

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tiga tahap kerja, yaitu :

1. Pembuatan Elektroda Pasta Termodifikasi Bentonit (EPKTB) meliputi : pembuatan Pasta Karbon Termodifikasi Bentonit (PKTB), dan pemasangan PTKB pada batang elektroda.
2. Uji kinerja EPKTB terhadap larutan standar Cd^{2+} meliputi : uji rentang arus dan kecenderungannya pada tahap pre konsentrasi, uji potensial reduksi pada tahap *stripping* ion Cd^{2+} dan uji konsentrasi larutan Cd^{2+} .
3. Analisis larutan Cd^{2+} sebelum dan setelah digunakan pada uji kinerja EPKTB menggunakan metode AAS.

3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : alat untuk keperluan pembuatan pasta karbon, alat untuk uji kinerja EPKTB, dan alat untuk analisa hasil uji kinerja EPKTB.

Alat untuk keperluan pembuatan pasta karbon meliputi: neraca, pipet tetes, spatula, kaca arloji, lumpang dan alu. Alat untuk uji kinerja EPKTB meliputi: gelas kimia, labu ukur, spatula, batang pengaduk, kaca arloji, corong pendek, pipet volumetrik, ball pipet, gelas ukur, *power supply*, multimeter, IC Regulator, *stopwatch* dan elektroda kalomel jenuh. Alat untuk analisis hasil uji kinerja EPKTB meliputi labu ukur dan instrumen AAS.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : bentonit alam jenis Pagoda S, serbuk grafit, minyak paraffin, aquades, dan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

3.3. Langkah Kerja

3.3.1. Pembuatan Batang Elektroda EPKTB

Pipa gelas yang memiliki panjang 5 cm dan diameter 0,5 cm disambungkan dengan lem kaca pada suatu pipa plastik yang memiliki panjang 12 cm dan diameter 1,3 cm. Bagian ini disebut batang elektroda. Pada bagian tengah dalam pipa plastik dimasukkan kawat Ag. Ujung kawat Ag dihubungkan dengan suatu kabel penghantar listrik yang memiliki panjang 45 cm. Rangkaian alat dipresentasikan dalam gambar 3.1 di bawah ini :



Gambar 3.1 Batang elektroda sebagai wadah EPKTB

3.3.1.1. Pasta Karbon Termodifikasi Bentonit

Untuk pembuatan pasta karbon termodifikasi bentonit, prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut ; Serbuk grafit ditimbang sebanyak 10 g dan serbuk bentonit sebanyak 2 g dicampurkan. Selanjutnya ketika akan digunakan

pada proses uji, campuran tadi ditimbang sebanyak 0,4 g lalu dicampurkan minyak parafin kira-kira sebanyak 4 tetes pipet tetes ke dalamnya. Setelah minyak paraffin dicampurkan, maka campuran tadi telah menjadi pasta karbon yang telah termodifikasi bentonit. Selanjutnya pasta karbon dipress ke dalam batang elektroda yang telah dibuat. Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Bentonit tersebut memiliki perbandingan antara grafit dengan bentonit sebesar 5 : 1.

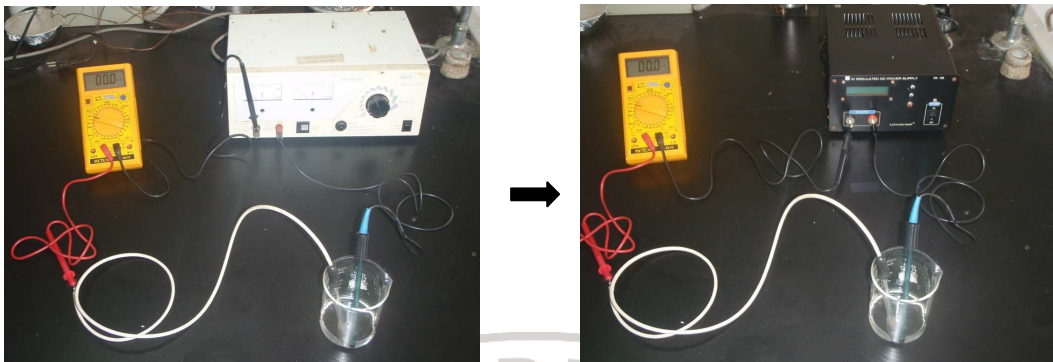
3.3.2. Pembuatan Larutan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Padatan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 1 g, lalu dilarutkan dalam aquadest hingga volume 1000ml dalam labu ukur untuk mendapatkan larutan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 1000ppm.

Pengujian elektroda pasta terhadap larutan uji dilakukan dalam berbagai konsentrasi, yaitu : 0,169 ppm; 3,11 ppm; 18,194 ppm; 19,365 ppm dan 46,597 ppm.

