

PENGUNAAN GRAPHENE OXIDA (GO) SEBAGAI ELEKTRODA KERJA UNTUK ANALISIS FENOL SECARA CYCLIC VOLTAMMETRY

GRAPHENE OXIDE (GO) AS WORK ELEKTRODE FOR CYCLIC VOLTAMMETRY FENOL ANALYSIS

Dymarda Indra Santoso Mulyono dan Pirim Setiarso*

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences
State University of Surabaya

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

*Corresponding author, email : [pirimsetiarso@ unesa.ac.id](mailto:pirimsetiarso@unesa.ac.id)

Abstrak. Penelitian penggunaan graphene oksida (Go) sebagai elektroda kerja untuk analisis fenol secara cyclic voltammetry bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum yang meliputi komposisi elektroda, pH, waktu deposisi, dan laju pindai. Perbandingan komposisi elektroda parafin : GO yaitu 5:5; 4:6; 3:7; 2,5 : 7,5; 2:8. Pengujian menggunakan variasi pH 5; 5,5; 6; 6,5. Waktu deposisi yang digunakan adalah 5, 10, 30, 60, dan 100 detik. Laju pindai yang digunakan sebesar 100, 200, 300, 400 500 mV/detik. Hasil penentuan komposisi optimum didapat 8:2 dengan nilai I_{pc} sebesar -0.0013271 A. Penentuan pH optimum didapat 6,5 dengan nilai I_{pc} sebesar -0.00146 A. Penentuan waktu deposisi optimum didapat 5 detik dengan nilai I_{pc} sebesar -0.00069 A. Penentuan laju pindai optimum didapat 500 mV/detik dengan nilai I_{pc} sebesar -0.00133 A. Perbandingan hasil %recovery fenol menggunakan elektroda GO menggunakan metode cyclic voltametry lebih besar yaitu 94,861% dibanding menggunakan HPLC yaitu 83.06%.

Kata Kunci : Fenol, Graphene Oksida, Voltametri

Abstract. Research on the graphene oxide (Go) as working electrode for phenol analysis cyclic voltammetry aims to determine the optimum conditions which include electrode composition, pH, deposition time, and scan rate. Comparison of paraffin electrode composition: GO 5: 5; 4: 6; 3: 7; 2.5: 7.5; 2: 8. Tests using pH variation 5; 5.5; 6; 6.5. The deposition time used is 5, 10, 30, 60, and 100 seconds. Scan speed used is 100, 200, 300, 400, 500 mV / sec. The result of determination of optimum composition obtained 8: 2 with the value of I_{pc} of -0.0013271 A. Determination of pH optimum obtained 6.5 with the value of I_{pc} -0.00146 A. Determination of optimum deposition time obtained 5 seconds with the value of I_{pc} -0.00069 A. Determination of the optimum scan rate obtained 500 mV / sec with the value of i_{pc} -0.00133 A. Comparison of recovery results of phenol using GO electrode using cyclic voltametry method is greater that 94.861% compared to using HPLC is 83.06%.

Keywords: Phenol, Graphene Oxide, Voltammetri

PENDAHULUAN

Air adalah senyawa yang penting bagi semua bentuk kehidupan yang diketahui sampai saat ini di Bumi [1]. Pencemaran air terjadi karena air tercemar menunjukkan spesifikasi kandungan pencemar [2]. Salah satu penyebabnya fenol. Sisa-sisa fenol dapat terbawa dan menyebabkan pencemaran pada perairan [3]. Berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan RI No.P63/MENLHK/SETJEN/KUM.1/7/2016 dan Keputusan Menteri Kesehatan RI Nomor 492/MENKES/PER/IV/2010, senyawa fenol dinyatakan aman keberadaannya dalam air

untuk kehidupan ekosistem aquatik pada konsentrasi 0,5-1,0 mg/L, sedangkan ambang batas senyawa (turunan) fenol dalam baku mutu air minum adalah maksimal 0,01 mg/L. Oleh karena itu perlu diadakan suatu uji kualitas suatu air dengan metode tertentu.

