

**PENGGUNAAN ZEOLIT SEBAGAI MODIFIER ELEKTRODA PASTA KARBON UNTUK ANALISIS Cd (II) SECARA CYCLIC STRIPPING VOLTAMETRY**

**USE ZEOLITE AS MODIFIER CARBON ELECTRODE PASTA FOR ANALYSIS Cd (II) IN CYCLIC STRIPPING VOLTAMETRY**

**Ardi Rofiansyah\* and Pirim Setiarso**

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences

State University of Surabaya

Jl. Ketintang Surabaya (6023), telp 031-8298761

\*Corresponding author, e-mail: [ardilegend.chemistry@yahoo.com](mailto:ardilegend.chemistry@yahoo.com)

**Abstrak**

Penelitian ini merupakan penelitian tentang penggunaan zeolit sebagai modifier elektroda pasta karbon untuk analisis Cd (II) secara *cyclic stripping voltametry*. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk menentukan perbandingan komposisi terbaik dari elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan karbon : minyak parafin : zeolit adalah 3:2:5, 3:3:4, 3:4:3, 3:5:2. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan instrumen voltametri dengan menggunakan metode *cyclic stripping voltametry*. Pengukuran larutan analit Cd (II) dengan konsentrasi 5 ppm dengan metode ini dihasilkan komposisi elektroda terbaik dengan perbandingan 3:5:2. Pengukuran optimasi dilakukan dengan memvariasi buffer pH pada pH 3, 4, 5, dan 6, waktu deposisi pada 0, 10, 40, 80, dan 100 detik serta laju pindai 10, 20, 40, 50 dan 60 mV/detik, dan pengaruh interfensi ion logam pengganggu Mn (II) dan Ni (II). Berdasarkan dari penelitian ini diperoleh pH optimum pada pH 6 dengan arus puncak  $I_{pc}$  -3.666 mA dan  $E_{pc}$  -0.656 mV. Lama waktu deposisi optimum yang didapatkan adalah 10 detik dengan arus puncak  $I_{pc}$  -6.382 mA dan  $E_{pc}$  -0.661 mV. Lama laju pindai optimum yang dihasilkan dari pengukuran tersebut adalah 0,05 V/detik dengan arus puncak  $I_{pc}$  8.624 mA dan  $E_{pc}$  -0.925 mV. Penambahan ion pengganggu Mn (II) dan Ni (II) pada analisis Cd (II) secara *cyclic stripping voltametry* memiliki pengaruh yang cukup besar sehingga dalam pengukurannya tidak disarankan diberikan ion pengganggu. Persen *Recovery* larutan Cd (II) 5 ppm diperoleh sebesar 97,93%.

**Kata kunci** : elektroda pasta karbon, voltametri, zeolit

**Abstract**

*The research of the using of zeolite as the carbon paste electrode modifier for the analysis of Cd (II) has been done. This research aims to determine the best ratio composition of electrode carbon paste modified zeolite with a ratio of carbon: paraffin: zeolite is 3:2:5, 3:3:4, 3:4:3, 3:5:2. Measurements were made using instruments voltametry with cyclic stripping voltametry method. Measurement of Cd (II) at a concentration of 5 ppm with this produced the best electrode composition with a ratio of 3: 5: 2. Measurements were performed by varying the pH buffer at pH 3, 4, 5, and 6, deposition time at 0, 10, 40, 80, and 100 seconds and scan rate 10, 20, 40, 50 and 60 mV/sec, and the effect of metal ion interference Mn (II) and Ni (II). The resulting of this research is pH optimum at pH 6 with a peak current  $I_{pc}$  Epc -3666 mA and -0656 mV. Obtained optimum deposition time was 10 seconds with a peak current  $I_{pc}$  -6382 mA and  $E_{pc}$  -0661 mV. Long produced the optimum scan rate is 50 mV/sec with peak currents  $I_{pc}$  -8624 mA and  $E_{pc}$  -0925 mV. Ion interferens Mn (II) and Ni (II) was added on the analysis of Cd (II) are cyclic stripping voltametry has considerable influence so that the measurement is not advisable given interferens ion. The percent result of recovery with Cd (II) at a concentration of 5 ppm is 97,93%.*

**Keywords:** zeolites, carbon paste electrodes, voltammetry

**PENDAHULUAN**

Uji kualitas yang dilakukan dalam menganalisis suatu logam berat sangat sulit dilakukan dalam level ppb karena sebagian besar logam berat memiliki konsentrasi yang sangat rendah dan logam tersebut terdapat dalam

keadaan terikat dengan logam atau unsur yang lain. Umumnya dalam menganalisis logam berat dengan konsentrasi tertentu didalam air digunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan metode *inductively coupled plasma atomic emission spectrophotometry* (ICP-AES).

Sehingga dalam melakukan analisis logam berat perlu dipertimbangkan faktor biaya yang digunakan, kepraktisan alat, waktu yang diperlukan, batas deteksi dan selektivitas terhadap sampel. Diperlukan metode analisis yang dapat mengatasi beberapa faktor yang bisa menghambat analisis suatu sampel berdasarkan spesi ionnya. Oleh karena itu, voltametri dipilih sebagai alternatif karena memiliki selektivitas yang tinggi, limit deteksi rendah yaitu pada skala ppb, serta penggunaan yang mudah dan preparasi sampel yang mudah [1].

Proses reduksi-oksidasi pada permukaan elektroda merupakan metode dasar dari voltametri. Material elektroda kerja yang digunakan sangat mempengaruhi kinerja dari metode voltametri. teknik *stripping voltametry* yang memiliki keunggulan yaitu sensitivitas yang sangat baik dan memiliki limit deteksi hingga ke tingkat konsentrasi *part per billion* atau ppb [2]. Sehingga perlu dilakukan inovasi tentang pembuatan elektroda untuk menganalisis suatu logam berat. Elektroda padat memiliki rentang potensial anoda dan katoda yang luas dan yang sering digunakan adalah elektroda pasta karbon. Elektroda pasta karbon merupakan elektroda yang murah dan sangat mudah untuk diperbarui dan dibuat dalam bentuk kecil. Untuk meningkatkan kinerja elektroda pasta karbon maka dilakukan modifikasi dengan material yang dapat meningkatkan keberhasilan analisis suatu logam. *Modifier* yang digunakan dalam meningkatkan selektivitas elektroda pasta karbon merupakan suatu senyawa pekompleks.

Zeolit merupakan material padatan yang dapat diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion dan sekaligus dapat dijadikan katalis. Zeolit memiliki selektivitas yang sangat baik, dimana kation-kation dalam kerangka zeolit dapat ditukar dan disubstitusikan tanpa merubah struktur kerangka (isomorfis) dan dapat menimbulkan gradien medan listrik dalam kanal-kanal dan ruangan-ruangan zeolit [3]. Zeolit merupakan mineral kristal yang terbentuk dari tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang saling berhubungan oleh atom-atom oksigen disekelilingnya [2].

