

**PENGGUNAAN BENTONIT SEBAGAI MODIFIER ELEKTRODA PASTA KARBON UNTUK ANALISIS  $Pb^{2+}$  PADA DAGING KUPANG PUTIH (*Corbula faba Hinds*) SECARA DIFERENSIAL PULSA VOLTAMETRI**

**BENTONITE PURPOSE AS MODIFIER OF CARBON PASTE ELECTRODE FOR ANALYSIS  $Pb^{2+}$  ON WHITE MUSSEL FLESH (*Corbula faba Hinds*) WITH DIFFERENTIAL PULSE VOLTAMMETRY**

**Anisatur Rohmaniyah\*, Pirim Setiarso**

*Jurusan Kimia FMIPA, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*

*Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya, 60231*

*e-mail : anisatur.rohmaniyah@yahoo.com*

**Abstrak.** Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbandingan komposisi elektroda pasta karbon (EPK) terbaik dan untuk mengetahui kondisi pH optimum yang nantinya akan digunakan untuk analisis kadar  $Pb^{2+}$  yang terkandung dalam daging kupang putih (*Corbula faba Hinds*) secara diferensial pulsa voltametri. EPK bentonit dibuat dengan perbandingan paraffin, karbon dan bentonit teraktivasi masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2. Setelah didapat EPK perbandingan komposisi terbaik, dilakukan pengukuran pH optimum, yaitu dengan larutan buffer sitrat pH 3, 4, 5, dan 6. Hasil penelitian menunjukkan bahwa EPK terbaik adalah dengan perbandingan 4:2:4, hal ini ditunjukkan dengan nilai koefisien regresi linier yang tertinggi sebesar 0,9685. Kondisi pH optimum diperoleh dari pengukuran dengan larutan buffer sitrat pH 6. Sehingga dari hasil tersebut dapat dilakukan pengukuran pada sampel kupang putih dan didapatkan kadar  $Pb^{2+}$  pada sampel sebesar 1,2293 ppm. Kadar tersebut belum mencapai ambang batas maksimal yang dapat ditoleransi yaitu sebesar 2,0 ppm.

**Kata Kunci:** Elektroda pasta karbon, Bentonit, Kupang Putih (*Corbula faba Hinds*),  $Pb^{2+}$

**Abstract.** This research aims to know the best comparison of carbon paste electrode composition and optimum pH conditions and will be used to analysis the lead contained on white mussels flesh (*Corbula faba Hinds*). Bentonite carbon paste electrodes made one from paraffin, carbon and activated bentonite respectively with ratio 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, and 4:4:2. After obtained with best composition carbon paste electrode, performed to determine the optimum pH conditions, with citrate buffer solution of pH 3, 4, 5, and 6. The results showed that the carbon paste electrode bentonite is best with 4:2:4 variation, it is shown by linear regression of the highest is equal to 0.9685. The optimum pH conditions obtained from measurements with pH 6 citrate buffer solution. With the result that can be carried out measurements on samples white mussels flesh found lead concentrations is equal to 1.2293 mg. Levels of lead metal has not reached the maximum limit can be tolerated is 2.0 ppm.

**Keywords:** Carbon paste electrode, Bentonite, White mussel flesh (*Corbula faba Hinds*),  $Pb^{2+}$

## PENDAHULUAN

Kupang putih (*Corbula faba Hinds*) merupakan salah satu jenis bahan makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat yang berasal dari binatang yang hidup di laut. Cara hidup kupang bergerombol di dasar laut yang bercampur dengan lumpur dan pasir [1]. Seperti yang diketahui laut merupakan tempat bermuaranya sungai yang nantinya akan menjadi tempat berkumpulnya zat-zat pencemar yang sebagian besar berasal dari limbah hasil pabrik ataupun rumah tangga yang dibawa oleh aliran sungai.

Salah satu zat pencemar yang berbahaya dan sering diperbincangkan adalah logam berat. Hal ini dikarenakan

logam berat dapat menimbulkan efek khusus seperti keracunan dan dalam dosis tinggi dapat menyebabkan kematian. Berdasarkan toksisitasnya logam berat dapat dikelompokkan ke dalam 3 kelompok, yaitu bersifat toksik tinggi seperti Pb, Hg, Cd, Cu, dan Zn, bersifat toksik sedang seperti Cr, Ni, dan Co, dan bersifat toksik rendah seperti Mn dan Fe[2]. Dalam penelitian ini akan dilakukan analisis timbal (Pb), dikarenakan Pb merupakan senyawa yang bertahan lama di perairan dan sulit mengalami degradasi, sehingga unsur tersebut akan diabsorpsi dalam tubuh organisme[3]. Batas maksimum kandungan logam berat Pb dalam makanan hasil organisme laut yang boleh dikonsumsi menurut direktorat jenderal pengawasan Obat dan Makanan adalah 2,0 ppm [4].