3.3.3. Rangkaian Sel Elektrokimia dengan EPKTB

EPKTB dihubungkan pada kutub negative *power supply* sebagai katoda. Elektroda Kalomel Jenuh dihubungkan dengan kutub positif *power supply* sebagai anoda. EPK atau EPKTB dihubungkan dengan multimeter untuk mengukur nilai respon arus dari rangkaian sel elektrokimia ini. Rangkaian sel dipresentasikan pada gambar 3.2 di bawah ini :

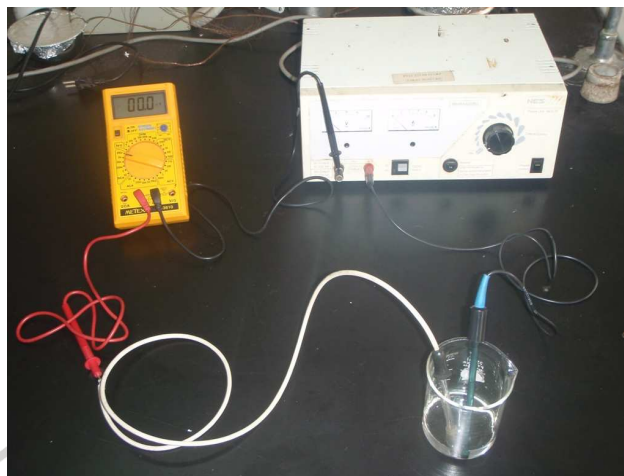


Gambar 3.2 Rangkaian Sel Elektrokimia Sensor Amperometrik

3.3.4 Uji kinerja EPKTB terhadap larutan model $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Rangkaian sel dan alat yang telah dibuat diujikan pada larutan model $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Proses pengujian melalui beberapa tahap yang dilakukan sebagai standar untuk mengukur kemampuan EPKTB dalam melakukan perannya sebagai metode sensor yang efektif.

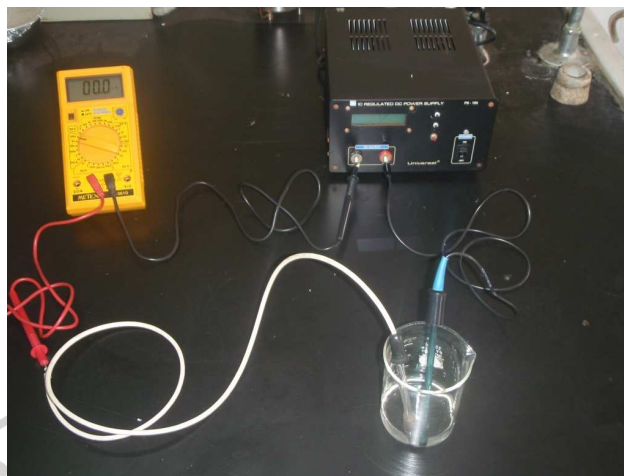
Pengujian tahap pertama merupakan tahap serupa yang disebut dengan prekonsentrasi. Tahap prekonsentrasi adalah tahap analisis amperometrik terhadap ion logam berupa pengendapan ion logam pada arus katoda yang dihubungkan dengan EPKTB melalui penerapan beda potensial ke dalam rangkaian sel. rangkaian alat yang digunakan seperti yang terlihat pada gambar 3.3 di bawah ini :



Gambar 3.3 Sel Elektrokimia Sensor Amperometrik untuk tahap prekonsentrasi

Pada tahap ini terhadap masing-masing 20 mL larutan model diterapkan variabel konsentrasi dengan cara : membuat larutan model dalam berbagai konsentrasi. Kedua elektroda yaitu EPKTB sebagai katoda dan Elektroda Kalomel Jenuh (EKJ) sebagai anoda dicelupkan pada masing-masing gelas kimia 100 mL berisi larutan model sebanyak 20 mL. Dilakukan penerapan beda potensial sebesar 0,5 volt selama 4 menit.

Pengujian tahap kedua merupakan tahap yang disebut dengan tahap *stripping* untuk melepaskan kembali ion logam yang sebelumnya telah mengalami pengendapan. Adapun rangkaian alat yang akan digunakan seperti ditunjukkan pada gambar 3.4 di bawah ini :



Gambar 3.4. Rangkaian Sel Elektrokimia Sensor Amperometrik untuk tahap *stripping*

Pada tahap ini terhadap larutan model yang telah mengalami pengujian tahap pertama diterapkan kembali variabel konsentrasi dengan cara : kedua elektroda dihubungkan dengan suatu alat yang disebut dengan *IC Regulator* (*pengubah beda potensial*) yang berfungsi untuk mengubah beda potensial positif menjadi beda potensial negatif secara bertahap. EPKTB tetap dihubungkan pada katoda dan EKJ pada anoda. Dilakukan penerapan beda potensial positif dimulai dari 2 volt hingga berakhir pada potensial negatif sebesar 2 volt pula dalam waktu 80 detik. Setiap 8 detik dilakukan pencatatan nilai arus hingga detik ke 80 lalu alat *IC Regulator* dimatikan dan sebagian kecil larutan dimasukkan ke dalam botol kaca untuk kemudian dianalisis menggunakan AAS.