

OPTIMASI RESPON ELEKTROKIMIA GLISEROL BERBAGAITINGKAT pH: STUDI VOLTAMETRI SIKLIK DENGAN ELEKTRODA KERJA AMALGAM (Cu/Hg)

OPTIMIZATION OF GLYCEROL ELECTROCHEMICAL RESPONSE AT VARIOUS pH LEVELS: CYCLIC VOLTAMMETRY STUDY WITH AMALGAM WORKING ELECTRODE (Cu/Hg)

Mohammad Chabibur Rohman, dan Pirim Setiarso*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences

Universitas Negeri Surabaya

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

*Corresponding author, email: pirimsetiarso@unesa.ac.id

Abstrak. Pengaruh pH terhadap pengukuran gliserol menggunakan elektroda kerja amalgam Cu/Hg dengan metode voltametri siklik. Elektroda amalgam Cu/Hg dipilih karena konduktivitas yang baik dan kemudahan dalam pembersihan permukaannya, yang mencegah pasivasi akibat penumpukan senyawa pada permukaan. Dalam penelitian ini, elektroda kerja, elektroda pembanding, dan elektroda bantu dicelupkan ke dalam larutan gliserol dengan variasi pH antara 5 hingga 8. Hasil menunjukkan bahwa pH optimum untuk pengukuran gliserol adalah pH 7, dengan respon arus reduksi tertinggi sebesar -0,0142 A, menunjukkan kondisi ionisasi gliserol yang optimal. Penurunan respon arus di atas pH 7 disebabkan oleh interaksi gliserol dengan buffer fosfat yang menggeser kesetimbangan reaksi menuju pembentukan produk samping, hidroksipropenal. Oleh karena itu, elektroda amalgam Cu/Hg efektif digunakan sebagai elektroda kerja untuk analisis gliserol, dengan pH optimum pada 7 untuk hasil yang maksimal.

Kata kunci : Gliserol, Elektroda amalgam Cu/Hg, Voltametri Siklik, pH

Abstract. Effect of pH on glycerol measurement using Cu/Hg amalgam working electrode by cyclic voltammetry method. The Cu/Hg amalgam electrode was chosen for its good conductivity and ease of surface cleaning, which prevents passivation due to compound buildup on the surface. In this study, the working electrode, comparison electrode, and auxiliary electrode were dipped into a glycerol solution with a pH variation between 5 and 8. The results show that the optimum pH for glycerol measurement is pH 7, with the highest reduction current response of -0.0142 A, indicating optimal glycerol ionization conditions. The decrease in current response above pH 7 is due to the interaction of glycerol with phosphate buffer which shifts the reaction equilibrium towards the formation of a by-product, hydroxypropenal. Therefore, the Cu/Hg amalgam electrode is effectively used as a working electrode for glycerol analysis, with the optimum pH at 7 for maximum results.

Key words: Glycerol, The Cu/Hg amalgam electrode, Cyclic Voltammetry, pH

PENDAHULUAN

Voltametri siklik adalah teknik elektrokimia yang digunakan untuk menganalisis aktivitas senyawa target dalam larutan dengan cara mengukur arus yang mengalir antara elektroda kerja dan elektroda pembanding. Metode ini melibatkan tiga elektroda utama, yaitu elektroda kerja, elektroda

pembanding, dan elektroda bantu, yang masing-masing memiliki fungsi khusus. Elektroda kerja merupakan tempat berlangsungnya reaksi elektrokimia, elektroda pembanding digunakan untuk mengukur perbedaan potensial antara elektroda kerja dan elektroda bantu, sedangkan elektroda bantu bertugas menyediakan arus yang diperlukan untuk proses elektrokimia [1]. Kinerja dari teknik voltametri, dipengaruhi oleh

elektroda kerja dan perubahan potensial yang diberikan [2], [3]. Penggunaan elektroda kerja bertujuan untuk memberikan konduktivitas yang lebih baik [4].

Elektroda amalgam logam merupakan elektroda yang dibuat dengan membentuk campuran antara logam dan merkuri cair, dengan pelapisan atau pencelupan elektroda ke dalam merkuri cair [5]. Elektroda amalgam merupakan suatu alternatif untuk menggantikan elektroda drop merkuri [5].

Elektroda amalgam penelitian ini dibuat dengan mencelupkan logam Cu ke dalam larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$. Pencelupan akan membentuk amalgam pada permukaan tembaga berwarna perak mengkilap. Elektroda amalgam Cu/Hg banyak digunakan penerapannya sebagai elektroda kerja untuk analisis senyawa organik seperti glukosa, asam askorbat, dan lain sebagainya, dengan logam yang berbeda Ag, Au, Cu [5]. Elektroda Cu/Hg akan digunakan sebagai elektroda kerja untuk mengkaji pengaruh pH terhadap pengukuran gliserol.

