

# OPTIMASI PENENTUAN Pb DAN Cu SECARA SERENTAK DENGAN VOLTAMMETRI STRIPPING ADSORPTIF (AdSV)

Oleh  
Deswati<sup>1</sup>, Hamzar Suyani<sup>1</sup> dan Hilfi Pardi<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Staf Pengajar Jurusan Kimia Universitas Andalas

<sup>2</sup>Alumni Jurusan Kimia Universitas Andalas

## ABSTRACT

Penelitian mengenai optimasi penentuan Pb dan Cu secara serentak dengan voltammetri stripping adsorptif (AdSV) telah dilakukan. Diteliti jenis elektrolit pendukung, konsentrasi kalkon, pH, potensial akumulasi, dan waktu akumulasi optimum sebagai parameter yang dipakai dalam metoda ini. Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimum KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung, konsentrasi kalkon 0,5 mM, pH 4, potensial akumulasi -0,7 V dan waktu akumulasi 60 detik. Pada kondisi optimum diperoleh standar deviasi relatif Pb(II) 2,00% dan Cu(II) 2,41% pada pengukuran standar Pb(II) 0,01 mg/L dan Cu(II) 0,01 mg/L dengan 8 kali pengulangan (n=8). Metoda ini diaplikasikan untuk penentuan Pb(II) dan Cu(II) pada air laut Bungus Padang. Nilai perolehan kembali untuk Pb (II) 93% dan Cu(II) 103%.

Kata kunci: timbal, tembaga, voltammetri stripping adsorptif.

## ABSTRACT

The research concerning optimization Pb and Cu determination simultaneous by Adsorptive Stripping Voltammetry have been conducted. The research was about the optimum of supporting electrolyte, calcon concentration, pH, accumulation potential, accumulation time as parameters which was used in this method. Based on the optimum condition of KCl as supporting electrolyte was 0,1 M, calcon concentration was 0,5 mM, pH was 4, accumulation potential was -0,7 V, accumulation time was 60 s.in the optimum condition, The relative standar deviation of Pb(II) was 2,00% and Cu(II) was 2,41% at 0,01 mg/L of Pb(II) and Cu(II) standard measurement with 8 times of repetition. This method was applied to determine Pb(II) and Cu(II) of sea water in Bungus, Padang. The recovery value return of Pb(II) was 93% and Cu(II) was 103%.

Key word : lead, copper, Adsorptive Stripping Voltammetry

## PENDAHULUAN

Timbal dan tembaga dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak aktivitas manusia. Konsumsi Cu dan Pb dalam jumlah yang besar dapat menyebabkan tembaga dan timbal bersifat toksik dan menimbulkan gejala-gejala yang akut<sup>1</sup>.

Unsur logam berat secara alamiah terdapat dalam air laut sangat rendah, yaitu berkisar

antara  $10^{-5}$  –  $10^{-2}$  ppm, sementara matrik sampel (kadar garam) cukup tinggi<sup>2</sup>. Berbagai metoda analisis telah banyak dilakukan untuk penentuan logam Pb dan Cu seperti: potensiometri dengan menggunakan elektroda selektif ion, polarografi dan spektrofotometri serapan atom, tetapi metoda tersebut tidak dapat mengukur kadar ion-ion logam yang sangat kecil, walaupun sebelumnya telah dilakukan prekonsentrasi

(pemekatan) dengan cara ekstraksi pelarut<sup>3</sup>. Oleh karena itu diperlukan metoda alternatif yang dapat mengatasi masalah tersebut di atas. Voltametri stripping adsorptif dipilih sebagai alternatif metode analisis karena memiliki sensitivitas tinggi, limit deteksi rendah pada skala ppb, penggunaannya mudah dan preparasi sampel yang mudah. Pada voltametri stripping adsorptif tahap pre-konsentrasinya waktunya lebih singkat, umumnya kurang dari 1 menit<sup>4</sup>.

Penggunaan teknik voltametri stripping adsorptif telah digunakan untuk studi optimasi penentuan timbal (II) dan tembaga (II) sehingga diperoleh kondisi optimum masing-masing logam berdasarkan parameter pH (7 dan 6), konsentrasi pengompleks (0,5 mM dan 0,3 mM), jenis pengomplek (kalkon), waktu akumulasi (90 s), potensial akumulasi (-0,5 V dan -0,7 V) dan jenis elektrolit pendukung (KCl 0,1 M dan NH<sub>4</sub>Cl 0,1) <sup>5,6</sup>.

Pada metoda AdSV, telah dilakukan penentuan logam Pb, Cu dan Bi secara serentak berdasarkan parameter pH, konsentrasi pengompleks (Thimolphatalexon), waktu akumulasi dan potensial akumulasi<sup>7</sup>.

Pengukuran logam Pb(II) dan Cu(II) secara serentak dilakukan berdasarkan parameter pH, konsentrasi pengompleks (kalkon), waktu akumulasi, potensial akumulasi dan jenis elektrolit pendukung (KCl 0,1 M dan NH<sub>4</sub>Cl 0,1 M) karena merupakan faktor penting dalam pengukuran dengan metoda ini.

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Februari 2011 di Laboratorium Pengukuran Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.

