

**PEMBUATAN ELEKTRODA PASTA KARBON TERMODIFIKASI BENTONIT
UNTUK ANALISIS Ni(II) PADA KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA
VOLTAMETRI SIKLIK**

**(THE MAKING CARBON PASTE ELECTRODE MODIFIED BENTONITE FOR
MEASURING Ni(II) ON COCKLE (*Anadara granosa*) BY CYCLIC VOLTAMMETRY)**

Zamrud Nuril Habibah*, Pirim Setiarso

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences

Universitas Negeri Surabaya

Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

*Corresponding author : e-mail: zamrudnhabibah@gmail.com

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit terbaik, mengetahui pH optimum untuk analisis Ni(II), mengetahui konsentrasi Ni(II) pada daging kerang darah secara voltametri siklik dan AAS. Elektroda dibuat dari campuran karbon:paraffin:bentonit dengan perbandingan komposisi sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2 dan variasi pH 3, 4, 5 dan 6. Hasil penelitian menunjukkan bahwa elektroda terbaik adalah elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit teraktivasi perbandingan komposisi 4:2:4 dengan arus puncak -0,000486 A dan pH optimum adalah pH 6. Konsentrasi Ni(II) pada daging kerang darah secara voltametri siklik pada pengambilan bulan april dan juli rerata 0,50 ppm dan 2,22 ppm sedangkan secara AAS rerata 1,03 ppm dan 2,44 ppm.

Kata kunci : voltametri siklik, elektroda, bentonit, Ni(II)

Abstract. The research aims to determine the best composition of carbon paste electrode modified bentonite, knowing the optimum pH analysis, and determine the concentration of Ni(II) in cockle with voltammetry cyclic method and AAS. Carbon paste electrode made from carbon:paraffin:bentonite of 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3 and 4:4:2 with variation of pH 3, 4, 5 and 6. The result show that the best electrode composition indicated by the carbon composition: paraffin: bentonite activated with a ratio of 4:2:4 with cathodic peak current of -0.000486 and pH optimum for measuring Ni(II) in pH 5. Ni(II) concentrations in cockle by cyclic voltammetry at April is 0.50 ppm and July is 2.22 ppm, while Ni(II) concentration in cockle by AAS method at April is 1.03 ppm and July is 2.44 ppm.

Key words : cyclic voltametry, electrode, bentonite, nickel(II)

PENDAHULUAN

Pencemaran lingkungan telah menjadi salah satu permasalahan di Indonesia terutama di kota-kota besar seperti Surabaya. Pencemaran lingkungan dapat terjadi baik di udara, air, maupun tanah akibat kegiatan industri. pencemaran air adalah suatu kondisi dimana terdapat benda-benda asing yang menyebabkan air tidak dapat digunakan sesuai peruntukannya [1].

Logam berat dalam jumlah yang sangat kecil dibutuhkan oleh manusia, namun apabila melebihi batas ambang akan menjadi racun bagi

mahluk hidup. Kadar logam berat semakin meningkat seiring berkembangnya industri dan pertambangan. Menurut toksisitasnya, logam berat dikelompokkan dalam tiga kelompok yaitu bersifat toksik tinggi (Pb, Hg, Cu, Zn, dan Cd), bersifat toksik sedang (Cr, Co, dan Ni), serta bersifat toksik rendah (Mn dan Fe) [2, Sarjono]. Logam berat dalam perairan bisa masuk ke jaringan tubuh biota air hingga 100-1000 kali dari lingkungan. Biota yang mengandung logam berat dapat membahayakan kesehatan apabila dikonsumsi terus menerus [2].

Nikel dalam perairan bersifat sulit didegradasi dan mudah terakumulasi dalam tubuh organisme air, salah satunya pada kerang.

Beberapa metode yang sering digunakan untuk analisis bahan lingkungan diantaranya adalah metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS), *Optical Emission Inductively Coupled Plasma Spectrometry* (ICP-OES), *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry* (GFAAS), *Differential Pulse Polarography* (DPP), *Differential Pulse Voltammetry* (DPV), dan *Adsorptive Voltammetry* [3].

Voltametri adalah metode elektrokimia yang mengamati kelakuan kurva arus-potensial. Beberapa metode voltametri telah dilakukan untuk analisis logam nikel dalam lingkungan. Teknik yang banyak digunakan untuk analisis logam nikel adalah voltametri *stripping adsorptive*.