Gliserol atau 1,2,3-propanatriol merupakan senyawa yang lebih sering ditemukan dalam bentuk ester (gliserida) [6]. Gliserol banyak dimanfaatkan sebagai pelembab dalam berbagai industri, termasuk kosmetik, makanan, obat-obatan, rokok elektrik, dan produk perawatan pribadi. Analisis gliserol dengan metode voltametri berada rentang potensial $\pm 0,8 - 0,7$ V respon arus yang ditunjukkan pada rentang potensial lebih dari rentang tersebut merupakan respon dari senyawa samping gliserol, yaitu 2-hidroksipropenal [7]. Penelitian Yalcin gliserol dapat diukur secara optimum dengan rentang pH 6-8 [8]. gliserol dapat memberikan respon ion terbaik dengan pH optimum 7 menggunakan buffer fosfat [9]. Berdasarkan data tersebut, penelitian ini akan menggunakan rentang potensial $-0,8 - 0,7$ V dengan menggunakan buffer fosfat pH 5 – 9.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Pada penelitian ini, menggunakan beberapa alat dan bahan diantaranya adalah kabel tembaga (Cu) berdiameter 1,5 mm, larutan

$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ didapatkan dari Kimia Analitik Unveristas Negeri Surabaya, akuades yang dibeli dari cahaya kimia, larutan gliserol 99,5% yang dibeli dari Merck, voltametri Metrohm 797 VA, dan vessel.

Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan pembuatan elektroda amalgam (Cu/Hg), pembuatan larutan buffer fosfat.

Pembuatan Elektroda Kerja Amalgam (Cu/Hg)

Pembuatan elektroda kerja amalgam memanfaatkan kabel tembaga (Cu) 1,5 mm dengan panjang 15 cm. Kabel tersebut dipotong ujungnya dengan masing-masing panjang 1 cm dan 0,5 cm. Ujung 1 cm akan dicepitkan pada jepit buaya, sedangkan ujung 0,5 cm akan dicelupkan ke dalam larutan. Kabel tembaga Cu kemudian dicelupkan ke dalam larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 0,5M. Pencelupan akan membentuk amalgam, dimana secara mekanisme logam Hg akan menempel pada tembaga membentuk logam berwarna perak mengkilat [10]. Kemudian amalgam dicuci dalam larutan aquademin dan aseton. Pencucian dengan aquademin untuk membersihkan ujung elektroda dari pengotor, sedangkan aseton akan membantu membersihkan kontaminan seperti residu minyak yang tidak dapat dibersihkan hanya dengan aquademin.

Pembuatan Buffer Fosfat

Larutan buffer yang digunakan berupa buffer pH 5, 6, 7, 8, 9 dengan konsentrasi 0,1 M. Larutan buffer dibuat dari larutan dinatrium hidrogen fosfat monohidrat dan natrium dihidrogen fosfat dihidrat. Langkah awal pembuatan larutan buffer dilakukan dengan pembuatan larutan baku dinatrium hidrogen fosfat monohidrat dan natrium dihidrogen fosfat dihidrat 0,1 M. Ditimbang 7,997 gram $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan 6,998 gram $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang ditetapkan dalam labu ukur 500 mL. Dihomogenkan dan ditambahi aquades hingga tanda batas. Kemudian secara kedua larutan diambil dengan volume seperti Tabel 1.

Tabel 1. Volume Pengambilan Larutan Buffer Fosfat

pH	Na ₂ HPO ₄ ·H ₂ O (mL)	NaH ₂ PO ₄ ·2H ₂ O (mL)
5	1,57	98,42
6	13,79	86,20
7	61,53	38,46
8	94,11	5,88
9	99,37	0,62

Voltametri Siklik Gliserol

Larutan gliserol diukur menggunakan voltametri dengan metode siklik atau putaran. Metode voltametri siklik memungkinkan untuk menunjukkan kinetika reaksi, tidak hanya menampilkan reaksi redoks pada representasi hasil pengukuran (voltamogram) [11]. Gliserol akan dimasukkan ke dalam vessel yang berisi larutan campuran, larutan gliserol, larutan elektrolit, dan larutan buffer fosfat dengan variasi pH. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan campuran tiga elektroda, elektroda platinum sebagai elektroda bantu, elektroda Ag/AgCl 3M sebagai elektroda banding, dan elektroda amalgam Cu/Hg sebagai elektroda kerja. Pengukuran dilakukan dengan rentang potensial -0,8 sampai 0,7 V dengan waktu deposisi 20 detik, dan laju pindai 50 mV/s [7].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Elektroda Amalgam Cu/Hg

