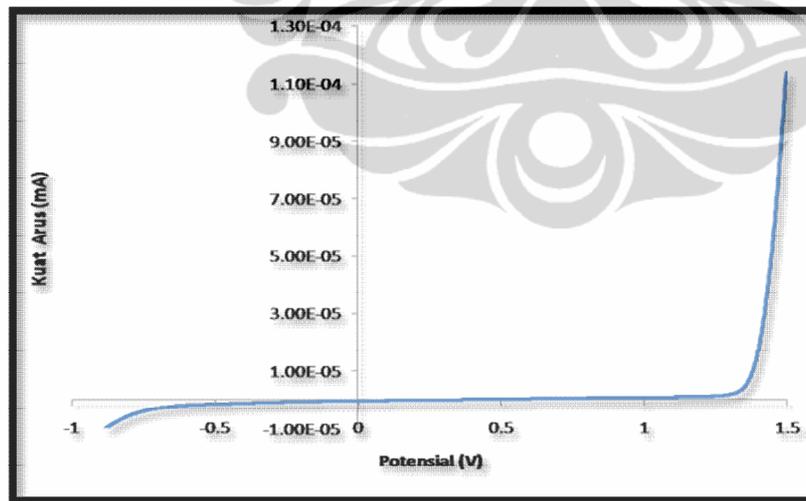
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Kalibrasi Elektroda *Boron-Doped Diamond*

Tujuan dari tahapan ini adalah untuk membuat standar kalibrasi dari masing-masing logam tunggal tersebut sebelum nantinya campuran logam ini dikalibrasi secara bersama-sama. Disini akan dibuktikan bahwa metode ASV dapat digunakan untuk identifikasi ion logam dalam sampel air. Kalibrasi tidak dilakukan langsung pada campuran logam dengan tujuan agar diketahui sensitivitas elektroda pada masing-masing ion logam tanpa adanya pengaruh logam lain. Setelah itu baru dilakukan analisa terhadap campuran ion logam.

4.1.1 Pengukuran Respon Arus Larutan Blanko

Sebelum melakukan kalibrasi untuk berbagai logam tunggal dilakukan pengukuran respon arus untuk larutan blanko dengan menggunakan potensial deposisi $-1,3$ V, scan rate $0,25$ V/s dan waktu deposisi 45 detik, Larutan blanko adalah larutan HCl $0,1$ M yang digunakan sebagai larutan elektrolit pada penelitian ini dan didapatkan voltamogram seperti pada gambar 4.1.



Gambar 4.1 *Anodic stripping voltamogram* larutan blanko $0,1$ M HCl pada elektroda BDD, potensial deposisi $-1,3$ V, scan rate $0,25$ V/s dan waktu deposisi 45 detik.

Besarnya arus anodik yang terukur dari voltamogram larutan blanko adalah

$9,89 \times 10^{-7}$ A.

4.1.2 Kalibrasi Ion Tunggal

4.1.2.1 Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Zn^{2+}

Seng mempunyai bilangan oksidasi +2 ion Zn^{2+} dapat dapat mengalami pengendapan bila berikatan dengan OH^- dan membentuk $Zn(OH)_2$. Untuk menghindari hal itu pengaturan pH sangat penting dalam analisis logam Zn.

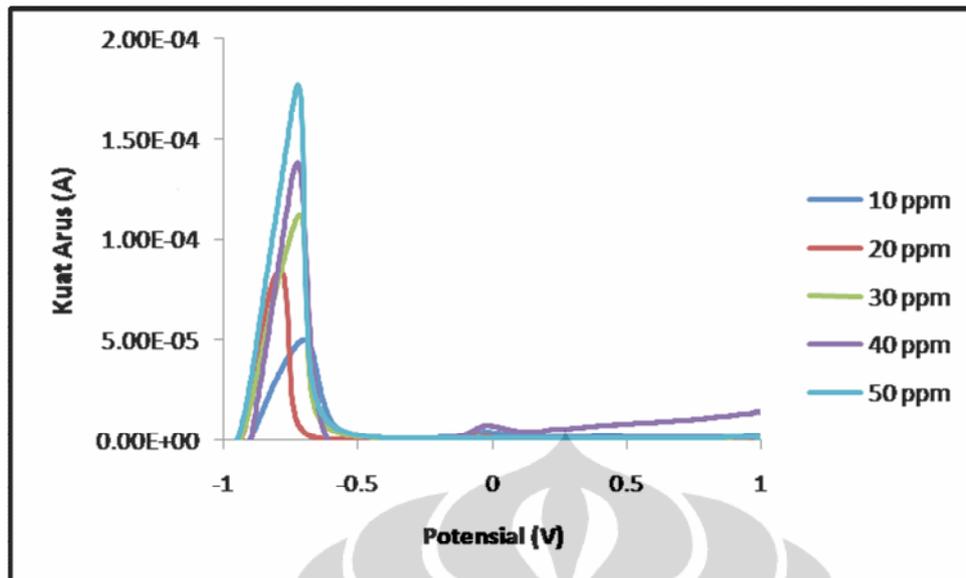
Logam Zn bersifat reduktor dengan harga potensial reduksi standar sebesar -0,762 V. Dibandingkan dengan ion-ion logam lain yang akan dianalisis potensial reduksin Zn paling rendah sehingga bila deteksi simultan ion logam dilakukan dengan ASV maka puncak voltamogram Zn akan muncul terlebih dahulu sebelum puncak voltamogram ion-ion lainnya.

Optimasi dilakukan untuk potensial deposisi ion Zn^{2+} untuk pengukuran ion Zn^{2+} tunggal dilakukan optimasi potensial deposisi terlebih dahulu dan didapat potensial deposisi yang optimal untuk pengukuran ion Zn^{2+} adalah -1,3 V dan hal ini sesuai dengan teori bahwa potensial deposisi sebaiknya 0,3 sampai 0,5 V lebih rendah dari potensial reduksinya

Gambar 4.1 menunjukkan hasil stripping voltamogram logam Zn dengan variasi konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm. Pengukuran dilakukan pada rentang potensial -1,5V sampai +1,5 V dengan potensial deposisi -1,3 V, waktu deposisi 60 detik, dan *scan rate* 0,1 V/s . Dari voltamogram terlihat bahwa dengan bertambahnya konsentrasi maka puncak voltamogram juga meningkat. Potensial untuk logam Zn dari hasil pengukuran diperoleh harga dari -0,834 V sampai dengan -0,576 V, secara umum potensial akan bertambah dengan bertambahnya konsentrasi. Hal tersebut kemungkinan disebabkan pada proses saat *stripping* logam yang terdeposisi tidak seluruhnya teroksidasi sehingga untuk proses *stripping* selanjutnya diperlukan waktu yang lebih lama sehingga terjadi pergeseran harga potensial selain itu bila dilihat dari persamaan Nerst

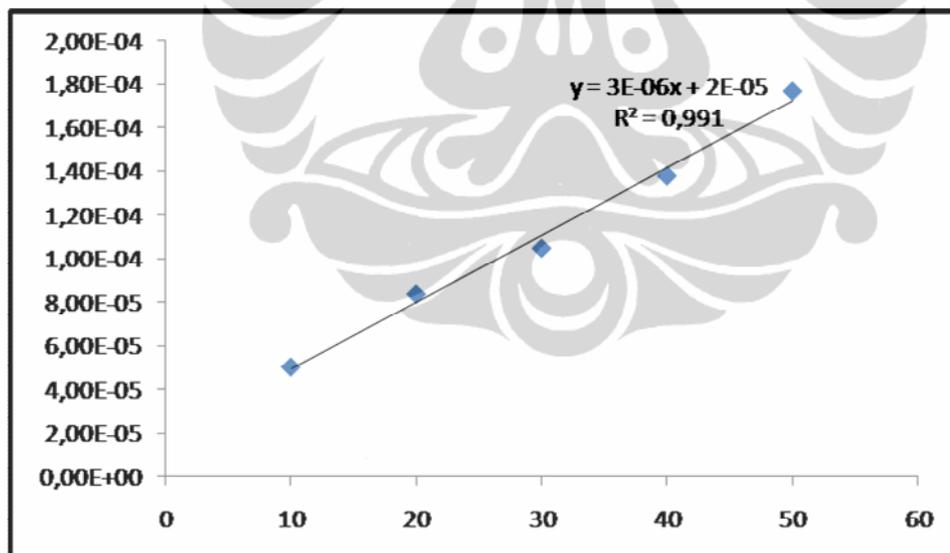
$$E = E^0 - \log \frac{[\text{oksidasi}]}{[\text{reduksi}]}$$

Dari persamaan Nerst terlihat bahwa potensial sel tergantung pada jenis elektroda, suhu dan konsentrasi ion.



Gambar 4.2 *Anodic stripping voltamogram* ion Zn^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi (ppm) pada elektoda BDD. Pada potensial deposisi -1,3 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.

Dari voltamogram yang didapat maka dihasilkan kurva kalibrasi untuk Zn

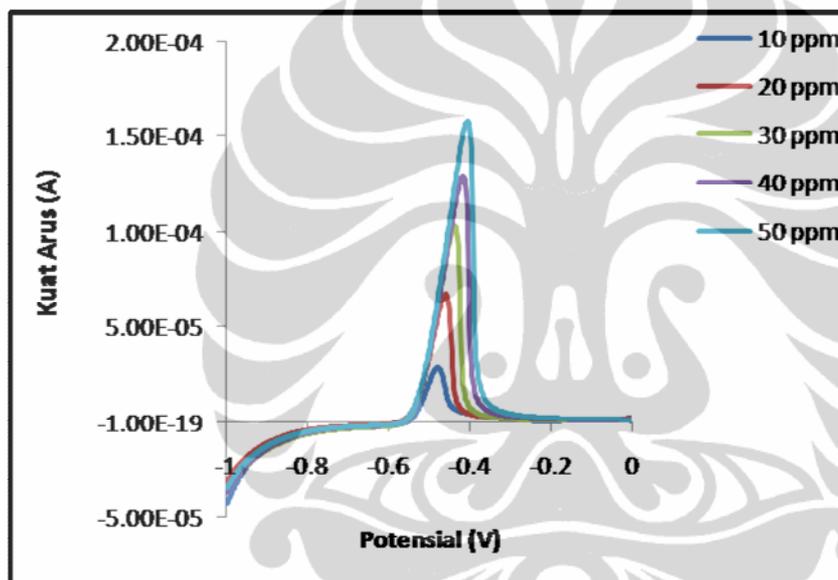


Gambar 4.3 Kurva kalibrasi ion Zn^{2+} data diekstrak dari Gambar 4.2

Kurva yang linear dihasilkan pada pengukuran ion logam tunggal Zn^{2+} dengan $R^2 = 0,991$, hal ini menunjukkan bahwa untuk ion logam tunggal seng dapat dideteksi dengan baik.

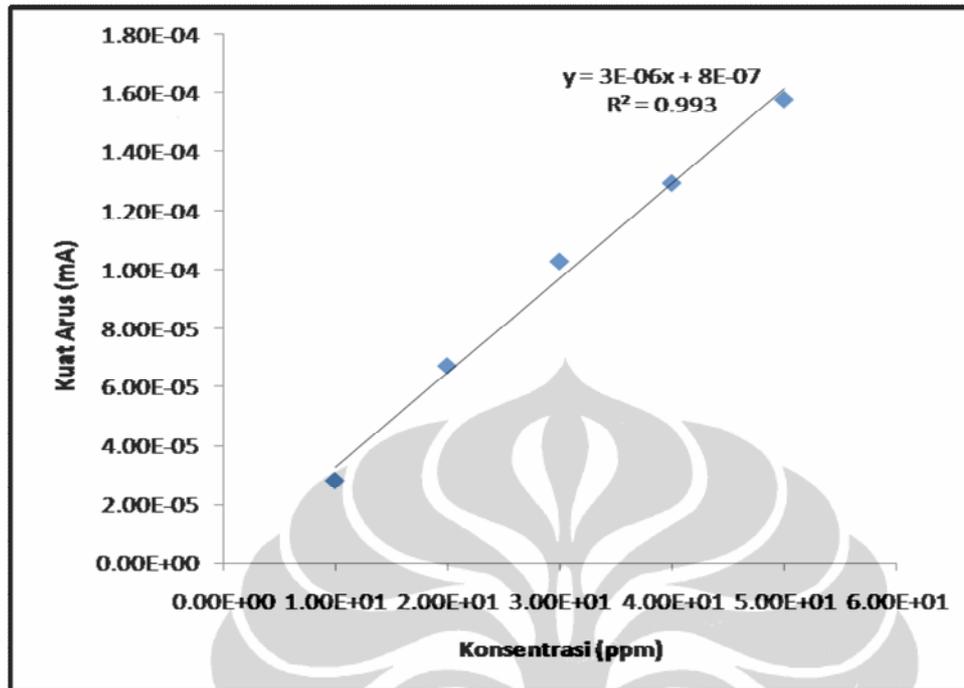
4.1.2.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Ion Cd^{2+}

Untuk menentukan kurva kalibrasi ion Cd^{2+} maka dilakukan pengukuran ion Cd^{2+} dengan konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm dengan menggunakan parameter yang digunakan pada percobaan sebelumnya yaitu pada potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 menit (Yakun,2009). Dari voltamogram terlihat bahwa potensial akan bertambah dengan bertambahnya konsentrasi, harga potensial untuk Cd dari hasil percobaan antara -0,478 V sampai -0,390 V.