Penelitian menggunakan voltametri untuk analisis Cd (II) telah dilakukan sebelumnya. Penelitian yang dilakukan oleh Achmad Sulfani

(2014), menggunakan teknik voltametri siklik dengan elektroda pasta karbon termodifikasi kitosan yang menghasilkan limit deteksi (LOD) 0,06 V/s dengan arus puncak  $I_{pc}$  -8.19 mA pada potensial -0.637 V. Ayu Suliana (2014) melakukan penelitian dengan menggunakan teknik voltametri *deferensial pulsa* dengan menggunakan elektroda pasta karbon termodifikasi bentonit yang menghasilkan komposisi elektroda adalah 1:4:5 dengan nilai regresinya 0,97954.

Pada penelitian ini dilakukan dengan elektroda pasta karbon termodifikasi oleh zeolit untuk menganalisis Cd(II) dengan metode *cyclic stripping voltametry*. Pemilihan zeolit sebagai *modifier* elektroda karena zeolit memiliki kemampuan sebagai penukar ion dan memiliki selektivitas yang baik untuk menjerat ion Cd (II) yang tergolong logam berat. Pembuatan elektroda pasta karbon dilakukan dengan mencampurkan grafit, minyak parafin dan zeolit. Selektivitas elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit ditentukan dengan adanya ion pengganggu Mn(II) dan Ni(II).

## METODE PENELITIAN

### Rancangan penelitian

Penelitian ini merupakan eksperimental karena adanya kelompok kontrol dan terdapat beberapa variabel yaitu variabel manipulasi, kontrol dan bebas. Sasaran penelitian ini adalah zeolit sebagai *modifier* elektroda pasta karbon untuk analisis Cd(II) secara *cyclic stripping voltametry*. Populasi yang digunakan adalah larutan kadmium dari kadmium sulfatnya dan sampel diambil secara acak.

### Pembuatan elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit

Elektroda dibuat dari kabel tembaga yang dipotong sepanjang 12 cm dan dipotong sepanjang 1 cm pada setiap ujungnya sampai terlihat badan tembaganya. Setelah itu diamplas tembaga tersebut sampai bersih dan diberi potongan sedotan di salah satu ujungnya. Setelah itu dicampurkan bahan-bahan pembuat elektroda pasta karbon yaitu karbon, minyak parafin dan zeolit. Komposisi tersebut divariasikan dengan perbandingan komposisi karbon : minyak parafin ; zeolit adalah 3:2:5, 3:3:4, 3:4:3,

3:5:2. Campuran tersebut kemudian dimasukkan kedalam potongan sedotan yang sudah terpasang pada badan kabel tembaga.

#### **Penentuan komposisi elektroda terbaik**

Elektroda pasta karbon yang sudah dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan komposisi yang telah dibuat kemudian dimasukkan kedalam sel voltametri yang berisi larutan analit dan larutan pendukung lainnya. Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd(II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH 3. Dilakukan pengukuran pada potensial -1V sampai 1V dengan waktu deposisi 10 detik dan laju pindai 50 mV/detik. Untuk mengetahui elektroda terbaik dilakukan dengan membandingkan voltamogram yang dihasilkan.

#### **Penentuan pH optimum**

Elektroda pasta karbon yang sudah dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan komposisi yang terbaik kemudian dimasukkan kedalam sel voltametri yang berisi larutan analit dan larutan pendukung lainnya. Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd (II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH yang divariasi yaitu 3, 4, 5, dan 6. Dilakukan pengukuran pada potensial -1V sampai 1V dengan waktu deposisi 10 detik dan laju pindai 50 mV/detik. Untuk mengetahui pH optimum dilakukan dengan membandingkan voltamogram yang dihasilkan.

#### **Penentuan waktu deposisi optimum**

Elektroda pasta karbon yang sudah dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan komposisi yang terbaik kemudian dimasukkan kedalam sel voltametri yang berisi larutan analit dan larutan pendukung lainnya. Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd (II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH optimum. Dilakukan pengukuran pada potensial -1V sampai 1V dengan waktu deposisi yang divariasi yaitu 0, 10, 40, 80 dan 100 detik dan

laju pindai 50 mV/detik. Untuk mengetahui waktu deposisi optimum dilakukan dengan membandingkan voltamogram yang dihasilkan.

#### **Penentuan laju pindai optimum**

Elektroda pasta karbon yang sudah dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan komposisi yang terbaik kemudian dimasukkan kedalam sel voltametri yang berisi larutan analit dan larutan pendukung lainnya. Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd (II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH optimum. Dilakukan pengukuran pada potensial -1V sampai 1V dengan waktu deposisi optimum dan laju pindai yang divariasi yaitu 10, 20, 40, 50 dan 60 mV/detik. Untuk mengetahui laju pindai optimum dilakukan dengan membandingkan voltamogram yang dihasilkan.

#### **Penentuan interferensi ion logam pengganggu**

Elektroda pasta karbon yang sudah dimodifikasi dengan zeolit dengan perbandingan komposisi yang terbaik kemudian dimasukkan kedalam sel voltametri yang berisi larutan analit dan larutan pendukung lainnya. Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd (II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH optimum. Kemudian ditambahkan dengan larutan ion pengganggu yaitu Mn(II) dengan konsentrasi diatas dan dibawah larutan analit. Dilakukan pengukuran pada potensial -1V sampai 1V dengan waktu deposisi optimum dan laju pindai optimum. Untuk mengetahui pengaruh interferensi ion logam dilakukan dengan membandingkan voltamogram yang dihasilkan. Prosedur yang sama dilakukan untuk ion pengganggu Ni(II).

#### **Penentuan hasil *recovery* larutan Cd<sup>2+</sup>**

Penentuan *recovery* dilakukan dengan cara membuat standart dari larutan Cd<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 5, 10, 20, 40 dan 80 ppm. Dan larutan standart kemudian diambil 25 ml larutan dan ditambahkan dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan

analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH optimum. Dilakukan pengukuran pada potensial  $-1V$  sampai  $1V$  dengan waktu deposisi optimum dan laju pindai optimum. Untuk mengetahui *recovery* yang dihasilkan kemudian dibandingkan voltamogram yang dihasilkan dan kemudian dibuat kurva regresi dari larutan standart.