### **Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Metrohm 797 Computrace dengan elektroda kerja HMDE, elektroda pembanding berupa Ag/ AgCl/ KCl 3 M, dan elektroda Pt sebagai elektroda pendukung; pH meter Griffin model 80, Griffin & George Loughborough, Inggris; dan neraca analitis Mettler AE 200, Toledo OH-USA; serta peralatan gelas yang biasa digunakan laboratorium.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, KCl 0,1 M, CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, HCl, NH<sub>4</sub>OH, Buffer asetat, akuabides, kalkon, NH<sub>4</sub>Cl 0,1 M, metanol, HNO<sub>3</sub> 65 %.

### **Pembuatan Reagen**

#### **Pembuatan Larutan Induk KCl 0,1 M**

Ditimbang KCl sebanyak 0,3725 g, dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu takar 50 mL sampai tanda batas.

#### **Pembuatan Larutan Induk Timbal 1000 mg/L**

Ditimbang kristal Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebanyak 0,1598 g, dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu 100 mL sampai tanda batas.

#### **Pembuatan Larutan Standar Timbal**

Larutan standar Pb(II) 100 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk Pb(II) 1000 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. kemudian larutan standar Pb(II) 10 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk Pb(II) 100 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. Kemudian larutan standar Pb(II) 1 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk Pb(II) 10 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. kemudian larutan standar Pb(II) 10 µg/L dibuat dengan melarutkan 1 mL larutan induk Pb(II) 1 mg/L dengan

akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

#### **Pembuatan Larutan Induk Tembaga 1000 mg/L**

Ditimbang  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 3,9291 g, dan dilarutkan dengan akuabides dalam labu takar 1 L sampai tanda batas.

#### **Pembuatan Larutan Standar Tembaga**

Larutan standar  $\text{Cu(II)}$  100 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk  $\text{Cu(II)}$  1000 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. Kemudian larutan standar  $\text{Cu(II)}$  10 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk  $\text{Cu(II)}$  100 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. Kemudian larutan standar  $\text{Cu(II)}$  1 mg/L dibuat dengan melarutkan 5 mL larutan induk  $\text{Cu(II)}$  10 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas. Kemudian larutan standar  $\text{Cu(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  dibuat dengan melarutkan 1 mL larutan induk  $\text{Cu(II)}$  1 mg/L dengan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

#### **Prosedur Kerja**

Disiapkan larutan  $\text{Pb(II)}$  dan  $\text{Cu(II)}$ , pengomplek, elektrolit pendukung, diatur pH larutan optimum, konsentrasi pengomplek optimum, dan pada alat diatur waktu akumulasi optimum, potensial akumulasi optimum, dan potensial scan. Dilakukan pengukuran, sehingga didapat Voltamogram  $\text{Pb(II)}$  dan  $\text{Cu(II)}$  pada potensial scan yang telah diatur.

#### **Variasi Elektrolit Pendukung (KCl 0,1 M dan $\text{NH}_4\text{Cl}$ 0,1 M)**

Dimasukkan 5 mL larutan standar  $\text{Pb(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  dan 5 mL  $\text{Cu(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  ke dalam vessel voltammeter, ditambahkan 0,5 mL elektrolit pendukung. Kemudian pH 4 diatur dengan penambahan 0,05 mL buffer asetat. Kemudian ditambahkan 0,3 mL larutan

kalkon 1 mM. Lalu dilakukan pengukuran arus pada potensial akumulasi -0,7 V dan waktu akumulasi 60 s, potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V. Hasil Voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi elektrolit pendukung optimum.

#### **Variasi konsentrasi Kalkon**

Dimasukkan 5 mL larutan standar  $\text{Pb(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  dan 5 mL  $\text{Cu(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  ke dalam vessel voltammeter, ditambahkan 0,5 mL  $\text{KCl}$  0,1 M. Diatur pH 4 dengan penambahan 0,05 mL buffer asetat. Ditambahkan 0,3 mL kalkon dengan variasi konsentrasi menjadi 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,6 dan 0,8 mM. Lalu dilakukan pengukuran arus pada potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 60 s serta potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V. Hasil Voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi konsentrasi kalkon optimum.

#### **Variasi pH**

Dimasukkan 5 mL larutan standar  $\text{Pb(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  dan 5 mL  $\text{Cu(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  ke dalam vessel voltammeter, ditambahkan 0,5 mL  $\text{KCl}$  0,1 M. Diatur pH dengan range 2 – 7 dengan penambahan buffer asetat, kemudian ditambahkan 0,3 mL kalkon 0,5 mM. Lalu dilakukan pengukuran arus pada potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 60 s serta potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V. Hasil Voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi pH optimum.

#### **Variasi Potensial Akumulasi**

Sebanyak 5 mL larutan standar  $\text{Pb(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$ , 5 mL  $\text{Cu(II)}$  10  $\mu\text{g/L}$  dan 0,5 mL  $\text{KCl}$  0,1 M dimasukkan ke dalam voltammeter vessel. Kemudian pH 4 diatur dengan penambahan 0,05 mL buffer asetat. Lalu ditambahkan 0,3 mL larutan kalkon 0,5 mM. Selanjutnya dilakukan pengukuran arus pada potensial akumulasi -0,4 s/d -0,9 V, waktu akumulasi 60 s dan potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V. Hasil Voltamogram

dibandingkan untuk mendapatkan kondisi potensial akumulasi optimum.