Gambar 4.4 *Anodic stripping voltamogram* ion Cd^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi (ppm) pada elektoda BDD. Pada potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.

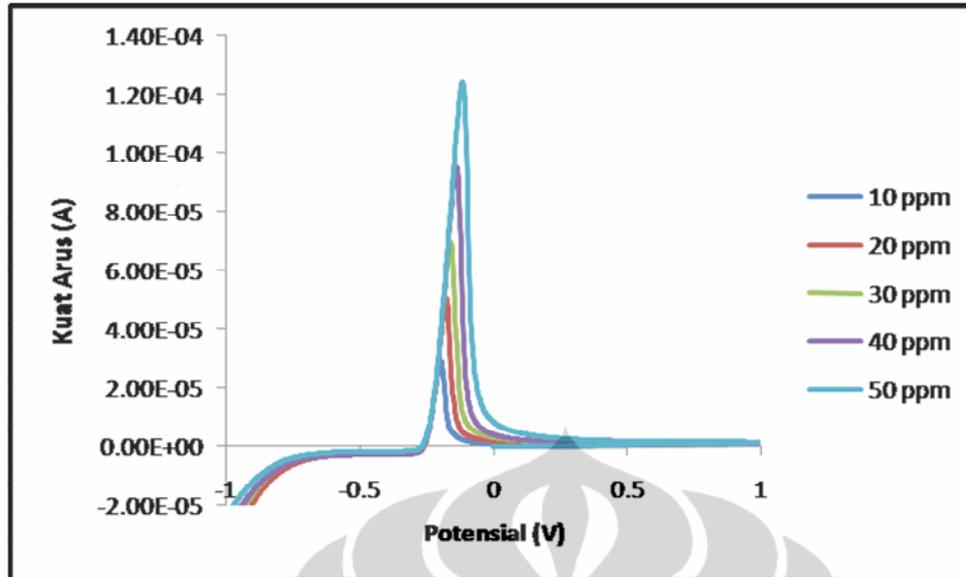
Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa arus meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi Cd^{2+} , hal ini disebabkan dengan bertambahnya konsentrasi ion Cd^{2+} akan semakin banyak juga jumlah logam Cd yang diendapkan pada permukaan elektroda pada proses deposisi, dengan demikian akan semakin banyak Cd yang dioksidasi kembali menjadi Cd^{2+} pada saat proses *stripping* maka arus yang dihasilkan akan semakin meningkat. Voltamogram pada Gambar 4.4 menunjukkan kenaikan arus yang linear ($R^2 = 0.993$)



Gambar 4.5 Kurva Kalibrasi Ion Cd^{2+} data diekstrak dari Gambar 4.4

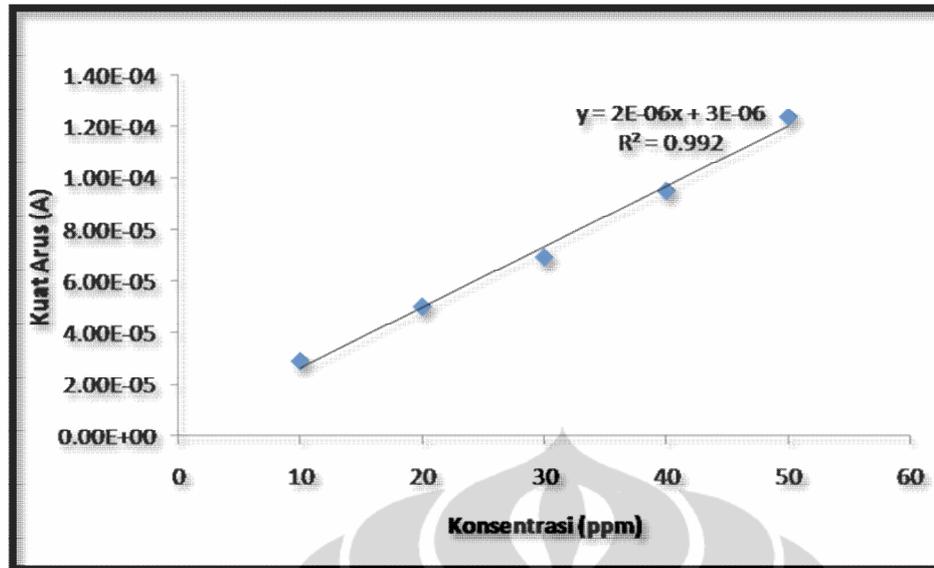
4.1.2.3 Penentuan Kalibrasi Ion Pb^{2+}

Logam timbal ditemukan dengan bilangan oksidasi +2 dan +4. Penelitian ini hanya digunakan Pb^{2+} sebagai standar ion Pb^{2+} akan direduksi menjadi logamnya. Pada proses *stripping* terjadi proses oksidasi Pb menjadi Pb^{2+} harga potensial reduksi standar sebesar -0,13 V. Hasil *stripping* yang diperoleh untuk logam Pb mempunyai potensial antara -0,314 V sampai -0,258 V dan umumnya potensial bertambah dengan bertambahnya konsentrasi.



Gambar 4.6 *Anodic stripping voltamogram* ion Pb^{2+} dalam HCl 0,1 M pada elektoda BDD, dengan variasi konsentrasi (ppm). Pada potensial deposisi -1 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik.

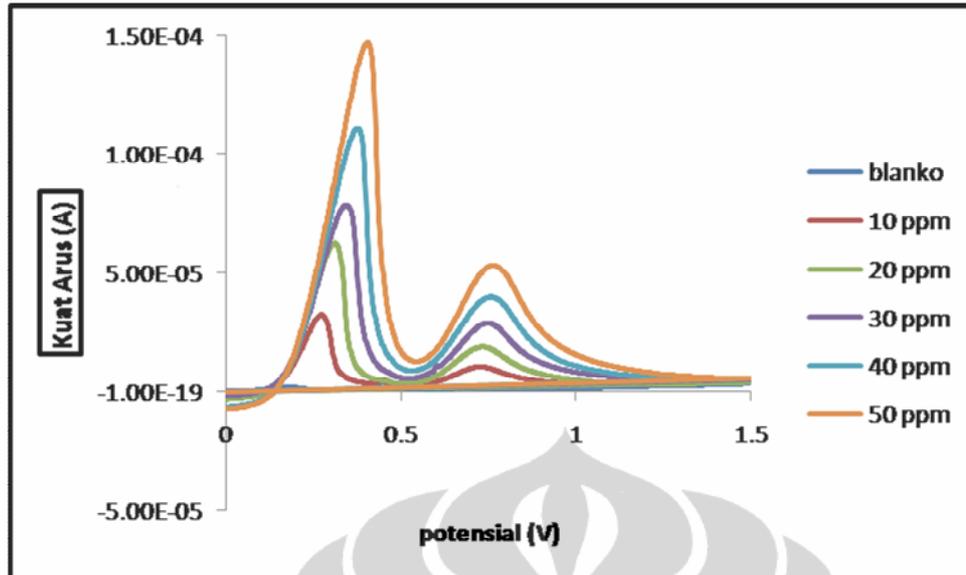
Gambar 4.6 menunjukkan voltamogram dari logam timbal dengan variasi konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Pengukuran dilakukan dengan potensial -1,0 V sampai 1,0 V dengan waktu deposisi 60 detik dan potensial deposisi -1,0 V dan scan rate 0,1 V/s. Pada gambar 4.6 terlihat bahwa terjadi peningkatan arus dengan bertambahnya konsentrasi. Pertambahan arus terlihat linear dengan nilai R^2 sebesar 0,992. Gambar 4.7 merupakan kurva kalibrasi untuk logam timbal.



Gambar 4.7 Kurva kalibrasi ion Pb^{2+} diekstrak dari Gambar 4.6

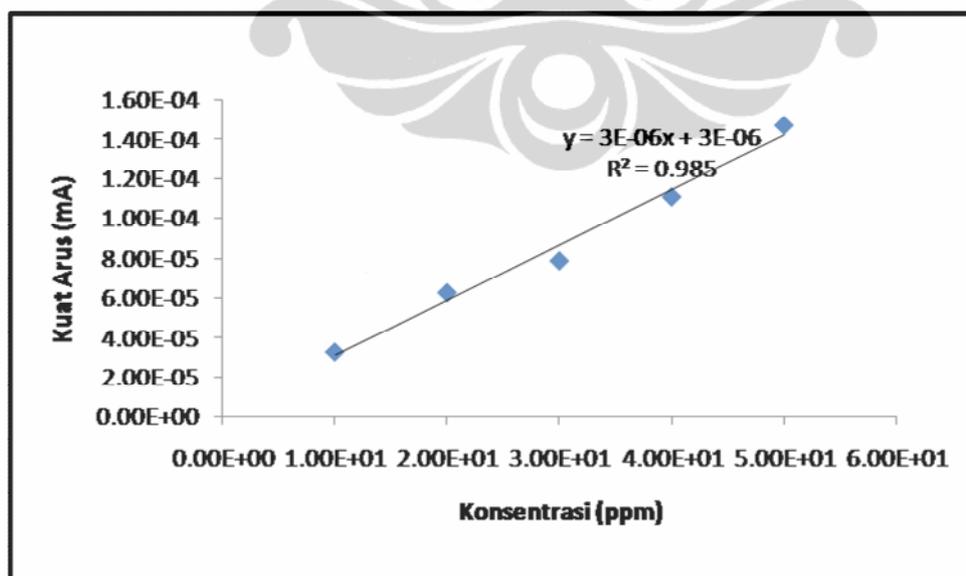
4.1.2.4 Penentuan Kalibrasi Ion Cu^{2+}

Logam tembaga mempunyai dua keadaan teroksidasi yaitu +2 dan +1 sehingga untuk logam Cu didapat dua puncak voltamogram terlihat jelas pada Gambar 4.8. Dari voltamogram bisa disimpulkan bahwa puncak yang pertama adalah perubahan Cu menjadi Cu^+ dengan E^0 sebesar 0,34 dan dari data voltamogram didapat harga potensial antara 0,272 V sampai 0,472V, sedangkan puncak kedua kemungkinan untuk Cu^+ menjadi Cu^{2+} dengan E^0 sebesar 0,52 V dan dari voltamogram didapat harga potensial untuk puncak kedua adalah antara 0,724 V sampai 0,764 V .



Gambar 4.8 *Anodic stripping voltamogram* ion Cu^{2+} dalam HCl 0,1 M dengan variasi konsentrasi (ppm) pada elektoda BDD. Pada potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s, waktu deposisi 60 detik.