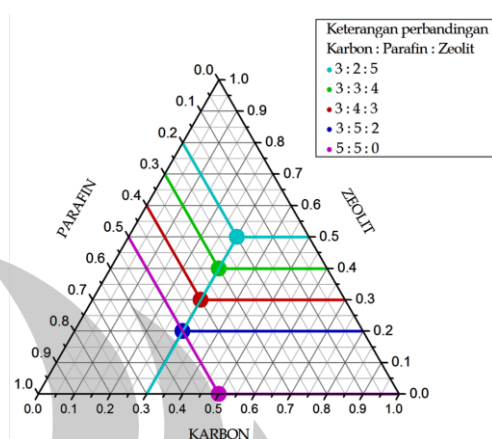
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam hal ini akan dilakukan pembahasan mengenai penggunaan zeolit sebagai *modifier* elektroda pasta karbon untuk analisis Cd (II) secara *cyclic stripping voltametry*. Penelitian ini didapatkan komposisi terbaik elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit, serta optimasi yang dapat digunakan sebagai penguat hasil dari komposisi yang didapatkan. Optimasi yang dihasilkan adalah penentuan pH terbaik, waktu deposisi terbaik, laju pindai terbaik dan interferensi ion pengganggu yaitu ion Mn (II) dan ion Ni (II).

### Pembuatan elektroda pasta karbon

Pembuatan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit adalah dengan mencampurkan karbon, parafin, dan zeolit yang telah diaktivasi dengan menggunakan asam dan basa. Dalam pencampuran ketiga bahan-bahan tersebut adalah dengan menggunakan komposisi yang bervariasi dan penyusunan elektroda dengan perbandingan yang sesuai dengan kesetimbangan 3 fasa. Perbandingan komposisi yang digunakan untuk karbon : minyak parafin : zeolit adalah 3:2:5, 3:3:4, 3:4:3, 3:5:2, dan juga dibuat elektroda dengan perbandingan karbon : parafin adalah 5:5. Semua perbandingan dan penimbangan bahan karbon, parafin, dan zeolit menggunakan alat neraca digital dengan satuan berat gram. Dimana setiap komposisi memiliki persamaan yang sesuai dengan teori tersebut. Dibawah ini merupakan diagram kesetimbangan 3 fasa dari perbandingan komposisi elektroda pasta karbon yang dimodifikasi zeolit (EPKZ) dan elektroda pasta karbon (EPK). Larutan analit yang digunakan adalah 25 ml larutan Cd(II) 5 ppm dengan larutan KCl 50-100 kali lebih besar konsentrasinya dari larutan analit utama dan ditambahkan dengan larutan buffer sitrat pH 3.

Dilakukan pengukuran pada potensial  $-1V$  sampai  $1V$  dengan waktu deposisi 10 detik dan laju pindai 50 mV/detik.



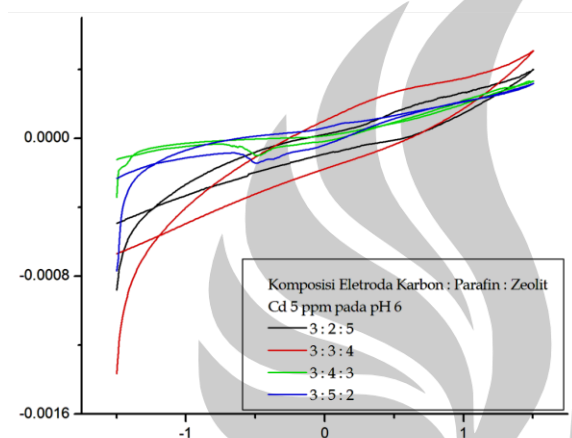
Gambar 1. Diagram kesetimbangan 3 fasa

Untuk komposisi EPKZ 3:2:5 yang disimbolkan dengan lingkaran biru muda, maka digunakan 0,3 gram karbon aktif dan 0,2 gram minyak parafin dengan demikian maka jumlah zeolit yang ditimbang adalah 0,5 gram yang disesuaikan dengan diagram kesetimbangan 3 fasa. Komposisi EPKZ 3:3:4 dengan warna lingkaran hijau yaitu 0,3 gram karbon yang ditimbang dan ditambahkan dengan 0,3 gram minyak parafin sehingga untuk mensejajarkan komposisi tersebut harus ditambahkan dengan 0,4 gram zeolit. EPKZ 3:4:3 yang ditunjukkan dengan lingkaran berwarna merah yaitu bahan karbon terkontrol 0,3 gram dan minyak parafin sebanyak 0,4 gram dengan demikian berdasarkan grafik kesetimbangan 3 fasa harus ditambahkan dengan zeolit sebanyak 0,3 gram. Begitu selanjutnya pada EPKZ 3:5:2 dengan 0,3 gram karbon dan 0,5 gram minyak parafin maka didapatkan titik kesetimbangan pada diagram tersebut adalah 0,2 gram zeolit. Dan dalam penelitian ini juga dibuat elektroda dengan hanya memberikan komposisi berupa karbon dan minyak parafin dengan berat yang sama yaitu 0,5 gram. Komposisi dengan perbandingan 5:5 dibuat untuk memberikan perbandingan dengan elektroda yang dimodifikasi dengan zeolit.

### Penentuan komposisi elektroda terbaik

Dilakukan pengukuran dengan menggunakan alat voltametri secara *cyclic stripping voltametry* untuk menentukan

komposisi terbaik elektroda pasta karbon yang termodifikasi zeolit. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan elektroda yang telah dibuat dengan perbandingan komposisinya 3:2:5, 3:3:4, 3:4:3, dan 3:5:2 yang kemudian elektroda tersebut diukur dengan menggunakan larutan analit yang berupa larutan  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm dengan ditambahkan larutan pendukung. Dibawah ini merupakan voltamogram dari hasil pengukuran komposisi terbaik elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit dengan larutan analit  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm secara *cyclic stripping voltametry*.



Gambar 2. Voltamogram komposisi elektroda terbaik

Dari voltamogram tersebut kemudian dapat dianalisis dan ditentukan puncak reduksi dan puncak oksidasi dari pengukuran yang dilakukan. Puncak voltamogram yang cenderung mengerucut lebih mudah ditentukan puncaknya dari pada puncak voltamogram yang melebar. Berikut merupakan data puncak reduksi dan puncak oksidasi yang dihasilkan dari pengukuran elektroda dengan komposisi EPKZ 3:2:5, EPKZ 3:3:4, EPKZ 3:4:3, EPKZ 3:5:2.