Sel voltametri memiliki tiga elektroda yaitu elektroda kerja, elektroda pembantu, dan elektroda pembanding. Elektroda kerja merupakan bagian penting dalam metode voltametri.

Elektroda pasta karbon biasa digunakan sebagai elektroda kerja karena permukaannya dapat diperbarui, berpori, serta mudah dibentuk dalam bentuk yang kecil. Elektroda pasta karbon dapat dibuat dengan mencampurkan karbon dan perekat organik misalnya paraffin [wachid]. Elektroda pasta karbon yang dimodifikasi akan meningkatkan kinerja elektroda.

Bentonit memiliki ruang *interlayer* antara lapisannya yang dapat ditempati kation, molekul air, dan molekul lainnya [4]. Partikel bentonit memiliki ion yang dapat dipertukarkan sehingga membuat bentonit dapat memisahkan logam berat dari air [5]. Bentonit yang diaktivasi dapat meningkatkan kemampuan daya serapnya [6]

Biota air memiliki kemampuan menyerap logam berat dari lingkungannya [7]. Kerang darah merupakan salah satu biota yang dapat dijadikan indikator pencemaran logam berat karena sifat hidupnya yang menetap di dasar dan bergerak lambat serta *filter feeder* menyebabkan bioakumulatif logam berat dalam tubuhnya lebih besar dibanding biota air lainnya.

Pada penelitian ini akan dilakukan analisis Ni(II) pada kerang darah menggunakan elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit secara siklik voltametri. Elektroda pasta karbon

termodifikasi bentonit dibuat dari campuran antara minyak paraffin, grafit, serta bentonit.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat

Voltametri, gelas kimia, elektroda platina, spatula, elektroda Ag/AgCl, penyaring vakum, timbangan listrik, kompor listrik, tanur, ice box, oven, badan elektroda, gelas ukur, pipet tetes, pipet ukur, labu ukur 100 mL, labu ukur 10 mL, penjepit buaya, ampas, dan cawan petri.

Bahan

Minyak paraffin, serbuk karbon, bentonit, akuades, HNO₃ pekat, HCl pekat, asam nitrat, KCl, C₆H₈O₇, Na-sitrat, dan Ni(NO₃)₂.6H₂O

Prosedur penelitian

Preparasi Kerang Darah

Kerang darah dipisahkan dari cangkangnya dan ditimbang sebanyak 300 gram kemudian dicuci bersih. Daging yang sudah bersih kemudian ditanur pada suhu 700°C selama 3 jam. Abu hasil tanur kemudian ditambahkan 2 mL HCl 10 M dan dipanaskan di atas *hot plate* sampai larut. Larutan kemudian dengan 3 mL H₂O₂ kemudian disaring dan filtratnya diencerkan dalam labu ukur 10 mL.

Pembuatan Larutan Standar Ni(II)

Larutan induk Ni(II) dibuat dengan cara menimbang 0,2 gram Ni(NO₃)₂.6H₂O kemudian dimasukkan dalam labu ukur 1000 mL. dan selanjutnya ditambahkan HNO₃ 1M sampai tanda batas. Larutan kemudian diencerkan 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 ppm.

Aktivasi Bentonit

Sebanyak 50 gram bentonit teknis direndam dalam 100 mL akuades dan dibiarkan semalaman. Selanjutnya diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 100 rpm lalu disaring. Residu yang didapatkan didispersikan dalam HCl 0,5 M dan diaduk kembali dengan kecepatan 100 rpm selama 1 jam. Hasilnya kemudian disaring dan dicuci dengan akuades. Residu kemudian dioven pada suhu 400 °C selama 1 jam. Bentonit kering kemudian digerus sampai halus dan diayak dengan ayakan 100 mesh.

Penentuan Elektroda Komposisi Terbaik

Elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit non-aktivasi dan teraktivasi dalam berbagai komposisi secara bergantian dimasukkan dalam sel voltametri yang berisi 10 mL larutan standar Ni konsentrasi 3 ppm dan 10

mL larutan KCl 300 ppm lalu ditambahkan larutan buffer sitrat pH 6 sebanyak 5 mL. Dilakukan pengukuran arus potensial reduksi -1,5 V sampai dengan 1,5 V. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan untuk mendapatkan komposisi elektroda terbaik.