**Variasi Waktu Akumulasi**

Sebanyak 5 mL larutan standar Pb(II) 10 µg/L, 5 ml Cu(II) 10 µg/L dan 0,5 mL KCl 0,1 M dimasukkan ke dalam voltammeter vessel. Kemudian pH 4 diatur dengan penambahan 0,05 mL buffer asetat. Lalu ditambahkan 0,3 mL larutan kalkon 0,5 mM. Lalu dilakukan pengukuran arus pada potensial akumulasi -0,7 V, potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 dan variasi waktu akumulasi 30 s/d 80 detik. Hasil Voltamogram dibandingkan untuk mendapatkan kondisi waktu akumulasi optimum.

**Pengukuran Sampel**

Sebanyak 10 mL larutan sampel dan 0,5 mL KCl 0,1 M dimasukkan ke dalam voltammeter vessel. Setelah itu baru dilakukan pengukuran sampel dengan menggunakan pH, konsentrasi kalkon, potensial, waktu akumulasi optimum dan potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 yang didapatkan pada keempat prosedur di atas. Dilakukan pengukuran dengan menggunakan metoda standar adisi untuk mendapatkan konsentrasi Pb(II) dan Cu(II) dalam sampel dengan kondisi set alat seperti pada Tabel 1 :

**Tabel 1.** Set alat penentuan Pb(II) dan Cu(II) pada sampel secara AdSV

Parameter	Set Pengukuran
Elektroda kerja	HMDE
Drop size	4
Metoda	DP
Amplitudo	0,05 V
Waktu purging	300 s
Waktu setimbang	10 s
Waktu Akumulasi	60 s
Waktu tahap voltase	0,15 s
Potensial awal	0,05V
Potensial akhir	-0,5 V
Sweep rate	0,0397 V/s
Potensial tahap voltase	0,005951 V

**Penentuan Standar Deviasi Relatif**

Sebanyak 5 mL larutan standar Pb(II) 10 µg/L, 5 ml Cu(II) 10 µg/L dan 0,5 mL KCl 0,1 M dimasukkan ke dalam voltammeter vessel. Setelah itu baru dilakukan pengukuran standar dengan menggunakan pH, konsentrasi kalkon, potensial akumulasi,

waktu akumulasi optimum serta potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V yang diukur dengan pengulangan sebanyak 8 kali. Kemudian ditentukan nilai standar deviasi relatif dengan menggunakan rumus:<sup>19</sup>

$$SDR = \frac{S}{x} \times 100$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Keterangan : S = Standar deviasi/simpangan baku  
 $\bar{x}$  = nilai rata-rata

### Penentuan Perolehan Kembali

Penentuan perolehan kembali dilakukan dengan menggunakan sampel yang diukur. Persen perolehan kembali diperoleh dari perbandingan konsentrasi sampel yang diperoleh dari pengukuran dengan sejumlah konsentrasi standar dan sampel. % perolehan kembali dihitung dengan rumus:<sup>19</sup>

$$\% \text{ perolehan kembali} = B / (A+C) \times 100\%$$

Keterangan :

B = Konsentrasi sampel yang diperoleh

A = Konsentrasi sampel

C = Konsentrasi standar ditambahkan

## HASIL DAN DISKUSI

### Kondisi Optimum Pengukuran

Pada penelitian ini dilakukan penentuan Pb(II) dan Cu(II) secara voltametri stripping adsorptif (AdSV) dengan menggunakan kalkon sebagai pengomplek dan potensial scan dari 0,05 V sampai -0,5 V. Dalam penentuan ini diperlukan suatu kondisi optimum pengukuran. Lima parameter yang dipelajari dalam penelitian ini, yaitu potensial akumulasi, waktu akumulasi, pH, konsentrasi kalkon dan elektrolit pendukung.

### Variasi Elektrolit Pendukung

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh variasi elektrolit pendukung berupa NH<sub>4</sub>Cl 0,1 M dan KCl 0,1 M terhadap arus puncak (Ip) untuk Cu(II) dan Pb(II) dengan potensial akumulasi -0,7 Volt, waktu deposisi 60 detik, 0,3 mL kalkon 0,5 mM. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Hubungan antara variasi elektrolit pendukung terhadap arus puncak (Ip)

Elektrolit Pendukung	Arus Puncak (Ip)	
	Cu (nA)	Pb (nA)
NH <sub>4</sub> Cl 0,1 M	188,89	10,24
KCl 0,1 M	368,16	266,99

Kondisi pengukuran: Pb(II) 10 µg/L dan Cu(II) 10 µg/L, pH 4, waktu akumulasi 60 s, potensial akumulasi -0,7 V, kalkon 0,5 mM dan potensial Scan dari 0,05 V sampai -0,5 V.

Penambahan elektrolit pendukung berfungsi sebagai pengantar arus listrik dalam larutan sehingga analit tidak terpengaruh oleh perbedaan perubahan potensial yang diberikan dengan cepat. Selain itu juga untuk menekan arus migrasi, mengontrol potensial agar tahanan larutan dikurangi serta menjaga kekuatan ion total konstan<sup>17</sup>. Pada tabel 2 terlihat bahwa, penambahan