Analisis suatu kadar dalam sampel mempunyai kesulitan yang cukup tinggi. Hal ini dikarenakan disamping konsentrasi unsur pencemar dalam jumlah yang rendah, unsur dalam sampel alam juga terdapat dalam keadaan terikat dalam matriks yang kompleks. Ada beberapa metode analisis yang biasa digunakan untuk keperluan seperti ini, diantaranya AAS, ICP-MS, dan voltametri [5]. Dalam memilih metode yang akan digunakan dalam analisis ion tertentu perlu dipertimbangkan beberapa faktor, diantaranya ketersediaan peralatan, batas deteksi, waktu yang diperlukan, selektivitas, dan penyediaan sampel yang akan dianalisis. Metode voltametri mempunyai keunggulan dari beberapa metode lain, diantaranya memiliki sensitivitas yang tinggi, limit deteksi rendah pada skala ppb, penggunaan mudah dan preparasi sampel yang mudah [6].

Voltametri merupakan salah satu metode elektroanalitik yang didasarkan pada proses oksidasi reduksi pada permukaan elektroda yang mana kinerja voltametri dipengaruhi oleh elektroda kerja. Elektroda kerja yang biasa digunakan adalah elektroda raksa, elektroda pasta karbon, dan elektroda logam mulia [7].

Elektroda kerja pasta karbon (EPK) merupakan salah satu elektroda yang permukaannya dapat diperbarui, permukaannya berpori, dan dapat dibentuk dalam bentuk yang kecil, sehingga modifikasi EPK banyak dipilih sebagai pengganti elektroda kerja yang lain. EPK dapat dimodifikasi dengan mencampurkan modifier, dalam hal ini bentonit.

Bentonit adalah istilah yang digunakan di dalam dunia perdagangan untuk sejenis batu liat yang mengandung lebih dari 85% monmorilonit dengan rumus kimia  $Al_2O_3 \cdot 4SiO_2 \cdot xH_2O$  [8]. Bentonit tersusun atas tiga lembar, yaitu satu lembar alumina ( $AlO_6$ ) berbentuk oktahedral yang diapit oleh dua lembar silika ( $SiO_4$ ) yang berbentuk tetrahedral [9]. Struktur tetrahedral dan oktahedral ini yang menjadikan monmorillonit sering dijadikan katalis dan adsorben [10].

Dasar pertimbangan untuk meneliti kadar  $Pb^{2+}$  dalam kupang adalah karena kupang mempunyai sifat hidup yang menetap, lambat untuk menghindari diri dari pencemaran dan mempunyai toleransi yang tinggi terhadap konsentrasi logam tertentu sehingga dapat mengakumulasi logam lebih besar dari hewan air lainnya [11]. Oleh sebab itu kupang sangat baik dijadikan indikator untuk memonitor pencemaran di perairan.

Pada penelitian ini akan dilakukan analisis  $Pb^{2+}$  dalam daging kupang putih menggunakan EPK bentonit. EPK bentonit dibuat dengan mencampurkan karbon, parafin, dan bentonit. Karbon digunakan sebagai bahan penghantar listrik yang baik, bersifat inert, dan memiliki rentang potensial yang luas. Parafin digunakan sebagai pengikat karena dalam pengukuran tidak ikut bereaksi (inert) dan stabil dalam campuran. Bentonit digunakan

sebagai modifier dalam pembuatan elektroda pasta karbon.

EPK bentonit dibuat dengan perbandingan parafin, karbon, bentonit berturut-turut sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2 yaitu dengan komposisi parafin yang dibuat tetap dan komposisi karbon serta bentonit dibuat bervariasi. Hal ini dikarenakan pada komposisi tersebut semua adonan dalam bentuk pasta.

Salah satu faktor yang mempengaruhi kondisi pengukuran pada voltametri, adalah kondisi pH optimum. Pada penelitian ini pengukuran pH optimum dilakukan dengan penambahan larutan buffer sitrat pH asam yaitu 3, 4, 5, dan 6, dikarenakan ion  $Pb^{2+}$  dalam pH basa akan membentuk  $Pb(OH)_2$  dalam bentuk endapan yang tidak dapat diukur dengan instrument voltametri. Tujuan pengukuran pH optimum adalah karena pada pH optimum ion berada pada keadaan stabil yang tidak terikat dalam suatu kompleks matriks. Berdasarkan latar belakang di atas, maka peneliti berkeinginan untuk mengetahui penggunaan bentonit sebagai modifier elektroda pasta karbon untuk analisis  $Pb^{2+}$  pada daging kupang putih secara diferensial pulsa voltametri.