Penentuan pH Optimum

Elektroda dengan variasi komposisi terbaik dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 10 mL larutan Ni 3 ppm dan ditambahkan larutan KCl 300 ppm sebanyak 10 mL dalam variasi pH 3, 4, 5, dan 6. Dilakukan pengukuran arus potensial -1,5 V sampai dengan 1,5 V. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan untuk mendapatkan kondisi pH optimum.

Penentuan Kadar Ni(II) secara Voltametri Siklik

Larutan deret standar Ni(II) 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 ppm secara bergantian diukur menggunakan voltameter dengan elektroda komposisi terbaik, ditambahkan 10 mL larutan KCl konsentrasi 100 kali lebih besar dan 5 mL larutan buffer pH optimum.

Larutan kerang diambil 10 mL dimasukkan dalam sel voltametri dan ditambahkan 10 mL KCl 0,1 M serta 5 mL larutan buffer sitrat pH optimum. Dilakukan pengukuran arus potensial -1,5 V sampai dengan 1,5 V. Arus hasil pengukuran larutan deret standar Ni dibuat grafik kemudian digunakan untuk menghitung kadar Ni(II) pada kerang darah.

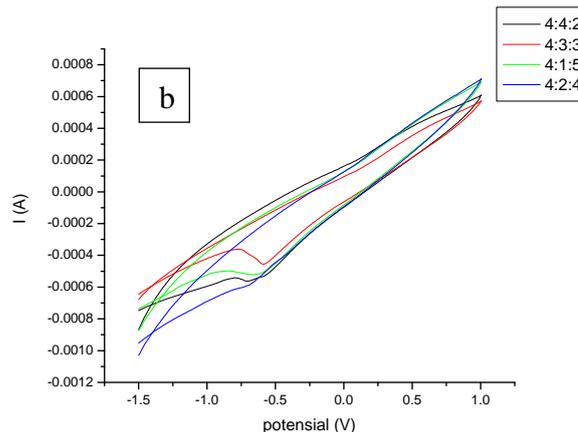
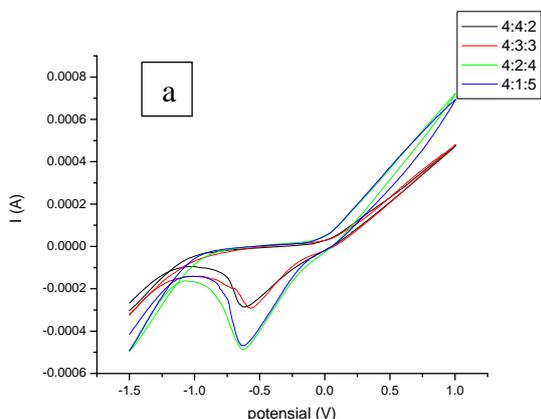
Penentuan Kadar Ni(II) secara AAS

Larutan deret standar Ni 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 ppm serta larutan kerang secara bergantian diukur menggunakan metode pada panjang gelombang 232 nm. Absorbansi larutan deret standar dibuat grafik untuk menghitung kadar Ni(II) pada kerang darah.

HASIL DAN PEMBAHASAN

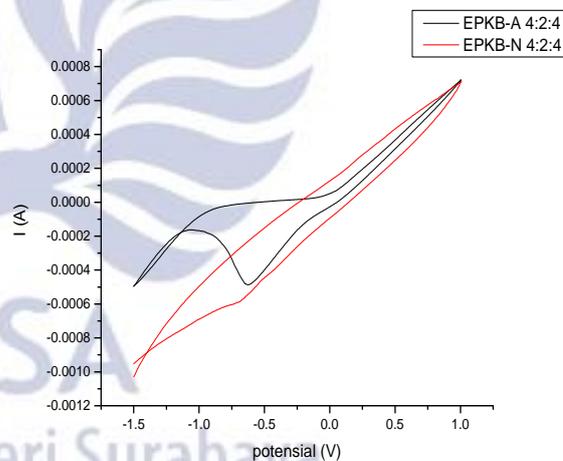
Penentuan Elektroda Komposisi Terbaik

Hasil pengukuran elektroda berbagai komposisi secara voltametri siklik dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Voltamogram (a) EPKB-A dan (b) EPKB-N berbagai komposisi

Voltamogram pada gambar 2 menunjukkan bahwa semua jenis elektroda yang dibuat pada penelitian menunjukkan puncak arus pada saat pengukuran dengan larutan standar Ni(II), namun EPKB-N menghasilkan puncak arus yang kurang jelas, sedangkan EPKB-A memberikan respon arus puncak yang lebih baik. EPKB-A komposisi 4:2:4 menunjukkan puncak arus yang paling tinggi dibandingkan EPKB-A komposisi lainnya, demikian juga dengan EPKB-N komposisi 4:2:4.