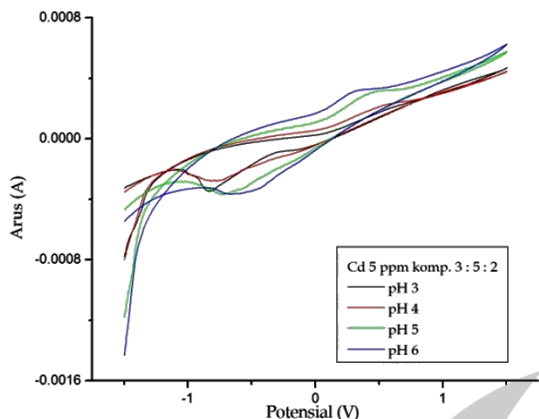
Tabel 1. Puncak arus komposisi elektroda terbaik

Elektroda EPKZ	I <sub>pa</sub> (mA)	E <sub>pa</sub> (mV)	I <sub>pc</sub> (mA)	E <sub>pc</sub> (mV)
3:2:5	2.082	0.719	-	-
3:3:4	3.003	0.660	-	-
3:4:3	5.066	0.258	-1.007	-0.489
3:5:2	8.940	0.150	-1.442	-0.493

Elektroda dengan perbandingan komposisi karbon : minyak parafin : zeolit = 3:5:2 dengan arus puncak anodik yang dihasilkan sebesar 8.940 mA dan arus puncak katodik -1.442 mA. Arus puncak anodik dan arus puncak katodik yang besar dihasilkan karena komposisi tersebut optimal dalam menyerap ion-ion  $\text{Cd}^{2+}$  pada larutan analit. Komposisi dengan perbandingan karbon : minyak parafin : zeolit = 3:5:2 adalah komposisi elektroda terbaik karena menghasilkan arus puncak anodik dan arus puncak katodik yang besar dan maksimal jika dibandingkan dengan elektroda yang lain. Elektroda dengan komposisi 3:5:2 tidak akan mudah rusak dan akan lebih mudah menjerat  $\text{Cd}^{2+}$ . Dengan besarnya arus puncak yang dihasilkan menunjukkan bahwa zeolit dapat mengadsorpsi sebagian besar kation-kation logam dan jenis-jenis ion logam berat lainnya [4]. Sehingga elektroda dengan komposisi 3:5:2 akan digunakan untuk analisis  $\text{Cd}^{2+}$  pada prosedur dan variabel yang selanjutnya.

#### Penentuan kondisi pH optimum

Pengukuran selanjutnya yang dilakukan adalah penentuan pH terbaik yang digunakan untuk menganalisis  $\text{Cd}^{2+}$  dengan menggunakan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit. Pada pengukuran sebelumnya telah didapatkan komposisi elektroda terbaik yaitu dengan komposisi EPKZ 3:5:2. Sehingga elektroda tersebut digunakan dalam pengukuran pH terbaik dengan menggunakan buffer sitrat pada variasi pH 3, 4, 5, dan 6. Buffer sitrat pH dibuat dengan cara mencampurkan  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$  dan  $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_7\text{Na}$  dengan konsentrasi 0,1 M dengan perbandingan tertentu. Dibawah ini merupakan voltamogram yang dihasilkan dari pengukuran larutan  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm secara *cyclic stripping voltametry*.



Gambar 3. Voltamogram penentuan kondisi pH optimum

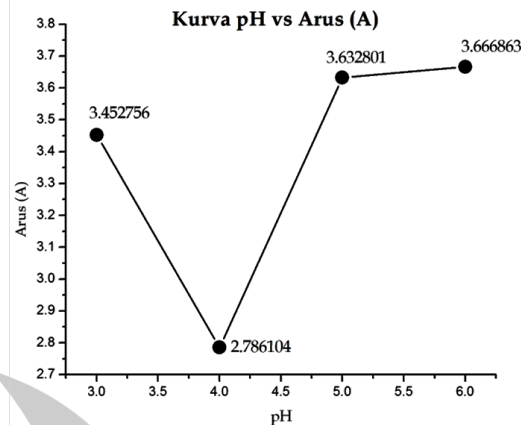
Pada gambar di atas merupakan voltamogram dari pengukuran pH terbaik dengan buffer sitrat pada komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit 3:5:2 yang digunakan untuk analisis  $\text{Cd}^{2+}$  secara *cyclic stripping voltametry*. Dan berikut merupakan data arus puncak yang terbentuk pada pengukuran pH terbaik.

Tabel 2. Puncak arus penentuan kondisi pH optimum

pH	Ipa (mA)	Epa (mV)	Ipc (mA)	Epc (mV)
3	1.755	0.506	-3.452	-0.837
4	2.255	0.561	-2.786	-0.762
5	3.121	0.468	-3.632	-0.742
6	3.2	0.353	-3.666	-0.656

Ket: Tanda negatif pada masing-masing pH merupakan puncak reduksi dari pengukuran elektroda

Dari data arus puncak voltamogram yang dihasilkan dari pengukuran pH terbaik dapat diketahui bahwa kondisi pH dapat mempengaruhi pengukuran. Pada kondisi pH tersebut didapatkan arus puncak anodik dan katodik sehingga dari data diatas dapat dibuat kurva hubungan antara kondisi pH larutan analit terhadap tinggi arus puncak katodik (Ipc) untuk Cd(II).



Gambar 4. Kurva pH vs Ipc

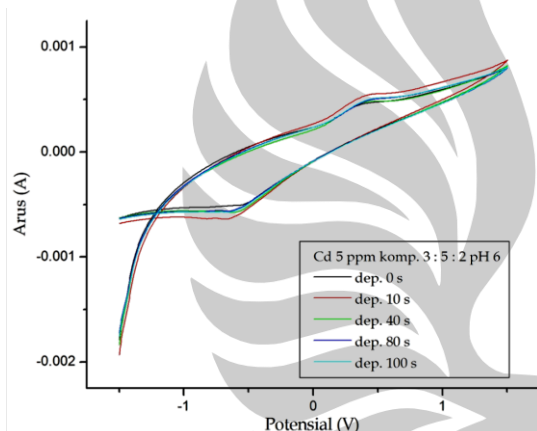
Berdasarkan teori yang dijelaskan oleh Nuryono dan Suyanta menjelaskan bahwa Kadmium memiliki distribusi spesies yang berubah bergantung dengan pH larutan, yaitu  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{CdOH}^+$ ,  $\text{Cd}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Cd}(\text{OH})_3^-$ , dan  $\text{Cd}(\text{OH})_4^{2-}$  [5]. Distribusi spesies kadmium dalam variasi pH untuk membentuk ion logam  $\text{Cd}^{2+}$  terletak pada pH 4 – 8 sehingga pH 4, 5, 6 memiliki puncak yang semakin tinggi [5]. Tinggi arus puncak katodik pada kondisi pH 5 dan pH 6 hampir sama berarti dalam kondisi pH asam tersebut ion logam  $\text{Cd}^{2+}$  menjadi bentuk ion bebasnya dalam jumlah besar sehingga ion-ion logam terjebak dalam permukaan elektroda sehingga terbentuk kompleks zeolit. Pada kondisi pH 5 besarnya puncak arus katodik adalah 3.632 mA dan kondisi pH 6 besarnya puncak arus katodik adalah 3.666 mA. Kondisi pH optimum yang digunakan untuk menganalisis ion logam  $\text{Cd}^{2+}$  dengan menggunakan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit adalah pada pH 6. Sehingga kondisi pH asam 6 tersebut akan digunakan untuk pengukuran pada prosedur dan variable selanjutnya.