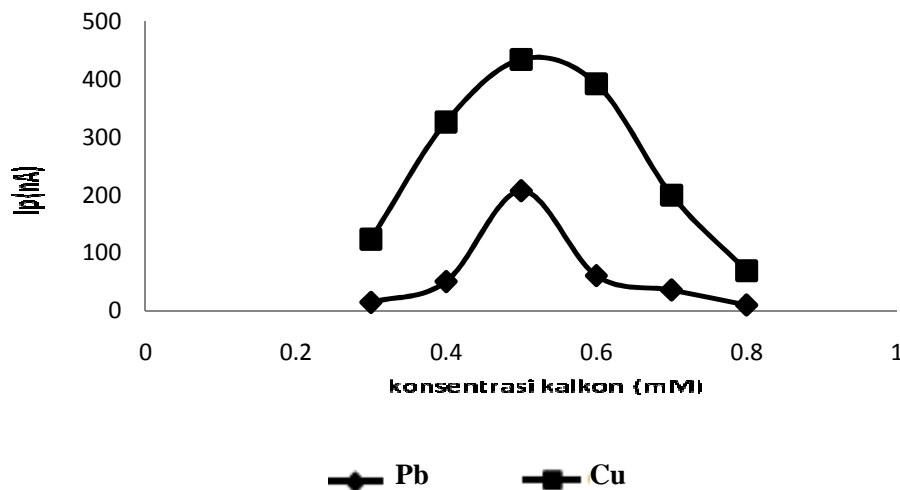
elektrolit pendukung NH<sub>4</sub>Cl 0,1 M dan KCl 0,1 M terhadap arus puncak yang dihasilkan untuk ion logam Cu(II) dan Pb(II) dengan penambahan elektrolit pendukung NH<sub>4</sub>Cl 0,1M dan KCl 0,1 M terdapat perbedaan yang signifikan. Arus puncak yang dihasilkan paling tinggi untuk kedua ion logam di atas adalah dengan menggunakan KCl 0,1 M. Hal ini disebabkan karena, ion

$K^+$  lebih kecil dari ion  $NH_4^+$ , sehingga kecepataannya mengatasi gerakan ion dalam larutan (elektro migrasi) jauh lebih besar dari ion  $NH_4^+$ . Akibatnya arus puncak yang dihasilkan dengan menggunakan KCl sebagai elektrolit pendukung jauh lebih besar dari menggunakan  $NH_4Cl$ . Untuk penelitian selanjutnya digunakan KCl 0,1 M sebagai elektrolit pendukung.

### Variasi Konsentrasi Kalkon

Selanjutnya dilakukan penentuan kondisi optimum konsentrasi pengompleks dari larutan standar Pb(II) 10  $\mu\text{g/L}$  dan Cu(II) 10  $\mu\text{g/L}$  dengan kondisi potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 60 s dan pH 4. Adapun variasi konsentrasi pengompleks dalam larutan uji antara lain 0,3 mM; 0,4 mM; 0,5 mM; 0,6 mM; 0,7 mM; dan 0,8 mM.

Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Kurva konsentrasi pengompleks terhadap arus puncak ( $I_p$ )

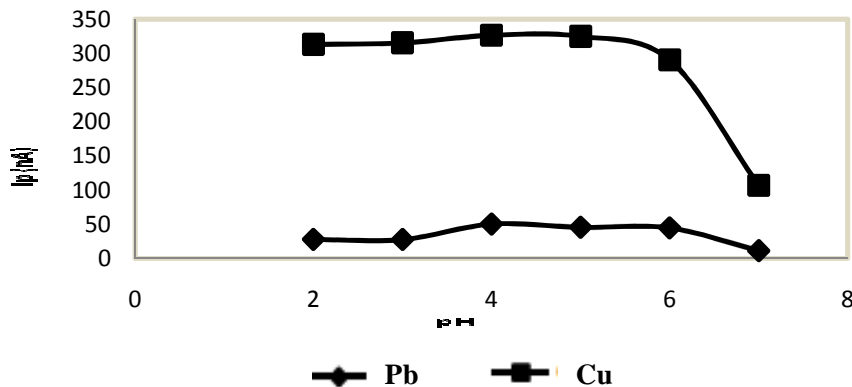
Kondisi pengukuran: Pb(II) 10  $\mu\text{g/L}$  dan Cu(II) 10  $\mu\text{g/L}$ , KCl 0,1 M, pH 4, waktu akumulasi 60 s, potensial akumulasi -0,7 V dan potensial Scan dari 0,05 V sampai -0,5 V.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa awalnya arus mengalami penurunan lalu meningkat dengan bertambahnya konsentrasi kalkon di bawah 0,5 mM. Ini terjadi karena masih terdapat ion  $Pb^{2+}$  dan  $Cu^{2+}$  yang belum membentuk senyawa kompleks dengan kalkon. Sedangkan pada konsentrasi kalkon di atas 0,5 mM terjadi penurunan nilai arus puncak. Hal ini disebabkan karena terjadinya kompetisi antar ligan untuk teradsorpsi pada permukaan elektroda dan membentuk kompleks dengan ion logam<sup>20</sup>.

Untuk itu konsentrasi kalkon 0.5 mM dipilih sebagai kondisi optimum.

### Variasi pH

Pada penelitian ini ditentukan kondisi optimum pH larutan Pb(II) dan Cu(II) yang konsentrasinya 10  $\mu\text{g/L}$  dan 10  $\mu\text{g/L}$ . pH berperan dalam meningkatkan jumlah senyawa kompleks atau ion asosiasi yang terbentuk pada proses adsorpsi pada elektroda HMDE dan mempengaruhi kestabilannya.



