

PEMBUATAN ELEKTRODA NANO KARBON UNTUK ANALISIS LOGAM Pb(II) SECARA SIKLIK VOLTAMETRI

THE MAKING OF NANO CARBON ELECTRODE FOR LEAD(II) ANALYSIS USING CYCLIC VOLTAMMETRY

*Winda Raidah Rusnadi 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

Abstrak .Graphene oxide merupakan salah satu contoh nano karbon yang memiliki sifat yang bagus untuk dijadikan elektroda. Pembuatan graphene oxide sebagai elektroda untuk analisis kadar Pb(II) dalam cat enamel bertujuan untuk mengetahui kinerja elektroda ini dalam menganalisis sampel. Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses analisis sampel yaitu pH, waktu deposisi, dan laju pindai. Elektroda graphene oxide dibuat dalam berbagai variasi komposisi dengan parafin sebagai perekatnya. Macam variasi Go:parafin yaitu 5:5, 6:4, 7:3 dan 8:2. pH divariasi dengan rentang pH 3 – pH 6, waktu deposisi dengan variasi 5; 10; 30; 60; dan 100 sekon, dan pengaruh laju pindai dengan variasi laju pindai 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 V/s. Hasil voltamogram pada penelitian ini menunjukkan komposisi elektroda graphene oxide:parafin terbaik adalah 8:2, pH optimum pada pH 5, waktu deposisi terbaik pada 5 sekon, dan laju pndai terbaik pada 0,1 V/s. Recovery data yang diperoleh dari analisis timbal menggunakan elektroda graphene oxide secara siklik voltametri adalah 99,6620 %.

Kata Kunci : Logam Pb(II), *Graphene Oksida, Voltametri*

Abstract. *Graphene oxide as electrodes for the analysis of Pb (II) in enamel paint aims to determine the performance of these electrodes in analyzing samples. Several factors can affect the sample analysis process i.e. pH, deposition time, and scan rate. Graphene oxide electrodes are made in a wide variety of compositions with paraffin as the glues. Composition variations of Go: Paraffin is 5:5, 6:4, 7:3 and 8:2. pH variance with range pH 3 – pH 6, Deposition time with variation 5,10,30,60 and 100 second, and the effect of the scan rate with variations 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 and 0,5 V/s. Voltamogram results in this research indicate the best composition of graphene oxide: paraffin electrode is 8:2, the optimum pH at pH 5, the best deposition time at 5 seconds, and the best scan rate at 100 mV/s. Recovery data obtained from lead analysis using graphene oxide's electrode by cyclic voltammetry is 99.6620%.*

Keywords:*Lead(II) metal, Graphene Oxide, Voltammetry*

PENDAHULUAN

Timbal merupakan logam berat berbahaya. Sumber yang berpotensi menghasilkan timbal di lingkungan yaitu baterai bekas yang mengandung asam timbal (*Used Lead Acid Batteries*) cat, incinerator dan pembuangan limbah [1]. Di dalam cat, senyawa timbal dengan kadar tinggi lebih banyak ditemukan pada jenis cat enamel dibandingkan cat berbasis air. Pada cat enamel senyawa timbal ditambahkan sebagai pemberi warna serta sebagai agaen anti korosi karena fungsi cat ini adalah sebagai cat pelapis [2]. Penggunaan timbal dalam cat memiliki batasan yaitu menurut SNI 8011: 2014 adalah di bawah 600 ppm [3]. Meski begitu dalam

beberapa produk cat enamel masih ditemukan kadar timbal yang melebihi batas SNI.

Penentuan kadar logam berat biasa dilakukan dengan menggunakan AAS dan ICPMS. Metode ini memiliki kekurangan yaitu tidak bisa menganalisis secara simultan. Diperlukan metode lain yang lebih mudah dan efektif yaitu voltametri [4]

Voltametri memiliki kelebihan yaitu mampu menganalisis logam secara simultan, sehingga mampu mempersingkat waktu pengerjaan. Salah satu teknik voltametri yang baik digunakan adalah voltametri siklik. Teknik ini menggunakan dua sapuan (*sweep*)

bolak – balik sehingga informasi reaksi redoks analit dapat teramati dengan baik [5].