## METODE PENELITIAN

### Alat

Instrument voltametri, pH meter, timbangan analit, cawan crush, oven, tanur, kaca arloji, kawat Cu, badan elektroda, gelas ukur, gelas kimia, spatula, penjepit buaya, labu ukur, amplas dan kain bludru

### Bahan

Parafin, serbuk karbon, bentonit,  $HNO_3$  pekat,  $H_2SO_4$  pekat, aquades, padatan  $Pb(NO_3)_2$ , padatan natrium sitrat, padatan asam sitrat, padatan KCl, kabel kawat tembaga, dan Aquades.

## PROSEDUR PENELITIAN

### Tahap Pembuatan Larutan Sampel

Sampel kupang ditanur sampai suhu  $700\text{ }^\circ\text{C}$  selama  $\pm 3$  jam. Diambil 500 mg untuk ditambahkan 3 mL  $HNO_3$  dan 3 mL  $H_2SO_4$ . Larutan dibiarkan semalaman. Ditambahkan kedalamnya 10 mL aquades dan diaduk sampai kelarutannya sempurna. Didinginkan dan disaring menggunakan kertas *whatman* No.47. Hasil saringan diencerkan sampai volume 100 mL [12].

### Tahap Pembuatan Larutan Standar $Pb^{2+}$

Membuat larutan induk  $Pb$  1000 ppm, yaitu dengan melarutkan 0,16 gram  $Pb(NO_3)_2$  dalam labu ukur 100 mL. Larutan 1000 ppm diambil 1 mL, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, sehingga didapatkan larutan standar 10 ppm. Dari larutan 10 ppm diencerkan sehingga diperoleh larutan standar 0,2 ppm, 0,4 ppm, 0,8 ppm, 1,0 ppm, dan 1,6 ppm [1].

### Tahap Aktivasi Bentonit

25 gram Bentonit didispersikan dalam 150 ml larutan asam sulfat 1,5 M. Diaduk dengan pengaduk magnet selama 6 jam. Didiamkan selama 24 jam. Disaring dengan penyaring vakum kemudian dicuci dengan aquades panas sampai terbebas dari ion sulfat. Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C. Setelah kering digerus sampai halus dan diayak menggunakan ayakan ukuran 100 mesh[13].

### Tahap 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. Diaduk hingga homogen. Dimasukkan ke badan elektroda secara manual dengan spatula sambil ditekan  $\pm 2$  mm. Kawat Cu ditancapkan sampai kuat dan permukaan elektroda digosok sampai halus, rata, dan mengkilap.

### Tahap 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) [14].

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           |

### Tahap Pembuatan Larutan Elektrolit KCl 0,05 M

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

### Tahap Penentuan Komposisi Terbaik EPK Bentonit

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 10 mL larutan sampel dengan larutan KCl 0,05 M dengan konsentrasi 50-100 kali lebih besar dari larutan sampel dengan ditambahkan 5 mL larutan buffer sitrat. Dilakukan pengukuran arus pada potensial -1 V sampai 1 V. Hasil voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi pH optimum.

### Tahap Penentuan Kondisi pH Optimum

EPK termodifikasi bentonit dengan variasi komposisi terbaik dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 10 mL larutan sampel dengan ditambahkan larutan KCl 0,05 M dan dengan ditambahkan 4 mL larutan buffer sitrat dengan variasi pH 3, 4, 5, dan 6. Dilakukan pengukuran arus pada potensial -1 V sampai 1 V.

### PENGOLAH DATA

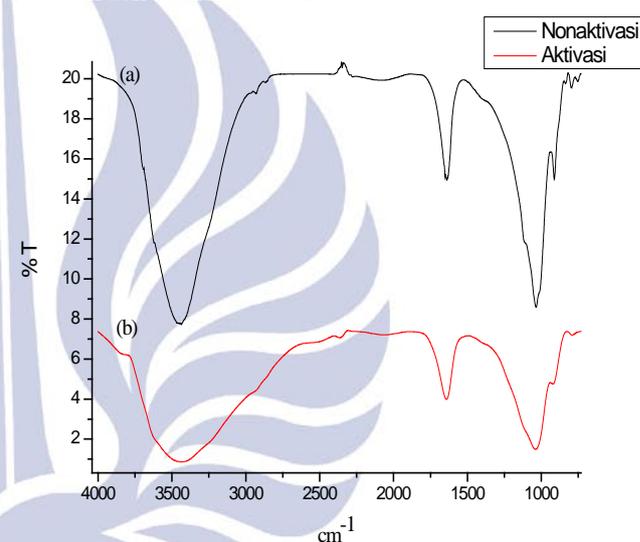
Data hasil penelitian akan dianalisis secara kualitatif (reaksi yang terjadi) dan kuantitatif (jumlah bahan yang bereaksi).