#### Penentuan waktu deposisi optimum

Setelah melakukan penentuan komposisi terbaik dari elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit dan penentuan kondisi pH optimum maka dilakukan penentuan waktu deposisi terbaik untuk analisis ion logam  $\text{Cd}^{2+}$ . Penentuan waktu deposisi optimum ini merupakan tahapan deposisi atau prakonsentrasi dari analit dan voltametri. Sehingga tahap prakonsentrasi waktu deposisi berfungsi untuk

meningkatkan sensitivitas dan menurunkan limit deteksi [6]. Penentuan waktu deposisi dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh saat tahap deposisi terhadap hasil dari voltamogram. Waktu deposisi mempengaruhi kestabilan kompleks yang terbentuk pada permukaan dari elektroda terhadap sampel yang diujikan [7].

Penentuan waktu deposisi dilakukan dengan menggunakan elektroda komposisi 3:5:2 dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 25 mL larutan ( $\text{Cd}^{2+}$ ) 5 ppm dengan larutan elektrolit KCl 50-100 kali dari konsentrasi larutan utama dalam buffer sitrat pH 6 kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -1V sampai 1V, waktu deposisi yang optimum dengan variasi laju pindai yang akan dilakukan yaitu 0, 10, 40, 80, dan 100 detik [7].



Gambar 5. Voltamogram penentuan waktu deposisi optimum

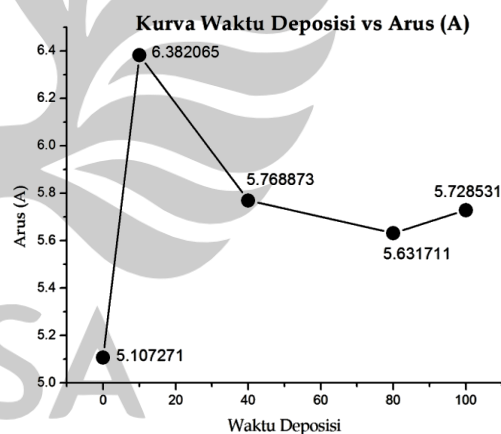
Pada gambar merupakan voltamogram dari pengukuran waktu deposisi terbaik dengan buffer sitrat pH 6 pada komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit 3:5:2 yang digunakan untuk analisis  $\text{Cd}^{2+}$  secara *cyclic stripping voltametry*. Dan berikut merupakan data arus puncak yang terbentuk pada pengukuran waktu deposisi terbaik.

Tabel 3. Puncak arus kondisi waktu deposisi optimum

Waktu Deposisi	Ipa (mA)	Epa (mV)	Ipc (mA)	Epc (mV)
0 s	4.611	0.404	-5.107	-0.567
10 s	5.492	0.452	-6.382	-0.661
40 s	4.792	0.424	-5.768	-0.601
80 s	4.994	0.462	-5.631	-0.638
100 s	5.085	0.447	-5.728	-0.630

Ket: Tanda negatif pada masing-masing waktu deposisi merupakan puncak reduksi dari pengukuran elektroda

Dari data arus puncak voltamogram yang dihasilkan dari pengukuran waktu deposisi terbaik dapat diketahui bahwa lamanya waktu deposisi dapat mempengaruhi pengukuran. Pada lama waktu deposisi atau prakonsentrasi tersebut didapatkan arus puncak anodik dan katodik sehingga dari data di atas dapat dibuat kurva hubungan antara lama waktu deposisi larutan analit terhadap tinggi arus puncak katodik ( $I_{pc}$ ) untuk  $\text{Cd(II)}$ .



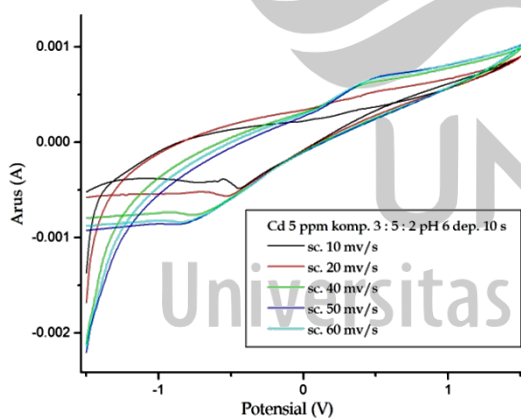
Gambar 6. Kurva waktu deposisi vs  $I_{pc}$

Pada waktu deposisi 10 detik didapatkan puncak arus katodik yang meningkat secara signifikan yaitu dengan puncak arus katodik adalah 6.382 mA. Pada tahap ini didapatkan waktu deposisi optimum untuk analisis dari analisis larutan  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm dengan menggunakan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit secara *cyclic stripping voltametry* adalah 10 detik. Hal ini disebabkan karena waktu yang diperlukan untuk

melakukan rakonsentrasi tidak terlalu lama tetapi sudah menunjukkan puncak yang tinggi sedangkan pada waktu deposisi 40 detik puncak arus katodiknya turun. Waktu deposisi selama 10 detik menunjukkan bahwa ion kadmium yang menempel pada permukaan elektroda sudah optimum dan akhir jenuh. Dan waktu deposisi 10 detik merupakan waktu yang tepat untuk digunakan dalam penentuan selanjutnya karena waktu tersebut tidak terlalu lama dan memberikan arus puncak yang tinggi.

### Penentuan laju pindai optimum

Penentuan laju pindai terbaik dilakukan setelah didapatkan komposisi elektroda terbaik, kondisi buffer pH terbaik dan waktu deposisi terbaik. Pada pengukuran secara *cyclic stripping voltametry* tinggi arus puncak dan lebar arus puncak yang dihasilkan sangat dipengaruhi pada kecepatan scan atau laju pindai. Pada tahap penentuan laju pindai terbaik digunakan elektroda dengan komposisi 3:5:2 dimasukkan ke dalam sel voltametri yang berisi 25 mL larutan ( $\text{Cd}^{2+}$ ) 5 ppm dengan larutan elektrolit KCl 50-100 kali dari konsentrasi larutan utama dalam buffer sitrat pH 6 kemudian dilakukan pengukuran arus pada potensial -1V sampai 1V, waktu deposisi 10 detik dengan variasi laju pindai yang akan dilakukan yaitu 0.01; 0.02; 0.04; 0.05 dan 0.06 v/detik.