Salah satu bagian penting pada voltametri siklik adalah elektroda kerja. Elektroda kerja dalam bentuk padat lebih banyak digunakan karena lebih mudah dan memiliki rentang potensial anoda yang panjang. Contohnya nano karbon, senyawa dalam bentuk nano sedang giat dikembangkan karena sifat yang dihasilkan bagus [6].

GO (*Graphene Oxide*) merupakan bahan alternatif dari lembaran *graphene* yang lebih mudah digunakan. *Graphene oxide* juga salah satu contoh dari karbon nanostruktur yang memiliki sifat mobilitas elektron tinggi dibanding *carbon nanotube* sehingga bisa digunakan sebagai elektroda [7].

Penelitian oleh Marcano tahun 2010 dihasilkan *Graphene oxide* dengan hasil yang maksimal melalui metode *Improved Hummer*. Metode ini menggunakan penambahan KMnO_4 sebagai ganti NaNO_3 [8]. *Graphene oxide* yang diperoleh melalui proses sintesis berbentuk serbuk. Apabila digunakan sebagai elektroda kerja akan mudah *release* atau meluruh dari kawat tembaga. Oleh karena itu dibutuhkan perekat yaitu parafin. Parafin digunakan sebagai perekat agar serbuk *graphene oxide* tetap melekat pada kawat tembaga selama proses analisis berlangsung [9,10].

Dari beberapa rumusan masalah yang ada, dilakukan analisis kadar timbal dalam cat enamel menggunakan elektroda *graphene oxide* menggunakan metode voltametri siklik.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Gelas kimia, instrumen voltametri, neraca analitik (OHAUS), kawat tembaga, amplas, *magnetic bar*, instrumen XRD, instrumen PSA, instrumen FTIR, instrumen AAS, penjepit buaya, pH meter, termometer, oven, sentrifuge, ultrasonik. Grafit pensil, paraffin, larutan H_2SO_4 p.a 98%, larutan H_3PO_4 85%, padatan KMnO_4 , larutan H_2O_2 30%, larutan HCl 37% p.a, HCl 1 M, serbuk Zn, aquademin, cat enamel, padatan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ etanol 96% p.a.

PROSEDUR PENELITIAN

a. Pembuatan Elektroda *Graphene Oxide*

Graphene oxide dan parafin ditimbang dengan 4 macam variasi komposisi GO:parafin yaitu 5:5; 6:4; 7:3; 8:2. Kedua

bahan tersebut diaduk hingga homogen dan dimasukkan dalam wadah elektroda menggunakan spatula besi.

b. Penentuan Komposisi Elektroda *Graphene Oxide* Terbaik

Graphene oxide:parafin dengan 4 macam variasi komposisi digunakan untuk menganalisis timbal. Masing-masing elektroda tersebut dicelupkan pada sel voltametri berisi larutan standar Pb 50 ppm, larutan KCl 5000 ppm dan larutan buffer *citrate* pH 5. Pengukuran arus dilakukan pada rentang beda potensial -2 Volt - 1 Volt, waktu deposisi 5 sekon dan laju pindai 0,1 V/s. Hasil voltamogram berupa puncak arus yang menunjukkan komposisi elektroda terbaik.

c. Pengaruh pH

Elektroda *Graphene oxide*:parafin terbaik dicelupkan pada sel voltametri yang berisi larutan standar Pb 50 ppm, larutan KCl 5000 ppm, dan larutan buffer *citrate* dengan variasi pH 3, 4, 5 dan 6. Pengukuran arus dilakukan pada rentang beda potensial -2 Volt - 1 Volt, waktu deposisi 5 sekon dan laju pindai 0,1 V/s. Hasil voltamogram yang menunjukkan puncak arus diamati untuk menentukan kondisi pH optimum.

d. Pengaruh Waktu Deposisi

Elektroda *Graphene oxide*:parafin terbaik diuji dicelupkan pada sel voltametri berisi larutan Pb 50 ppm, larutan KCl 5000 ppm dan larutan buffer *citrate* pH optimum. Pengukuran arus dilakukan pada rentang beda potensial -2 Volt - 1 Volt, waktu deposisi divariasi mulai dari 5 s, 10 s, 30 s, 60 s, 100 s dan laju pindai 0,1 V/s. Hasil voltamogram yang menunjukkan puncak arus diamati untuk menentukan waktu deposisi optimum.