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian yang dibahas meliputi proses pembuatan EPK bentonit dan tahap analisis yang meliputi penentuan perbandingan komposisi EPK terbaik, kondisi pH optimum, dan analisis  $Pb^{2+}$  pada daging kupang putih.

### Pembuatan EPK Bentonit

Penggunaan bentonit dalam penelitian ini sebelumnya diaktivasi terlebih dahulu dengan  $H_2SO_4$  1,5 M yang bertujuan untuk 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[13]. 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:



Gambar 1. Spektra Bentonit

Interpretasi spektra bentonit non-aktivasi dan bentonit teraktivasi  $H_2SO_4$  dapat dilihat pada tabel 2 dibawah ini :

Tabel 2. Interpretasi Spektra Bentonit Non-aktivasi dan Bentonit Teraktivasi

| No | Panjang Gelombang ( $cm^{-1}$ ) | Gugus fungsional                      |
|----|---------------------------------|---------------------------------------|
| 1. | (a) : 3436,16<br>(b) : 3435,1   | Vibrasi ulur OH dari Si-OH dan $H_2O$ |
| 2. | (a) : 1639,24<br>(b) : 1641,88  | Montmorillonit                        |
| 3. | (a) : 1035,45<br>(b) : 1039,18  | Rengangan asimetris Si-O-Si           |
| 4. | (a) : 912,11                    | Regangan C – H                        |
| 5. | (a) : 786,24<br>(b) : 790,75    | Karakteristik $SiO_2$                 |

Pada hasil pengukuran FTIR terlihat perbedaan puncak gugus fungsional pada bentonit non-aktivasi dan bentonit teraktivasi, seperti yang terlihat pada puncak 912,11  $cm^{-1}$  yang terdapat pada bentonit non-aktivasi

tetapi tidak terdapat pada bentonit teraktivasi. Dalam literatur dijelaskan bahwa pada interpretasi 850-950 merupakan regangan dari C-H yang mana diketahui bahwa regangan tersebut berasal dari senyawa organik. Hilangnya pengotor organik ini disebabkan oleh pemurnian dan pemanasan pada proses aktivasi. Sehingga secara fisiknya bentonit tersebut menjadi aktif, sedangkan mineral khas dari bentonit yaitu mineral monmorillonit tetap dipertahankan. Berikut gambar EPK bentonit :

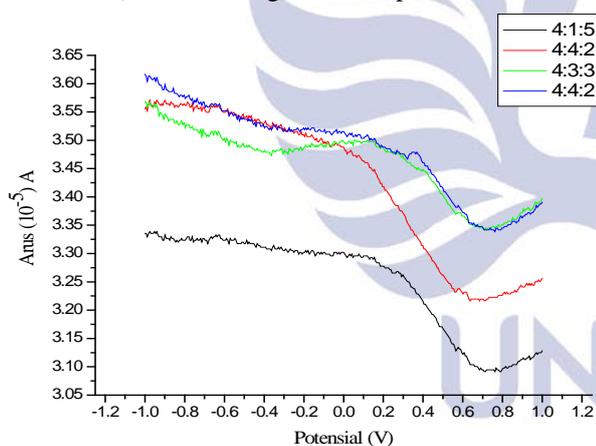


Gambar 2. EPK Bentonit

## Tahap Analisis

### 1. Perlakuan Kontrol

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



Gambar 3. Grafik EPK Bentonit Non-aktivasi.

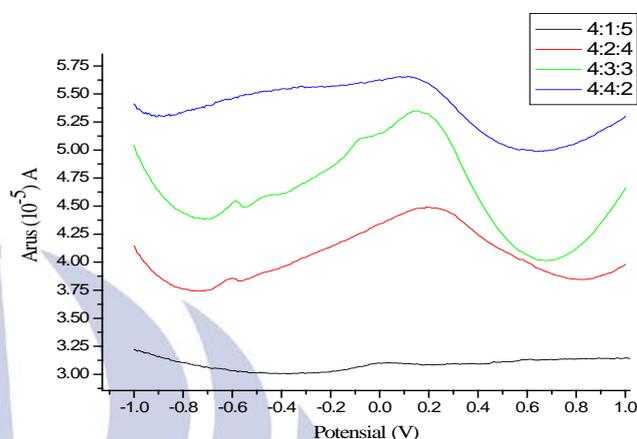
Hasil menunjukkan bahwa pada perlakuan kontrol, yakni EPK Bentonit non aktivasi tidak menghasilkan puncak arus. Hal ini dikarenakan pada bentonit non-aktivasi masih terdapat pengotor-pengotor, selain itu masih terdapat kation yang belum mengalami mekanisme pertukaran ion pada ruang antarlapisan, sehingga dapat mempersulit ikatan antar timbal dan bentonit.