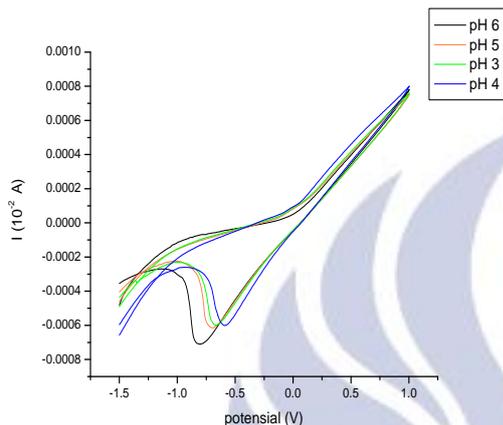
Gambar 3. Voltamogram perbandingan EPKB-N dan EPKB-A komposisi 4:2:4

Gambar 3 menunjukkan menunjukkan bahwa pada komposisi yang sama, EPKB-A memberikan respon puncak arus yang lebih baik karena aktivasi bentonit menghilangkan senyawa-senyawa pengotor berupa senyawa organik, yang dibuktikan dengan interpretasi hasil spectra FTIR. Senyawa pengotor yang telah hilang dari struktur bentonit dapat membuka pori dan meningkatkan luas permukaan sehingga adsorptivitas bentonit bertambah kemudiandapat berikatan dengan ion logam bermuatan positif.

Penentuan pH Optimum

Penentuan kondisi pH optimum dilakukan memakai elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit teraktivasi (EPKB-A) komposisi 4:2:4 yang digunakan pada larutan standar Ni(II) konsentrasi 3 ppm dengan variasi buffer sitrat pH 3, 4, 5, dan 6.

Kondisi pH berpengaruh pada hasil pengukuran Ni(II) secara voltametri. Pada pH optimum larutan akan mencapai kestabilan analit yaitu dalam keadaan ion, sedangkan pada pH tertentu ion dalam larutan dapat berubah menjadi molekul sehingga pengukuran dengan voltametri tidak dapat dilakukan.



Gambar 4. Voltamogram EPKB-A berbagai pH

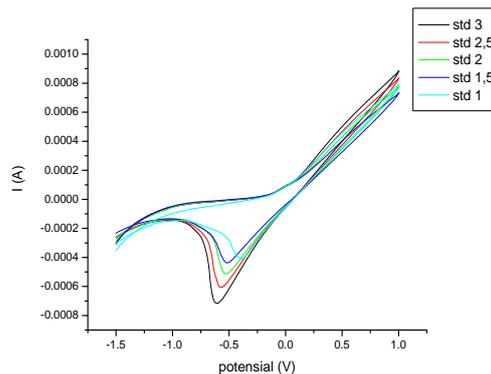
Gambar 4 menunjukkan bahwa pH 6 merupakan pH optimum untuk analisis Ni(II) karena pada pH 6, larutan Ni(II) banyak terdapat dalam bentuk ion bebasnya sehingga ion akan menempel pada permukaan elektroda dan membentuk kompleks dengan bentonit.

Penentuan Kadar Ni(II) pada Kerang Darah secara Voltametri Siklik

Sebelum kadar Ni(II) dalam daging kerang darah dianalisis, dilakukan preparasi terlebih dahulu. Daging kerang darah yang telah dibersihkan dari cangkangnya selanjutnya dicuci tujuannya untuk membersihkan sisa darah dan lendir sehingga dalam penelitian ini benar-benar hanya kadar Ni(II) pada bagian dagingnya saja yang diukur. Proses selanjutnya adalah kerang ditimbang sampai mencapai 400 gram kemudian ditanur pada suhu 700 °C selama ± 3 jam untuk menghilangkan air dan zat-zat organik didalamnya.

