

PEMBUATAN ELEKTRODA PASTA KARBON TERMODIFIKASI BENTONIT UNTUK ANALISIS LOGAM TEMBAGA (II) SECARA CYCLIC VOLTAMMETRY STRIPPING

Pirim Setiarso*, Rochman Wachid

Jurusan Kimia, Universitas Negeri Surabaya, Ketintang, Surabaya, 60231, Indonesia

* Corresponding author, email: pirim_setiarso@yahoo.co.id
Co-author 1, email: rochmanwachid3791@gmail.com

ABSTRACT

It has been conducted a research on making of carbon electrodes paste bentonite modified for Cu (II) analysis by cyclic voltametry stripping. The objective of this research was to know the ratio of best electrodes carbon paste composition and to find out the condition of optimum pH which will use for Cu (II) analysis by cyclic voltametry stripping. Electrodes carbon paste was made by the ratio of paraffin, carbon and activated bentonites which each equal to 4:1:5 ; 4:2:4 ; 4:3:3 ; 4:4:2. After acquired electrodes carbon paste with best variety composition, do measure to know the condition of optimum pH, by adding buffer citric solution pH 3, 4, 5 and 6. The research result show that best electrodes bentonit carbon paste ratio is 4:2:4, this shown by the highest value of regression linear coefficient 0,998181593. The optimum pH condition was obtain from measurement with pH 6 citric buffer solution. So that the analysis Cu(II) can be done and its recovery 96.23%.

Keywords: Carbon paste electrode; Bentonit; Copper(Cu)

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit untuk analisis Cu(II) secara cyclic voltammetry stripping. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui perbandingan komposisi elektroda pasta karbon terbaik dan untuk mengetahui kondisi pH optimum yang nantinya akan digunakan untuk analisis kadar Cu(II) secara cyclic voltammetry stripping. Elektroda pasta karbon bentonit dibuat dengan perbandingan paraffin, karbon dan bentonit teraktivasi masing-masing 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2. Setelah didapat elektroda pasta karbon dengan variasi komposisi yang terbaik, dilakukan pengukuran untuk mengetahui kondisi pH optimum, dalam larutan buffer sitrat pH 3, 4, 5, dan 6. Hasil penelitian menunjukkan bahwa elektroda pasta karbon bentonit yang terbaik adalah dengan perbandingan 4:2:4, hal ini ditunjukkan dengan nilai koefisien regresi linier yang tertinggi sebesar 0,998181593. Kondisi pH optimum diperoleh dari pengukuran dengan larutan buffer sitrat pH 6. Sehingga dari hasil tersebut dapat digunakan untuk mengukur sampel Cu(II) dan didapatkan persentase recovery data sebesar 96,23 %.

Kata Kunci: Elektroda pasta karbon; Bentonit; Tembaga (Cu)

I. PENDAHULUAN

Limbah merupakan buangan yang kehadirannya pada suatu tempat tertentu tidak dikehendaki. Limbah yang mengandung bahan polutan memiliki sifat racun dan berbahaya dikenal dengan limbah Bahan Berbahaya dan Beracun, dinyatakan sebagai bahan dalam jumlah relatif sedikit tetapi berpotensi untuk merusak lingkungan hidup dan sumber daya [1]. Limbah B3 mengandung logam berat yang sangat berbahaya, antara lain Cd, Cu, Pb, Zn dan Ni.

Logam Cu termasuk kedalam logam berat esensial, jadi meskipun beracun tetapi sangat dibutuhkan manusia dalam jumlah yang kecil. Toksisitas yang dimiliki Cu baru akan berpengaruh bila telah masuk ke dalam tubuh organisme dalam jumlah yang besar atau melebihi nilai toleransi. Logam Cu yang masuk ke dalam lingkungan perairan dapat terjadi secara alamiah maupun sebagai efek samping dari kegiatan manusia. Secara alami Cu masuk ke dalam perairan dari peristiwa erosi, pengikisan batuan ataupun dari atmosfer yang dibawa turun oleh air hujan. Sedangkan dari aktifitas manusia seperti kegiatan industri, pertambangan Cu, maupun industri galangan kapal beserta kegiatan dipelabuhan merupakan salah satu jalur mempercepat terjadinya peningkatan konsentrasi Cu dalam perairan [2]. Berdasarkan keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup No Kep-02/MEN KLH/1/1988 tentang baku mutu air golongan C dan D (air pertanian, perkotaan dan industri) kadar maksimal tembaga total yang diperbolehkan sebesar 1,0 mg/L.

Berbagai penelitian telah dilakukan untuk menganalisis kandungan logam berat dilingkungan. Salah satu metode yang paling populer digunakan adalah metode voltametri. Metode ini memiliki berbagai kelebihan dibandingkan metode lainnya diantaranya memiliki selektivitas yang baik, waktu analisis yang singkat, dan biaya operasional yang murah. Salah satu metode voltametri yang sering digunakan adalah *cyclic voltammetry stripping*. Selain itu, metode ini dapat digunakan untuk mengukur logam perunut dalam konsentrasi yang rendah [3].