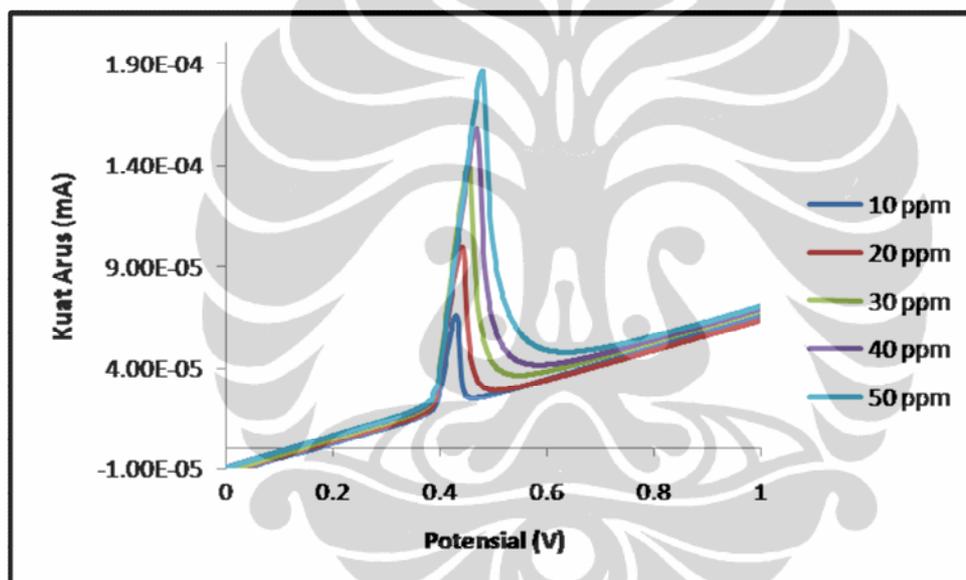
Gambar 4.9. menunjukkan kurva kalibrasi dari ion Cu^{2+} dengan variasi konsentrasi 10 ppm, 20 ppm 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm. Data diambil dari puncak pertama yang merupakan puncak oksidasi dari Cu^{2+} . Pada gambar terlihat bahwa terjadi peningkatan arus dengan meningkatnya konsentrasi ion tembaga. Penambahan arus yang linear ini ditunjukkan dengan harga R^2 sebesar 0,985.



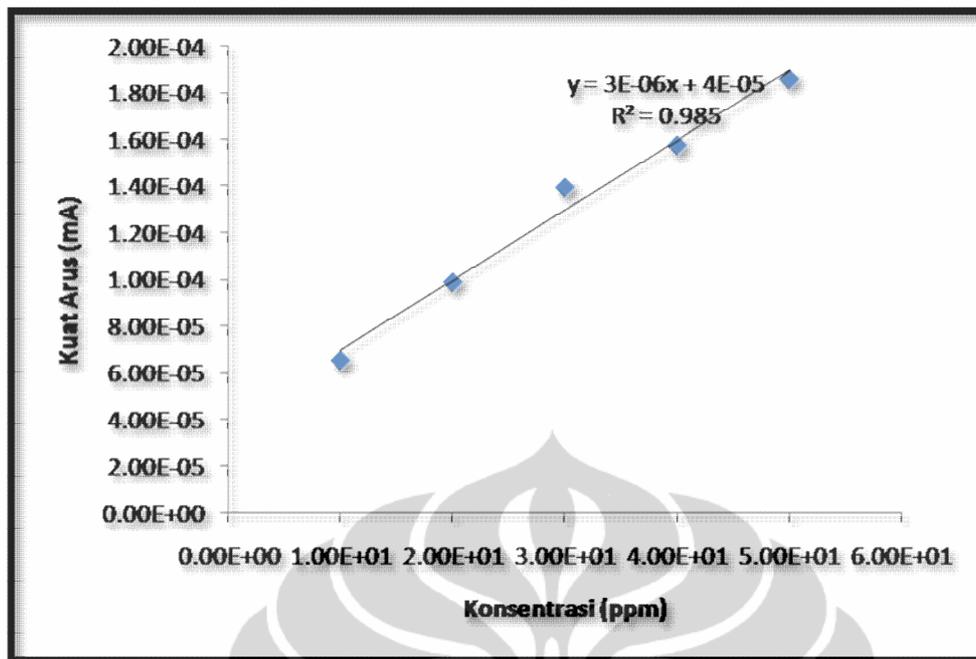
Gambar4.9 Kurva kalibrasi Cu diekstrak dari Gambar 4.8

4.1.2.5 Penentuan Kalibrasi Ion Hg^{2+}

Anodic stripping voltametry pada logam merkuri dengan variasi konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm ditunjukkan pada Gambar 4.10. Pada voltamogram terlihat arus meningkat secara linear dengan bertambahnya konsentrasi ion Hg dalam larutan walaupun arus *background* tidak sama dengan logam-logam lainnya tapi kurva kalibrasi yang dihasilkan cukup linear hal ini menunjukkan bahwa logam Hg dapat dianalisis dengan baik dalam bentuk ion tunggal, penentuan kurva kalibrasi logam Hg dilakukan pada scan rate 0,10 V/s, potensial deposisi -1,0 V dan waktu deposisi 60 detik. Dari voltamogram didapat harga potensial Hg sebesar 0,432V sampai 0,478 V.



Gambar 4.10 *Anodic stripping voltamogram* ion Hg^{2+} pada elektoda BDD, potensial deposisi -1,0 V, scan rate 0,1 V/s dan waktu deposisi 60 detik



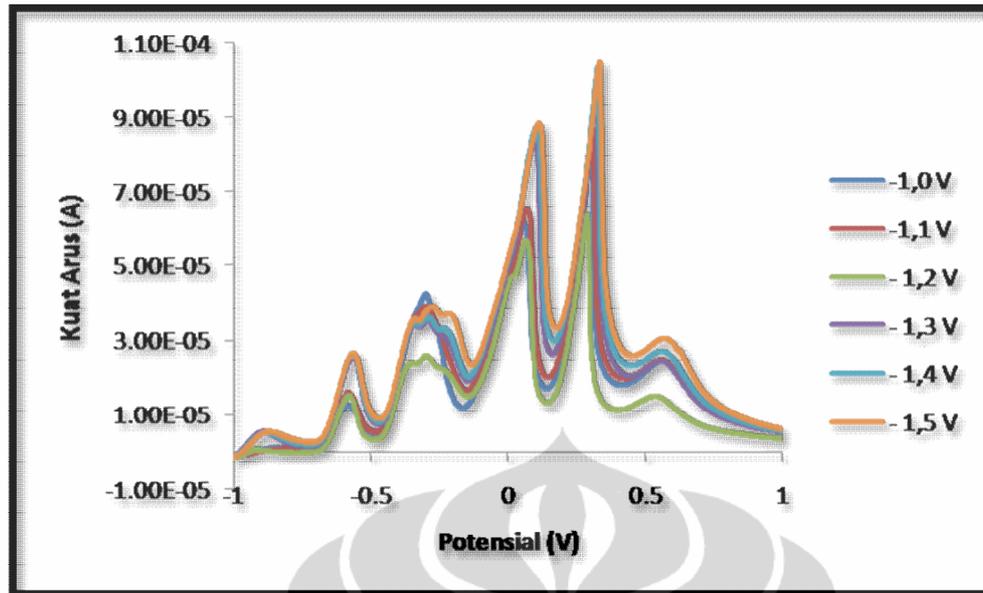
Gambar 4.11 Kurva kalibrasi ion Hg^{2+} diekstrak dari gambar 4.10

Dari kurva kalibrasi untuk pengukuran yang ion logam Hg^{2+} diperoleh harga $R^2 = 0,985$, hal tersebut menunjukkan bahwa deteksi ion Hg^{2+} dapat dengan baik dilakukan pada elektroda *boron-doped diamond* dengan menggunakan metode *anodic stripping voltammetry*.

4.2 Optimasi Pengukuran untuk Logam Campuran

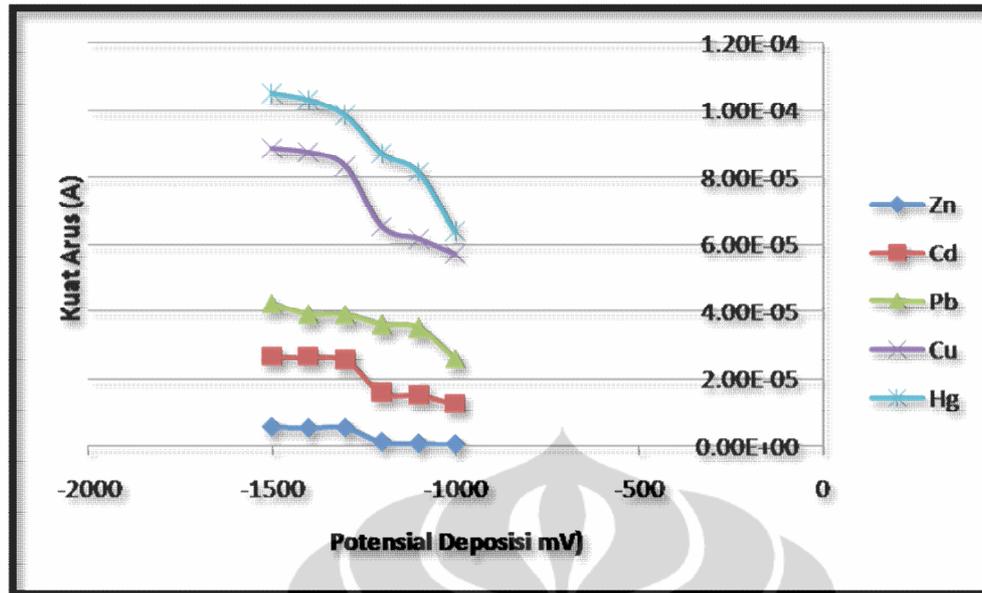
4.2.1 Penentuan Potensial Deposisi Optimum

Potensial deposisi adalah besarnya potensial yang dibutuhkan untuk mereduksi ion logam yang berada didalam larutan menjadi ion logam pada permukaan elektroda. Penentuan potensial deposisi dilakukan dengan melakukan variasi potensial deposisi -1,0 V, -1,1 V, -1,2 V, -1,3 V, -1,4 V, -1,5 V pada larutan dengan konsentrasi 10 ppm dan rentang potensial yang digunakan dari -1,5 V sampai + 1,5 V, dengan waktu 45 detik dan *scan rate* 0,25 V/s. Stripping voltamogram dengan variasi potensial deposisi ditunjukkan pada gambar 4.12 .



Gambar 4.12 *Anodic stripping* Voltamogram dengan variasi potensial deposisi campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam larutan HCl 0.1 M . Pada *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.

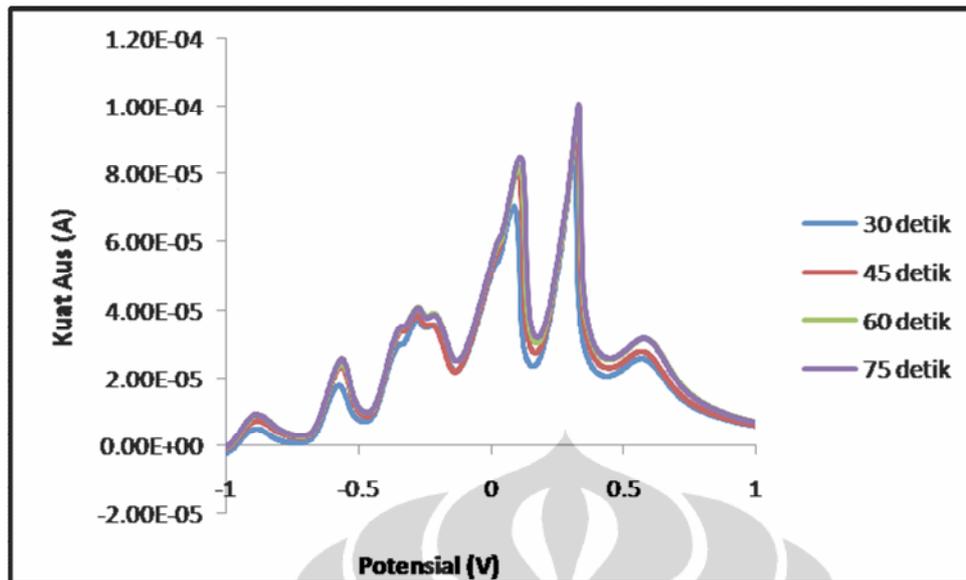
Pada gambar 4.13 terlihat bahwa dengan pemberian potensial deposisi yang semakin besar, maka arus yang dihasilkan juga akan semakin besar. Dengan pemberian potensial deposisi yang semakin besar maka kemampuan untuk mereduksi ion logam yang berada dalam larutan menjadi logam juga semakin besar. Jumlah logam yang berinteraksi dengan permukaan elektroda akan membuat jumlah logam yang dioksidasi pada saat *stripping* juga semakin besar dan ini akan sebanding dengan jumlah arus yang dihasilkan. Dari gambar terlihat bahwa arus terus meningkat samapi potensial deposisi -1,3 V, setelah itu tidak terjadi kenaikan yang signifikan pada setiap logam, hal tersebut menunjukkan bahwa padaa potensial deposisi -1,3 V semua ion logam telah tereduksi secara sempurna menjadi logamnya.