e. Pengaruh Laju Pindai

Elektroda *graphene oxide*:parafin terbaik dicelupkan pada sel voltametri yang berisi larutan standar Pb 50 ppm, larutan KCl 5000 ppm dan larutan buffer *citrate* pH optimum. Pengukuran arus pada rentang beda potensial -2 Volt - 1 Volt, waktu deposisi optimum dan variasi laju pindai 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 V/s. Hasil voltamogram yang menunjukkan puncak arus diamati untuk menentukan laju pindai terbaik.

f. Pengukuran konsentrasi Pb

Elektroda *graphene oxide*:parafin terbaik dicelupkan pada sel voltametri bersisi larutan standar Pb dengan macam konsentrasi 10, 20, 30, 40, 50 ppm, larutan KCl 5000 ppm dan larutan buffer *citrate* pH terbaik. Pengukuran arus dilakukan pada rentang potensial -2 Volt - 1 Volt, waktu deposisi optimum dan laju pindai optimum. Hasil voltamogram diolah untuk membuat kurva standar Pb.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Pembuatan Elektroda GO

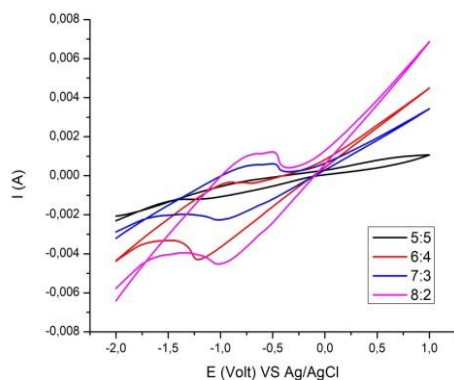
Graphene oxide hasil sintesis *Improved Hummer* berbentuk serbuk, ditambahkan parafin sebagai perekat agar tidak mudah release ketika digunakan sebagai elektroda.



Gambar 1. Elektroda *Graphene oxide*:parafin dengan 4 macam variasi

b. Penentuan Komposisi Terbaik

Elektroda *Graphene oxide*:parafin dibuat dengan variasi 5:5, 6:4, 7:3, dan 8:2.



Gambar 2. Voltamogram komposisi GO:parafin

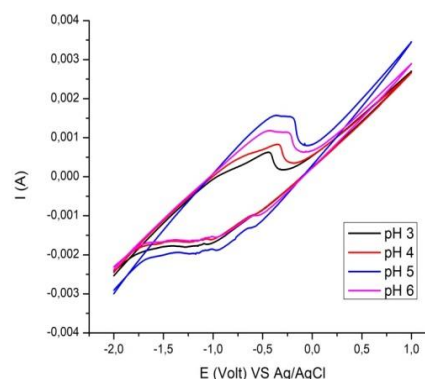
Tabel 1. Hasil I_{p_a} dan I_{p_c} masing-masing komposisi elektroda GO

Komposisi GO : Parafin	I_{p_a} (A)	I_{p_c} (A)
5:5	$-4,708 \times 10^{-4}$	-0,001020397
6:4	$-2,727 \times 10^{-4}$	-0,0023017070
7:3	$6,096 \times 10^{-4}$	-0,0043306679
8:2	0,0012067	-0,0045288086

Melalui gambar 2 diperoleh hasil I_{p_a} dan I_{p_c} yang ada pada tabel 1. Komposisi terbaik dilihat dari nilai I_{p_a} dan I_{p_c} tertinggi yaitu komposisi 8:2. Adanya jumlah *Graphene oxide* yang lebih banyak pada komposisi tersebut membuat transfer elektron terjadi lebih baik dibandingkan komposisi yang lainnya.

c. Pengaruh pH

Variasi pH buffer *citrate* dibuat dengan



rentang pH 3 - pH 6.

Gambar 3. Voltamogram pengaruh pH terhadap analisis Pb

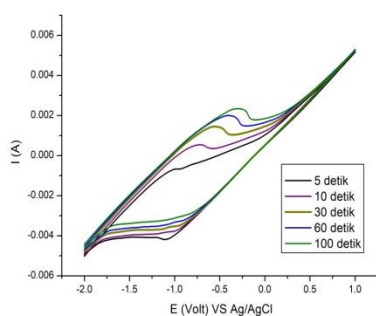
Melalui gambar 3 diperoleh hasil I_{p_a} dan I_{p_c} yang dapat dilihat pada tabel 2. Pengaruh pH pada pengukuran timbal menggunakan elektroda go:parafin memiliki kondisi optimum pada pH 5. Hasil tersebut didukung oleh I_{p_a} dan I_{p_c} pH 5 yang menunjukkan nilai tertinggi dibandingkan pH yang lain.