**Gambar 3.** Kurva pH terhadap arus puncak (Ip).

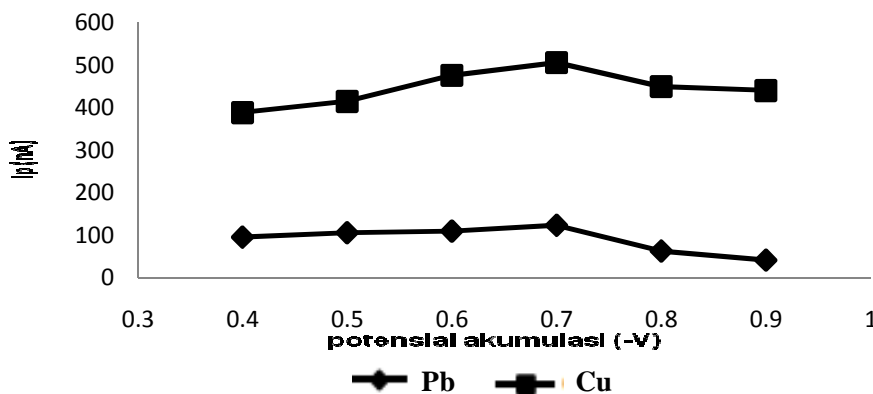
Kondisi pengukuran: Pb(II) 10 µg/L dan Cu(II) 10 µg/L, KCl 0,1 M, waktu akumulasi 60 s, potensial akumulasi -0,7 V, kalkon 0,5 mM dan potensial Scan dari 0,05 V sampai -0,5 V.

Dari Gambar 3 terlihat pengaruh pH terhadap arus puncak (Ip) pada analisa Pb(II) dan Cu(II) didapatkan kondisi optimum pada pH 4. Pada pH 4 ini terbentuk kompleks yang stabil antara ion  $Pb^{2+}$  dan  $Cu^{2+}$  dengan kalkon dan membentuk asosiasi ion dalam jumlah yang banyak sehingga dapat meningkatkan arus puncak. Pada pH yang lebih kecil dari 4 arus puncak lebih kecil karena masih terdapat kelebihan proton yang dapat berkompetisi dengan ion  $Pb^{2+}$  dan  $Cu^{2+}$  membentuk kompleks lain. Sebaliknya, pada pH yang lebih besar dari pH 4 terjadi penurunan nilai arus puncak

akibat adanya ion  $H^+$ , serta ion  $OH^-$  sehingga menyebabkan ion logam membentuk hidroksidanya sehingga arus yang terukur akan menurun.<sup>20</sup> Untuk itu pH 4 dipilih sebagai kondisi optimum dalam analisa selanjutnya.

#### Variasi Potensial Akumulasi

Dalam penelitian ini dilakukan penentuan hubungan antara potensial akumulasi dan arus puncak yang diuji pada rentang -0,4 V sampai dengan -0,9 V. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Kurva potensial akumulasi (V) terhadap arus puncak (nA)

Kondisi pengukuran: Pb(II) 10 µg/L dan Cu(II) 10 µg/L, KCl 0,1 M, pH 4, waktu akumulasi 60 s, kalkon 0,5 mM dan potensial Scan dari 0,05 V sampai -0,5 V.

Potensial akumulasi adalah potensial pada saat analit terdeposisi pada elektroda kerja. Pada gambar 4 dapat dilihat bahwa pada setiap variasi potensial akumulasi yang diuji, memberikan nilai arus puncak yang berbeda. Pada potensial akumulasi -0,4 V sampai -0,7 V kurva naik secara signifikan, hal ini menyatakan terjadi proses deposisi kompleks analit pada permukaan elektroda kerja yang belum mencapai maksimum. Pada rentang potensial -0,7 sampai -0,9 V kurva turun, Hal ini disebabkan karena terjadi proses reduksi kompleks analit selama proses deposisi berlangsung, sehingga arus puncak yang didapatkan pada saat pengukuran menjadi menurun. Jadi terjadi proses deposisi kompleks analit pada permukaan elektroda kerja yang mencapai maksimum di -0,7 V. Potensial akumulasi -0,7 V digunakan pada penentuan selanjutnya.

### Variasi Waktu Akumulasi

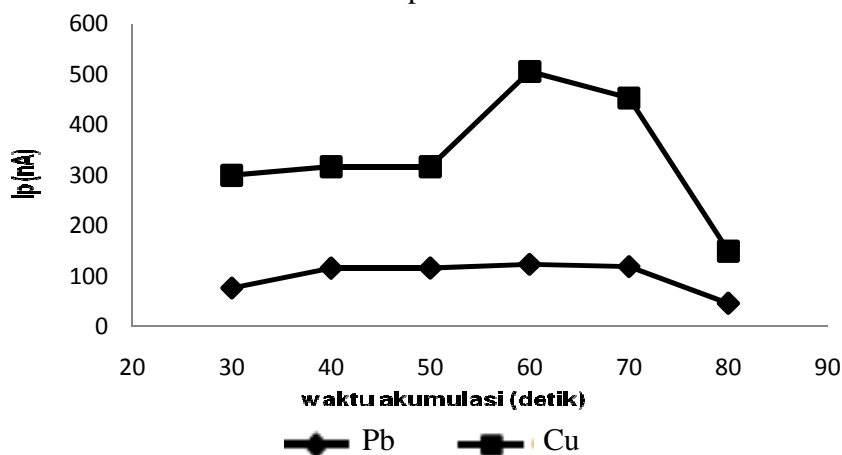
Pada penelitian ini juga dilakukan penentuan hubungan waktu akumulasi dengan arus puncak yang diuji dengan memvariasikan waktu 30, 40, 50, 60, 70, dan 80 detik.