Gambar 4.13 Alur respon arus terhadap variasi potensial deposisi data diekstrak dari gambar 4.12

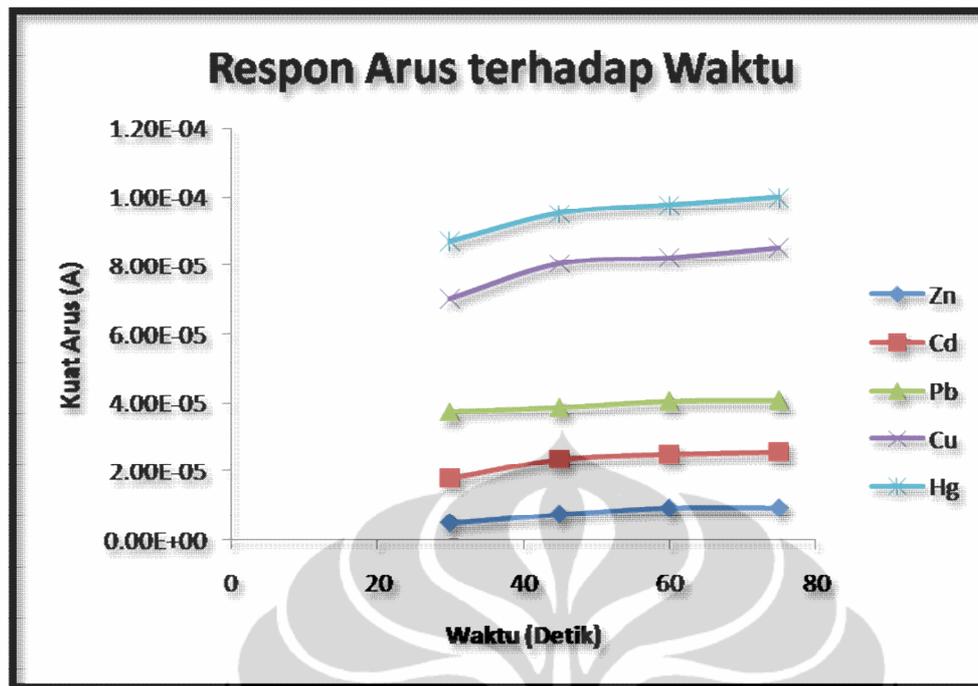
4.2.2 Penentuan Waktu Deposisi Optimum

Waktu deposisi adalah waktu yang dibutuhkan untuk mereduksi ion logam menjadi logamnya pada permukaan elektroda. Pada konsentrasi rendah diperlukan waktu deposisi yang lebih lama, hal ini dimaksudkan agar semua logam yang berada dalam bentuk ionnya dapat tereduksi sempurna menjadi logam pada permukaan elektroda. Dengan demikian ketika proses *stripping* terjadi besar arus anodik yang terukur akan sebanding dengan konsentrasi ion logam yang terdapat dalam larutan. Untuk pendeteksian pada konsentrasi yang tinggi waktu deposisi yang singkat diperlukan untuk mencegah penjumlahan pada permukaan elektroda. Oleh karena itu dilakukan penentuan waktu deposisi dengan variasi 30, 45, 60, dan 75 detik. Voltamogram stripping terdapat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.14 *Anodic stripping voltammogram* pengaruh variasi waktu (detik) pada campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) pada konsentrasi 10 ppm dalam larutan HCl 0,1 M. Pada potensial deposisi -1,3 V dan *scan rate* 0,25 V/s.

Gambar 4.12 memperlihatkan dengan bertambahnya waktu deposisi, maka arus yang dihasilkan akan semakin meningkat karena dengan bertambahnya waktu deposisi, maka kesempatan untuk mereduksi ion logam yang ada didalam larutan menjadi semakin besar sehingga arus anodik yang dihasilkan akan meningkat.



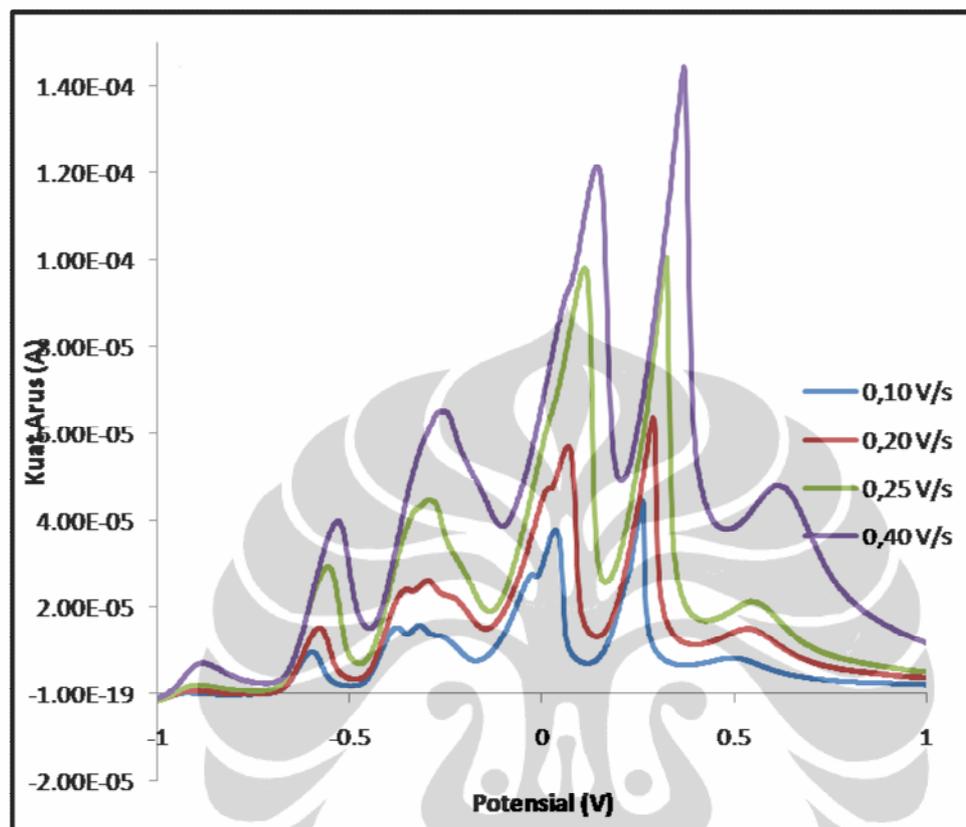
Gambar 4.15 Respon arus terhadap variasi waktu data diekstrak dari Gambar 4.14

Gambar 4.14 memperlihatkan dengan bertambahnya waktu deposisi, maka arus yang dihasilkan akan semakin meningkat karena dengan bertambahnya waktu deposisi, maka kesempatan untuk mereduksi ion logam yang ada didalam larutan menjadi semakin besar sehingga arus anodik yang dihasilkan akan meningkat. Dari Gambar 4.15 yang memperlihatkan respon arus terhadap variasi waktu terlihat terjadi peningkatan arus cukup tinggi dari 30 detik menjadi 45 detik tetapi pada saat waktu deposisi menjadi 60 detik arus tidak mengalami kenaikan yang signifikan bahkan pada saat waktu 75 detik kuat arus yang dihasilkan hampir sama, hal ini menunjukkan bahwa pada saat waktu 45 detik tidak ada lagi ion logam yang direduksi menjadi logamnya.

4.2.3 Penentuan *scan rate* optimum

Penentuan *scan rate* dilakukan dengan melakukan variasi *scan rate* dari 0,1, 0,2, 0,2, 0,4 V/s pada larutan campuran logam dengan konsentrasi 20 ppm dengan rentang potensial -1,5 V hingga 1,5 V dengan waktu deposisi 45 detik dan

potensial deposisi -1,3 V. Stripping voltamogram campuran ion logam dengan konsentrasi 10 ppm dengan variasi *scan rate* ditunjukkan pada Gambar 4.16.



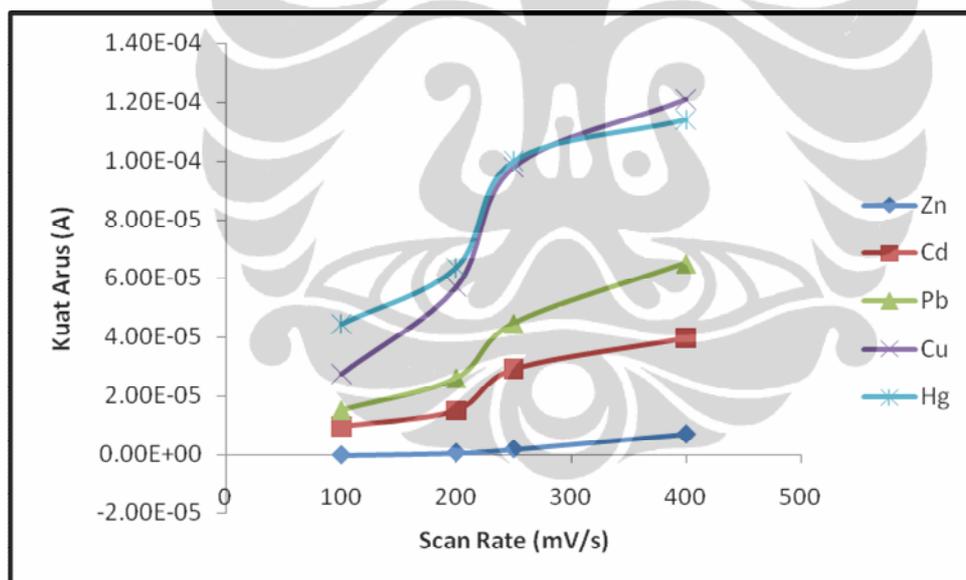
Gambar 4.16. Anodic stripping voltamogram pada elektroda BDD dengan variasi *scan rate* pada campuran ion logam (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Hg^{2+}) dengan konsentrasi masing-masing 10 ppm dalam larutan HCl 0,1 M. Pada potensial deposisi -1,3 V dan waktu deposisi 45 detik.

Berdasarkan Gambar 4.16 terlihat bahwa semakin besar *scan rate* yang digunakan maka akan semakin besar arus yang dihasilkan karena *scan rate* dapat mempertebal lapisan difusi. *Scan rate* yang besar membuat transfer elektron lebih mudah terjadi hal ini mengakibatkan jumlah arus yang digunakan juga akan semakin besar, sedangkan *scan rate* yang kecil akan membuat transfer elektron ke permukaan elektroda akan terhambat sehingga arus yang dihasilkan menjadi kecil.

Gambar 4.16 juga memperlihatkan terjadinya pergeseran potensial terhadap puncak oksidasi seiring dengan besarnya *scan rate* yang digunakan. Nilai potensial akan bergeser ke puncak yang lebih positif, hal ini membuktikan bahwa dengan

penggunaan *scan rate* yang semakin besar diperlukan potensial yang lebih positif agar reaksi oksidasi dapat terjadi. Hal tersebut disebabkan transfer elektron agak lambat sehingga kesetimbangan tidak terjadi dengan cepat dibandingkan *scan rate*.

Scan rate yang rendah baik untuk keberlangsungan proses oksidasi, pada penggunaan *scan rate* yang rendah, analit dapat kontak dengan elektroda dalam waktu yang lama sehingga logam yang menempel pada permukaan elektroda dapat teroksidasi dengan baik. Akan tetapi penggunaan *scan rate* yang rendah dapat memacu terjadinya reaksi lain dalam matriks sehingga mengganggu proses oksidasi. Sebaliknya penggunaan *scan rate* yang terlalu tinggi dapat membuat reaksi oksidasi menjadi tidak sempurna. Hal ini terjadi karena waktu kontak analit dengan elektroda terlalu cepat, dari data yang diperoleh didapat kalau *scan rate* optimum adalah 0,25 V/s.