Cyclic voltammetry stripping pada dasarnya sama dengan metode *Stripping voltammetry*. *Stripping voltammetry* sendiri merupakan metode voltametri dengan dua tahapan. Tahap pertama adalah pengumpulan spesi kimia secara elektrolitik dipermukaan elektroda pada potensial konstan sehingga terbentuk amalgam atau film tidak larut, yang biasa disebut dengan tahap deposisi. Tahap kedua adalah pelucutan potensial elektroda sehingga terjadi pelucutan elektrolitik atau *stripping* spesi kimia dari amalgam atau film yang tidak larut di permukaan elektroda kembali ke dalam larutan pada potensial tertentu.

Elektroda pasta karbon (EPK) merupakan elektroda yang tersusun dari campuran serbuk grafit dan cairan paraffin. Elektroda ini sangat mudah dibuat dan pada permukaannya sangat mudah terjadi pertukaran elektron. Secara luas elektroda pasta karbon ini digunakan untuk pengukuran sebagai elektroda kerja dalam voltametri. Secara umum, elektroda pasta karbon cukup

populer digunakan karena pasta karbon dapat dibuat dengan biaya murah dan sangat cocok untuk preparasi elektroda termodifikasi yang melibatkan pencampuran dari berbagai variasi material. Misalnya elektroda pasta karbon termodifikasi kurkumin untuk analisis timbal (II) secara *stripping voltammetry* [4].

Bentonit merupakan salah satu mineral *Clay* yang dapat ditemukan di hampir semua daerah di Indonesia. Bentonit dapat bersifat sebagai penyerap dan katalis, sehingga bentonit banyak digunakan dalam berbagai aplikasi industri sebagai adsorben pestisida, adsorben kotoran binatang, katalis dan penunjang katalis, bahan pemucat dalam industri minyak sawit dan berbagai industri farmasi. Penggunaan bentonit ini didasarkan pada sisi aktif yang terdapat pada bentonit yang telah diaktifasi sebelumnya. Penggunaan bentonit sebagai adsorben sehubungan dengan struktur bentonit yang tersusun atas tiga lembar, yaitu satu lembar alumina (AlO_6) berbentuk oktahedral yang diapit oleh dua lembar silika (SiO_4) yang berbentuk tetrahedral [5]. Struktur tetrahedral dan oktahedral ini yang menjadikan monmorillonit sering dijadikan katalis dan adsorben [6].

Pada penelitian ini akan dilakukan analisis logam Cu (II) dengan menggunakan elektroda termodifikasi bentonit. Pemilihan bentonit sebagai modifier elektroda pasta karbon karena bentonit mempunyai struktur kristal berlapis dan berpori yang mempunyai kemampuan mengembang dan ruang antar lapis (*interlayer*) yang dapat mengikat ion-ion atau molekul terhidrat dengan ukuran tertentu dan dapat bertindak sebagai ligan pengompleks, atau dapat bertindak sebagai

adsorben yang memungkinkan untuk dapat mengikat atau menjerat logam Cu(II) yang tergolong logam berat.

II. METODE

Material

Bahan-bahan yang di butuhkan adalah parafin, serbuk karbon, bentonit, larutan HNO_3 65% (E. Merck), $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (E. Merck), padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (E. Merck), padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (E. Merck), natrium sitrat, padatan asam sitrat, Padatan KCl (E. Merck), kabel kawat tembaga, dan Aquades.

Instrumentasi

Beberapa alat yang digunakan antara lain: instrument voltametri, pH meter, timbangan analit, cawan crush, oven, badan elektroda, penjepit buaya, peralatan gelas amplas dan kain bludru.

Prosedur

Pembuatan Larutan

Asam nitrat 1 M dibuat dengan mengambil HNO_3 65% sebanyak 35,72 mL dan memasukkannya ke dalam labu ukur 500 mL kemudian mengencerkannya dengan akuades sampai batas.

Pembuatan Larutan Standar Cu

Larutan induk Cu(II) dibuat dengan melarutkan garam nitratnya ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) sebanyak 0,380 gram dalam larutan asam nitrat 1 M hingga volume larutan menjadi 100 mL. Dari larutan induk 1000 ppm dijadikan konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm.

Aktivasi Bentonit

25 gram Bentonit didispersikan dalam 150 ml larutan asam sulfat 1,5 M. Diaduk dengan pengaduk magnet selama 6 jam. Selanjutnya didiamkan selama 24 jam. Disaring dengan penyaring vakum kemudian dicuci dengan aquades panas sampai terbebas dari ion sulfat. Kemudian bentonit teraktivasi asam kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 oC. Setelah kering digerus sampai halus dan diayak menggunakan ayakan ukuran 100 mesh.[7]

Pembuatan Larutan Buffer Sitrat

Larutan A: 0,1 M larutan as sitrat (2,1 g dalam 100 mL). Larutan B : 0,1 M larutan Na sitrat(2,94 g $C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$ dalam 100 mL).