Waktu akumulasi adalah waktu pada saat analit terakumulasi atau terdeposisi

pada permukaan elektroda kerja berupa Elektroda Merkuri Tetes Menggantung (HMDE). Waktu deposisi berpengaruh pada saat tahap akumulasi (prekonsentrasi). Pada tahap prekonsentrasi waktu akumulasi berguna untuk meningkatkan sensitivitas dan menurunkan limit deteksi<sup>17</sup>. Lamanya waktu akumulasi Pb(II) dan Cu(II) mempengaruhi kestabilan kompleks yang terbentuk pada permukaan elektroda. Pada penelitian ini, dilakukan penentuan hubungan antara waktu akumulasi dengan arus puncak yang diuji, dengan memvariasikan waktu akumulasi sebagai berikut : 30, 40, 50, 60, 70, dan 80 detik. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 3.

Gambar 3, menunjukkan bahwa lama waktu akumulasi berpengaruh terhadap tinggi arus puncak Pb(II) dan Cu(II). Tinggi arus puncak semakin meningkat pada waktu akumulasi yang semakin lama, karena ion Pb(II) maupun Cu(II) yang terakumulasi dan terikat dengan kalkon pada permukaan elektroda kerja juga semakin banyak sampai akhirnya jenuh. Karena seluruh kalkon telah berikatan dengan ion (Pb) maupun ion Cu(II).

Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 5:



**Gambar 5.** Kurva waktu akumulasi terhadap arus puncak

Kondisi pengukuran: Pb(II) 10 µg/L dan Cu(II) 10 µg/L, KCl 0,1 M, pH 4, potensial akumulasi -0,7 V, kalkon 0,5 mM dan potensial Scan dari 0,05 V sampai -0,5 V.



Pada kurva di atas dapat dilihat bahwa pada waktu 30 sampai 60 detik arus puncak meningkat linier. Waktu 60 detik digunakan sebagai waktu akumulasi optimum pada penentuan selanjutnya. Karena setelah itu tidak terjadi lagi kenaikan arus puncak, malah mengalami penurunan. Deposisi yang lebih lama akan menyebabkan jenuh film merkuri<sup>7</sup>.

### Standar Deviasi Relatif (SDR)

Standar deviasi relatif (SDR) digunakan untuk melihat ketelitian suatu metoda pada kondisi operasi yang sama dalam interval waktu yang tidak lama. Penentuan standar deviasi relatif dilakukan pada konsentrasi larutan Pb(II) 10 µg/L dan Cu(II) 10 µg/L dengan 8 kali pengulangan (n = 8), hasilnya dapat dilihat pada Tabel 3:

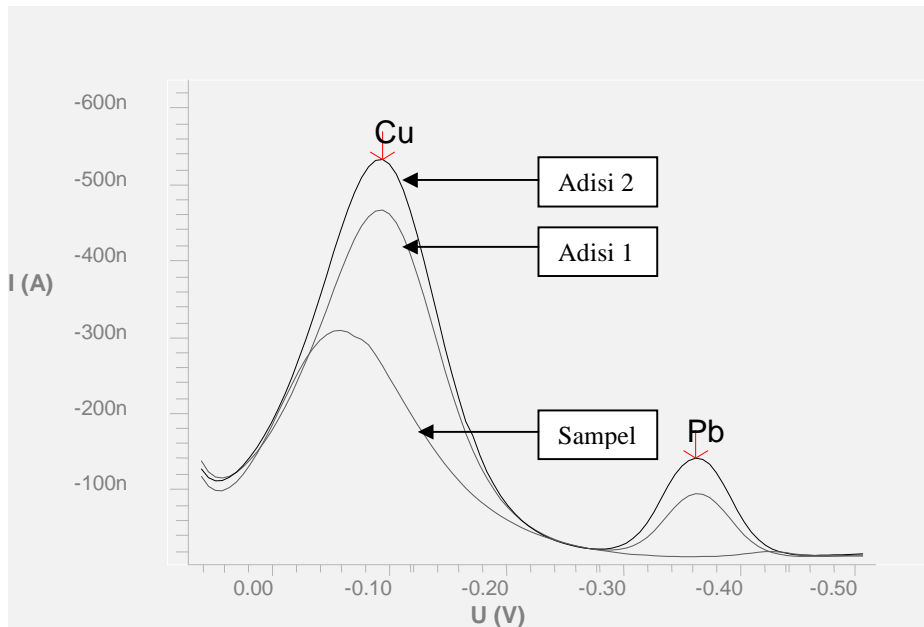
**Tabel 3.** Hasil Pengukuran Larutan Standar Pb(II) 10 µg /L dan Cu(II) 10 µg/L

Pengulangan	Arus Puncak Pb (nA)	Arus Puncak Cu (nA)
1	25.78	72.28
2	25.59	72.45
3	25.22	71.71
4	26.05	75.13
5	25.12	72.41
6	24.38	69.00
7	25.49	73.75
8	25.14	72.36
<b>Rata-rata</b>	25.346	72.386
<b>Standar Deviasi</b>	0.5080	1.7455
<b>SDR</b>	2.00%	2.41%