### 2. Variasi komposisi EPK terbaik

Untuk menentukan variasi komposisi terbaik pada elektroda pasta karbon, larutan standar Pb dengan konsentrasi 0,2 ppm, 0,4 ppm, 0,8 ppm, 1,0 ppm, dan 1,6 ppm diukur secara diferensial pulsa voltametri

dengan elektroda kerja EPK bentonit perbandingan komposisi parafin, karbon, dan bentonit masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2.

Berikut ini merupakan grafik antara potensial (V) dan arus (A) dengan EPK bentonit teraktivasi dengan perbandingan komposisi parafin, karbon, dan bentonit masing-masing sebesar 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2.



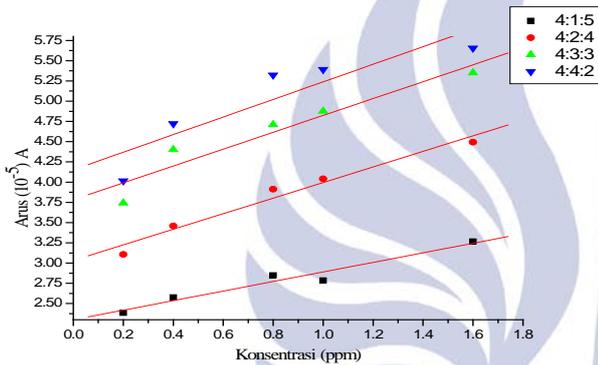
Gambar 4. Grafik EPK Bentonit Teraktivasi.

Gambar diatas menunjukkan bahwa EPK bentonit teraktivasi memberikan respon arus puncak terhadap larutan standar timbal pada potensial sekitar 0,108 V. Sedangkan harga  $E^0$  timbal secara termodinamika adalah sebesar -0,329 V. Perbedaan harga  $E^0$  timbal tersebut disebabkan karena pada pengukuran secara termodinamika elektroda kerja yang digunakan berasal dari metal dan ion-ion timbal yang ada pada larutan akan cenderung meninggalkan larutan dan menempel pada lempengan metal[15], sedangkan pengukuran pada penelitian ini menggunakan elektroda kerja EPK bentonit teraktivasi dan nantinya ion-ion timbal yang ada pada larutan akan teroksidasi dalam bentuk kompleks dengan bentonit.

Pada voltamogram terlihat bahwa elektroda dengan komposisi 4:1:5 memberikan respon arus puncak yang melebar dan rendah jika dibandingkan dengan perbandingan lainnya. Pada perbandingan variasi 4:1:5, adonan EPK bentonit teraktivasi ini terlalu encer, karena seperti yang diketahui masa molekul relatif karbon jauh lebih rendah dibandingkan dengan masa molekul relatif dari bentonit, sehingga pada perbandingan ini komposisi parafinlah yang mendominasi adonan. Jumlah persentase berat minyak parafin yang besar akan mengakibatkan hambatan listrik yang semakin besar pula dan tertutupnya komposisi lain, yaitu bentonit dan karbon, pada permukaan elektroda oleh parafin, sehingga menyebabkan respon arus puncak pada pengukuran menjadi berkurang[7]. Selanjutnya pada perbandingan 4:2:4, puncak yang dihasilkan cukup bagus untuk semua konsentrasi. Namun pada

perbandingan 4:3:3 terdapat 2 puncak yang berdekatan antara satu dan yang lainnya. Hal ini dikarenakan pada perbandingan 4:3:3 karbon yang digunakan sudah mulai mendominasi adonan EPK bentonit, sehingga kemampuan mengikat ion-ion timbal akan berkurang. Demikian pula pada perbandingan 4:4:2, voltamogram yang dihasilkan dari berbagai konsentrasi berbeda, dikarenakan komposisi karbon sudah menutupi bentonit.

Selanjutnya dalam literatur juga dijelaskan bahwa variasi komposisi EPK bentonit dikatakan terbaik apabila komposisi tersebut memberikan sensitivitas tinggi yang ditunjukkan dengan tingginya harga regresi linier ( $R^2$ ), sehingga dibuat kurva antara konsentrasi (ppm) dan kuat arus maksimum (A) dari masing-masing perbandingan EPK bentonit teraktivasi. Berikut kurva EPK bentonit dengan berbagai perbandingan :



Gambar 5. Kurva EPK Bentonit

Dari kurva tersebut dihasilkan hasil regresi linier EPK bentonit teraktivasi 4:1:5, 4:2:4, 4:3:3, dan 4:4:2 (Paraffin : Karbon : Bentonit) masing-masing sebesar 0,9540; 0,9685; 0,9130; dan 0,9408. Dari data tersebut terlihat harga regresi linier ( $R^2$ ) tertinggi adalah pada perbandingan 4:2:4.

