



**PENGEMBANGAN SENSOR OKSIGEN TERLARUT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA KARBON-PALADIUM (C-Pd) SECARA
VOLTAMMETRI SIKLIK**

SKRIPSI

Oleh

Mohamad Bayu Setiawan

NIM 101810301041

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

2014



**PENGEMBANGAN SENSOR OKSIGEN TERLARUT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA KARBON-PALLADIUM (C-Pd) SECARA
VOLTAMMETRI SIKLIK**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan program studi kimia (S1)
dan mencapai gelas sarjana sains

Oleh

Mohamad Bayu Setiawan

NIM 101810301041

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

2014

PERSEMBAHAN

Skripsi yang berjudul “Pengembangan Sensor Oksigen Terlarut Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Palladium (C-Pd) Secara Voltammetri Siklik” saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Wagiman dan Ibunda Lilik tercinta, serta semua keluarga terima kasih sedalam- dalamnya atas doa, dukungan, motivasi, perhatian dan kasih sayang yang tiada henti;
2. guru-guru di SD N Karang Rejo II Jember, SMP N 3 Jember, SMA N 2 Jember, dan dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan membimbing dengan penuh kesabaran;
3. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTO

“Barang siapa menempuh jalan guna mencari ilmu, maka Allah memudahkan baginya jalan menuju surga.” (HR Muslim).

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mohamad Bayu Setiawan

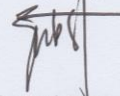
NIM : 101810301041

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul "Pengembangan Sensor Oksigen Terlarut Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Palladium (C-Pd) Secara Voltammetri Siklik" adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Juni 2014

Yang menyatakan,



Mohamad Bayu Setiawan

NIM 101810301041

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN SENSOR OKSIGEN TERLARUT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA KARBON-PALLADIUM (C-Pd) SECARA
VOLTAMMETRI SIKLIK**

Oleh

Mohamad Bayu Setiawan

NIM 101810301041

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D

Dosen Pembimbing Anggota : Tri Mulyono, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

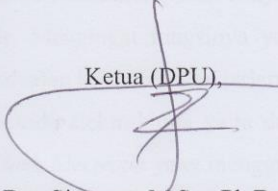
Skripsi berjudul *Pengembangan Sensor Oksigen Terlarut Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Palladium (C-Pd) Secara Voltametri Siklik* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada

Hari, Tanggal : **SENIN 14 JUL 2014**

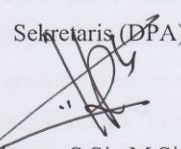
Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan

Tim Penguji

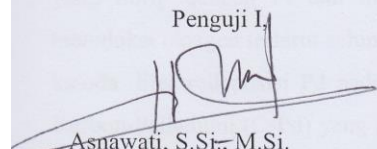
Ketua (DPU),


Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D
NIP. 196605291993031003

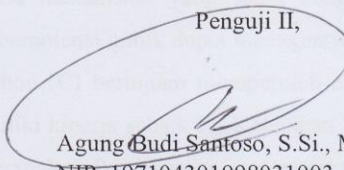
Sekretaris (DPA),


Tri Mulyono, S.Si., M.Si.
NIP. 196810201998021002

Penguji I,


Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Penguji II,



Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si.
NIP. 197104301998031003

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,




Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D

NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Oksigen Terlarut Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Palladium (C-Pd) Secara Voltammetri Siklik; Mohamad Bayu Setiawan, 101810301041; 2014; 72 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Oksigen terlarut merupakan komponen penting dalam perairan yang dimanfaatkan organisme dalam proses respirasi dan dimanfaatkan mikroorganisme untuk mendekomposisi senyawa organik serta digunakan sebagai indikator kualitas air. Mengingat fungsinya yang sangat penting, maka perlu dilakukan monitoring terhadap kadar oksigen terlarut. Pengukuran oksigen terlarut umumnya menggunakan metode elektrokimia yaitu dengan menggunakan sensor amperometri dalam bentuk *Clark Electrode* yang menggunakan platina (Pt) sebagai katoda. Pt merupakan logam mulia yang jumlahnya terbatas di alam dan memiliki harga yang mahal sehingga hal ini menjadi tantangan mencari alternatif pengganti Pt. Palladium (Pd) memiliki sifat yang mirip dengan Pt dan memiliki mekanisme yang sama dengan Pt dalam mereduksi oksigen terlarut sehingga berpotensi untuk dapat menggantikan Pt sebagai katoda. Elektrodeposisi Pd pada karbon (C) bertujuan memperoleh elektroda kerja Karbon-Palladium (C-Pd) yang memiliki kinerja sebaik Pt. Kelebihan karbon adalah memiliki pori-pori yang dapat memerangkap Pd sehingga proses elektrodeposisi Pd akan lebih mudah dilakukan.