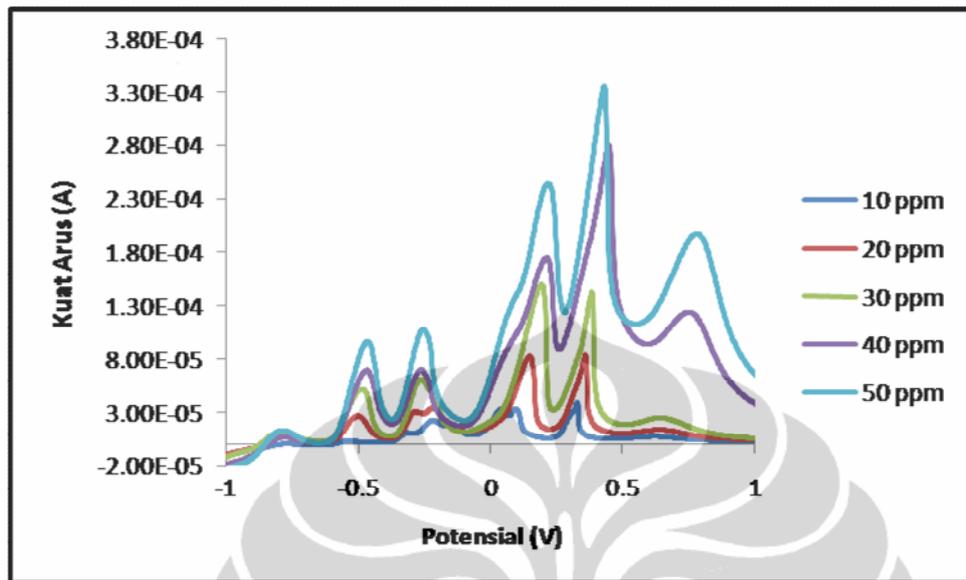


Gambar 4.17 Alur respon arus terhadap variasi scan rate data diekstrak dari Gambar 4.16

4.3 Kurva Kalibrasi Ion Logam Campuran

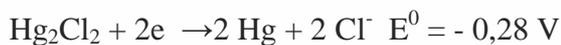
Untuk menentukan kalibrasi ion logam campuran dilakukan pengukuran logam dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan kondisi yang diperoleh pada tahap optimasi yaitu pada potensial deposisi -1,3 V, scan rate 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.

Hasil voltamogram dari kalibrasi untuk ion logam campuran dapat dilihat pada Gambar 4.18



Gambar 4.18 *anodic stripping* voltamogram ion logam campuran dengan variasi konsentrasi (ppm) pada elektroda BDD. Pada potensial deposisi -1,3 V, *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik

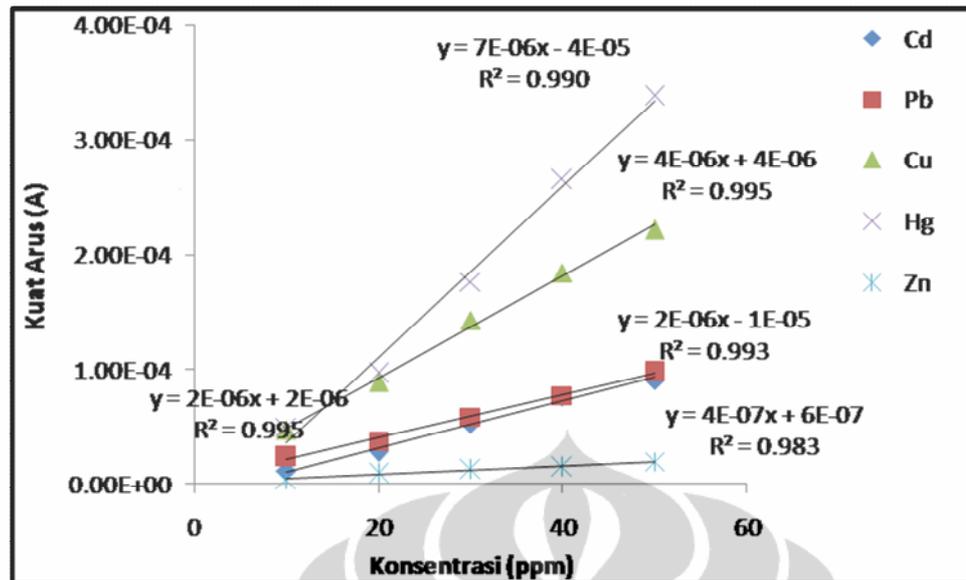
Untuk 5 ion logam campuran menghasilkan 6 buah puncak. Bila dilihat dari harga potensial oksidasinya yaitu



Maka ion yang terlebih dahulu mengalami stripping adalah logam Zn, karena logam tersebut mempunyai potensial reduksi yang paling kecil diikuti logam Cd,

Pb, Cu dan Hg, bila dilihat voltamogram yang dihasilkan terlihat bahwa puncak Zn sangat rendah dibandingkan ketika logam tersebut dianalisis secara tunggal hal tersebut kemungkinan dipengaruhi oleh logam lain, karena logam Zn yang mempunyai potensial oksidasi terbesar dibandingkan logam lain yang dianalisis. Hal tersebut dapat dijelaskan pada saat terjadi proses reduksi dari ion Zn^{2+} menjadi logam Zn pada permukaan *boron-doped diamond*, dalam proses ini Zn mengalami pencampuran dengan logam-logam lainnya, kemudian setelah dilakukan *scanning* logam Zn akan mengalami oksidasi yang paling pertama akan tetapi proses oksidasi itu hanya terjadi pada logam Zn lapisan atas saja, sedangkan logam Zn yang berada dibawah logam lain tidak mengalami oksidasi. Oksidasi logam Zn lebih lanjut baru terjadi setelah logam di atasnya mengalami oksidasi lebih dulu hal ini mengakibatkan logam Zn akan menaikkan arus yang terukur pada logam yang di atasnya.

Potensial puncak kedua yang terukur adalah potensial puncak milik logam Cd sesuai dengan urutan potensial oksidasinya dari voltamogram terlihat terjadi kenaikan yang cukup linear begitu juga untuk logam Pb dan Cu. Kemudian pada saat dideteksi secara simultan disini ditemukan puncak keenam puncak yang terakhir adalah kemungkinan untuk puncak logam Cu, karena pada saat dideteksi dalam bentuk ion tunggal logam Cu juga menghasilkan dua puncak dan bila dilihat dari harga potensialnya sebesar 0,626 V -0,738 V, maka harga ini mendekati potensial yang diperoleh dari pengukuran logam tunggal untuk puncak Cu yang kedua yaitu antara 0,724 V sampai 0,764 V. Dari voltamogram terlihat pada konsentrasi yang rendah puncak tersebut tidak terlalu terlihat tetapi ketika konsentrasi bertambah puncak bertambah tinggi dan melebar hal tersebut kemungkinan disebabkan untuk reaksi oksidasi yang kedua secara kinetika reaksi berjalan lambat.. Kemungkinan lain ada pelarutan logam-logam lain oleh Hg membentuk *alloy* dan *alloy* ini kemungkinan akan keluar bersama-sama pada puncak terakhir. Kurva kalibrasi untuk logam campuran terdapat pada gambar 4.19



Gambar 4.19 Kurva kalibrasi Logam Campuran data diekstrak dari Gambar 4.18

Berdasarkan kurva kalibrasi pada Gambar 4.19 terlihat bahwa kemiringan kurva yang terbentuk makin kekanan makin besar dan gradien kurva naik dari Zn, Cd, Pb, Cu dan Hg hal ini berbeda ketika logam dianalisis secara tunggal. Pada saat logam dianalisis secara tunggal terlihat sebuah pola semakin besar nilai potensial dari puncak maka kemiringan kurva kalibrasi dari puncak tersebut makin kecil.

Penyebab dari peristiwa tersebut adalah karena pada awalnya semua ion logam tereduksi semua di permukaan elektroda dalam bentuk campuran dengan komposisi yang homogen, kemudian pada saat terjadi scanning pada awalnya potensial pada elektroda adalah negatif, maka logam Zn adalah logam yang paling pertama dioksidasi. Dalam proses ini hanya logam Zn yang berada dipermukaan elektroda saja yang dioksidasi sedangkan logam yang dibawahnya logam lain tidak ikut teroksidasi sehingga arus yang diukur menjadi lebih kecil dibandingkan bila dianalisis dalam bentuk ion

Kemudian potensial dinaikan dan logam yang berikutnya yang teroksidasi adalah Cd, pada saat Cd yang teroksidasi arus yang terukur cukup besar karena lapisan permukaan yang berupa logam Zn sudah terbuka sehingga kemungkinan lebih banyak lapisan logam Cd yang terbuka dan akan teroksidasi. Selain itu setelah logam Cd teroksidasi maka logam Zn yang berada dibawah Cd akan ikut dioksidasi kemudian apabila dibawah logam Zn ada logam Cd yang lain maka

logam Cd akan ikut teroksidasi juga sehingga arus yang terukur adalah arus logam Zn dan Cd

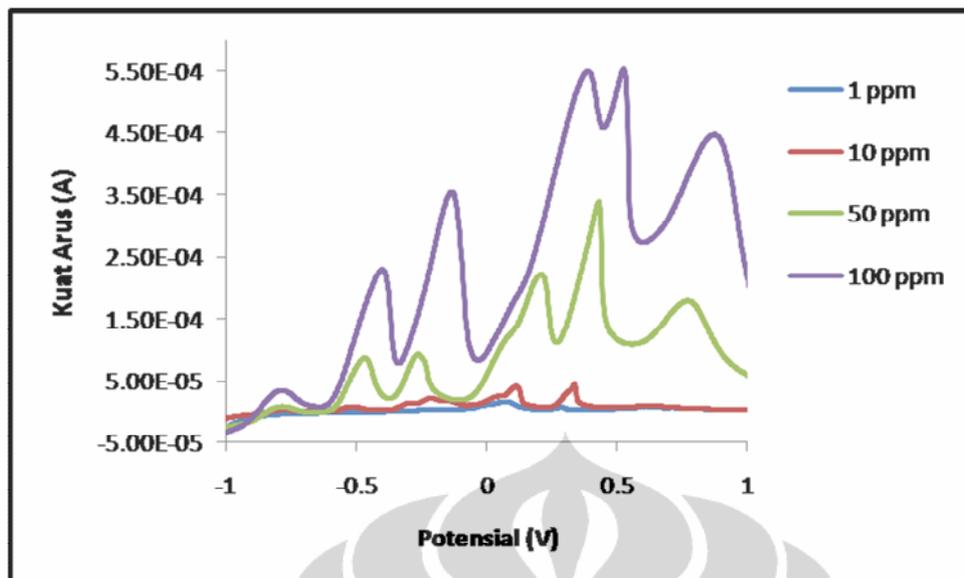
Pada kenaikan potensial berikutnya logam Pb yang mengalami oksidasi, pada saat logam Pb teroksidasi maka logam Cd dan Zn yang berada dibawah lapisan Pb ikut teroksidasi maka arus yang terukurpun merupakan arus dari logam Pb, Zn dan Cd. Sehingga arus yang terukur semakin lama semakin naik karena jumlah logam yang teroksidasi semakin banyak. Hal tersebut berlaku juga untuk logam Cu dan Hg. Untuk penentuan kurva kalibrasi puncak ke 6 tidak dihtung karena arus *backgroundnya* berbeda dengan logam lain dan tidak linear. Maka kalibrasi dari Cu diambil dari puncak ke empat.

4.4 Penentuan Batas Deteksi

Batas deteksi alat biasa disebut LOD (*limit Of detection*) ditentukan untuk mengetahui kadar minimal logam yang dapat dideteksi oleh elektroda *boron doped diamond* , pengukuran batas deteksi dilakukan dengan menentukan konsentrasi manakah yang memberikan arus paling linear.