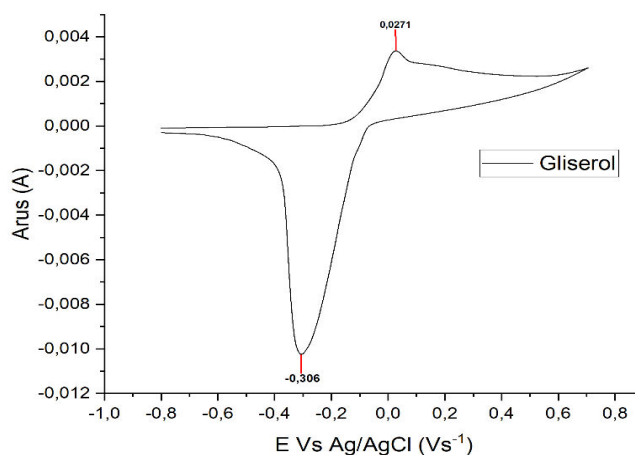
Kabel tembaga digunakan karena konduktivitas tembaga yang baik dalam menghantarkan arus menuju voltametri [12]. Kabel tembaga dihaluskan untuk menghilangkan pengotor yang dapat mengganggu terbentuknya amalgam pada

tembaga. Elektroda amalgam akan digunakan sebagai elektroda kerja pada analisa gliserol.

Elektroda amalgam banyak digunakan sebagai elektroda untuk analisa senyawa organik, seperti NaDDC (natrium dietilditiokarbamat), dan gliserida [5]. Analisa senyawa-senyawa organik dengan metode voltametri berpotensi menghasilkan penumpukan pada permukaan elektroda yang menyebabkan pasif permukaan elektroda.

Penggunaan elektroda amalgam untuk analisa gliserol dikarenakan mudah untuk dibersihkan secara mekanis, kimia atau elektrokimia yang menghasilkan pembersihan permukaan dan meluruhkan senyawa yang menumpuk penyebab pasivasi yang dapat menjadi masalah pada pengukuran dengan metode voltametri [13]. Pasivasi pada elektroda merupakan masalah krusial, dimana elektroda dapat mengalami penurunan sensitivitas respon terhadap analit.

Pengukuran gliserol dengan metode voltametri secara siklik menghasilkan respon arus, pada 0,00337408 A pada puncak anoda (IpA) dan -0,0102490096 A pada puncak katoda (IpC). Hal tersebut menunjukkan selektivitas gliserol elektroda kerja amalgam Cu/Hg. Potensial tersebut, dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Voltamogram Selektivitas Gliserol

Pengujian tersebut sesuai dengan rentang potensial gliserol, dimana gliserol ada pada $-0,8 - 0,7$ V [7]. Pada Gambar 1, gliserol pada voltamogram menunjukkan respon pada arus oksidasi (I_pA) $0,0271$ V, sedangkan pada arus reduksi gliserol berada pada respon $-0,306$ V. Respon tersebut menunjukkan sensitivitas elektroda amalgam Cu/Hg terhadap gliserol dalam campuran 5 mL buffer fosfat pH 7, 10 mL larutan elektrolit KCl, dan 10 mL larutan gliserol. Voltamogram (Gambar 1) menunjukkan respon kinetika reaksi, dimana puncak tersebut merupakan puncak yang menandakan kinetika reaksi quasi-reversibel.

Selektivitas tersebut menunjukkan bahwa elektroda amalgam mampu untuk digunakan sebagai elektroda kerja penentuan gliserol dalam larutan. Maka, penelitian ini akan menggunakan elektroda kerja amalgam sebagai elektroda kerja.