Tahap pertama dari penelitian ini adalah melakukan pemindaian secara potensial siklik untuk mendapatkan profil voltammogram elektroda kerja karbon dalam 0,1 M HCl sebelum dan setelah ditambahkan 5 mM K_2PdCl_6 . Pembuatan profil voltammogram ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik puncak reduksi oksidasi yang terjadi. Selanjutnya dilakukan optimasi larutan HCl dalam proses elektrodeposisi palladium pada karbon. Variasi konsentrasi HCl yang digunakan adalah 0,1 M; 0,3 M; 0,5 M, dan 0,7 M. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh

konsentrasi HCl 0,5 M adalah konsentrasi optimum untuk proses elektrodeposisi palladium pada karbon membentuk elektroda kerja karbon-palladium (C-Pd). Elektroda kerja C-Pd yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dalam larutan NaOH 0,1 M sehingga benar-benar diketahui bahwa terdapat palladium pada permukaan elektroda karbon.

Tahap kedua dari penelitian ini adalah melakukan optimasi larutan elektrolit NaOH dalam proses reduksi oksigen terlarut. Variasi konsentrasi larutan elektrolit NaOH yang digunakan adalah 0,001 M; 0,01 M; 0,1 M, dan 0,5 M. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh konsentrasi larutan elektrolit NaOH 0,1 M adalah konsentrasi optimum untuk proses reduksi oksigen terlarut. Selanjutnya elektroda C-Pd dalam penelitian ini dipisahkan oleh larutan elektrolit NaOH optimum serta bagian luar sensor ditutup oleh membran *Polytetrafluoroetilena* (PTFE).

Tahap terakhir adalah karakterisasi sensor oksigen terlarut C-Pd. Karakterisasi sensor oksigen terlarut menggunakan elektroda C-Pd dilakukan selama tiga hari berturut-turut. Nilai regresi linear dari kurva kalibrasi pada pengukuran hari pertama sebesar 0,9825, hari kedua sebesar 0,9481, dan hari ketiga sebesar 0,9194. Sensitifitas sensor oksigen terlarut menggunakan elektroda C-Pd pada hari pertama sebesar -703,77 nA, hari kedua sebesar -558,36 nA, dan hari ketiga sebesar -417,81 nA. Limit deteksi sensor oksigen terlarut C-Pd adalah 0,85 ppm. Sensor oksigen terlarut C-Pd menunjukkan reproduibilitas yang kurang baik setelah digunakan pada hari berikutnya karena faktor pengotor Pd-H yang melapisi permukaan elektroda kerja. Analisis data pengukuran antara sensor oksigen terlarut C-Pd dengan sensor oksigen terlarut komersial (DO meter) menunjukkan bahwa sensor oksigen terlarut C-Pd masih memiliki respon dibawah DO meter komersial dalam mengukur kadar oksigen terlarut. Berdasarkan hasil perhitungan uji-t, dapat diketahui bahwa nilai t_{hitung} dari 3 sampel air untuk pengukuran oksigen terlarut tidak masuk dalam wilayah $-2,13 \leq t_{hitung} \leq 2,13$ dengan selang kepercayaan 95%, artinya secara statistik memiliki perbedaan secara nyata.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengembangan Sensor Oksigen Terlarut Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Palladium Secara Voltametri Siklik”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
4. drh. Wuryanti Handayani M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
5. Asnawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I dan Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II, yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
6. bapak dan ibu dosen- dosen Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;
7. kedua orang tua penulis Bapak Wagiman dan Ibu Lilik yang telah memberikan kasih sayang, bimbingan, motivasi, dan dukungan sehingga dapat menyelesaikan skripsi dengan baik;

8. rekan seperjuangan Fani Atrica Suwita, Wawan Badrianto, Ahmad Sholihudin Almunin, Wiwik Shofia, Ahmad Haris Efendi, Ahmad Zainur R., dan Andika Ade Kurniawan terima kasih atas dorongan dan kerjasamanya; serta sahabatku angkatan 2010 yang telah memberi dukungan penuh selama ini.

Penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Juni 2014

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan	3
1.5 Manfaat	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Oksigen Terlarut	5
2.2 Palladium	6
2.3 Elektrokimia	6
2.4 Voltammetri	7
2.5 Voltammetri Siklik (<i>Cyclic Voltammetry</i>)	10

2.6 Elektroda	11
2.6.1 Elektroda Kerja	11
2.6.2 Elektroda Bantu	13
2.6.2 Elektroda Pembanding	13
2.7 Elektrodeposisi	14
2.8 Larutan Elektrolit.....	15
2.9 Sensor Oksigen Terlarut (<i>Dissolved Oxygen</i>)	15
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.2.1 Alat	16
3.2.2 Bahan.....	16
3.3 Diagram Alir Penelitian	18
3.4 Prosedur Penelitian.....	19
3.4.1 Pembuatan Berbagai Larutan	19
3.4.2 Pembuatan Elektroda Karbon.....	20
3.4.3 Preparasi Sel Elektrokimia dan Profil Voltammogram Elektroda Karbon.....	21
3.4.4 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Oksigen Terlarut	21
3.4.5 Uji Unjuk Kerja Sensor	23
3.5 Analisis Data.....	25
3.5.1 Uji-t.....	25
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1 Proses Elektrodeposisi	27
4.2 Desain Sensor Oksigen Terlarut.....	32
4.3 Optimasi Larutan Elektrolit	33
4.4 Karakteristik Sensor Oksigen Terlarut C-Pd	38
4.4.1 Daerah Linear	38

4.4.2 Sensitivitas.....	41
4.4.3 Limit Deteksi.....	46
4.4.4 Reprodusibilitas Sensor Oksigen Terlarut C-Pd	42
4.4.5 Analisis Data Uji-t.....	43
BAB 5. PENUTUP	45
5.1 Kesimpulan.....	45
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN.....	50

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Kadar oksigen terlarut jenuh pada suhu dan tekanan 760 mm Hg.....	5
4.1 Data elektrodposisi palladium pada karbon pada variasi konsentrasi HCl.....	30
4.2 Data arus reduksi oksigen terlarut jenuh pada variasi konsentrasi elektrolit NaOH.....	37
4.3 Data potensial dan arus oksidasi PdOH pada variasi konsentrasi elektrolit NaOH.....	37
4.4 Perbandingan pengukuran sampel oksigen terlarut C-Pd dengan DO meter	43
4.5 Hasil Uji-t pengukuran oksigen terlarut C-Pd dengan DO meter	43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Elektroda kerja dengan potensial awal 0,00 V v. SCE	7
2.2 Elektroda kerja dengan potensial -0,7 V v. SCE.....	8
2.3 Pembentukan <i>double layer</i> dan konversi O menjadi R.....	8
2.4 Sinyal eksitasi voltammetri siklik.....	10
2.5 Voltammogram siklik reaksi reduksi-oksidasi.....	10
2.6 Struktur kimia grafit (a) struktur resonansi satu lapis grafit; (b) struktur grafit pembentuk karbon	12
2.7 Elektroda pembanding Ag/AgCl.....	14
2.8 Struktur PTFE (a); Sensor oksigen terlarut (b)	16
3.1 Desain sensor oksigen terlarut	22
3.2 Skema pengukuran oksigen terlarut.....	22
4.1 Voltammogram elektroda karbon dalam larutan HCl 0,1 M (a) dan HCl 0,1 M + K ₂ PdCl ₆ 5 mM, <i>scanrate</i> 50 mV/s.....	28
4.2 Voltammogram elektrodeposisi K ₂ PdCl ₆ pada elektroda karbon dalam variasi larutan HCl dan <i>scanrate</i> 50 mV/s	29
4.3 Voltammogram karakterisasi C-Pd dalam larutan NaOH 0,1 M dan <i>scanrate</i> 50 mV/s	31
4.4 Elektroda kerja C-Pd.....	32
4.5 Desain sensor oksigen terlarut C-Pd	32
4.6 Skema kerja sensor oksigen terlarut C-Pd	33
4.7 Voltammogram reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd dalam NaOH 0,1 M dan <i>scanrate</i> 50 mV/s	34
4.8 Reaksi reduksi oksigen terlarut pada elektroda C-Pd dalam NaOH 0,1 M.....	35
4.9 Voltammogram reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd dalam variasi konsentrasi NaOH dan <i>scanrate</i> 50 mV/s	36