Tabel 1. Komposisi Larutan Buffer Sitrat

pH	Larutan A (mL)	Larutan B (mL)
3	46,5	3,5
4	33,0	17
5	20,5	29,5
6	9,5	41,5

Pembuatan EPK Termodifikasi Bentonit

Parafin, karbon, dan bentonit teraktivasi dengan perbandingan persentase berat masing-masing sebesar 4:1:5; 4:2:4; 4:3:3; dan 4:4:2 dalam kaca arloji. Campuran tersebut diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan ke badan elektroda secara manual dengan spatula sambil ditekan ± 2 mm. Menancapkan kawat Cu sampai kuat dan menggosok permukaan elektroda sampai halus, rata, dan mengkilap.

Pembuatan Larutan Elektrolit KCl 0,05 M

Sebanyak 0,745 gram KCl dalam labu ukur 100 mL menghasilkan larutan KCl 0,1 M. Kemudian 50 mL larutan KCl 0,1 M dalam labu ukur 100 mL menghasilkan larutan KCl 0,05 M.

Penentuan Komposisi EPK Bentonit Terbaik

Elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit (parafin : karbon : bentonit = 4:1:5; 4:2:4; 4:3:3; dan 4:4:2.) dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 20 mL larutan sampel dengan larutan KCl dengan konsentrasi 50-100 kali lebih besar dari konsentrasi sampel dengan ditambahkan 5 mL larutan buffer sitrat pH 6. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -1 V sampai 1 V. Hasil voltamogram dibandingkan untuk memperoleh komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit yang terbaik.

Penentuan Kondisi pH Optimum

Elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit dengan variasi komposisi terbaik dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 10 mL larutan sampel dengan ditambahkan larutan KCl dengan konsentrasi 50-100 kali lebih besar dari konsentrasi sampel dan dengan ditambahkan 4 mL larutan buffer sitrat dengan variasi pH 3, 4, 5, dan 6. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -1 V sampai 1 V. Hasil voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi pH optimum.

Analisis Cu(II)

Analisis Cu(II) dilakukan dengan mengukur arus 10 mL larutan Cu(II) 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm dalam buffer sitrat pada kondisi pH terbaik diukur arusnya pada kondisi pengukuran optimum.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

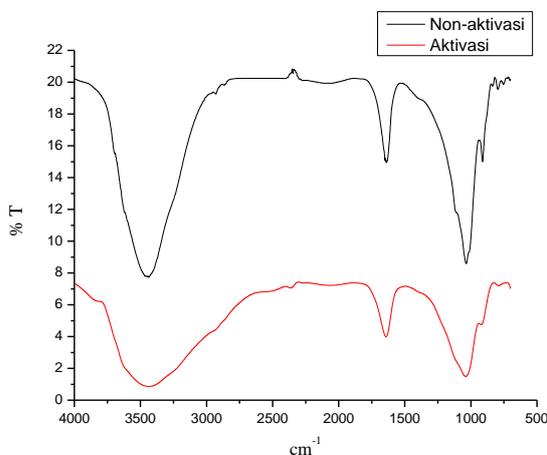
Hasil penelitian yang dibahas meliputi proses pembuatan EPK bentonit dan tahap analisis yang meliputi pembuatan elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit, penentuan

komposisi elektroda terbaik dalam pengukuran tembaga (II).

Pembuatan EPK Bentonit

Pembuatan elektroda pasta karbon yang termodifikasi bentonit dibuat dari paraffin, karbon dan bentonit dengan perbandingan variasi komposisi yang berbeda-beda yang dicampur secara merata hingga membentuk pasta. Perbandingan variasi komposisi EPK bentonit antara paraffin, karbon dan bentonit masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2. Penggunaan bentonit dalam penelitian ini sebelumnya diaktivasi terlebih dahulu dengan H₂SO₄ 1,5 M yang bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan bentonit dan membuang senyawa-senyawa pengotor (melarutkan logam-logam) yang terikat pada bentonit, sehingga permukaan atau situs-situs aktif dari mineral yang mengisi ruang didalam struktur mineral lebih terbuka.

Untuk memastikan bahwa senyawa-senyawa pengotor yang terikat pada bentonit larut, dilakukan uji dengan alat instrument FT-IR pada bilangan gelombang 4000-700 cm⁻¹. Berikut ini merupakan spektra bentonit sebelum dan setelah aktivasi:

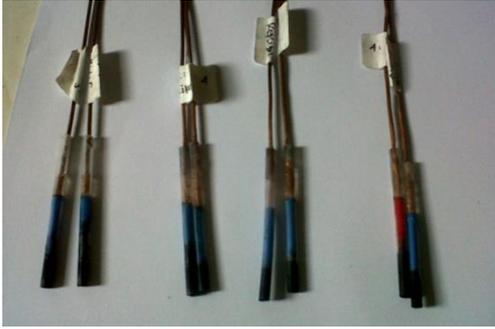


Gbr 1. Spektra IR Bentonit

Interpretasi spektra bentonit non-aktivasi dan bentonit teraktivasi H₂SO₄ dapat dilihat pada tabel 2 dibawah ini :

Gugus Fungsional	Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	
	Non-aktivasi	Aktivasi
Vibrasi Ikatan - H Montmorillonit	3439,82	3435,1
Rengangan O – H	1645,73	1641,88
Rengangan asimetris Si – O – Si	1445,67	-
Montmorillonit dan vibrasi tekuk Al – O – Al	1035,4	1039,18
Rengangan C – H	924,95	921,23
Karakteristik SiO ₂	912,11	-
	786,24	790,75