Metode yang sering digunakan untuk penentuan kadar fenol adalah dengan HPLC dapat dipergunakan untuk penentuan senyawa anorganik, organik dan biokimia untuk memisahkan molekul berdasarkan perbedaan afinitasnya terhadap zat padat tertentu. Cairan yang akan dipisahkan merupakan fasa cair dan

zat padatnya merupakan fasa diam (stasioner)[4]. Salah satu metode lain untuk analisis fenol yaitu metode voltametri. Metode ini dapat menganalisis dengan limit deteksi mencapai 10^{-10} M [5]. Analisis secara voltametri, ion-ion saling terpisah sesuai dengan potensial oksidasi-reduksinya, sehingga unsur-unsur major tidak mengganggu analisis unsur minor [5].

Instrumen voltametri mempunyai 3 elektoda yakni elektoda pembantu, elektoda kerja, dan elektoda pembanding. Elektoda kerja merupakan tempat reaksi oksidasi reduksi terjadi. Elektoda pasta karbon dapat digunakan dikarenakan permukaan elektoda mempunyai pori dan dapat diperbarui, serta mudah untuk dibuat [6].

GO (*Graphene Oxide*) turunan dari alotrop karbon, yaitu grafit, dimana *Graphene* membentuk lembaran. *Graphene-Oxide* memiliki berbagai macam manfaat dalam aplikasinya sebagai produk turunan grafit. Salah satu aplikasi yang berkaitan dengan penelitian ini adalah penggunaan *graphene oxide* sebagai bagian dari rangkaian elektrokimia yaitu elektoda kerja elektrolisis.

Parafin dianggap sebagai campuran komposit yang baik. Karena memiliki panas latennya yang tinggi, tekanan uap rendah, perilaku nukleasi, dan ada secara komersial dengan biaya rendah. [7].

Penelitian oleh Amardi Suprasetyo (2016) bahwa elektoda pasta karbon menggunakan modifier zeolit sensitivitas elektoda semakin meningkat[8]. Dan penelitian Marcano tahun 2010 dihasilkan IGO memiliki keuntungan yang signifikan (penambahan H_3PO_4) dibandingkan dengan metode Hummer yang telah ada (penambahan $NaNO_3$)[9].

Berdasarkan permasalahan diatas maka akan dilakukan penentuan fenol secara *cyclic voltammetry* dengan menggunakan elektoda kerja *Graphen Oxide* (GO).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Gelas kimia, instrumen voltametri, neraca analitik (OHAUS), kabel tembaga, amplas, magnetic stirrer, instrumen XRD, instrumen SEM, instrumen FTIR, instrumen HPLC, capit buaya, pH meter, termometer, oven, sentrifuge, ultrasonik. Grafit, paraffin, larutan H_2SO_4 p.a, larutan H_3PO_4 85%, padatan $KMnO_4$, larutan H_2O_2 30%, larutan HCl 37%

p.a, HCl 1 M, serbuk Zn, akuademin, Fenol, etanol 96% p.a.

PROSEDUR PENELITIAN

a. Pembuatan Elektroda Pasta Karbon

Disiapkan GO, parafin dibuat dengan perbandingan parafin : GO yaitu 5:5; 4:6; 3:7; 2,5 : 7,5; 2:8. Campuran diaduk sampai homogen dan dimasukkan dalam elektoda sampai padat dan keras.

b. Penentuan Komposisi Elektroda Terbaik

Elektoda dengan berbagai variasi diuji menggunakan instrumen voltametri menggunakan larutan fenol 5 ppm sebanyak 10 mL larutan KCl 500 ppm dalam 5 mL larutan buffer *phosphate* pH 6, kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -2 sampai 2 V dengan waktu deposisi 10 detik dan laju pindai 0,01 V/s. Puncak arus pada voltamogram dianalisis sehingga menghasilkan elektoda terbaik.

c. Penentuan pH Optimum

Elektoda dengan komposisi optimum diuji menggunakan instrumen voltametri menggunakan larutan fenol 5 ppm sebanyak 10 mL larutan KCl 500 ppm dalam 5 mL variasi larutan buffer *phosphate* pH 6; 6,5; 7; 7,5; 8. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -2 sampai 2 V dengan waktu deposisi 10 detik dan laju pindai 0,01 V/s. Puncak arus pada voltamogram dianalisis sehingga menghasilkan pH optimum.

d. Penentuan Waktu Deposisi Optimum

Elektoda dengan komposisi optimum diuji menggunakan instrumen voltametri menggunakan larutan fenol 5 ppm sebanyak 10 mL larutan KCl 500 ppm dalam 5 mL larutan buffer *phosphate* pH optimum. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -2 sampai 2 V dengan variasi waktu deposisi 5,10,30,60,100 detik dan laju pindai 0,01 V/s. Puncak arus pada voltamogram dianalisis sehingga menghasilkan waktu deposisi optimum.

