

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui dua tahapan kerja untuk masing-masing zat yang digunakan, yaitu :

1. Tahap awal, yaitu preparasi ulang Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Bentonit (EPKTB), pembuatan larutan uji serta membuat rangkaian sel elektrokimia dengan EPKTB.
2. Tahap pengujian kinerja EPKTB terhadap larutan standar Cd (II) dan Zn (II) meliputi : uji rentang arus pada tahap prekonsentrasi dan uji potensial reduksi pada tahap *stripping*.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : alat untuk keperluan pembuatan pasta karbon, alat untuk pengujian kinerja EPKTB.

Alat untuk keperluan pembuatan pasta karbon meliputi: lumpang – alu, kaca arloji, neraca, pipet tetes dan spatula. Sedangkan alat untuk uji kinerja EPKTB meliputi: ball pipet, batang pengaduk, botol semprot, corong pendek, elektroda kalomel jenuh, gelas kimia (100mL), gelas ukur (100mL), IC-Regulator, kaca arloji, labu ukur (100mL), multimeter, pipet ukur (10mL), *power supply*, spatula dan *stopwatch*.

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : aquades, bentonit yang telah termodifikasi asam, larutan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, paraffin cair dan serbuk karbon.

3.3 Tahapan Penelitian

3.3.1. Preparasi Ulang EPKTB

Preparasi ulang EPKTB diawali dengan membuat PKTB. Untuk pembuatan pasta karbon termodifikasi bentonit, prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut : sebanyak 10 gram serbuk karbon dicampurkan dengan 2 gram serbuk bentonit, kemudian diaduk hingga homogen. Selanjutnya pada proses uji campuran tadi ditimbang sebanyak 0,4 gram dan ke dalam campuran tersebut ditambahkan 2 mL paraffin cair lalu diaduk hingga terbentuk pasta. Pasta yang terbentuk dimasukkan ke dalam wadah elektroda dan dipadatkan. Untuk tiap-tiap larutan uji digunakan EPKTB yang berbeda namun sebaiknya jumlah yang ditimbang diusahakan sama agar parameter yang dihasilkan juga sama.



Gambar 3.1 Batang elektroda sebagai wadah EPKTB

3.3.2 Pembuatan Larutan $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$

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

Pengujian elektroda pasta terhadap larutan uji $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ dilakukan dalam berbagai konsentrasi, yaitu : 125 ppm; 150 ppm; 300 ppm dan 500 ppm.

Kemudian untuk mendapatkan larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm, padatan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 1 gram, lalu dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 1000 ml.

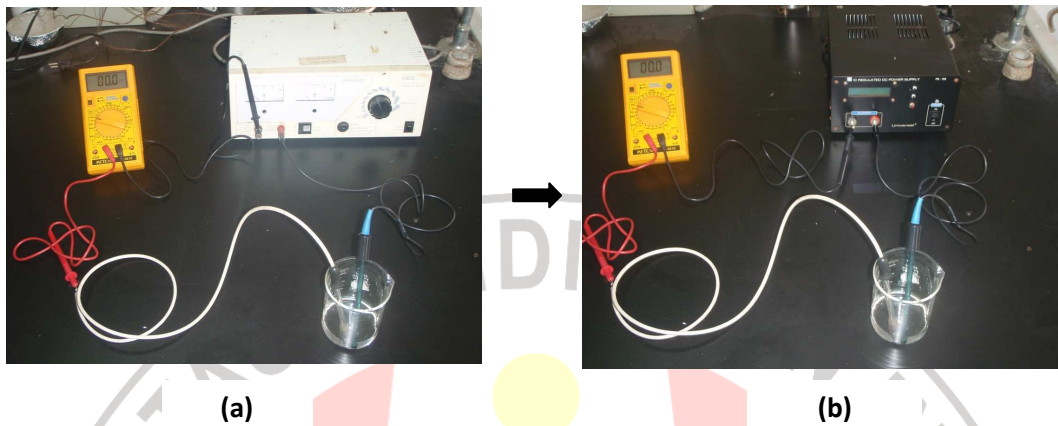
Pengujian elektroda pasta terhadap larutan uji $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ juga dilakukan dalam berbagai konsentrasi yang sama, yaitu : 125 ppm; 150 ppm; 300 ppm dan 500 ppm

Larutan yang digunakan untuk pengujian dipersiapkan dalam beberapa konsentrasi yaitu pada 125 ppm, 150 ppm, 300 ppm dan 500 ppm. Perbedaan tersebut bertujuan untuk melihat respon arus yang muncul pada setiap larutan uji. Secara teori, larutan dengan konsentrasi yang lebih besar akan memberikan arus semakin besar dan menyebabkan luas daerah puncak kurva yang lebih besar pula.