Pada tabel 2 terlihat perbedaan puncak gugus fungsional antara bentonit tanpa aktivasi dan bentonit yang teraktivasi, pada spektra bentonit tanpa aktivasi terlihat puncak pada panjang gelombang 912,11cm⁻¹ sedangkan pada bentonit yang teraktivasi tidak terlihat puncak pada panjang gelombang tersebut. Dalam literatur dijelaskan bahwa pada panjang gelombang 850-950 cm⁻¹ merupakan daerah rengangan dari C-H yang mana diketahui bahwa rengangan tersebut merupakan berasal dari senyawa organik. Hilangnya pengotor organik disebabkan oleh pemurnian dan pemanasan pada proses aktivasi bentonit. Sehingga secara fisiknya bentonit tersebut menjadi aktif, sedangkan struktur khas dari montmorillonit tetap dipertahankan. Berikut gambar EPK bentonit :

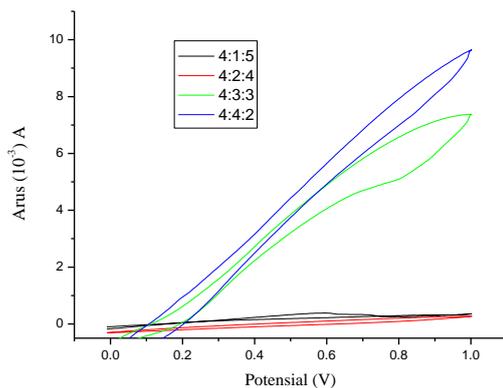


Gbr 2. EPK Bentonit

Tahap Analisis

1. Efektifitas Bentonit Aktif Sebagai Adsorben Iodium

Perlakuan kontrol diukur dengan EPK bentonit non-aktivasi dengan variasi komposisi (Parafin : Karbon : Bentonit non aktivasi) yaitu 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2. Berikut ini grafik hasil perlakuan kontrol :



Gbr 3. Grafik EPK Bentonit Nonaktivasi

Hasil menunjukkan bahwa dengan menggunakan EPK bentonit non aktivasi untuk analisis logam Cu(II) 5 ppm tidak menunjukkan adanya arus puncak yang dihasilkan dari pengukuran. Hal ini dikarenakan bentonit yang digunakan sebagai modifier tidak di aktivasi sehingga masih terdapat pengotor-pengotor yang ada pada ruang antar lapis yang menyebabkan sulitnya ion Cu(II) untuk menempel pada permukaan elektroda

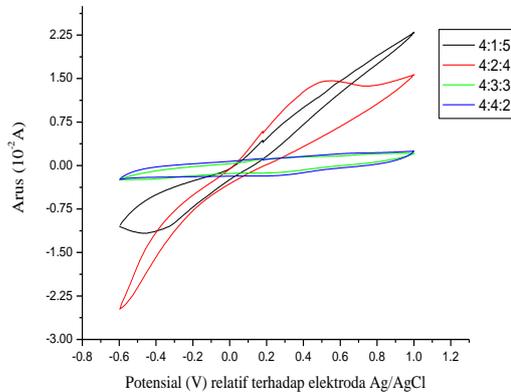
2. Penentuan Komposisi EPK Bentonit Terbaik

Untuk menentukankomposisi EPK bentonit terbaik pada elektroda pasta karbon, larutan Cu(II) dengan konsentrasi 5ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm diukur secara *cyclic voltammetry stripping* ditambahkan buffer sitrat pH 6 dan ditambahkan larutan KCl dengan konsentrasi 50-100 kali lebih besar dari larutan sampel dengan elektroda kerja EPK bentonit perbandingan variasi komposisi paraffin, karbon, dan bentonit masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2.

Penambahan KCl dengan konsentrasi 50-100 kali lebih besar dari larutan sampel bertujuan untuk mengurangi gaya tarik menarik elektrostatis antara muatan elektroda dengan muatan ion-ion analit dan mempertahankan kekuatan ion. Sedangkan penambahan larutan buffer dilakukan karena larutan buffer dapat mempengaruhi arus puncak dalam pengukuran.

Kondisi CVS pengukuran Cu(II) dilakukan pada *Conditioning cycles* meliputi : *Start potential* (V) : -1.000 dan *End potential* (V) : 1.000. *Hydrodynamic (measurement)* : Yes meliputi *Cleaning potential* (V) : 1.625, *Cleaning time* (s) : 0.000, *Equilibration potential* (V) : 1.625 dan *Equilibration time* (s) : 5.000. *Sweep* meliputi : *Start potential* (V) : 0.180, *First vertex potential* (V) : 1.000, *Second vertex potential* (V) : -0.600, *Voltage step* (V) : 0.006, *Sweep rate* (V/s) : 0.100, *No. of sweeps* : 2, dan *No. of sweeps to save* : 1. Berikut ini merupakan grafik antara potensial (V) dan arus (A) dengan EPK

bentonit teraktivasi dengan perbandingan variasi komposisi paraffin, karbon, dan bentonit masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2