e. Penentuan Laju Pindai Optimum

Elektoda dengan komposisi optimum diuji menggunakan instrumen voltametri menggunakan larutan fenol 5 ppm sebanyak 10 mL larutan KCl 500 ppm dalam 5 mL variasi larutan buffer *phosphate* pH optimum. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -2 sampai 2 V dengan waktu deposisi

optimum dan variasi laju pindai 100,200,300,400,500mV/s. Puncak arus pada voltamogram dianalisis sehingga menghasilkan laju pindai optimum.

f. Penentuan Fenol Pada Kondisi Optimum

Elektroda dengan komposisi optimum diuji menggunakan instrumen voltametri menggunakan variasi larutan fenol 5, 10, 15, 20, 25 ppm sebanyak 10 mL larutan KCl 500 ppm dalam 5 mL variasi larutan buffer *phosphate* pH optimum. Kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -2 sampai 2 V dengan waktu deposisi optimum dan laju pindai optimum. Membuat kurva standar fenol dan mengukur konsentrasi terukur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Pembuatan Elektroda GO

Graphene Oxide(GO) digunakan sebagai konduktor dan minyak parafin berfungsi sebagai perekat dalam komposit. Selain itu juga mencegah masuknya analit ke dalam elektroda sehingga meminimalisir kerusakan elektroda.



Gambar 1. Elektroda GO-parafin

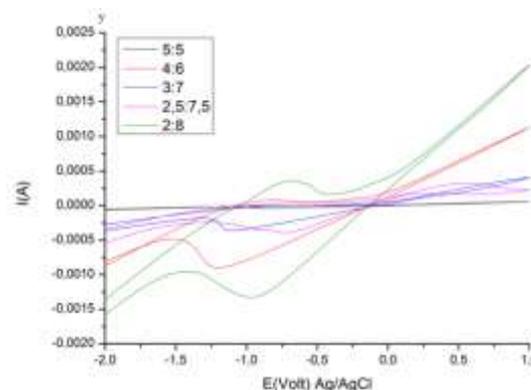
b. Penentuan Komposisi Terbaik

Komposisi menggunakan variasi parafin-GO 5:5; 4:6; 3:7 2,5:7,5 dan 2:8.

Tabel 1. Nilai I_{pa} dan I_{pc} pada komposisi optimum

Perbandingan minyak parafin : GO	I_{pa} (A)	I_{pc} (A)
5:5	$8,128 \times 10^{-6}$	-0.000037758
4:6	$7,982 \times 10^{-5}$	-0.00089769
3:7	$-1,50 \times 10^{-5}$	-0.00036376

2.5:7;5	0.00032543	-0.0003976
2:8	0.0011614	-0.0013271



Gambar 2. Grafik Voltamogram variasi komposisi

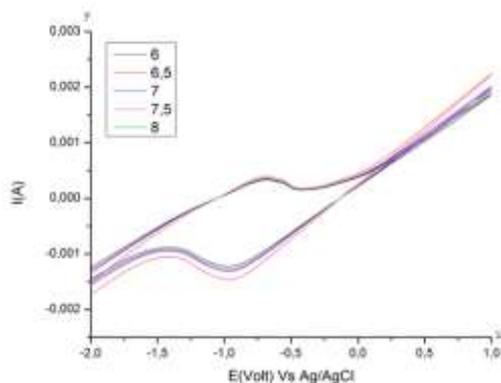
Terlihat pada tabel 1. terdapat berbagai peningkatan nilai I_{pa} dan I_{pc} yang terlihat pada gambar 2. Hal ini disebabkan GO merupakan konduktor, sehingga semakin besar penambahan GO maka semakin besar pula kecepatan transfer elektron yang terjadi [10]. Perbandingan 8:2 memiliki nilai I_{pc} paling besar dengan nilai -0.0013271 A.

c. Penentuan pH Optimum

pH optimum menggunakan variasi 6; 6,5; 7; 7,5; 8.