3.3.3 Rangkaian Sel Elektrokimia dengan EPKTB

EPKTB dihubungkan pada kutub negatif (-) *power supply* sebagai katoda sedangkan elektroda kalomel jenuh (EKJ) dihubungkan pada kutub positif (+) sebagai anoda. EPKTB dihubungkan dengan multimeter untuk mengukur nilai

respon arus dari rangkaian ini. Rangkaian sel dipresentasikan pada gambar 3.4 di bawah ini :



Gambar 3.2 Rangkaian sel elektrokimia sensor amperometrik, (a) untuk tahap prekonsentrasi, dan (b) untuk tahap stripping

3.3.4 Pengujian Kinerja EPKTB terhadap Larutan Model $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$

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

Pengujian tahap pertama disebut dengan prekonsentrasi. Tahap prekonsentrasi adalah tahap analisis amperometrik terhadap ion logam berupa penyerapan ion logam pada katoda yang dihubungkan dengan EPKTB melalui penerapan beda potensial ke dalam rangkaian sel. Rangkaian alat yang digunakan seperti terlihat pada gambar 3.2 (a).

Pada tahap ini terhadap masing-masing 40 ml larutan model diterapkan variabel konsentrasi dengan cara : membuat larutan model dalam berbagai konsentrasi. Setiap konsentrasi dilakukan sebanyak tiga kali (triplo). 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 40 ml. Dilakukan penerapan beda potensial sebesar 0,5 volt selama 480 detik.

Pengujian tahap kedua merupakan tahap yang disebut dengan tahap *stripping* untuk melepaskan kembali ion logam yang sebelumnya telah terserap pada katoda ke dalam larutan. Rangkaian alat seperti terlihat pada gambar 3.2 (b).

Pada tahap ini larutan model yang telah mengalami pengujian tahap prekonsentrasi, diuji kembali dengan cara : kedua elektroda dihubungkan dengan suatu alat yang disebut dengan *IC-Regulator* yang berfungsi untuk mengubah beda potensial positif menjadi beda potensial negatif secara bertahap. Posisi EPKTB tetap pada katoda dan EKJ pada anoda. Dilakukan penerapan beda potensial dimulai dari positif 2 volt hingga berakhir pada potensial negatif 2 volt selama 80 detik. Setiap 2 detik dilakukan pencatatan nilai arus yang terdapat pada multimeter hingga detik ke 80, kemudian alat *IC-Regulator* dimatikan.

IC-Regulator merupakan alat rakitan yang dibuat khusus untuk penelitian ini. Pada alat ini variabel yang dibuat tetap adalah potensial, yaitu 0,05 volt per detik.

3.4 Penentuan Luas Kurva dan Potensial Reduksi Standar

Setelah didapatkan data nilai arus kemudian dibuat voltammogramnya dengan menggunakan *software* Sigmaplot 11.0. Langkah-langkah yang dilakukan yaitu :

1. Data nilai arus dan potensial dimasukkan ke dalam tabel data (tercatat sebagai Data1).
2. Klik kanan pada Data1, lalu pilih "New → Graph Page".
3. Pilih scatterplot dan multiplescatter untuk memperlihatkan data sebagai titik.
4. Pilih X many Y, karena data X (E°_{sel}) yang digunakan sama sedangkan yang membedakan adalah data Y (I).
5. Pilih kolom untuk data X dan data Y, karena ada beberapa data Y maka pilih masing-masing kolom untuk tiap konsentrasi. Lalu klik Finish.
6. Pada titik-titik yang ada di "Graph Page1", klik kanan lalu pilih *fit curve*. *Fit curve* hanya untuk satu Y, sehingga karena ada beberapa data Y maka *fit curve* dilakukan beberapa kali pada tiap data Y.
7. Pada *Equation Category* pilih peak, karena yang akan dihitung adalah luas kurva.

8. Pada *Equation Name* pilih contoh bentuk kurva (sebelah kiri) yang sesuai dengan kurva data hasil penelitian. Setelah itu catat persamaan yang ada di sebelah kiri contoh kurva dan klik finish.
9. Data untuk luas kurva dapat dilihat pada "Report1" hingga "Reportx", tergantung jumlah data Y, sebagai "sum of square".
10. Data untuk Potensial Reduksi Standar dapat ditentukan pada "Graph Page1" dengan menunjukkan *mouse* komputer ke puncak kurva lalu dilihat data X.