Gbr 4. Grafik EPK Bentonit Teraktivasi

Gambar diatas menunjukkan bahwa EPK bentonit teraktivasi memberikan respon arus puncak terbesar diberikan oleh EPK bentonit dengan perbandingan komposisi 4:2:4 dengan puncak tertinggi pada arus 0.01462902 A dan E^0 potensial pada daerah 0.55450 V relatif terhadap elektroda Ag/AgCl. Sedangkan nilai E^0 potensial larutan Cu berdasarkan teori adalah + 0.34 V. Perbedaan nilai E^0 tembaga dikarenakan berdasarkan teori dilakukan pengukuran menggunakan elektroda kerja yang terbuat dari logam tembaga dan logam tembaga (II) dalam bentuk ion-ion bebas yang memiliki kecenderungan untuk meninggalkan larutan dan akan menempel pada lempengan metal.

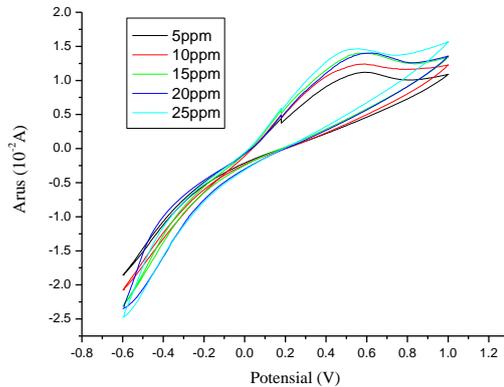
Perbedaan persentase berat dalam pembuatan EPK bentonit dengan perbandingan komposisi total yang bervariasi menunjukkan hasil voltamogram pengukuran larutan Cu(II) yang berbeda-beda. Hal ini ditunjukkan dengan

membandingkan hasil voltamogram pengukuran larutan Cu(II) dari variasi perbandingan komposisi EPK bentonit yakni paraffin, karbon dan bentonit dengan perbandingan 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3 dan 4:4:2.

Pengukuran larutan tembaga dilakukan menggunakan teknik CVS karena dengan menggunakan teknik analisis ini dapat memperlihatkan proses oksidasi dan reduksi yang terjadi selama proses pengukuran berlangsung. Berdasarkan voltamogram yang dihasilkan dari perbandingan komposisi 4:1:5 menunjukkan bahwa dengan menggunakan EPK bentonit dengan perbandingan tersebut menghasilkan arus puncak yang melebar pada daerah reduksi, sedangkan pada daerah oksidasi tidak menunjukkan adanya arus puncak yang melebar. Hal ini dikarenakan dalam pembuatan elektroda dengan perbandingan tersebut menghasilkan pasta yang terlalu encer. Hal ini disebabkan karena massa molekul relatif dari karbon jauh lebih rendah dibandingkan bentonit, sehingga komposisi didominasi oleh paraffin. Jumlah persentase berat paraffin yang mendominasi komposisi EPK bentonit mengakibatkan aliran listrik yang mengalir terhambat pada permukaan elektroda. Sehingga mengakibatkan respon arus puncak pada daerah oksidasi dalam pengukuran semakin berkurang.

Voltamogram hasil pengukuran Cu(II) menggunakan EPK bentonit dengan perbandingan 4:2:4 menunjukkan adanya arus puncak pada daerah oksidasi dan reduksi, namun arus puncak yang terjadi pada daerah oksidasi lebih lebar

dibandingkan pada daerah reduksi. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 5.



Gbr 5. Voltamogram Cu(II) dengan perbandingan EPK Bentonit 4:2:4

Dari pengukuran larutan Cu(II) dengan konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm dan 25 ppm dengan menggunakan EPK bentonit dengan berbagai variasi komposisi didapatkan arus puncak yang ditunjukkan pada tabel 3.

Tabel 3. Arus puncak pengukuran larutan Cu(II) dengan Variasi komposisi EPK Bentonit

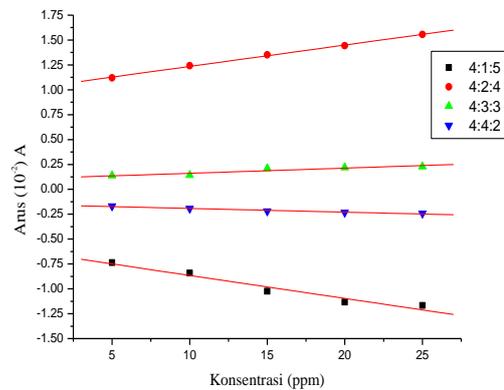
Komposisi EPK Bentonit	Larutan Cu(II) (ppm)	Arus Puncak ($10^{-2}A$)
4:1:5	5	-0,7360
	10	-0,8414
	15	-1,0247
	20	-1,1339
	25	-1,1678
4:2:4	5	1,1202
	10	1,2413
	15	1,3509
	20	1,4434
	25	1,5557
4:3:3	5	0,1346
	10	0,1422
	15	0,1528
	20	0,1701
	25	0,1812
4:4:2	5	-0,1677
	10	-0,1925
	15	-0,2197
	20	-0,2319
	25	-0,2417

Perbedaan nilai linieritas masing-masing komposisi perbandingan ditunjukkan dengan tabel 4.