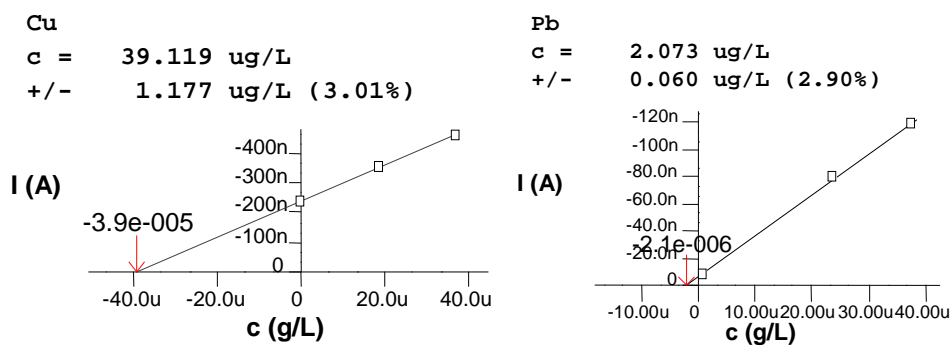
Dari Tabel 3 di atas didapatkan arus puncak rata-rata 25,346 nA dan 72,386 nA , dengan standar deviasi sebesar 0,5080 dan 1,7455. Sedangkan standar deviasi relatif metoda voltametri stripping adsorptif untuk larutan standar Pb(II) 10 µg /L dan Cu(II) 10 µg/L didapatkan sebesar 2,00% Dan 2,41% Semakin kecil nilai SDR, maka semakin tinggi ketelitian dari metoda tersebut.<sup>19</sup>

### Aplikasi Pada Sampel

Aplikasi metoda ini dalam penentuan Pb(II) dan Cu(II) dilakukan pada sampel air laut Bungus Padang, menggunakan kondisi optimum pengukuran yang telah didapatkan yaitu pada potensial akumulasi -0,7 V, waktu akumulasi 60 detik, pH 4 dan konsentrasi kalkon 0,5 mM. Pengukuran sampel dilakukan dengan menggunakan metoda standar adisi.



**Gambar 6.** Voltammogram sampel air teluk pandan, bungus Padang, dengan metoda standar adisi pada potensial -0,7 V, waktu akumulasi 60 detik, pH larutan 4, konsentrasi kalkon 0,5 mM dan potensial scan 0,05 V sampai -0,5 V.



**Gambar 7.** Kurva adisi sampel air teluk pandan, bungus Padang.

**Tabel 4.** Hasil Pengukuran Pb(II) dan Cu(II) pada Sampel Air Laut Bungus Padang

No	Lokasi	Konsentrasi	
		Pb (mg/L)	Cu (mg/L)
1	Pelabuhan Teluk Buo	0,14	0,34
2	Teluk Buo Tengah	0,197	1,193
3	TPI tengah	0,212	0,719
4	TPI Tepi	0,030	0,028
5	Carolina Tengah	0,709	0,644
6	Carolina Tepi	0,222	0,100
7	Cendakir	0,313	0,882
8	Pertamina	0,217	0,768
9	Labuhan Cina	0,346	1,045
10	Teluk Pandan	0,002	0,039
11	Laut Lepas	0,019	0,836

Konsentrasi sampel air laut bungus padang yang dapat dilihat pada Tabel 4. Terlihat bahwa konsentrasi Pb(II) yang paling tinggi adalah di Carolina bagian tengah, konsentrasi Pb(II) yang paling rendah adalah di daerah laut lepas, konsentrasi Cu(II) yang paling tinggi adalah di teluk buo bagian tengah dan konsentrasi Cu(II) yang paling rendah di TPI bagian tepi. Hal ini mungkin disebabkan karena tingkat pencemaran di Carolina bagian tengah dan teluk buo lebih besar dibanding didaerah laut lepas dan TPI bagian tepi. Sumber pencemaran dapat berasal dari limbah domestik, dan komponen-komponen mengandung logam yang terbuang ke laut daerah bungus padang. Selain itu, kapal-kapal yang berlabuh di daerah laut bungus serta abrasi yang terjadi pada batuan mineral yang terdapat di sekitar laut bungus juga

mempengaruhi kadar Pb(II) dan Cu(II) yang terkandung di dalamnya.

#### **Perolehan Kembali**

Untuk mengetahui tingkat ketepatan metoda ini perlu dilakukan penentuan nilai perolehan kembali. Sampel yang telah diketahui konsentrasinya diadisi dengan sejumlah larutan standar, kemudian dibandingkan dengan konsentrasi sampel dan standar yang ditambahkan. Pada penelitian ini nilai perolehan kembali dipelajari dari sampel air laut dari teluk pandan .

Perolehan kembali dilakukan dengan mengukur 10 mL sampel yang telah diketahui konsentrasinya yang didalamnya terdapat larutan standar Pb(II) dan Cu(II) dengan konsentrasi 0,1 µg/L; 0,5 µg/L dan 1 µg/L. Hasil perolehan kembali dapat dilihat pada Tabel 5.

**Tabel 5.** Data perolehan kembali Pb (II) dan Cu(II) dengan AdSV

No	Pb				Cu			
	A (µg/L)	B (µg/L)	C (µg/L)	Recovery (%)	A (µg/L)	B (µg/L)	C (µg/L)	Recovery (%)
1	1,6	1,816	0,1	106,8	31,2	33,731	0,1	108
2	1,6	2,063	0,5	98,23	31,2	30,329	0,5	96
3	1,6	1,957	1	75,3	31,2	33,835	1	105
	Jumlah			280,33	Jumlah			293,7
	Rata-rata			93	Rata-rata			103

Keterangan :