Abu hasil tanur kemudian ditambahkan 2 mL HCl 10 M dan dipanaskan di atas hot plate sampai larut. Larutan kemudian ditambahkan 3 mL H₂O₂ sampai membentuk endapan putih dan disaring. Selanjutnya filtrat diencerkan dalam labu ukur 10 mL. Penambahan larutan asam bertujuan untuk memecah logam yang terdapat dalam daging kerang.

Pengujian dilakukan secara siklik voltametri dengan menggunakan EPKB-A komposisi 4:2:4 dan larutan buffer sitrat pH 6 terhadap larutan deret standar Ni(II) konsentrasi 1; 1,5; 2; 2,5; dan 3 ppm dan larutan sampel daging kerang darah.

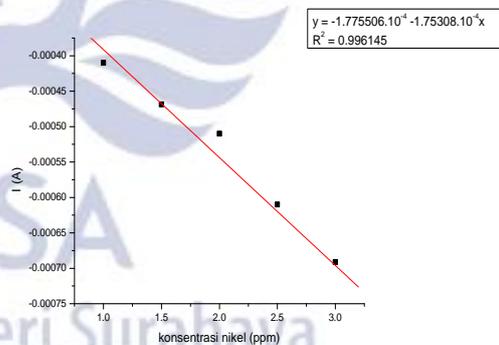


Gambar 5. Voltamogram pengukuran larutan deret standar Ni(II) Puncak arus katodik larutan deret standar Ni(II) ditunjukkan pada tabel 2.

Tabel 2. Ipc Larutan deret standar Ni(II)

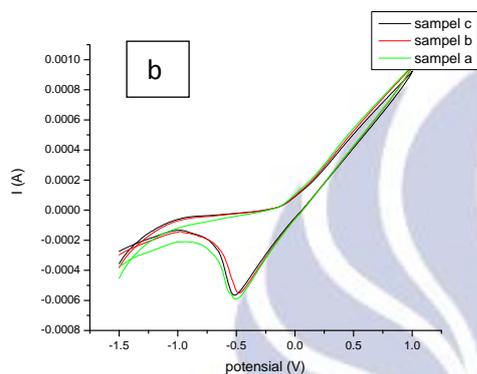
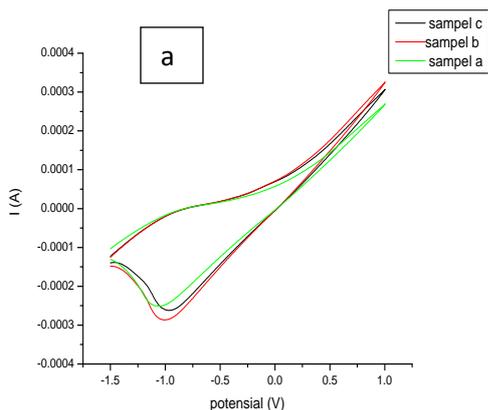
Larutan Ni(II) (ppm)	Ipc (A)
1	-0.00041
1.5	-0.00044
2	-0.00051
2.5	-0.00061
3	-0.00072

Setelah mendapatkan data puncak arus larutan Ni(II) kemudian dibuat kurva Ipc vs konsentrasi sebagai berikut



Gambar 6. Kurva Hubungan Ipc dengan konsentrasi larutan deret standar Ni(II)

Dari kurva diatas diperoleh persamaan garis $y = -0,000177 - 0,000175x$. Selanjutnya dilakukan pengujian pada sampel kerang darah. Nilai Ipc dari sampel kemudian dimasukkan persamaan diatas sehingga dapat diketahui kadar Ni(II) pada kerang darah. Gambar 6 menunjukkan voltamogram hasil pengukuran sampel.



Gambar 7. Voltamogram sampel pengambilan (a) bulan April dan (b) bulan Juli

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kadar Ni(II) pada kerang darah pengambilan bulan april rerata sebesar rerata sebesar 0,50 ppm dan pada bulan juli sebesar 2,22 ppm.