Tabel 4. Nilai linieritas (R^2) pada masing-masing perbandingan EPK bentonit

Komposisi EPK bentonit	Nilai R^2
4:1:5	0,956773816
4:2:4	0,998181593
4:3:3	0,982126773
4:4:2	0.956476599

Berdasarkan tabel 4 dapat dilihat bahwa nilai linieritas paling besar ditunjukkan oleh komposisi EPK bentonit dengan perbandingan 4:2:4. Elektroda pasta karbon bentonit dapat dikatakan terbaik jika EPK bentonit tersebut memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi dalam analisis logam, hal ini ditunjukkan dengan nilai linieritas (R^2) yang tinggi. Sehingga dibuat kurva antara konsentrasi (ppm) dan kuat arus maksimal dari masing-masing EPK bentonit seperti terlihat pada gambar 6.



Gbr 6. Kurva EPK Bentonit Berbagai Perbandingan

Berdasarkan gambar 6 EPK bentonit mempunyai nilai R^2 sebesar 0,998181593. Hal ini menunjukkan bahwa EPK bentonit dengan komposisi perbandingan 4:2:4 merupakan EPK bentonit terbaik dengan sensitivitas yang tinggi dalam analisis tembaga dengan teknik *cyclic voltammetry stripping*.

3. Penentuan Kondisi pH Optimum

Berdasarkan literatur menyebutkan bahwa kondisi pengukuran pH optimum dapat mempengaruhi selektivitas dan sensitivitas elektroda yang mempengaruhi tahap deposisi dan kecepatan scan pada pengukuran voltametri, selain itu dalam kondisi pH optimum larutan akan mencapai kestabilan analit, dimana dalam keadaan tersebut ion dalam larutan pada pH tertentu akan berubah menjadi molekul dan tidak dapat dianalisis dengan menggunakan voltametri.

Kondisi pH berpengaruh terhadap pembentukan kompleks antara ion tembaga dengan bentonit. Pada kondisi pH yang tepat diharapkan semakin banyak kompleks Cu-bentonit yang terjadi pada permukaan elektroda sehingga akan menghasilkan tinggi arus puncak yang optimum pada saat pengukuran.

Penentuan kondisi optimum pH dilakukan pada larutan standar Cu(II) dengan konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm dan 25 ppm dengan penambahan buffer sitrat pH 3, 4, 5 dan 6 diukur menggunakan EPK bentonit terbaik dengan perbandingan 4:2:4 (paraffin:karbon:bentonit) secara *cyclic voltammetry stripping*. Penentuan optimum pH dilakukan dengan cara membandingkan hasil voltamogram yang dihasilkan dari pengukuran larutan Cu(II) dengan penambahan buffer sitrat dengan pH 3, 4, 5 dan 6.

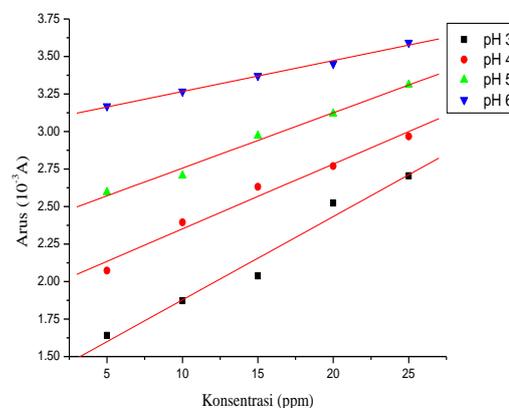
pH optimum ditunjukkan dengan arus puncak tertinggi pada voltamogram. Dibawah ini merupakan tabel arus maksimum

yang dihasilkan dari variasi pH dengan menggunakan larutan buffer sitrat :

Tabel 5. Arus Puncak Pengukuran Larutan Standar dengan variasi pH

Konsentrasi Pb (ppm)	Arus Puncak (10^{-3}) A			
	pH 3	pH 4	pH 5	pH 6
5	1,640	2,073	2,595	3,169
10	1,873	2,395	2,706	3,267
15	2,038	2,632	2,972	3,371
20	2,523	2,769	3,119	3,452
25	2,704	2,967	3,311	3,592

Dari tabel diatas, dibuat kurva dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah kuat arus maksimum.



Gbr 7. Kurva EPK Bentonit 4:2:4 dengan Bufer Sitrat

Dari gambar 7. dihasilkan persamaan linier dan nilai regresi yang ditunjukkan pada tabel di bawah ini:

Tabel 6. Persamaan Linier Arus Puncak pH Optimum

pH	Persamaan Linier	Nilai Regresi
3	$y = 5,556 \cdot 10^{-05}x + 0,0013222$	0,970408716
4	$y = 4,324 \cdot 10^{-05}x + 0,0019186$	0,976549821
5	$y = 3,690 \cdot 10^{-05}x + 0,0023871$	0,988148402
6	$y = 2,062 \cdot 10^{-05}x + 0,0030609$	0,993246981

Dari tabel 6 menunjukkan bahwa pada pH 6 didapatkan nilai regresi yang paling tinggi yakni 0,993246981 dengan persamaan linear