Tabel 2. Ipa dan Ipc pada pengaruh pH

pH buffer sitrat	I _{pa}	I _{pc}
3	6,250 x 10 ⁻⁴	-0,00172159
4	8,246 x 10 ⁻⁴	-0,00161071
5	0,0015131669	-0,001872789
6	0,00111480431	-0,001540158

d. Pengaruh Waktu Deposisi

Waktu deposisi merupakan waktu yang diperlukan analit untuk mengumpul pada permukaan elektroda. Variasi waktu deposisi yaitu 5, 10, 30, 60, 100 sekon.

**Gambar 4.** Voltamogram pengaruh waktu deposisi

Pada gambar 4 diperoleh nilai I_{pa} dan I_{pc} dari masing-masing variasi waktu deposisi. Tabel 3 menunjukkan nilai I_{pc} waktu deposisi 5 detik memiliki nilai tertinggi. Semakin bertambah waktu deposisi terjadi penurunan puncak arus katoda (I_{pc}) hal ini disebabkan oleh analit yang dianalisis semakin berkurang sehingga puncak arus ikut menurun.

Tabel 3. Ipa dan Ipc dari pengaruh waktu deposisi

Waktu deposisi (detik)	I _{pa}	I _{pc}
5	-6,553 x 10⁻⁴	-0,00418
10	5,797 x 10 ⁻⁴	-0,00376
30	0,001441142	-0,00349
60	0,0019644143	-0,00325
100	0,0023296853	-0,00297

e. Pengaruh Laju Pindai

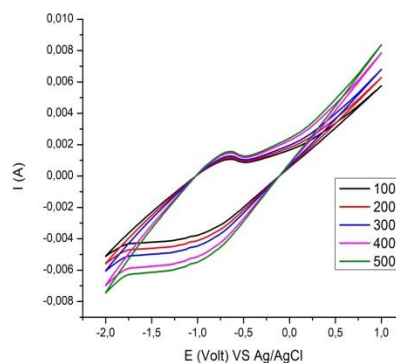
Transfer elektron yang terjadi pada elektroda graphene oxide dapat dipengaruhi oleh scan rate yang digunakan. Variasi

laju pindai yang digunakan yaitu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 V/detik.

Tabel 4. Ipa dan Ipc pengaruh laju pindai

Laju pindai (V/s)	I _{pa}	I _{pc}
0,1	0,001076261	-0,00199
0,2	0,001189808	-0,00212
0,3	0,0012457752	-0,00220
0,4	0,0013080812	-0,00240
0,5	0,0013836236	-0,00257

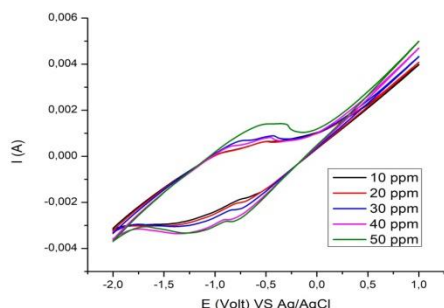
Pengaruh laju pindai terhadap analisis Pb menggunakan elektroda go:parafin menunjukkan kondisi optimum pada laju pindai 0,1 V/s. Pada tabel 4 Jika dibandingkan dengan laju pindai yang lain, laju pindai 0,1 V/s memiliki rentang jarak yang lebih jauh dan signifikan. Oleh karena itu laju pindai 0,1 V/s dipilih untuk digunakan pada pengukuran selanjutnya.

**Gambar 5.** Voltamogram pengaruh laju pindai**f. Penentuan Pb Dalam Kondisi Optimum**

Analisis ini digunakan untuk mengetahui selektifitas elektroda Graphene Oxide terhadap konsentrasi Pb. Konsentrasi Pb yang digunakan yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm.