Gambar 7. Voltamogram laju pindai optimum

Pada gambar 7 merupakan voltamogram dari pengukuran laju pindai terbaik dan lama waktu deposisi 10 detik dengan buffer sitrat pH 6 pada komposisi elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit 3:5:2 yang digunakan untuk

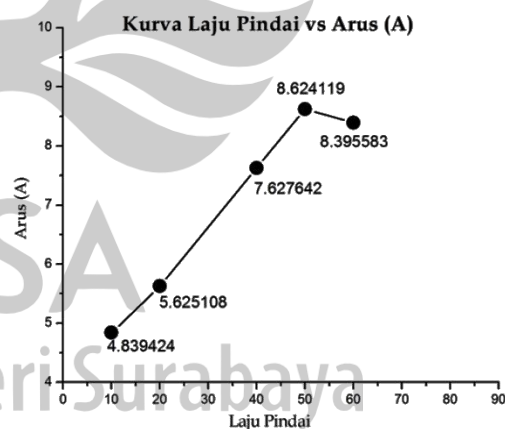
analisis  $\text{Cd}^{2+}$  secara *cyclic stripping voltametry*. Dan berikut merupakan data arus puncak yang terbentuk pada pengukuran laju pindai terbaik.

Tabel 5. Puncak arus kondisi laju pindai optimum

Laju Pindai	Ipa (mA)	Epa (mV)	Ipc (mA)	Epc (mV)
10	5.716	0.911	-4.839	-0.445
20	5.143	0.446	-5.625	-0.531
40	6.382	0.492	-7.627	-0.769
50	7.042	0.566	-8.624	-0.925
60	6.877	0.547	-8.395	-0.839

Ket: Tanda negatif pada masing-masing laju pindai merupakan puncak reduksi dari pengukuran elektroda

Dari data arus puncak voltamogram yang dihasilkan dari pengukuran laju pindai terbaik dapat diketahui bahwa lamanya laju pindai dapat mempengaruhi pengukuran. Pada pengukuran laju pindai tersebut didapatkan arus puncak anodik dan katodik sehingga dari data diatas dapat dibuat kurva antara lama laju pindai larutan analit terhadap tinggi puncak katodik ( $I_{pc}$ ) untuk Cd(II).



Gambar 8. Kurva laju pindai vs  $I_{pc}$

Laju pindai yang rendah menyebabkan lapisan difusi menjadi tebal sehingga arus puncak yang dihasilkan semakin kecil dan transfer elektron pada elektroda menjadi lebih lama dan terhambat. Dan besarnya lama laju pindai menjadikan lapisan difusi menjadi tipis sehingga arus puncak yang dihasilkan semakin



besar dan transfer elektron dalam elektroda menjadi lebih cepat.

Apabila hasil voltamogram laju pindai dengan puncak yang melebar akan dapat mengganggu pengukuran dan analisis ion logam kadmium terutama apabila dilakukan penentuan terhadap gangguan atau interferensi ion logam yang lain. Akibatnya akan terjadi puncak arus yang tumpang tindih satu sama lainnya. Pada laju pindai 50 mV/detik memiliki puncak arus katodik yang tinggi dan memiliki puncak yang cenderung mengerucut sehingga laju pindai tersebut digunakan untuk penentuan selanjutnya. Lama laju pindai 50 mV/detik dan dengan waktu deposisi 10 detik digunakan untuk melakukan penentuan selanjutnya dari analisis larutan  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm dengan elektroda pasta karbon yang termodifikasi zeolit secara *cyclic stripping voltametry* dengan komposisi 3:5:2 dan kondisi buffer sitrat pH 6. Tingginya laju pindai yang dihasilkan digunakan untuk melakukan analisis dalam pengukuran interferensi ion logam pengganggu yaitu ion mangan dan ion nikel.

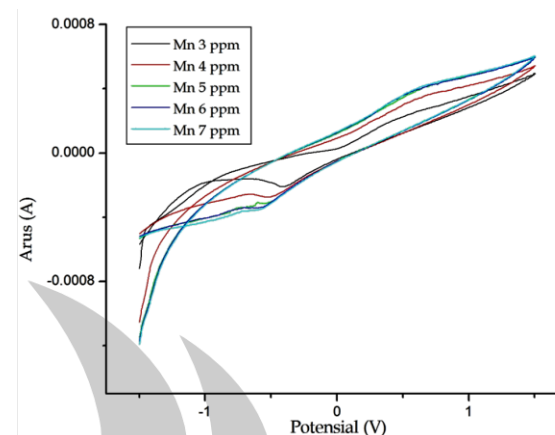
### Interferensi ion logam pengganggu

Dalam melakukan penentuan interferensi atau selektivitas dari elektroda kerja maka dilakukan uji interferensi menggunakan ion logam mangan (II) dan ion logam nikel (II). Ion tersebut dipilih dari letak logam dalam deret volta yaitu berada di kanan dan dikiri dari logam analit  $\text{Cd}^{2+}$ . Elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit yang digunakan adalah komposisi 3:5:2. Dengan kondisi buffer sitrat pada pH 6, lama waktu deposisi 10 detik dan laju pindai yang digunakan adalah 50 mV/detik.

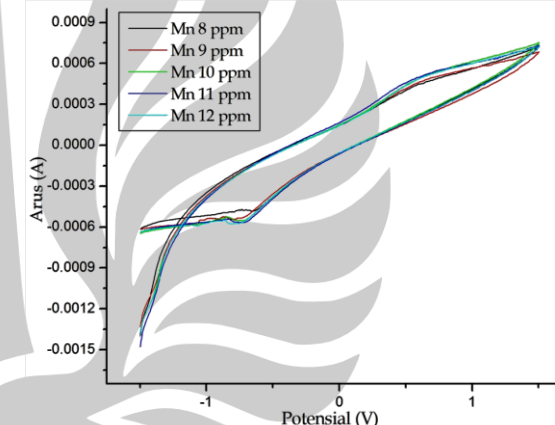
### Interferensi ion logam pengganggu Mn (II)

Pengaruh ion logam pengganggu Mn (II) dilakukan dengan menggunakan beberapa konsentrasi yang dicampurkan. Larutan analit  $\text{Cd}^{2+}$  yang diuji memiliki konsentrasi 5, 10 dan 20 ppm. Dalam analit  $\text{Cd}^{2+}$  5 ppm ditambahkan dengan ion logam  $\text{Mn}^{2+}$  dengan konsentrasi 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm. Sedangkan analit  $\text{Cd}^{2+}$  10 ppm ditambahkan dengan ion logam  $\text{Mn}^{2+}$  dengan konsentrasi 8, 9, 10, 11, dan 12 ppm. Dan analit  $\text{Cd}^{2+}$  20 ppm ditambahkan dengan ion logam  $\text{Mn}^{2+}$  dengan konsentrasi 18, 19, 20, 21, dan 22 ppm. Dibawah ini merupakan hasil voltamogram

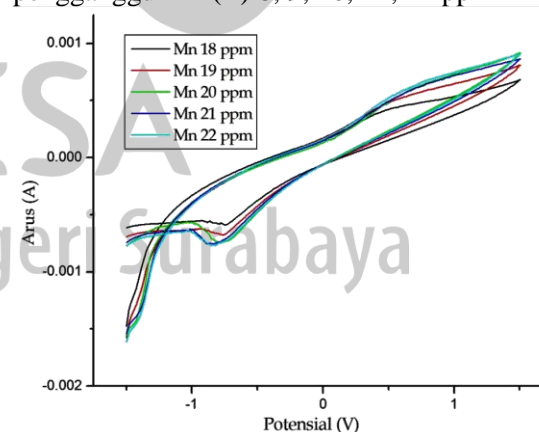
dari penentuan interferensi ion logam pengganggu Mn (II) dalam larutan analit  $\text{Cd}^{2+}$ .