EPK bentonit dengan komposisi 4:2:4 merupakan elektroda komposisi terbaik dengan sensitivitas yang tinggi untuk analisis timbal secara diferensial voltametri dan EPK bentonit teraktivasi 4:2:4 (paraffin : karbon : bentonit) ini akan digunakan pada prosedur selanjutnya yaitu pada penentuan pH optimum.

3. Penentuan pH optimum

Ketika larutan berada pada pH optimum, maka larutan tersebut akan mencapai kestabilan analit, yaitu dalam keadaan ion dan pada pH tertentu ion akan berubah menjadi molekul, yang tidak dapat dianalisis dengan menggunakan voltametri. Selain itu kondisi pengukuran pH akan mempengaruhi sensitivitas elektroda yang berpengaruh pada tahap deposisi, serta kecepatan scan yang berpengaruh pada tahap pengukuran voltametri.

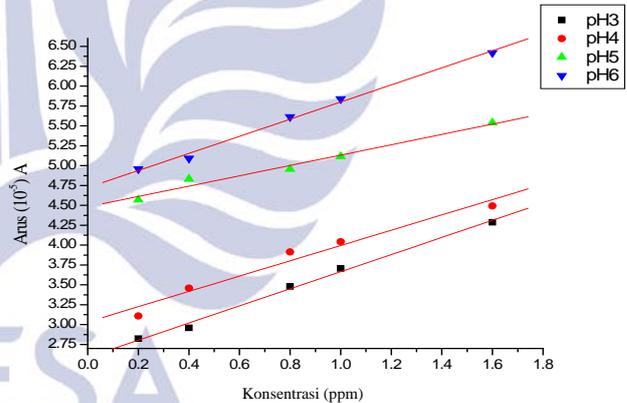
Kondisi pH berpengaruh terhadap pembentukan kompleks antara ion timbal dengan bentonit. Pada kondisi pH yang tepat diharapkan semakin banyak kompleks Pb-bentonit yang terjadi pada permukaan elektroda sehingga akan menghasilkan tinggi arus puncak yang optimum pada saat pengukuran[7]. Pengaruh pH dipelajari dengan membandingkan voltamogram hasil pengukuran larutan analit dengan kondisi pH yang divariasi.

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 3. Arus Puncak Pengukuran Larutan Standar dengan Variasi pH

| Konsentrasi Pb (ppm) | Arus Puncak ( $10^{-5}$ ) A |        |        |        |
|----------------------|-----------------------------|--------|--------|--------|
|                      | pH 3                        | pH 4   | pH 5   | pH 6   |
| 0,2                  | 2,8229                      | 3,1067 | 4,5686 | 4,9573 |
| 0,4                  | 2,9572                      | 3,4577 | 4,8310 | 5,0916 |
| 0,8                  | 3,4791                      | 3,9124 | 4,9561 | 5,6135 |
| 1,0                  | 3,7049                      | 4,0406 | 5,1148 | 5,8393 |
| 1,6                  | 4,2847                      | 4,4923 | 5,5390 | 6,4191 |

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



Gambar 6. Kurva EPK Bentonit 4:2:4 dengan Buffer Sitrat

Dari gambar 6. dihasilkan persamaan linier dan nilai regresi yang ditunjukkan pada tabel di bawah ini :

Tabel 4. Persamaan Linier Arus Puncak pH optimum.

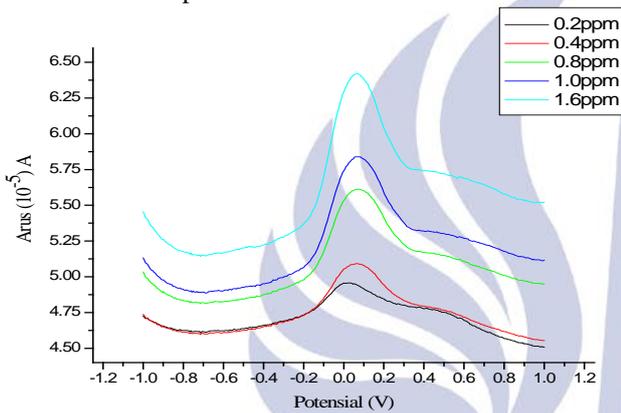
| pH | Persamaan Linier                          | Nilai Regresi  |
|----|---|----------------|
| 3  | $y = 1.0768. 10^{-5} X + 2.5884. 10^{-5}$ | $R^2 = 0.9948$ |
| 4  | $y = 9.6238. 10^{-6} X + 3.0320. 10^{-5}$ | $R^2 = 0.9685$ |
| 5  | $y = 6.5050. 10^{-6} X + 4.4815. 10^{-5}$ | $R^2 = 0.9760$ |
| 6  | $y = 1.0768. 10^{-5} X + 4.7228. 10^{-5}$ | $R^2 = 0.9948$ |

Pada gambar 6 menunjukkan pada pH 3, 4, dan 5 menghasilkan arus puncak yang lebih rendah dibandingkan dengan pada pH 6. Hal ini disebabkan

karena pada pH tersebut kondisi larutan analit terlalu asam, yaitu dengan jumlah proton ( $H^+$ ) dalam larutan yang lebih banyak menyebabkan struktur bentonit lebih dominan mengikat proton ( $H^+$ ) dibandingkan  $Pb^{2+}$ . Tinggi arus puncak optimum ditunjukkan pada pH 6, karena pada kondisi pH tersebut timbal berada dalam bentuk ion bebasnya dalam jumlah yang banyak, sehingga banyak ion Pb yang terjebak pada permukaan elektroda dan membentuk kompleks dengan bentonit.

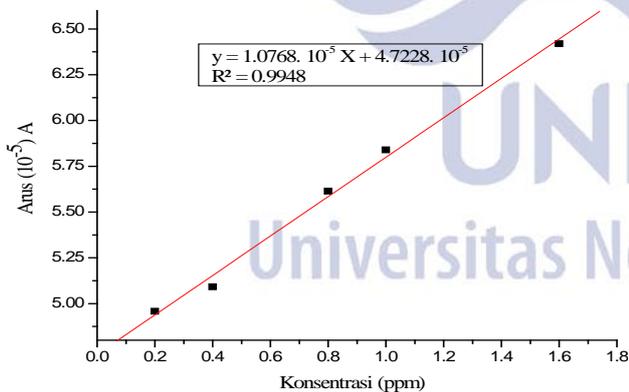
4. Analisis  $Pb^{2+}$  pada daging kupang putih (*Corbula faba Hinds*)

Berikut grafik yang dijadikan larutan standar  $Pb^{2+}$  yang diukur dengan menggunakan elektroda kerja EPK bentonit teraktivasi perbandingan komposisi 4:2:4 (Parafin : Karbon : Bentonit) dengan larutan buffer sitrat pH 6 :



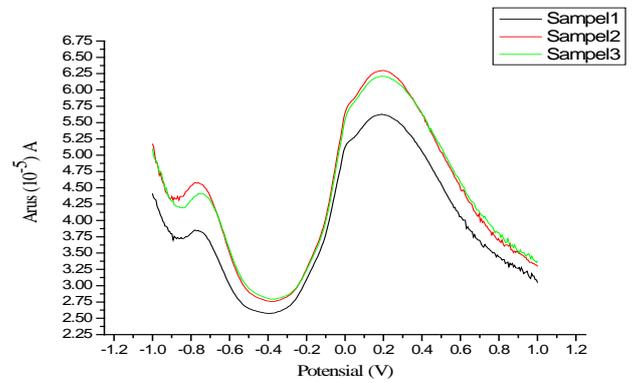
Gambar 7. Grafik Voltamogram Larutan Standar  $Pb^{2+}$

Dari grafik diatas dibuat kurva dengan sumbu x konsentrasi larutan (ppm) dan sumbu y arus puncak maksimum (A).



Gambar 8. Kurva Standar  $Pb^{2+}$

Dari kurva hubungan konsentrasi standar timbal dan kuat arus maksimum didapatkan persamaan  $y = 1,0768 \cdot 10^{-5}x + 4,7228 \cdot 10^{-5}$  dengan harga  $R^2$  sebesar 0,9948. Persamaan tersebut digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yaitu dengan mensubstitusi harga y dengan kuat arus puncak. Berikut grafik voltamogram sampel :



Gambar 8. Grafik Voltamogram Sampel

Berikut ini merupakan tabel konsentrasi dari masing-masing sampel :

Tabel 5. Konsentrasi Sampel

| Sampel | Arus ( $10^{-5}$ ) A | Konsentrasi (ppm) |
|--------|----------------------|-------------------|
| I      | 5,6287               | 0,8413            |
| II     | 6,2981               | 1,4631            |
| III    | 6,2123               | 1,3833            |