**A =Konsentrasi sampel yang telah diketahui**

**B = Konsentrasi sampel yang diperoleh**

**C = Konsentrasi standar yang ditambahkan**

Dari Tabel 5 terlihat bahwa nilai perolehan kembali Pb(II) dan Cu(II) dengan metoda Stripping Voltammetri Adsorptif dan diatur pada kondisi optimum yang telah diteliti adalah 93% dan 103%. Nilai perolehan kembali pada penelitian ini cukup baik karena menurut metoda AOAC nilai perolehan kembali yang dibolehkan berada pada rentang 60% sampai 115%.<sup>19</sup>

## **KESIMPULAN DAN SARAN**

### **Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Kondisi optimum konsentrasi kalkan 0,5 mM, pH larutan 4, potensial akumulasi -0,7 V dan waktu akumulasi 60 detik.
2. Elektrolit pendukung yang paling baik adalah KCl 0,1 M
3. Hasil penentuan standar deviasi relatif diperoleh Pb (II) 2.00% dan Cu(II) 2.41%. Hal ini menunjukkan bahwa tingkat ketelitian metoda sudah cukup baik. Metoda ini diaplikasikan pada sampel air laut Bungus Padang, Nilai perolehan kembali Pb(II) 93% dan Cu(II) 103%.

### **Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka untuk penelitian selanjutnya disarankan untuk mempelajari pengaruh matrik dan ion-ion pengganggu dalam pengukuran secara voltammetri stripping adsorptif.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Suharto "Pencemaran Logam Berat Juga Terdapat Dalam Makanan". (<http://www.berbagisehat.com/index.php/artcles/food-a-nutrition/214-pencemaran-logam-berat-juga-bisa-terdapat-dalam-makanan.html>) (browse pada 15 januari 2011 pukul 9.22 WIB)
2. Waldichuk, M, Some biological concern Indonesian metal pollution (1974).
3. Deswati dan Z. Abdullah, Penggunaan sand filter dalam rangka memperbaiki kualitas air dan meminimalisasi kandungan logam berat di perairan Balai Benih Ikan Pantai (BBIP) Teluk Buo, Laporan Penelitian Proyek Research Grant TPSDP Unand/VII (2006).
4. Amini. M.K and M. Kabiri, Determination of trace amounts of nickel by differential pulse adsorptive cathodic stripping voltmmetry using calconcarboxylic acid as a chelating agent, *Journal of the Iranian Chemical Society*.,2 : 32-39 (2005).
5. D. Candra, *Studi Optimasi Penentuan Cu(II) Secara Voltammetri Stripping Adsorptif (AdSV)*. Skripsi sarjana kimia. Universitas Andalas (2010).
6. Y.S. Ritonga, *Studi Optimasi Penentuan Cu(II) Secara Voltammetri Stripping Adsorptif (AdSV)*. Skripsi sarjana kimia. Universitas Andalas (2010).
7. A. Babaei, E. Shams, and A. Samadzadeh, Simultaneous Determination of Copper, Bismuth and Lead by Adsorptive Stripping Voltammetry in the Presence of Thymolphthalexone, *Anal. Sci.*, 22: 955-959 (2006).
8. D. Nirmala, *Penyerapan ion Logam Pb(II), Cd(II), dan Cr(II) dengan Menggunakan Arang Aktif dari Kulit Durian*. Thesis. Universitas Andalas (2007).
9. H. Palar, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta. Jakarta 1994.
10. E.F. Sabu., M. Syahrul., M. Hatta., A. Ahyar, *Analisis Logam Berat dalam Ikan Bandeng (Chanos chanos Forsskal) Goreng Secara Spektrofotometer Serapan Atom dari Beberapa Daerah di Sulawesi Selatan*. Bagian mikrobiologi fakultas kedokteran. Universitas Hasanuddin (2006).
11. Admin. *Timbal dan Aspek-aspeknya*. <http://e-learning/kimia/timbal-Pb.html>. (browse pada 20 januari 2011 pukul 9.00 WIB)
12. A.Sujudi, *Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 907/MENKES/SK/VII/2002 tentang Syarat-syarat dan Pengawas Kualitas Air Minum*. 29 Juli 2009.
13. H.Sofyan. *Toksisitas Timbal*. UP. Bandung. 1999 (<http://www.timbal.com/index.php/html>) (browse pada 20 januari 2011 pukul 9.00 WIB)
14. A. H . Pudjaatmaja. Dan T. Q. Meity., *Kamus Kimia*, Balai Pustaka, Jakarta 2004, hal. 356.

15. L. Meijes, *Handbook of Analytical Chemistry*, Mc. Graw-Hill, New York (1962).
16. J. Wang, *Analytical Electrochemistry*, 2<sup>nd</sup> -ed, A John Willey and Sons, Inc., Publication, New York, 2000. pp. 81-84 and 108-110.
17. H. A. Strobel, and W. R. Heinemann, *Chemical Instrumentation, A systematic Approach*, 3<sup>rd</sup>-ed, John Willey and Sons, New York, 1989. pp. 1071-1139.
18. R. Kalvoda, and M. Kopanica, Adsorptif Stripping Voltammetry in Trace Analysis, *Pure & Appl. Chem.*, 61 (1): 97-112 (1989).
19. Harmita, *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya*, *Majalah Ilmu Kefarmasian*,. 3(1): 117-135 (2004).
20. R.A. Day, JR. dan A.L. Underwood, *Buku Teks Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi ke-6, Terjemahan L.Sopyan, PT. Gelora Aksara Pratama, 2002. hal. 199 – 202.
21. H. Rivai., *Asas Pemeriksaan Kimia*, Universitas Indonesia press, Jakarta.(1995)