Gambar 9. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Mn (II) 3, 4, 5, 6, 7 ppm



Gambar 10. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Mn (II) 8, 9, 10, 11, 12 ppm



Gambar 11. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Mn (II) 18, 19, 20, 21, 22 ppm

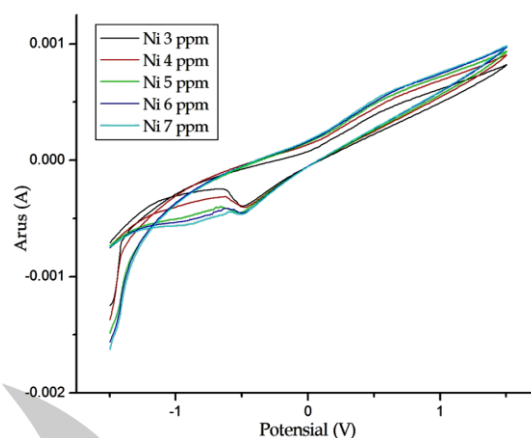
Dan berikut merupakan data arus puncak yang terbentuk pada pengukuran interferensi logam  $\text{Mn}^{2+}$  terbaik.

Tabel 6. Puncak arus interferensi logam  $Mn^{2+}$ 

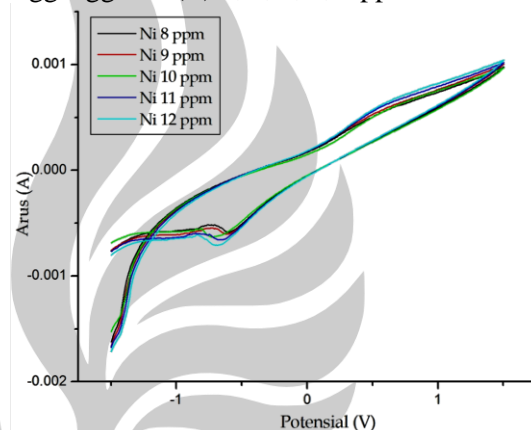
$Cd^{2+}$	$Mn^{2+}$	Ipc (mA)	Epc (mV)
5 ppm	3 ppm	-2.111	-0.409
	4 ppm	-2.743	-0.520
	5 ppm	-3.151	-0.562
	6 ppm	-3.448	-0.612
	7 ppm	-3.593	-0.642
10 ppm	8 ppm	-4.809	-0.655
	9 ppm	-5.388	-0.810
	10 ppm	-5.554	-0.732
	11 ppm	-5.690	-0.725
	12 ppm	-5.756	-0.827
20 ppm	18 ppm	-5.875	-0.746
	19 ppm	-6.739	-0.764
	20 ppm	-7.422	-0.764
	21 ppm	-7.515	-0.836
	22 ppm	-7.661 <sup>4</sup>	-0.836

### Interferensi ion logam pengganggu Ni (II)

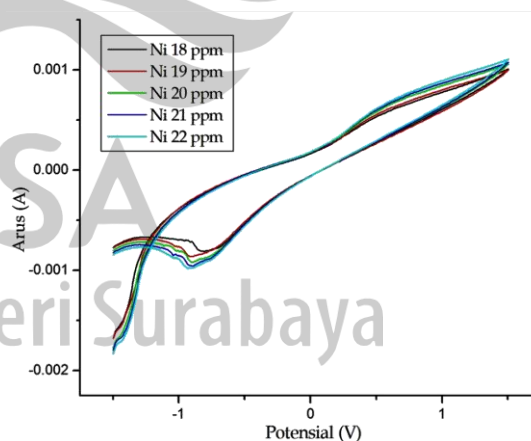
Pengaruh ion logam pengganggu Ni (II) dilakukan dengan prosedur yang sama dengan ion logam pengganggu sebelumnya. Larutan analit Cd (II) yang diuji memiliki konsentrasi 5, 10 dan 20 ppm. Dalam analit Cd<sup>2+</sup> 5 ppm ditambahkan dengan ion logam Ni<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 3, 4, 5, 6, dan 7 ppm. Sedangkan analit Cd<sup>2+</sup> 10 ppm ditambahkan dengan ion logam Ni<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 8, 9, 10, 11, dan 12 ppm. Dan analit Cd<sup>2+</sup> 20 ppm ditambahkan dengan ion logam Ni<sup>2+</sup> dengan konsentrasi 18, 19, 20, 21, dan 22 ppm. Dibawah ini merupakan hasil voltamogram dari penentuan interferensi ion logam pengganggu Ni (II) dalam larutan analit Cd (II).



Gambar 12. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Ni (II) 3, 4, 5, 6, 7 ppm



Gambar 13. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Ni (II) 8, 9, 10, 11, 12 ppm



Gambar 14. Voltamogram penentuan ion logam pengganggu Ni (II) 18, 19, 20, 21, 22 ppm

Dan berikut merupakan data arus puncak yang terbentuk pada pengukuran interferensi logam Ni<sup>2+</sup> terbaik.

Tabel 7. Puncak arus interferensi logam  $Mn^{2+}$ 

$Cd^{2+}$	$Ni^{2+}$	$I_{pc}$ (mA)	$E_{pc}$ (mV)
5 ppm	3 ppm	-3.927	-0.504
	4 ppm	-4.046	-0.478
	5 ppm	-4.498	-0.517
	6 ppm	-4.527	-0.491
	7 ppm	-4.646	-0.514
10 ppm	8 ppm	-5.877	-0.600
	9 ppm	-6.038	-0.607
	10 ppm	-6.295	-0.728
	11 ppm	-6.557	-0.669
	12 ppm	-7.106	-0.693
20 ppm	18 ppm	-8.078	-0.827
	19 ppm	-8.573	-0.910
	20 ppm	-9.131	-0.902
	21 ppm	-9.482	-0.902
	22 ppm	-9.762	-0.931