Pengukuran Gliserol

Penentuan gliserol secara voltametri siklik menggunakan elektroda kerja amalgam, dilakukan dengan mencelupkan elektroda kerja, banding, dan bantu ke dalam 5 mL larutan buffer fosfat variasi pH $5 - 8$ [14], 10 mL larutan elektrolit KCl, dan 10 mL larutan

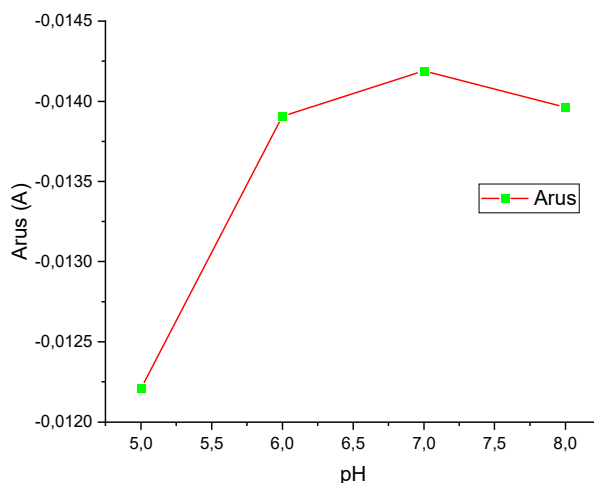
gliserol, dengan waktu deposisi pada rentang 20 s [7] dan laju pindai 50 mV/s.

Penentuan pH larutan bertujuan untuk memberikan kondisi respon analit terhadap potensial oksidasi dan reduksi pada senyawa akibat pengaruh pH [14]. Melalui Gambar 3 pengukuran gliserol dengan variasi pH. Diperoleh pH optimum 7, dimana pada besaran pH tersebut, analit gliserol mengion dengan baik. Pada voltamogram tersebut, puncak oksidasi (atas) menunjukkan perbedaan yang berdempetan, sehingga diambil keputusan pemilihan diambil pada puncak katoda / reduksi [15].

Tabel 2. Respon Arus Reduksi Gliserol Variasi pH

pH	I_pC (A)
5	-0.0122085456
6	-0.0139063384
7	-0.0141893039
8	-0.0139629315

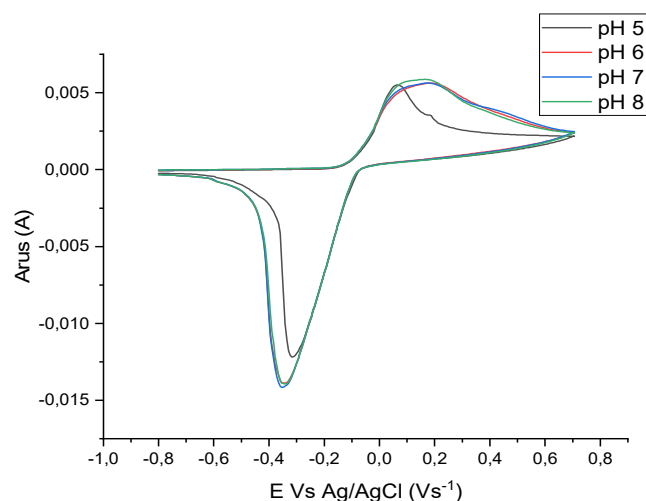
Pada Tabel 2, respon arus reduksi gliserol pada pH 7 menunjukkan respon arus tertinggi. Kenaikan respon terlihat pada pH 5 hingga pH 7 -0.0142 A sebagai puncak tertinggi, kemudian respon arus gliserol mengalami penurunan pada pH 8 -0.01396 A.



Gambar 2. Grafik Arus Puncak Gliserol Variasi pH

Penurunan (Gambar 2) disebabkan karena kesetimbangan reaksi gliserol yang berinteraksi dengan fosfat [8]. Selain itu, pengukuran pH 7 menunjukkan bahwa gliserol mengion dengan baik, akan tetapi pada pH di

atas 7 mengion kurang maksimal menyebabkan kurangnya distribusi menuju permukaan elektroda. Sehingga, kesetimbangan bergerak menuju produk samping pengukuran gliserol hidroksipropenal [7].