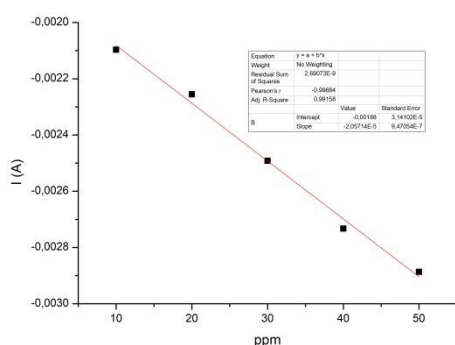
Tabel 5. Ipa dan Ipc larutan standar Pb

Konsentrasi (ppm)	I _{pa}	I _{pc}
10	6,633 x 10 ⁻⁴	-0,00209675
20	6,156 x 10 ⁻⁴	-0,0022555
30	8,907 x 10 ⁻⁴	-0,0024917
40	8,145 x 10 ⁻⁴	-0,0027324
50	0,00140360	-0,0028868



Gambar 6. Voltamogram larutan standar Pb

Melalui data pada tabel 5 dibuat grafik antara konsentrasi Pb dengan arus puncak.



Gambar 7. Grafik konsentrasi Pb vs arus puncak

Dari gambar 7. diperoleh regresi $R^2 = 0,99158$ dan persamaan sebagai berikut:
 $y = -2,05714 \times 10^{-5}x - 0,00188$

Tabel 6. Rata-rata % perolehan kembali larutan Pb menggunakan siklus voltametri

Konsentrasi sebenarnya (ppm)	$I_{pc}(A)$	Konsentrasi terukur (ppm)	Recovery data (%)
30	-0,0024	29,904	99,68
50	-0,0028	48,943	97,88

Tabel 6 Menunjukkan persen hasil pengembalian data untuk pengukuran Pb dengan elektroda kerja Graphene Oxide:parafin dengan metode siklus voltametri sebesar 99,6620%.

SIMPULAN

Pada hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa

1. Komposisi elektroda *Graphene oxide:parafin* terbaik adalah 8:2 dengan adanya puncak arus tertinggi dibandingkan komposisi lain.
2. Elektroda *Graphene oxide:parafin* memiliki kondisi pengukuran optimum yaitu pH 5, waktu deposisi 5 sekon, dan laju pindai 0,1 V/s.
3. Rata-rata persen perolehan kembali dalam analisis timbal menggunakan elektroda graphene oxide dengan metode voltametri siklik adalah 99,6620%.

Saran

Peningkatan metode sintesis agar graphene oxide yang diperoleh memiliki ukuran partikel lebih kecil (nano) sehingga sifatnya sebagai elektroda lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

1. Yan Guo, B., Hong Feng, Chong Chen, Chong-Jian Jia, Fan Xiong, Ying Lu. 2013. "Heavy Metal Concentrations in Soil and Agricultural Products Near an Industrial District". *Pol. J. Environ. Stud.*, Vol. 22(5): 1357-1362.
2. Ismawati, Andita P., Sara B., Scott C., Jack W., Valerie D. 2015. *Timbal Dalam Cat Enamel Rumah Tangga Di Indonesia. IPEN a toxics-free future*, Bali.
3. BSN. 2014. Keputusan Menteri Perindustrian RI No. 24, Tahun 2014 tentang Pemberlakuan Standar Nasional Indonesia (SNI) Mainan. Sekretariat Menteri. Jakarta.
4. Harvey, David. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. New York: Mc. Graw-Hill Comp.
5. Aoki, K. J. and Chen Jingyuan. 2018. *Tips of Voltametry*. Intechopen.
6. Wang. 2001. *Analytical Electrochemistry*. VHC Publisher.
7. Wilson Neil R., Priyanka A. Pandey, Richard Beanland, Robert J. Young, Ian A. Kinlouch, Lei Gong, Zheng Liu. 2009. *Graphene Oxide: Structural Analysis and Application as a Highly Transparent Support for Electron Microscopy*. *American Chemical Society*. 3(9). 2547-2556.

8. Marcano, Daniela C., et al. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *American Chemical Society*. 4(8). 4806-4814
9. Rofiansyah dan Setiarso. 2016. "Penentuan Kadar Cd(li) Pada Limbah Pabrik Menggunakan Elektroda Pasta Karbon". Skripsi. Surabaya: FMIPA Universitas Negeri Surabaya.
10. Suprasetyo dan Setiarso. 2016. "Penentuan Kadar Fenol Pada Air Sungai Secara Cyclic Stripping Voltammetry Dengan Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Zeolit". Skripsi. Surabaya: FMIPA Universitas Negeri Surabaya