Dari tabel 5 terlihat konsentrasi sampel masing-masing sebesar 0.8413; 1.4631; dan 1,3833 ppm. Sehingga rata-rata dari ketiga sampel adalah sebesar 1,2293 ppm. Kadar tersebut berarti bahwa dalam 1 kg daging kupang mengandung 1,2293 mg logam timbal (Pb). Kadar logam timbal tersebut belum mencapai ambang batas maksimal yang dapat ditoleransi yaitu sebesar 2,0 ppm.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Variasi komposisi terbaik pada EPK bentonit teraktivasi adalah dengan persentase perbandingan 4:2:4 (Paraffin : Karbon : Bentonit) yaitu dengan voltamogram terbaik dan dengan harga regresi linier yang tertinggi diantara yang lainnya yaitu sebesar 0,9685.
2. Kondisi optimum untuk analisis timbal menggunakan elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit adalah pada pH 6.
3. Kadar logam berat  $Pb^{2+}$  yang terkandung dalam daging kupang putih (*Corbula faba Hind*) yaitu sebesar 1,2293 ppm yang masih dibawah ambang batas yaitu sebesar 2,0 ppm.

Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan penelitian untuk mencari perbandingan variasi komposisi EPK bentonit dengan sensitivitas analisis logam lebih tinggi secara diferensial pulsa voltametri dan sebaiknya

melakukan validasi dengan metode lain misalnya dengan AAS dan UV-Vis.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Karimah, Aniyatul, dkk. 2002. *Profil Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Cangkang Kupang Beras (Tellina versicolor)*. Jember : Universitas Negeri Jember.
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. Marinus Bangun, Julius. 2005. Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) dalam Air, Sedimen dan Organ Tubuh Ikan Sokang (*Triacanthus Nieuhofti*) di Perairan Ancol, Teluk Jakarta. *Skripsi*. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
4. Prasetya, Johan Danu. Widowati, Ita. dan Suprijanto, Jusup. 2007. *Tingkat Bioakumulasi Logam Berat Pb (Timbal) pada jaringan Lunak Polymesoda erosa (Moluska, Bivalve)*. Semarang : Universitas Diponegoro.
5. Saryati. Wardiyati, Siti. 2007. *Aplikasi Voltametri untuk Penentuan Logam Berat dalam Bahan Lingkungan*. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) – BATAN. Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang : Jurnal Sains Materi Indonesia desember 2008, hal 265-270.
6. Saryati, dkk. 2004. *Penentuan Cu, Cd, Pb, dan Zn dalam Bahan Biologi dengan Metode Voltametri*. Jurnal Sains Materi Indonesia Vol 5. No 2, Februari 2004, hal 41-45. Serpong : Puslitbang Iptek Bahan (B3IB)-BATAN.
7. Apriliyani. Rini, 2009. Studi Penggunaan Kurkumin sebagai Modifier Elektroda Pasta Karbon untuk Analisis Timbal (II) secara Stripping Voltammetry. *Skripsi*. Surakarta : Universitas Sebelas Maret.
8. Nurcahya, Tanti Juwita. 2013. Uji Kinerja Kombinasi Kitosan-Bentonit dengan Arang Aktif Terhadap Ion Logam dan Residu Pestisida dalam Air Minum. *Skripsi*. Jakarta : Universitas Pendidikan Indonesia.
9. Wulan, Resty Rahma. 2012. Modifikasi Bentonit Terpillar Al Menggunakan Poli (Dialildimetilammonium) dan Polistiren Sulfonat sebagai Adsorben Ion Co(II) dalam Limbah Cair. *Skripsi*. Depok : Universitas Indonesia.
10. Yolani, Deagita. 2012. Modifikasi Bentonit Terpillar Al Menggunakan Polydiallyl Dimethyl Ammonium sebagai Adsorben Sodium Dodecyl Benzene-Sulfonate. *Skripsi*. Depok : Universitas Indonesia.
11. Wulandari. E. 2011. *Kandungan Logam Berat Pb pada Air Laut dan Tiram *saccostrea glomerata* sebagai Bioindikator Kualitas Perairan Prigi, Trenggalek, Jawa Timur*.
12. La Nafie, Nursiah. Wahab, Abdul Wahid. Malik, Abdul. *Ekstraksi Logam Berat Cd dan Cu dalam Sedimen Laut Dangkal dengan Beberapa Kombinasi Asam Mineral*. Ujung Pandang : Universitas Hasanudin Makasar.
13. Nurdiyningrum, Frita Destri. 2013. Pemurnian Dan Karakterisasi Biodiesel Dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*) dengan Menggunakan Adsorben Bentonit. *Skripsi* : Universitas Negeri Surabaya.
14. Sudarmadji, Slamet. dkk. 1997. *Prosedur Analisa untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Jogyakarta : Liberty.
15. Underwood. Al., Day. RA. Jr. 2002. *Quantitative Analysis. Sixth Edition.*: Prentice Hall Inc.