Tabel 2. Nilai I_{pa} dan I_{pc} pada pH optimum

pH buffer fosfat	I_{pa}	I_{pc}
6	0.000334208	-0.001221
6,5	0.000399597	-0.00146
7	0.000359637	-0.001314
7.5	0.000352372	-0.001287
8	0.000303694	-0.001261



Gambar 3. Grafik Voltamogram variasi pH

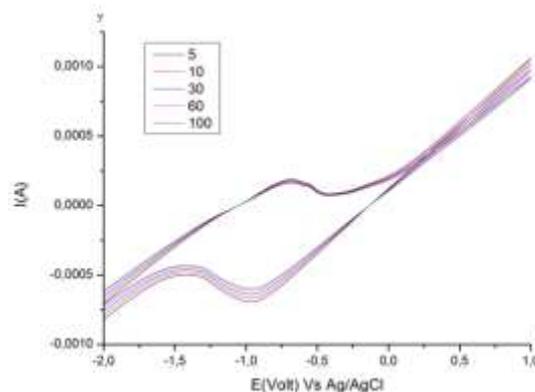
Terlihat pada tabel 2. pH 6,5 memiliki nilai I_{pa} optimum sebesar 0.000399597 A dan I_{pc} sebesar -0.00146 A yang terlihat pada gambar 3. Diduga pada pH 6,5 terjadi peningkatan nilai arus, yang menyebabkan analit mengalami reduksi dan oksidasi tinggi. Saat berada di pH 7 dan pH basa terjadi penurunan nilai arus, hal ini disebabkan pada pH tersebut fenol mengalami ionisasi rendah. Sehingga fenol dianalisis secara optimum dalam kondisi pH asam, hal ini dikarenakan fenol merupakan larutan yang bersifat asam.

d. Penentuan Waktu Deposisi Optimum

Waktu deposisi digunakan melihat kesetabilan elektroda dalam mengukur sampel yang diujikan. Pengukuran menggunakan variasi 5, 10, 30, 60, 100 detik.

Tabel 3. Nilai I_{pa} dan I_{pc} pada pH optimum

Waktu deposisi (detik)	I_{pa}	I_{pc}
5	0.000189	-0.00069
10	0.000182	-0.00066
30	0.000174	-0.00064
60	0.000167	-0.00061
100	0.000163	-0.0006



Gambar 4. Grafik Voltamogram variasi waktu deposisi

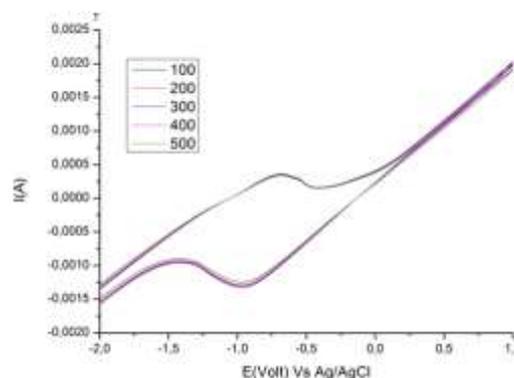
Terlihat pada tabel 3. nilai I_{pa} dan I_{pc} yang diperoleh pada waktu 5 detik lebih tinggi dari pada variasi waktu lain. Pada waktu 10 detik dan seterusnya nilai I_{pc} dan I_{pa} mengalami penurunan, hal ini dikarenakan interaksi antara analit dan elektroda mengalami titik jenuh terlihat pada gambar 4. Sehingga mengakibatkan reaksi oksidasi dan reduksi menjadi kecil.

e. Penentuan Pengukuran Laju Optimum

Penentuan laju pindai bertujuan untuk mengetahui transfer elektron pada elektroda kerja. Pengukuran menggunakan variasi 100, 200, 300, 400, 500 mV/detik.

Tabel 4. Nilai I_{pa} dan I_{pc} pada laju pindai optimum

Laju pindai (mV/detik)	I_{pa}	I_{pc}
100	0.000341	-0.00125
200	0.000352	-0.00129
300	0.000356	-0.0013
400	0.00036	-0.00131
500	0.000363	-0.00133



Gambar 5. Grafik Voltamogram variasi laju pindai

Terlihat pada tabel 4. bahwa laju pindai 200 mV/detik mengalami laju reaksi yang signifikan. Pada 500 mV/detik