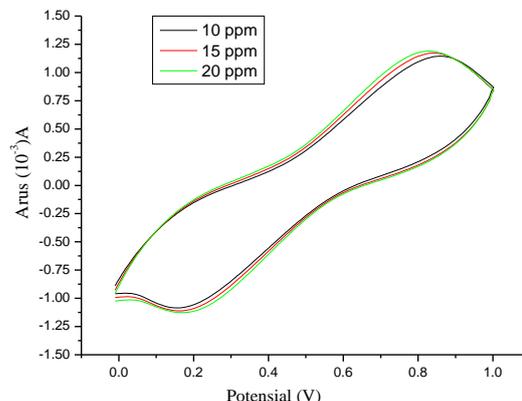
$y = 2,062 \cdot 10^{-5}x + 0,0030609$. Hal ini menunjukkan bahwa pada pH tersebut menghasilkan arus puncak maksimum dari pengukuran dikarenakan pada kondisi pH tersebut larutan tembaga berada dalam bentuk ion bebas dalam jumlah yang banyak, sehingga banyak ion tembaga yang menempel pada permukaan elektroda dan membentuk kompleks dengan bentonit.

Sedangkan arus puncak yang dihasilkan pada pH 3, 4, dan 5 lebih rendah dibandingkan pH 6 dikarenakan pada pH tersebut larutan analit dalam kondisi yang terlalu asam, dengan jumlah ion H^+ yang lebih banyak dalam larutan analit sehingga menyebabkan lebih banyak ion H^+ yang terikat pada struktur bentonit dibandingkan ion Cu^{2+} . Sehingga Cu^{2+} yang menempel di permukaan elektroda menjadi berkurang, namun demikian elektroda dapat digunakan untuk analisis Cu (II).

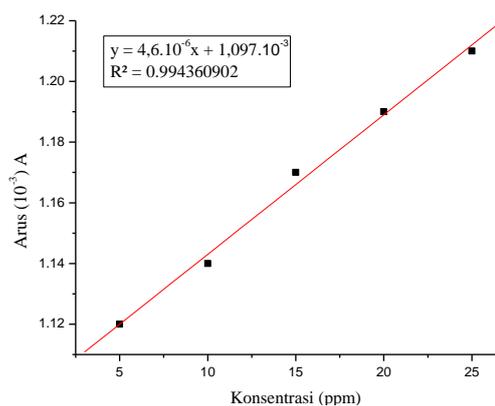
Analisis Cu(II) pada Larutan Cu(II) dengan konsentrasi 10 ppm, 15 ppm dan 20 ppm pada kondisi optimum pH 6 dengan EPK bentonit terbaik 4:2:4 (Recovery Data)

Kondisi pengukuran untuk analisis Cu(II) dengan konsentrasi 10 ppm, 15 ppm, dan 25 ppm meliputi *Conditioning cycles* meliputi : *Start potential* (V) : -1.000 dan *End potential* (V) : 1.000. *Hydrodynamic (measurement)* : Yes meliputi *Cleaning potential* (V) : 1.625, *Cleaning time* (s) : 0.000, *Equilibration potential* (V) : 1.625 dan *Equilibration time* (s) : 5.000. *Sweep* meliputi: *Start potential* (V) : -0.010, *First vertex potential* (V) : 1.000, *Second vertex potential* (V) : -0.010, *Voltage step* (V) : 0.006, *Sweep rate*

(V/s) : 0.010, *No. of sweeps* : 2, dan *No. of sweeps to save* : 1. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan EPK bentonit yang telah teraktivasi dengan perbandingan terbaik 4:2:4 dan dalam kondisi optimum pH 6 ditunjukkan



Gbr 8. Voltamogram pengukuran Cu(II) 10 ppm, 15 ppm dan 20 ppm pada pH 6 dengan EPK bentonit 4:2:4



Gbr 9. Kurva Larutan Standar Cu(II)

Berdasarkan kurva standar yang diperoleh dari pengukuran didapatkan persamaan $y = 4,6 \cdot 10^{-6}x + 1,097 \cdot 10^{-3}$ dengan nilai $R^2 = 0,994360902$. persamaan tersebut digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang telah diukur dengan menggunakan instrumen voltametri, dengan mensubstitusikan arus puncak maksimum masing-masing konsentrasi ke dalam harga y. Sehingga didapatkan hasil yang ditunjukkan pada tabel 7.

Tabel 7. Konsentrasi larutan Cu(II)

Larutan Cu(II) ppm	Arus (10^{-3}) A	Konsentrasi	% Recovery Cu(II)
10	1,14	9,3478	93,48 %
15	1,17	14,8695	99,13 %
20	1,19	19,2173	96,09 %

Berdasarkan tabel 7 diperoleh nilai rata-rata dari persen recovery data Cu(II) sebesar 96,23 %. Hal tersebut menunjukkan bahwa elektroda pasta karbon yang termodifikasi bentonit merupakan elektroda yang baik untuk digunakan dalam analisis logam secara voltametri.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Komposisi perbandingan paraffin:karbon:bentonit dapat mempengaruhi arus puncak yang dihasilkan dari pengukuran Cu(II) menggunakan EPK bentonit. Elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit dengan perbandingan komposisi paraffin : karbon : bentonit yaitu 4:2:4 menghasilkan kuat arus yang lebih baik dibandingkan komposisi lain dengan harha regresi linier sebesar 0,998181593.
2. Kondisi optimum pada pengukuran Cu(II) menggunakan EPK bentonit dengan perbandingan terbaik adalah pada pH 6 menggunakan buffer sitrat.
3. EPK bentonit menunjukkan dapat digunakan untuk analisis logam Cu(II) secara siklik voltametri stripping ditunjukkan oleh rata-rata persentase *recovery data* sebesar 96,23 %.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Apriliyani, Rini, (2009), "*Studi Penggunaan Kurkumin sebagai Modifier Elektroda Pasta Karbon untuk Analisis Timbal (II) secara Stripping Voltammetry*", Skripsi Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- [2] Day.RA. Jr, Al Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Terjemahan Bahasa Indonesia. Alih Bahasa : Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng. Jakarta : Erlangga.
- [3] Ginting, Ir. Perdana.2007. *Sistem Pengelolaan Lingkungan Dan Limbah Industri*. Yrama Widya. Bandung
- [4] Hendayana, S., Kadarohman, A., Sumarna, A.A, dan Supritna, A., 1994, *Kimia Analitik Instrumen*, Edisi ke-1, IKIP Semarang Press, Semarang
- [5] Irmayani dan Fitriani, 1998, *Pemanfaatan Bentonit Sebagai Adsorben Logam Berat Cr³⁺*, Skripsi, UNRI, Pekanbaru.
- [6] Juwita Nurcahya, Tanti. (2013). *Uji Kinerja Kombinasi Kitosan-Bentonit Dengan Arang Aktif Terhadap Ion Logam dan Residu Pestisida dalam Air Minum* . Skripsi UPI.
- [7] Lutfi, M., (2007), *Modifikasi Permukaan Elektroda Pasta Karbon Silika Menggunakan Lapis Tipis Raksa untuk Analisis Pb²⁺ dengan Metode Voltametri Lucutan Pulsa Diferensial*, Skripsi, Institut Teknologi Bandung.
- [8] Mulyaningsih, Ani. (2013). *Penentuan Komposisi Adsorben Kombinasi Kitosan-Bentonit dengan Arang Aktif untuk Adsorpsi Simultan Pestisida Endosulfan dan Fe (III) dalam Air Minum*. Skripsi UPI.
- [9] Nurdyaningrum, Frita Destri. 2013. *Pemurnian Dan Karakterisasi Biodiesel Dari Minyak Biji Kelor (Moringa oleifera) dengan Menggunakan Adsorben Bentonit*. Skripsi : Universitas Negeri Surabaya.Surabaya.
- [10] Palar, H., 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta
- [11] Saryati. 2007. *Penentuan Cu, Cd, Pb, dan Zn dalam Bahan Biologi dengan Metode Voltametri*. Serpong : Puslitbang Iptek Bahan (B3IB)-BATAN.
- [12] Soendoro, R., 1992, *Analisa Kimia Kuantitatif*, Edisi ke-5, Erlangga. Jakarta, Terjemahan :Quantitative Chemical Analysis, Day, R.A., and Underwood, A.L., 1980, John Wiley and Sons, Inc., USA.
- [13] Sudarmadji, Slamet. dkk. 1997. *Prosedur Analisa untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Jogyakarta : Liberty
- [14] Supeno, M dan Sembiring, S. B. 2007. *Bentonit Alam Terpilar Sebagai Material Katalis/Co katalis Pembuatan Gas Hidrogen dan Oksigen dari Air*. Disertasi. Medan: USU.
- [15] Svehla. G. 1990. *Vogel Buku Teks. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro*.Jilid I. Edisi V. Terjemahan Bahasa Indonesia. Alih Bahasa : Ir. L. Setiono, Dr. A. Hadyana, Pudjaatmaka. Jakarta : PT. Kalman Media Pusaka.
- [16] Syahada, dkk. 2009. *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi.
- [17] Tarigan, Z., Edward dan Abdul, R., 2003. *Kandungan Logam Berat Pb, Cd, Cu, Zn dan Ni dalam Air Laut dan Sedimen di Muara Sungai Membramo, Papua dalamKaitannya dengan Kepentingan Budidaya Perikanan*. Jurnal Sains. Vol. 7, No. 3, Desember 2003.
- [18] Underwood. Al., Day. RA. Jr. 2002. *Quantitative Analysis*. Sixth Edition. Prentice Hall Inc.
- [19] Wang, J., 1994, *Analytical Electrochemistry*, VCH Publisher, New York.
- [20] Yolani, Deagita. 2012. *Modifikasi Bentonit Terpilar Al Menggunakan Polydiallyl Dimethyl Ammonium sebagai Adsorben Sodium Dodecyl Benzene-Sulfonate*. Skripsi. Depok : Universitas Indonesia.
- [21] Zhang, S., and Huang, W., 2001, "*Simultaneous Determination of Cd²⁺ and Pb²⁺ Using a Chemically Modified Electrode*", Analytical Sciences, Vol. 17, 983-985.