Gambar 3 Pengukuran Gliserol Variasi pH

KESIMPULAN

Kesimpulan dari penelitian ini menunjukkan bahwa pH mempengaruhi pengukuran gliserol dengan elektroda kerja amalgam Hg/Cu menggunakan voltametri siklik. Elektroda ini dipilih karena sensitivitasnya dan kemudahan pembersihannya. Hasil penelitian menunjukkan pH optimum 7, di mana gliserol terionisasi dengan baik, menghasilkan respon arus reduksi tertinggi (-0,0142 A). Pada pH di atas 7, respon arus menurun akibat interaksi gliserol dengan buffer fosfat dan pembentukan produk samping. Elektroda amalgam Cu/Hg terbukti efektif untuk analisis gliserol pada pH ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Elgrishi, K. J. Rountree, B. D. McCarthy, E. S. Rountree, T. T. Eisenhart, and J. L. Dempsey, "A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry," *J. Chem. Educ.*, vol. 95, no. 2, pp. 197–206, 2018, doi: 10.1021/acs.jchemed.7b00361.
- [2] Irdhawati, E. Sahara, and I. W. Hermawan, "Teknik Voltametri Pelucutan Anodik untuk Penentuan Kadar Logam Cu(II) Pada Laut Pelabuhan Benoa," *J. Kim. UNUD*, vol. 10, no. 1, pp. 81–88, 2016.
- [3] N. P. Sari and P. Setiarso, "Pembuatan Elektroda Kerja Graphene Oxide Termodifikasi Nano Bentonit Untuk Analisis Asam Nikotinat Secara Voltametri Siklik Making of Graphene Oxide Nano Bentonite Modified Working Electrode for Analysis Nicotinic Acid Using Cyclic Voltammetry," *Unesa J. Chem.*, vol. 9, no. 3, pp. 170–178, 2020, doi: 10.26740/ujc.v9n3.p170-178.
- [4] F. Inggriani and P. Setiarso, "Synthesis of graphene oxide-nanozeolite composite electrode for aspirin analysis by cyclic voltammetry," *UNESA J. Chem.*, vol. 9, no. 1, pp. 57–63, 2020, doi: 10.14233/ajchem.2020.22556.
- [5] J. Barek and F. Marques, "The use of amalgam electrodes for monitoring of organic compounds: overview of papers published from 2011 to 2023," *Monatshefte fur Chemie*, vol. 154, no. 9, pp. 949–955, 2023, doi: 10.1007/s00706-023-03107-x.
- [6] S. C. Moldoveanu, *Pyrolysis of Alcohols and Phenols*. 2019.
- [7] X. Hu, J. Lu, Y. Liu, L. Chen, X. Zhang, and H. Wang, *Sustainable catalytic oxidation of glycerol: a review*, vol. 21, no. 5. Springer International Publishing, 2023.
- [8] S. K. Yalcin and Z. Y. Ozbaz, "Effects of pH and temperature on growth and glycerol production kinetics of two indigenous wine strains of *Saccharomyces cerevisiae* from Turkey," *Brazilian J. Microbiol.*, vol. 39, no. 2, pp. 325–332, 2018, doi: 10.1590/S1517-83822008000200024.
- [9] J. P. J. de Oliveira et al., "Glycerol determination by chronoamperometry using Ni(OH)₂/RGO on carbon paste electrode," *J. Appl. Electrochem.*, vol. 53, no. 12, pp. 2469–2482, 2023, doi: 10.1007/s10800-

- 023-01928-6.
- [10] F. Dara, Buchari, and I. Noviandri, "Preparation of copper amalgam (CuHg) as working electrode for analysis of selenium," IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci., vol. 160, no. 1, 2018, doi: 10.1088/1755-1315/160/1/012024.
- [11] N. Tjahjono, Y. Jin, A. Hsu, M. Roukes, and L. Tian, "Letting the little light of mind shine: Advances and future directions in neurochemical detection," Neurosci. Res., vol. 179, no. September 2021, pp. 65–78, 2022, doi: 10.1016/j.neures.2021.11.012.
- [12] P. Erlita and P. Setiarso, "Synthesis And Characterization Of Graphene Oxide-Nanozeolite As A Work Electrode By Cyclic Voltametry," UNESA J. Chem. Vol. 9, No. 1, January 2020, vol. 9, no. 64–70, 2020, [Online]. Available: [https://jurnalmahasiswa.unesa.ac.id/index.p](https://jurnalmahasiswa.unesa.ac.id/index.php/unesa-journal-of-chemistry/article/view/32776/29544)
- [hp/unesa-journal-of-chemistry/article/view/32776/29544](https://jurnalmahasiswa.unesa.ac.id/index.php/unesa-journal-of-chemistry/article/view/32776/29544).
- [13] J. Barek, "Voltammetric and amperometric applications of silver amalgam electrodes for monitoring of reducible organic compounds," TrAC - Trends Anal. Chem., vol. 170, no. November 2023, 2024, doi: 10.1016/j.trac.2023.117416.
- [14] W. R. Rusnadi and P. Setiarso, "Pembuatan Elektroda Nano Karbon untuk Analisis Logam Pb(II) secara Siklik Voltametri," UNESA J. Chem., vol. 9, no. 1, pp. 71–76, 2020.
- [15] C. Pan, L. Ge, C. L. Chen, and J. Y. Wang, "Tricky cyclic voltammetry peaks in glycerol anaerobic fermentation: Microbial excreted organics or others?," J. Electroanal. Chem., vol. 771, pp. 23–28, 2016, doi: 10.1016/j.jelechem.2016.03.044.