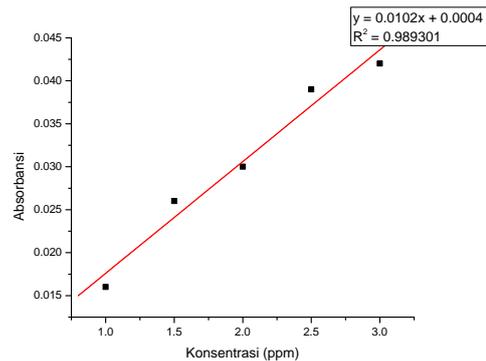
Penentuan Kadar Ni(II) pada Kerang Darah secara AAS

Pengukuran kadar Ni(II) juga dilakukan menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom atau AAS sebagai validasi metode voltametri siklik. Sebelum dilakukan pengukuran terhadap sampel kerang darah, diukur terlebih dahulu absorbansi larutan deret standar dengan konsentrasi 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 ppm.

Tabel 3. Absorbansi Larutan Standar

Standar (ppm)	Absorbansi
1	0.009
1,5	0.013
2	0.017
2,5	0.025
3	0.028

Dari data absorbansi standar di atas dibuat kurva seperti ditunjukkan pada gambar 4.13 berikut



Gambar 6. Kurva Hubungan Absorbansi dengan Konsentrasi larutan standar Ni(II)

Dari kurva diatas diperoleh persamaan garis $y = 0,0102x + 0,0004$. Setelah mengukur absorbansi standar, dilakukan pengukuran terhadap larutan sampel kemudian absorbansi sampel dimasukkan dalam persamaan diatas.

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa konsentrasi Ni(II) pada kerang darah pengambilan bulan april rerata sebesar 1,03 ppm dan pada bulan juli sebesar 2,44 ppm.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

1. Komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit terbaik yaitu pada perbandingan karbon:paraffin:bentonit aktivasi sebesar 4:2:4.
2. pH optimum untuk analisis Ni(II) dengan metode voltametri adalah pH 6.
3. Kadar Ni(II) pada kerang darah hasil pengukuran secara voltametri siklik pengambilan bulan april rerata sebesar 0,50 ppm dan pada bulan juli sebesar 2,22 ppm.
4. Kadar Ni(II) pada kerang darah hasil pengukuran secara AAS pengambilan bulan april rerata sebesar 1,03 ppm dan pada bulan juli sebesar 2,44 ppm.

Saran

1. Mengembangkan pengujian menggunakan teknik voltametri lain .
2. Melakukan validasi dengan instrument lain misalnya LIP (*Laser Induced Plasma*).
3. Mengembangkan pengujian terhadap jenis kerang lainnya atau sampel biologi lain.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Fitriyah, Khaina Rinda. 2007. Studi Pencemaran Logam Berat Kadmium (Cd), Merkuri (Hg), dan Timbal (Pb) pada Air Laut, Sedimen, dan Kerang Bulu (Anadara antiquata) di Perairan Pantai Lekok Pasuruan. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Malang

[2] Sarjono, Aryo. 2009. Analisis Kandungan Logam Berat Cd, Pb, dan Hg pada Air dan Sedimen di Perairan Kamal Muara Jakarta

- Utara. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor
- [3] Apriadi, Dandy. 2005. Kandungan Logam Berat Hg, Pb, dan Cr pada Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (*Perna viridis* L) di Perairan Kamal Muara Teluk Jakarta. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- [4] Saryati, Wardiyati, Siti. 2007. Aplikasi Voltametri untuk Penentuan Logam Berat dalam Bahan Lingkungan. *Jurnal Sains Materi Industri Desember 2008, hal 265-270*.
- [5] Machfud, M. 2011. Pengaruh Waktu Interaksi Bentonit Teraktivasi H_2SO_4 terhadap Daya Adsorpsi Iodium. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Negeri Surabaya
- [6] Suliana, Ayu. 2014. Pembuatan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Bentonit untuk Analisis Kadmium(II) dengan Ion Pengganggu Aluminium(III) dan Tembaga(II) Secara Voltametri. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Negeri Surabaya
- [7] Filayati, Rifda M. 2012. Pengaruh Massa Bentonit Teraktivasi H_2SO_4 terhadap Daya Adsorpsi Iodium. *Skripsi*. Surabaya: Universitas Negeri Surabaya
- [8] Hutagaol. Satya Novecty. 2012. Kajian Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) pada Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (*Perna viridis*) di Perairan Muara Kamal, Provinsi DKI Jakarta. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor