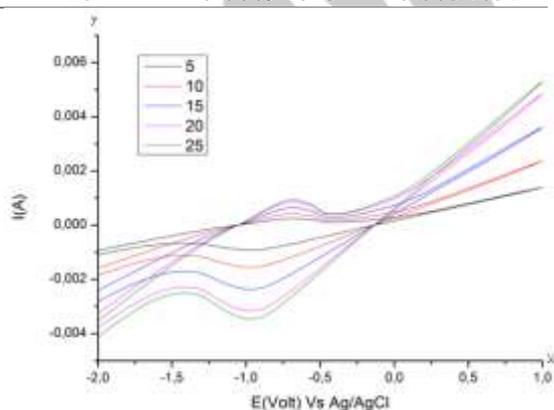
menghasilkan nilai I_{pa} optimum terlihat pada gambar 5. Sehingga tranfer elektron pada laju pindai tersebut memiliki nilai difusi yang tinggi.

f. Penentuan Fenol Dalam Kondisi Optimum

Penentuan fenol dalam kondisi optimum digunakan untuk mengetahui selektifitas elektroda GO terhadap konsentrasi fenol. Pengukuran menggunakan variasi konsentrasi fenol terlihat pada tabel 5. dengan hasil pada gambar 6.

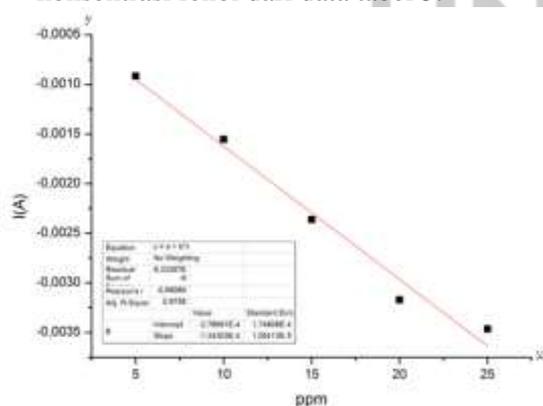
Tabel 5. Nilai I_{pa} dan I_{pc} pada konsentrasi fenol optimum

Konsentrasi (ppm)	I_{pa}	I_{pc}
5	0.00025066	-0.0009157
10	0.00042503	-0.0015527
15	0.00064662	-0.0023622
20	0.00086822	-0.0031718
25	0.00094813	-0.0034637



Gambar 6. Voltamogram variasi konsentrasi fenol

Membuat garis linier dengan konsentrasi fenol dari data tabel 5.



Gambar 7. Kurva standar fenol dengan elektroda optimum

Pada gambar 7. menghasilkan regresi sebesar $R^2 = 0,9758$ dengan persamaan sebagai berikut

$$y = -2,76891 \times 10^{-4} x - 0,00147$$

Tabel 6. Nilai pengukuran larutan fenol dengan metode voltametri

Konsentrasi sebenarnya (ppm)	I_{pc} (A)	Konsent rasi terukur (ppm)	Recover y (%)
10	-0,0015	9,486	94,861
25	-0.0034	23,72	94.861

Tabel 6. memaparkan hasil %recovery rata-rata untuk pengukuran fenol dengan elektroda kerja GO dan perlakuan optimum adalah 94,861%

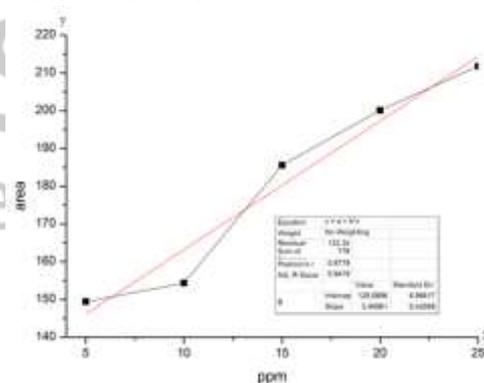
g. Penentuan Larutan Fenol Menggunakan HPLC

Penentuan ini bertujuan untuk pembandingan hasil pengukuran metode siklik voltametri dengan elektroda GO. Penentuan konsentrasi fenol menggunakan laju alir 1 mL/menit dengan eluen asetonitril yang terlihat pada tabel 7.