4.10 Kurva kalibrasi oksigen terlarut hari pertama.....	39
4.11 Kurva kalibrasi oksigen terlarut hari kedua	39
4.12 Kurva kalibrasi oksigen terlarut hari ketiga.....	40
4.13 Diagram reproduibilitas sensor oksigen terlarut C-Pd pada pengukuran 3 kali ulangan	42

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

A. Pembuatan Larutan	48
A.1 Pembuatan larutan HCl 1 M	48
A.2 Pembuatan larutan yang mengandung 5 mM K₂PdCl₆ dan HCl 0,7 M	48
A.3 Pembuatan larutan yang mengandung 5 mM K₂PdCl₆ dan HCl 0,5 M	48
A.4 Pembuatan larutan yang mengandung 5 mM K₂PdCl₆ dan HCl 0,3 M	48
A.5 Pembuatan larutan yang mengandung 5 mM K₂PdCl₆ dan HCl 0,1 M	48
A.6 Pembuatan larutan NaOH 1 M	48
A.7 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M	48
A.8 Pembuatan larutan NaOH 0,01 M	49
A.9 Pembuatan larutan standar oksigen	49
B. Data Hasil Optimasi	50
B.1 Optimasi larutan HCl pada elektrodposisi palladium	50
B.1.1 Ekstrapolasi puncak redukai palladium dalam variasi konsentrasi HCl	50
B.1.2 Tabel data arus reduksi elektrodposisi palladium pada karbon pada variasi konsentrasi HCl dan scanrate 50 mV/s	52
B.2 Optimasi larutan elektrolit NaOH	53
B.2.1 Ekstrapolasi puncak redukai oksigen terlarut dalam variasi konsentrasi NaOH	53
B.2.2 Tabel data arus reduksi oksigen terlarut pada elektroda kerja C-Pd pada variasi konsentrasi elektrolit NaOH dan <i>scanrate</i> 50 mV/s	55

C. Karakterisasi Sensor Oksigen Terlarut C-Pd	56
C.1 Uji unjuk kerja sensor oksigen terlarut C-Pd hari pertama	65
C.1.1 Voltammogram reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari pertama.....	56
C.1.2 Ekstrapolasi puncak redukai oksigen terlarut hari pertama	56
C.1.3 Tabel data arus reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari pertama.....	58
C.1.4 Tabel data kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari pertama.....	59
C.1.5 Kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari pertama	59
C.2 Uji unjuk kerja sensor oksigen terlarut C-Pd hari kedua	60
C.2.1 Voltammogram reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari kedua	60
C.2.2 Ekstrapolasi puncak redukai oksigen terlarut hari kedua.....	60
C.2.3 Tabel data arus reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari pertama.....	62
C.2.4 Tabel data kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari kedua	63

C.2.5 Kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari kedua.....	63
C.3 Uji unjuk kerja sensor oksigen terlarut C-Pd hari ketiga	64
C.3.1 Voltammogram reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari ketiga.....	64
C.3.2 Ekstrapolasi puncak reduksi oksigen terlarut hari ketiga.....	64
C.3.3 Tabel data arus reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari ketiga.....	66
C.3.4 Tabel data kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari ketiga.....	66
C.3.5 Kurva kalibrasi reduksi oksigen terlarut elektroda C-Pd pada variasi konsentrasi oksigen terlarut dan <i>scanrate</i> 50 mV/s hari ketiga.....	67
C.4 Limit deteksi	67
C.4.1 Blanko 1	68
C.4.2 Blanko 2	68
C.4.3 Blanko 3	68
C.4.4 Blanko 4	68
C.4.5 Blanko 5	69
C.4.6 Tabel data pengukuran blanko menggunakan elektroda C-Pd <i>scanrate</i> 50 mV/s.....	69
C.5 Reprodusibilitas	70
C.5.1 Tabel reprodusibilitas oksigen terlarut elektroda C-Pd.....	70
C.5.2 Diagram reprodusibilitas oksigen terlarut elektroda C-Pd.....	70

C.6 Analisis Data Uji-t.....	71
C.6.1 Data pengukuran sampel menggunakan sensor oksigen terlarut C-Pd	71
C.6.2 Hasil pengukuran sampel menggunakan sensor oksigen terlarut C-Pd	71
C.6.3 Data pengukuran sampel menggunakan sensor DO meter.....	71
C.6.4 Perbandingan pengukuran sampel oksigen terlarut C-Pd dengan DO meter	72
C.6.5 Hasil uji-t pengukuran oksigen terlarut C-Pd dengan DO meter.....	72