Dalam penelitian ini dilakukan dua cara untuk menentukan batas deteksi, cara pertama dengan melakukan pengukuran logam dengan variasi konsentrasi 1ppm, 10 ppm, 50 ppm dan 100 ppm, tujuan dari cara ini adalh untuk mengetahui pada rentang konsentrasi berapakah voltamogram terlihat jelas. Sebenarnya tahapan ini bukanlah untuk mencari nilai pasti dari LOD tetapi tahapan untuk menentukan variasi konsentrasi yang akan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

Cara kedua adalah dengan menggunakan rumus persamaan $LOD = a + 3So$ dan cara ini memerlukan persamaan kurva linear dari logam yang sudah dikalibrasi, jadi perhitungan baru dapat dilakukan setelah kurva kalibrasi diperoleh. Dengan menggunakan cara ini maka nilai LOD dapat ditentukan dengan pasti.



Gambar 4.20 Anodic stripping voltamogram penentuan LOD dengan variasi konsentrasi (ppm) pada elektroda BDD. Pada potensial deposisi -1,3 V. *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.

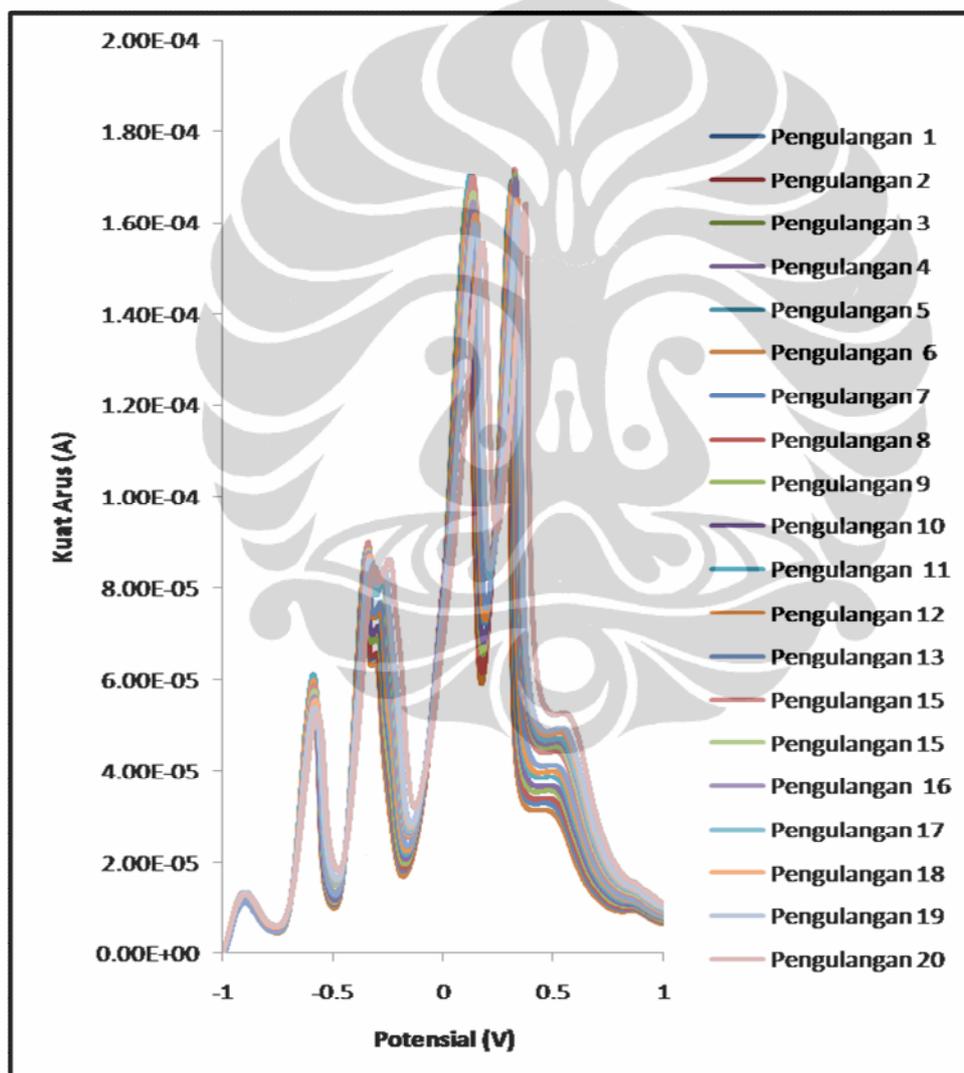
Gambar 4.20 menunjukkan voltamogram yang diperoleh untuk konsentrasi ion logam campuran masing-masing 1 ppm, 10 ppm, 50 ppm dan 100 ppm., pengukuran dilakukan pada potensial deposisi -1300 mV, scan rate 250 mV/s dan waktu deposisi 45 menit.

Dari voltamogram pada Gambar 4.20 di atas diketahui bahwa semua puncak ion logam campuran baru terlihat pada konsentrasi 10 ppm karena pada saat konsentrasi 1 ppm masih ada puncak campuran yang tidak terlihat yaitu logam Zn dan Cd berdasarkan data tersebut maka dibuatlah kurva kalibrasi dengan memvariasikan konsentrasi dari 10 ppm sampai dengan 50 ppm.

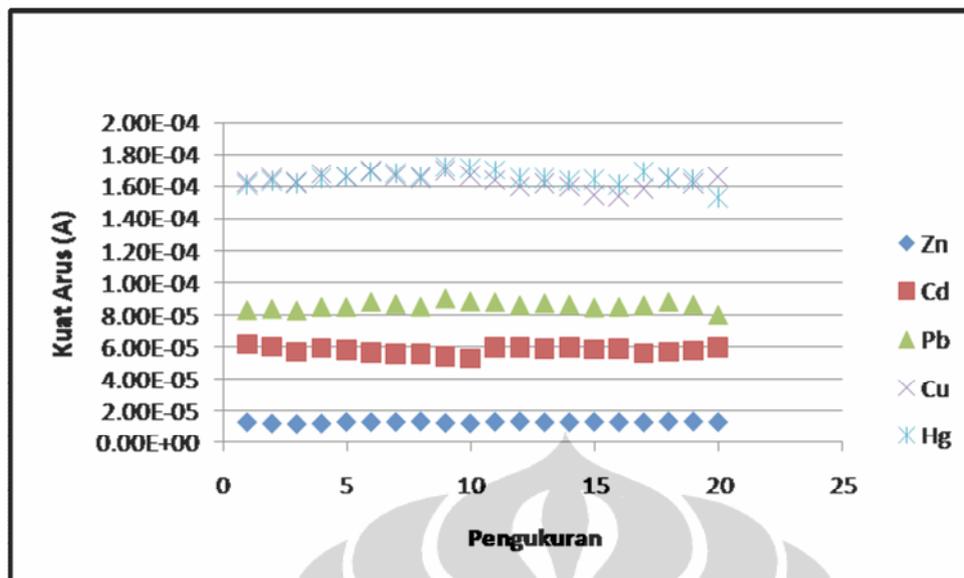
Dari data perhitungan maka didapatkan batas deteksi (LOD) logam Zn sebesar 7,42 ppm, logam Cd sebesar 1,48 ppm, logam Pb sebesar 1,48 ppm, logam Cu sebesar 0,74 ppm, dan logam Hg sebesar 0,42 ppm. Batas deteksi yang diperoleh untuk logam Zn, Cd, Pb dan Hg masih di atas ambang batas yang diperbolehkan oleh peraturan menteri kesehatan tentang air minum, kecuali untuk tembaga karena ambang batas tembaga sebesar 2 ppm. (PERMENKES, 2002)

4.5 Penentuan Kedapatan Ulangan (*reproducibility*)

Pengukuran kedapat ulangan dilakukan untuk mengetahui presisi dari data yang diperoleh, pengukuran dilakukan pada konsentrasi terendah. Pada penelitian ini dilakukan pada konsentrasi 10 ppm, pengukuran dilakukan pada potensial deposisi -1,3 V, *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik. Untuk penentuan kedapat ulangan dilakukan pengukuran berulang (20 kali secara berturut-turut). Voltamogram hasil pengukuran kedapat ulangan dan respon arus dapat dilihat pada Gambar 4.22 dan Gambar 4.23



Gambar 4.21 *Anodic stripping* voltamogram *Reproducibility* pada campuran ion logam 10 ppm dalam HCl 0,1 M pada elektroda BDD. Pada potensial deposisi -1,3 V *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.



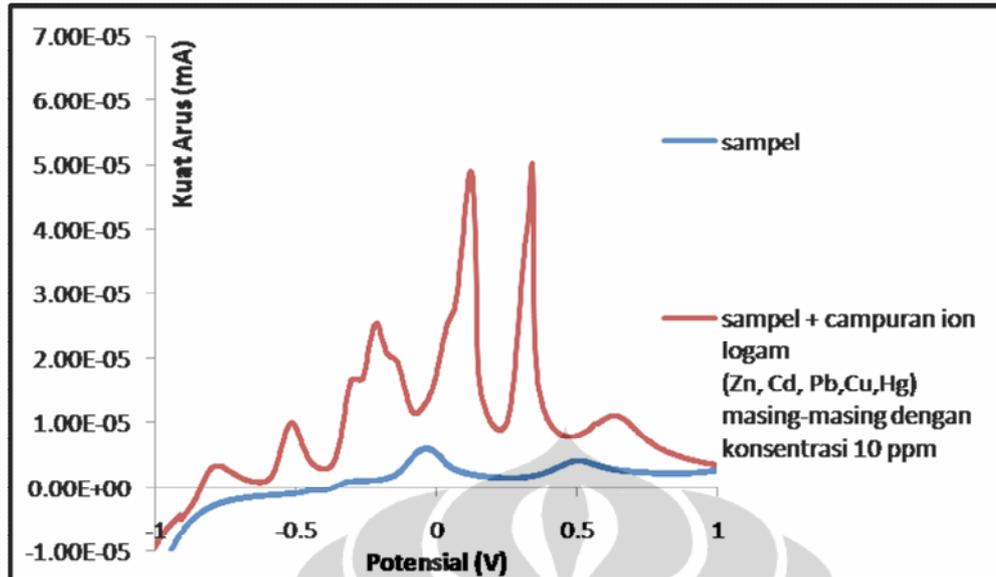
Gambar 4.22 Respon arus terhadap banyaknya pengukuran data diekstrak dari Gambar 4.21

Dari hasil perhitungan diperoleh harga RSD (*relative standard deviation*) untuk masing-masing logam adalah Zn sebesar 3,77% , Cd sebesar 3,72% , Pb sebesar 2,72% , Cu sebesar 2,66% dan Hg sebesar 2,59% . Hasil RSD tersebut menunjukkan kedapat ulangan yang baik .

4.6 Aplikasi untuk Analisis Kandungan Logam dalam Sampel Air

Aplikasi dilakukan terhadap sampel air dalam kemasan, sampel air yang akan diukur kandungan logamnya disiapkan dengan cara menambahkan konsentrasi ion logam dalam sampel masing-masing 10 ppm dan menggunakan elektrolit yang sama HCl 0,1 M. Kondisi pengukuran pada potensial deposisi -1,3 V, *scan rate* 0,25 V/s, waktu deposisi 45 detik.

Gambar 4.23 menunjukkan voltamogram sampel air yang diukur dengan penambahan campuran ion logam Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+} masing-masing 10 ppm dibandingkan dengan voltamogram sampel air yang tidak ditambahkan ion logam, pada saat ion logam belum ditambahkan sampel air didapatkan voltamogram yang mempunyai satu puncak dan dilihat dari nilai potensial yang diperoleh maka puncak tersebut adalah milik ion Cu^{2+} ,



Gambar 4.23 Anodic stripping voltampogram pengukuran sampel air minum dalam kemasan tanpa dan dengan penambahan konsentrasi ion logam masing-masing dengan konsentrasi 10 ppm pada elektroda BDD. Pada potensial deposisi -1,3 V *scan rate* 0,25 V/s dan waktu deposisi 45 detik.

Berdasarkan peraturan menteri kesehatan kadar seng yang diperbolehkan maksimal 3 ppm, cadmium 0,003 ppm, tembaga 2 ppm, timbal 0,01 ppm dan merkuri 0,001 ppm (PERMENKES, 2002). Dari data sampel air yang diuji menunjukkan kandungan logam-logam yang terdapat dalam sampel hanya tembaga yang dapat terdeteksi sebesar 1,01 ppm (tanpa penambahan ion logam) dan 1,4 ppm (dengan penambahan ion logam) dan hasil pengukuran ditampilkan pada tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Pengukuran Kandungan Ion Logam dalam Sampel

Logam	Konsentrasi dalam sampel		Persen Kesalahan
	Tanpa penambahan ion logam	Dengan penambahan ion logam masing-masing dengan konsentrasi 10 ppm	
Seng	tidak terdeteksi	10,00 ppm	0%
Cadmium	tidak terdeteksi	9,92 ppm	0,8%
Timbal	tidak terdeteksi	9,30 ppm	7%
Tembaga	1,01 ppm	11,40 ppm	3,9%
Merkuri	tidak terdeteksi	9,90 ppm	1%

Berdasarkan tabel 4.1 terlihat persen kesalahan dalam pengukuran sampel terhadap konsentrasi ion logam yang ditambahkan antara 0% sampai 7%, persen kesalahan tersebut dapat disebabkan kesalahan dalam pembuatan larutan atau dapat juga karena pembersihan permukaan elektroda yang kurang sempurna. Dari data voltamogram sampel tanpa penambahan ion logam (Gambar 4.23) terdapat puncak yang sesuai dengan ion Cu^{2+} , berdasarkan hasil perhitungan konsentrasi ion Cu^{2+} yang terdapat dalam sampel air minum tanpa penambahan ion logam dalam larutan sebesar 1,01 ppm. Bila dilihat dari batas deteksi dan berdasarkan nilai ambang batas yang diatur tentang kandungan ion logam berat dalam air minum hanya ion tembaga yang dapat mendeteksi dibawah ambang batas yang diperbolehkan, sedangkan untuk logam lain batas deteksi yang diperoleh masih diatas ambang batas yang diperbolehkan.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Deteksi campuran 5 ion logam berat (Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+}) dapat dilakukan secara simultan dengan metode *anodic stripping Voltammetry*.
2. Kondisi optimum pengukuran ion logam campuran dilakukan pada potensial deposisi -1,3 V, waktu deposisi 45 detik, scan rate 0,25 V/s.
3. Puncak oksidasi diperoleh pada potensial -0,8 V, -0,5 V, -0,3 V, 0,2 V, dan 0,4 V untuk logam Zn, Cd, Pb, Cu, dan Hg berturut-turut.
4. Batas deteksi yang diperoleh untuk ion Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} dan Hg^{2+} masing-masing sebesar 7,42 ppm; 1,48 ppm; 1,48 ppm; 0,74 ppm dan 0,43 ppm.
5. Kedapat ulangan yang baik ditunjukkan dengan RSD untuk ion Zn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , dan Hg^{2+} masing-masing adalah 3,77 %, 3,72 %, 2,72 %, 2,66%, dan 2,59%.
5. Uji aplikasi dilakukan pada sampel air minum dalam kemasan dengan persen kesalahan dari 0% sampai 7%.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menurunkan batas deteksi.
2. Perlu adanya penelitian lebih lanjut dalam pemilihan larutan elektrolit yang digunakan serta pengaturan pH dalam deteksi ion logam secara simultan.
3. Hasil perlu dibandingkan dengan metode konvensional yang biasa digunakan misalnya AAS.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfaro, Marco Antonio Quiroz (2006), *Boron doped diamond electrode for the wastewater treatment* J. Braz. Chem. Soc. vol.17 no.2 São Paulo Mar./Apr. 2006
- Anna Vladimirova, Znoeva.(2006), *The Improvement of Anodic Stripping Voltametric (ASV) Method of Cadmium and Mercury Determination*.The Master Thesis 117
- Anodic Stripping Voltametry*.(n.d). 22 Nopember 2010
<http://www2.msu.edu/course/chem837/anodicstrippingvoltametry.pdf>
- Asghari, Alireza.(2005) *Simultaneous Determination of Trace Amount of Lead and Zinc by Adsorptive Cathodic Stripping Voltametry*, The Malaysian Journal of Analytical Science. Vol. 12 No 2 410 – 418.
- Aurelia, Inezia. (2005). *Studi modifikasi glassy carbon dengan teknik elektrodeposisi iridium oksida untuk aplikasi sebagai elektroda sensor arsen (III)*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI.
- Bannon, Desmond I (20001), et . al.*Anodic Stripping Voltammetry Compared with Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry for Blood Lead Analysis*. Clinical Chemistry 47.1703-1704.
- C. Ball, John (1998) et.al *Theory of Anodic Stripping Voltametry Wall Jet Electrode Simulation of Spatially Different Stripping and Redeposition Phenomena*, J. Chem. B 1998, 102, 162 -166
- C. Ribeiro, Mauro et.al. (2006) *The Influence of Electrochemical Pre-Treatment of B-Doped Diamond Films on the Electrodeposition of Pt* J. Braz. Chem. Soc., Vol. 17, No. 4, 667-673.
- C. Vieira dos Santos, Allan and Jorge C. Masini (2006) *Development of a sequential injection anodic stripping voltammetry (SI-ASV) method for determination of Cd(II),Pb(II) and Cu(II) in wastewater samples from coatings industry* Anal Bioanal Chem (2006) 385: 1538–1544
- Experiment 5: Cyclic voltammetry*.(n.d). 10 Mei 2010
www2.chemistry.msu.edu/courses/.../cem372cyclicvoltammetry.pdf

- Fengbin, Liu. Et. al. (2006) *Effects of the surface- adsorption of boron-doped diamond electrode on its electrochemical behavior* Chinese Science Bulletin 2006 Vol. 51 No. 15 1903—1908
- Ferreira, N.G., et.al. (1999) *Electrochemical Characterization on Semiconductors CVD Diamond Electrodes* Brazilian Journal of Physics, vol. 29, no. 4.
- Fujishima, Akira et.al. (ed) (2005) *Diamond Electrochemistry* Elsevier B.V.
Harvey, D. (2000). *Modern analytical chemistry*, Int. edition. McGraw-Hill. United State. Page 508 - 509.
- Hee Yoon, Jang et.al. (2010) *Simultaneous Detection of Cd (II), Pb (II), Cu (II), and Hg (II) Ions in Dye Waste Water Using a Boron Doped Diamond Electrode with DPASV* Bull. Korean Chem. Soc. **2010**, Vol. 31, No. 1
- J.S. Barbeira, Paulo and Nelson R Stradiotto (1997), *Simultaneous determination of trace amount of Zinc, Lead and copper in Rum by Anodic Stripping Voltametry*. Talanta 44 185-188
- Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 907/MENKES/SK/VII/2002 Tentang Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum <http://www.airminumisiulang.com/file-download/PERMENKES%202002.pdf>
- Kraft, Alexander (2007), *Doped Diamond: A Compact Review on a New, Versatile Electrode Material* Int. J. Electrochem. Sci., 2 355 - 385
- Linear sweep voltammetry/cyclic voltammetry*. (n.d). 15 mei 2010.
http://www.basinc.com/mans/EC_epsilon/Techniques/CycVolt/cv.html
- List of periodic table 19 Nopember 2010
<http://www.webelement.com/periodicity>
- Martinez-Huitle, C.A. et.al. (2008). *Electrochemical Oxidation of Oxalic Acid in the Presence of Halides at Boron-Doped Diamond Electrode* J. Braz. Chem. Soc., Vol. 19, No. 1, 150-156, 2008.
- Oguchi, Tamio, (2008) *Electronic structure of boron-doped diamond with B-H complex and B pair* Sci. Technol. Adv. Mater. 9
- Pleskov, Yu V, (1999) *Synthetic diamond in electrochemistry* Russian Chemical Reviews 68 (5) 381 ± 392
- Properties of element 20 Nopember 2010
<http://lentech.com/periodic/element>

- Wang, Joseph.(2000) *Analytical Electrochemistry*, USA. John Willey and Son. Inc.
- Wijaya, Lany. (2008). *Modifikasi elektroda karbon dengan nanopartikel emas dan aplikasinya sebagai sensor arsen*. Departemen Kimia. FMIPA-UI.
- Yang, Song and Greg M.Swain.(2006 *Total Inorganic Arsenic Detection in Real Water Sample Using Anodic Stripping Voltammetry and a Gold-Coated Diamond Thin-Film Electrode*. *Analytica Chimica Acta*. 2007, 593, 7-12.
- Yakun, Emil.(2009). *Deteksi Ion Logam Berat dengan Metode Anodic Stripping Voltametry* Departemen Kimia FMIPA UI.
- Yamada, Daisuke. et.al.,(2008) *Anodic stripping voltammetry of inorganic species of As³⁺ and As⁵⁺ at gold-modified boron doped diamond electrodes* *Journal of Electroanalytical Chemistry* Volume 615, Issue 2.
- Yantasee, Wassana et.al. (2003) *Voltammetric detection of lead(II) and mercury(II) using a carbon paste electrode modified with thiol self-assembled monolayer on mesoporous silica (SAMMS)* *Analyst*, 2003
- Yilmaz, Selehatin at.al (2009). *Direct Determination of Zn Heavy Metal in Tap Water of Canakkale (TURKEY) by Anodic Stripping Voltametry*. *Int J Electrochem Sci*, 4 288-294
- Yu Stozhko, Natalya et.al *Modified carbon containing electrodes in stripping voltametry of metals* . *J solid Electrochem* (2008) 12 1185-1204
- Zang, J.B., et.al. (2007) *Electrochemical behavior of high-pressure synthetic boron doped diamond powder electrodes*. *J.Electrochimica Acta* 52 (2007) 4398–4402
- Zeng, A, et.al (2002) *Stripping Voltammetric Analysis of Heavy Metals at Nitrogen Doped Diamond-Like Carbon Film Electrodes* *Electroanalysis* 2002, 14, No 18.

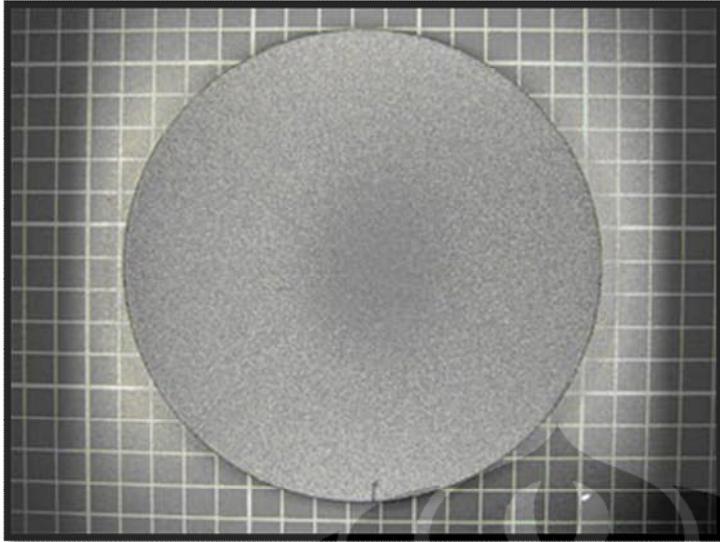
Lampiran 1 Instrumen untuk Pengukuran



Gambar susunan elektroda : elektroda kerja (hijau), elektroda pembanding (kuning), elektroda pendukung (merah).