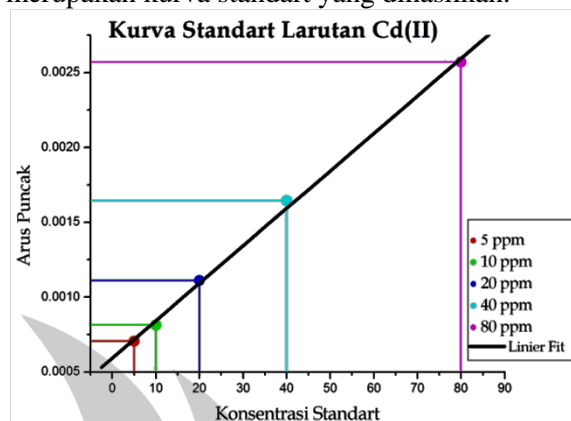
Data yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh yang cukup signifikan terhadap analisis ion logam  $Cd^{2+}$  apabila ditambahkan dengan ion logam pengganggu. Hal ini menunjukkan bahwa elektroda yang digunakan masih cukup selektif terhadap ion logam  $Cd^{2+}$ . Dengan semakin besarnya konsentrasi ion logam pengganggu maka semakin besar pula gangguan yang dihasilkan oleh ion logam  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$ . Dengan itu juga hasil arus puncak katodik yang dihasilkan dari pengukuran juga semakin besar.

Dengan ini dapat disimpulkan bahwa dalam pengukuran analisis ion logam  $Cd^{2+}$  tidak disarankan atau diperkenankan terdapat ion pengganggu karena dapat memengaruhi arus puncak yang dihasilkan. Tetapi elektroda pasta karbon yang dimodifikasi zeolit dengan komposisi 3:5:2 masih dapat digunakan dalam menganalisis ion logam  $Cd^{2+}$ .

#### Penentuan *recovery* larutan $Cd^{2+}$

Penentuan *recovery* larutan  $Cd^{2+}$  5 ppm dilakukan berdasarkan kinerja elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit yang dibuat dengan komposisi 3:5:2. Dari pengukuran standart dengan konsentrasi 5, 10, 20, 40 dan 80 ppm yang dilakukan maka dihasilkan regresi sebesar 0.9981206 dengan persamaan linier  $y =$

$0.0000250x + 0.0005925$ . Dan dibawah ini merupakan kurva standart yang dihasilkan.

Gambar 15. Kurva standart larutan  $Cd^{2+}$ 

Dari kurva tersebut didapatkan data *recovery* larutan  $Cd^{2+}$  5 ppm sebagai berikut.

Konsentrasi $Cd^{2+}$	5 ppm		
$\Sigma$ Replikasi	1	2	3
$I_{pc}$ (mA)	7.376	4.706	4.923
Konsentrasi Terukur	5.785	4.893	4.027
Konsentrasi Rata-Rata	4.896		
Persen <i>Recovery</i>	97.93%		

Dari data diatas menunjukkan bahwa replikasi sampel dilakukan sebanyak 3x dan didapatkan puncak arus katodik sebesar 7.376; 4.706; 4.923 mA. Kemudian arus puncak dilakukan perhitungan dengan persamaan linier yang didapatkan dari kurva standart sehingga dihasilkan konsentrasi larutan  $Cd^{2+}$  yang terukur. Konsentrasi tersebut dirata-rata sehingga didapatkan konsentrasi rata-rata sebesar 4.896. Untuk mendapatkan persen *recovery* dilakukan perhitungan dengan cara persamaan berikut :

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi rata - rata}}{\text{konsentrasi } Cd^{2+} \text{ teori}} \times 100\%$$

Sehingga dihasilkan persen *recovery* larutan  $Cd^{2+}$  sebesar 97.93%.

**SIMPULAN DAN SARAN****Kesimpulan**

Perbandingan komposisi elektroda pasta karbon dimodifikasi zeolit yang memberikan respon terbaik dalam analisis Kadmium (II) secara *cyclic stripping voltammetry* dengan karbon : minyak parafin : zeolit adalah 3:5:2. Pengukuran optimum pada kondisi buffer sitrat pH 6, lama waktu deposisi 10 detik, lama laju pindai 0,05 mV/detik. Penambahan ion pengganggu Mangan (II) serta Nikel (II) pada analisis Kadmium (II) secara *cyclic stripping voltammetry* memiliki pengaruh yang cukup besar sehingga dalam pengukurannya. Persen *recovery* larutan  $Cd^{2+}$  sebesar 97.93%.

**Saran**

Perlunya dirancang penelitian untuk menguji selektivitas dan sensitifitas ion logam yang diujikan dan pengembangan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan zeolit menggunakan sampel alami secara *cyclic stripping voltammetry*.

**DAFTAR PUSTAKA**

1. Ensafi, A.A., Abbasi S., Mansour H.R., and Baltork I.M., 2001, "Differential Pulse Adsorption Stripping Voltametric Determination of Copper(II) with 2-Mercaptobenzimidazol at Hanging Mercury-Drop Electrode", *Analytical Sciences*, Vol. 17, 609-612.
2. Pebrianti, T. 2008. *Elektroda Lapis Tipis Bismut Pada Pasta Karbon Termodifikasi Silika Untuk Analisis  $Pb^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  Secara Voltametri*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
3. Smith, H. 1992. *Analisis Regresi Terapan*. Jakarta : PT. Gramedia Pustaka Utama.
4. Adriany, Roza. 2012. *Pemanfaatan Zeolit Alam Termodifikasi Kation  $Na^+$  untuk Penangkapan  $CO_2$* . Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS". Jakarta.
5. Nuryono, & Suyanta. 2004. Kajian Interaksi  $Cd(II)$  Dengan Adsorben Tanah Diatomit Pada Proses Adsorpsi. *Indonesial Journal of Chemistry*, 4(2), 125-131.
6. Wang, J. 2000. *Analytical Electrochemistry Second Edition*. New York: Wiley-VCH.
7. Apriliani, R. 2009. *Studi Penggunaan Kurkumin Sebagai Modifier Elektroda Pasta Karbon Untuk Analisis Timbal (II) Secara Stripping Voltammetry*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
8. Setiarso, P. 2011. *Pengembangan Elektroda Amalgam Tembaga Padat (CuSAE) Untuk Analisis Pestisida Secara Voltametri*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
9. Sulfani, Achmad dan Setiarso, Pirim. 2014. *Modifikasi Elektroda Pasta Karbon Menggunakan Kitosan untuk Analisis Ion  $Cd^{2+}$  dengan Ion Pengganggu  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$  Secara Cyclic Stripping Voltammetry*. Unesa Journal Of Chemistry. Vol 3 (3)
10. Yulianto, Eko, Achamad Sulfani, Candra Adjiatma Putra, Wahyu Setiawan, Adis Mahendra, dan Pirim Setiarso. 2013. *Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Kitosan Untuk Analisis Zn (II) Secara Cyclic Stripping Voltammetry*. Surabaya: Kimia Unesa.