Tabel 7. luas area dari kromatogram standar fenol

Konsentrasi fenol (ppm)	Waktu retensi (menit)	Luas puncak (mAU*s)
5	2,716	149,4083
10	2,758	154,3233
15	2,74	185,575
20	2,741	200,1043
25	2,732	211,7582

Membuat garis linier dengan konsentrasi fenol



Gambar 8. Kurva standar konsentrasi fenol dengan luas area puncak

Pada gambar 8. menghasilkan regresi sebesar $R^2 = 0,94119$ dengan persamaan sebagai berikut

$$y = 3,50961x + 129,0896$$

Tabel 11. hasil perhitungan % *recovery* data pengukuran fenol

Konsentrasi sebenarnya (ppm)	Luas puncak (mAU*s)	Konsentrasi terukur (ppm)	Recovery (%)
10	-0,00155	7,189887	71.8988
25	211,758	23,55492	94.2197

Tabel 11. memperlihatkan hasil % *recovery* rata-rata untuk pengukuran fenol dengan metode HPLC adalah 83.06%

Berdasarkan %*recovery* pengukuran fenol pada voltametri yaitu sebesar 94,861% dan %*recovery* pengukuran fenol pada HPLC sebesar 83.06%. Maka pengukuran fenol menggunakan voltametri lebih baik dilihat dari %*recovery* yang tinggi.

SIMPULAN

Pada hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa

1. Elektroda *Graphene oxide* pada komposisi 8:2 (*Graphene oxide*: minyak parafin) memberikan arus puncak yang terbaik dalam identifikasi fenol dari pada komposisi lainnya 5:5; 6:4; 7:3 dan 7,5:2,5.
2. Karakterisasi pengukuran terbaik elektroda *Graphene oxide* dalam identifikasi fenol adalah pH 6,5 , waktu deposisi 5 detik, dan laju pindai 500 mV/detik.
3. % *recovery* rata-rata sebesar 94,861% menggunakan voltametri lebih tinggi dari pada menggunakan HPLC sebesar 83.06%

Saran

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka perlu adanya penelitian lebih lanjut mengenai pemurnian elektroda GO sehingga mampu di aplikasikan pada senyawa atau komposisi lain.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ball, Philip. 2005. "Water and life: Seeking the solution". *Nature* 436, 1084-1085
2. Slamet, Setijo Bismo, Rita Arbianti dan Zulaina Sari. 2006. "Penyisihan Fenol Dengan Kombinasi Proses Adsorpsi dan Fotokatalisis Menggunakan Karbon Aktif dan TiO₂". *Jurnal Teknologi*. Edisi No.4 Tahun XX. Hal 303-312.
3. Udiharto, M. 1992. "Aktivitas mikrobial dalam degradasi minyak bumi. Proceedings Diskusi Ilmiah VII Hasil Penelitian Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi (PPPTMGB). Lembaga Minyak dan Gas (LEMIGAS)", Jakarta. 13-14 Juni 1992.
4. Republik Indonesia. 2016. Keputusan Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan RI No. P63, Tahun 2016 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum. Sekretariat Menteri. Jakarta.
5. Saryati, Sutisna, Siti Wardiyati, Rukihati, Sumarjo, Wahyudianingsih, Siti Suprapti, Wildan Z, Istanto, Muhammad Ihsan. 2004. "Pembuatan Komposit Arang Aktif-Zeolit-CMC Sebagai Bahan Penyaring pada Sistem Penyediaan Air Minum". *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 5 (3) : hal 15-20.
6. Apriliani, Rini. 2009. Studi Penggunaan Kurkumin sebagai Modifier Elektroda Pasta Karbon untuk Analisis Timbal (II) secara Stripping Voltammetry. *Skripsi*, Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
7. Bayhaki, M. I. 2015. "Kristalinitas Graphene Oxide(GO) dari karbon Aktif Menggunakan Metode Difraktometer Sinar-X". *UNESA Journal of Chemistry*, Vol.4 No.3 78-81.
8. Suprasetyo, Amardi. 2016. "Penentuan Kadar Fenol Pada Air Sungai Secara Cyclic Stripping Voltammetry Dengan Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Zeolit". *Skripsi*. Surabaya: FMIPA Universitas Negeri Surabaya
9. Marcano, Daniela C., et al. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *American Chemical Society*. 4(8). 4806-4814
10. Irzaman, R. Erviansyah, H. Syafutra, A. Maddu, dan Siswadi. 2010. "Studi Konduktivitas Listrik Film Tipis Ba_{0.25}Sr_{0.75}TiO₃ Yang Dididat Ferium Oksida (BFST) Menggunakan Metode Chemical Solution Deposition". FMIPA:IPB

11.Rofiansyah, Ardi .2016. "Penentuan Kadar Cd(Ii) Pada Limbah Pabrik Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi

Zeolit Secara Cyclic Stripping Voltamery". Skripsi. Surabaya:FMIPA Universitas Negeri Surabaya