Gambar Instrumentasi potensiostat



Gambar Elektroda *boron doped diamond*

Lampiran 2 Data respon arus untuk logam tunggal

a. Data respon arus terhadap variasi konsentrasi Logam Zn

Konsentrasi (ppm)	Kuat Arus (A)
10	5.02E-05
20	8.38E-05
30	1.05E-04
40	1.38E-04
50	1.77E-04

b. Data respon arus terhadap variasi konsentrasi Logam Cd

Konsentrasi (ppm)	Kuat Arus (A)
10	2.83E-05
20	6.72E-05
30	1.03E-04
40	1.29E-04
50	1.58E-04

c. Data respon arus terhadap variasi konsentrasi Logam Pb

Konsentrasi (ppm)	Kuat Arus (A)
10	2.92E-05
20	5.03E-05
30	6.94E-05
40	9.50E-05
50	1.24E-04

d. Data respon arus terhadap variasi konsentrasi logam Cu

Konsentrasi (ppm)	Kuat Arus (A)
10	3.25E-05
20	6.25E-05
30	7.86E-05
40	1.11E-04
50	1.47E-04

e. Data respon arus terhadap variasi konsentrasi logam Hg

Konsentrasi (ppm)	Kuat Arus (A)
10	3.98E-05
20	5.41E-05
30	6.97E-05
40	7.91E-05
50	8.87E-05

Lampiran 3 Data respon arus optimasi pengukuran

a. Data respon arus terhadap variasi *scan rate*

Scan rate (mV/s)	Zn	Cd	Pb	Cu	Hg
100	-1.06E-07 A	9.63E-06 A	1.52E-05 A	2.75E-05 A	4.44E-05 A
200	6.90E-07 A	1.52E-05 A	2.60E-05 A	5.70E-05 A	6.36E-05 A
250	1.94E-06 A	2.92E-05 A	4.46E-05 A	9.80E-05 A	1.00E-04 A
400	7.07E-06 A	3.98E-05 A	6.51E-05 A	1.21E-04 A	1.14E-04 A

b. Data respon arus terhadap variasi waktu

Waktu (detik)	Zn	Cd	Pb	Cu	Hg
30	4.86E-06 A	1.79E-05 A	3.73E-05 A	7.03E-05 A	8.69E-05 A
45	7.33E-06 A	2.35E-05 A	3.86E-05 A	8.04E-05 A	9.51E-05 A
60	9.20E-06A	2.50E-05 A	4.06E-05 A	8.21E-05 A	9.75E-05 A
75	9.23E-06 A	2.56E-05 A	4.08E-05 A	8.50E-05A	9.98E-05 A

c. Data respon arus terhadap variasi potensial deposisi

Potensial Deposisi (mV)	Zn	Cd	Pb	Cu	Hg
-1000	4.42E-07 A	1.26E-05 A	2.60E-05 A	5.70E-05 A	6.36E-05 A
-1100	6.77E-07 A	1.52E-05 A	3.51E-05 A	6.16E-05 A	8.15E-05 A
-1200	1.13E-06 A	1.59E-05 A	3.61E-05 A	6.52E-05 A	8.70E-05 A
-1300	5.23E-06 A	2.57E-05 A	3.91E-05 A	8.33E-05 A	9.84E-05 A
-1400	5.21E-06 A	2.66E-05 A	3.92E-05 A	8.74E-05 A	1.03E-04 A
-1500	5.51E-06 A	2.66E-05 A	4.23E-05 A	8.86E-05 A	1.05E-04 A

Lampiran 4 Data respon arus penentuan kedapat ulangan

Data respon arus terhadap pengulangan pengukuran

Pengukuran	Zn	Cd	Pb	Cu	Hg
1	1.28E-05	6.12E-05	8.28E-05	1.63E-04	1.61E-04
2	1.20E-05	5.97E-05	8.35E-05	1.65E-04	1.63E-04
3	1.17E-05	5.66E-05	8.26E-05	1.63E-04	1.62E-04
4	1.20E-05	5.88E-05	8.48E-05	1.68E-04	1.65E-04
5	1.30E-05	5.76E-05	8.47E-05	1.66E-04	1.66E-04
6	1.29E-05	5.63E-05	8.79E-05	1.70E-04	1.69E-04
7	1.30E-05	5.53E-05	8.65E-05	1.67E-04	1.68E-04
8	1.33E-05	5.55E-05	8.49E-05	1.65E-04	1.66E-04
9	1.24E-05	5.39E-05	9.00E-05	1.70E-04	1.72E-04
10	1.21E-05	5.27E-05	8.82E-05	1.67E-04	1.71E-04
11	1.31E-05	5.92E-05	8.77E-05	1.64E-04	1.70E-04
12	1.33E-05	5.93E-05	8.58E-05	1.60E-04	1.65E-04
13	1.28E-05	5.86E-05	8.70E-05	1.62E-04	1.65E-04
14	1.28E-05	5.95E-05	8.61E-05	1.60E-04	1.63E-04
15	1.31E-05	5.82E-05	8.44E-05	1.55E-04	1.64E-04
16	1.29E-05	5.86E-05	8.48E-05	1.54E-04	1.61E-04
17	1.28E-05	5.59E-05	8.58E-05	1.59E-04	1.69E-04
18	1.33E-05	5.65E-05	8.79E-05	1.65E-04	1.65E-04
19	1.33E-05	5.73E-05	8.61E-05	1.62E-04	1.64E-04
20	1.29E-05	5.93E-05	7.98E-05	1.66E-04	1.53E-04
Rata-rata	1.28E-05	5.75E-05	8.56E-05	1.64E-04	1.65E-04
Standar deviasi	4.83E-07	2.14E-06	2.33E-06	4.36E-06	4.28E-06
RSD	3.77%	3.72%	2.72%	2.66%	2.59%

Nilai RSD diperoleh menggunakan rumus

$$\frac{\text{Standar Deviasi}}{\text{Nilai rata - rata}} \times 100\%$$

Lampiran 5. Penentuan Batas Deteksi

a. Data respon arus logam Zn

Konsentrasi (ppm)	Zn
10	3.65E-06 A
20	8.46E-06 A
30	1.20E-05 A

Persamaan linearnya adalah $y = 4 \times 10^{-7}x - 3 \times 10^{-7}$ dengan $R^2 = 0,992$
 Nilai fungsi y dari LOD dirumuskan dengan $y = a + 3 S_o$, dimana a adalah *slope*
 dari persamaan linear tersebut dan S_o adalah besarnya *noise* dari kurva
background, dari pengukuran blanko HCl 0,1M sebesar $9,89E-07$ A, nilai ini
 sama, sehingga persamaanya menjadi:

$$\begin{aligned} Y_{\min} &= a + 3 S_o \\ &= -3 \times 10^{-7} + (3 \times 9,89 \times 10^{-7}) \\ &= 2,667 \times 10^{-6} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka } Y_{\min} &= 4 \times 10^{-7}x - 3 \times 10^{-7} \\ x &= 7.4175 \text{ ppm} \end{aligned}$$

b. Data respon arus logam Cd

Konsentrasi (ppm)	Cd
10	1.05E-05 A
20	2.76E-05 A
30	5.23E-05 A
40	7.59E-05 A
50	9.04E-04 A

Persamaan linearnya adalah $y = 2 \times 10^{-6}x - 1 \times 10^{-5}$ dengan $R^2 = 0.993$

$$\begin{aligned} Y_{\min} &= a + 3 S_o \\ &= -1 \times 10^{-5} + (3 \times 9,89 \times 10^{-7}) \\ &= -7,033 \times 10^{-6} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka } Y_{\min} &= 2 \times 10^{-6}x - 1 \times 10^{-5} \\ x &= 1,4835 \text{ ppm} \end{aligned}$$

c. Data respon arus logam Pb

Konsentrasi (ppm)	Pb
10	2.32E-05 A
20	3.71E-05 A
30	5.82E-05 A
40	7.72E-05 A
50	9.78E-05 A

Persamaan linearnya adalah $y = 2 \times 10^{-6} x + 2 \times 10^{-6}$ dengan $R^2 = 0.995$

$$\begin{aligned} Y_{\min} &= a + 3 S_o \\ &= 2 \times 10^{-6} + (3 \times 9,89E-07) \\ &= 4,967 \times 10^{-6} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka } Y_{\min} &= 2 \times 10^{-6} x + 2 \times 10^{-6} \\ x &= 1,4835 \end{aligned}$$

d. Data respon arus logam Cu

Konsentrasi (ppm)	Cu
10	4.67E-05 A
20	8.87E-05 A
30	1.43E-04 A
40	1.84 -04 A
50	2.21E-04 A

Persamaan linearnya adalah $y = 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6}$ dengan $R^2 = 0,995$

$$\begin{aligned} Y_{\min} &= a + 3 S_o \\ &= 4 \times 10^{-6} + (3 \times 9,89E-07) \\ &= 6,967 \times 10^{-6} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka } Y_{\min} &= 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6} \\ x &= 0,74175 \text{ ppm} \end{aligned}$$

e. Data respon arus logam Hg

Konsentrasi (ppm)	Hg
10	4.94E-05 A
20	9.63E-05 A
30	1.76E-04 A
40	2.65E-04 A
50	3.38E -04 A

Persamaan linearnya adalah $y = 7 \times 10^{-6}x - 4 \times 10^{-5}$ dengan $R^2 = 0,990$

$$Y_{\min} = a + 3 S_o$$

$$= -4 \times 10^{-5} + (3 \times 9,89E-07)$$

$$= -3,7033 \times 10^{-5}$$

Maka $Y_{\min} = 7 \times 10^{-6}x - 4 \times 10^{-5}$

$$x = 0,4239 \text{ ppm}$$

Lampiran 6

Pengukuran Sampel

Data respon arus logam campuran pada sampel

Logam	Kuat Arus
Zn	3.70 E-6
Cd	9.84E-6
Pb	2.06E-6
Cu	4,96E-6
Hg	2.93E-6

Dari respon kuat arus yang diperoleh kadar ion logam dalam sampel dapat dihitung dengan menggunakan persamaan linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi ion logam campuran.

Penentuan konsentrasi Zn^{2+}

Persamaan linear Zn^{2+} adalah $y = 4 \times 10^{-7}x - 3 \times 10^{-7}$

Maka : $3,70 \times 10^{-6} = 4 \times 10^{-7}x - 3 \times 10^{-7}$

$$x = 10 \text{ ppm}$$

Konsentrasi Zn^{2+} dalam sampel = konsentrasi hasil pengukuran – konsentrasi awal

$$= 10 \text{ ppm} - 10 \text{ ppm}$$

$$= 0$$

Penentuan konsentrasi Cd^{2+}

Persamaan linear Cd^{2+} adalah $y = 2 \times 10^{-6}x - 1 \times 10^{-5}$

Maka : $9,84 \times 10^{-6} = 2 \times 10^{-6}x - 1 \times 10^{-5}$

$$x = 9,92 \text{ ppm}$$

Universitas Indonesia

Konsentrasi Cd^{2+} dalam sampel ternyata lebih rendah dari yang seharusnya.

Penentuan konsentrasi Pb^{2+}

Persamaan linear Pb^{2+} adalah $y = 2 \times 10^{-6} x + 2 \times 10^{-6}$

Maka : $2.06 \times 10^{-5} = 2 \times 10^{-6} x + 2 \times 10^{-6}$

$$x = 9,3 \text{ ppm}$$

Konsentrasi Pb^{2+} dalam sampel lebih rendah dibandingkan konsentrasi seharusnya.

Penentuan konsentrasi Cu^{2+}

Persamaan linear Cu^{2+} adalah $y = 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6}$

Maka : $4,96 \times 10^{-5} = 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6}$

$$x = 11,4 \text{ ppm}$$

Konsentrasi Cu^{2+} dalam sampel = konsentrasi hasil pengukuran – konsentrasi awal

$$= 11,4 \text{ ppm} - 10 \text{ ppm}$$

$$= 1,4 \text{ ppm}$$

Penentuan Konsentrasi Cu dalam sampel tanpa penambahan ion logam

Persamaan linear Cu adalah $y = 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6}$

Maka : $8,05 \times 10^{-6} = 4 \times 10^{-6} x + 4 \times 10^{-6}$

$$x = 1,0125 \text{ ppm}$$

maka konsentrasi ion Cu^{2+} dalam sampel setelah penambahan adalah

$$= 11,4 \text{ ppm} - 1,013 \text{ ppm}$$

$$= 10,387 \text{ ppm}$$

Penentuan konsentrasi Hg^{2+}

Persamaan linear Hg^{2+} adalah $y = 7 \times 10^{-6} x - 4 \times 10^{-5}$

Maka : $4,96 \times 10^{-6} = 7 \times 10^{-6} x - 4 \times 10^{-5}$

$$x = 9,9 \text{ ppm}$$

Konsentrasi Hg^{2+} dalam sampel lebih rendah dibandingkan konsentrasi seharusnya.