



**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINEAR SWEEP VOLTAMMETRY* PADA
ELEKTRODEPOSISI $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON SEBAGAI SENSOR
POTENSIOMETRI FOSFAT**

SKRIPSI

Oleh

Istimahillah Mawaddah

NIM 131810301031

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2019



**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINEAR SWEEP VOLTAMMETRY*
PADA ELEKTRODEPOSISI $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON
SEBAGAI SENSOR POTENSIOMETRI FOSFAT**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Istimahillah Mawaddah
NIM 131810301031

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Keluarga tercinta, Ayahanda Sumali, Ibunda Siti Uswadana, dan adik-adikku Ashfina Marzuqoh, Hamasah Adilah, dan Tsabita Salsabila;
2. Keluarga tercinta yang setia mendukung baik moril dan materiil, mendoakan, mendidik, dan memberi kasih sayang dan pengorbanan yang tidak terhingga selama ini;
3. Bapak/Ibu guru di TK Dewi Masyitoh, SDN Menampu 03, SMPIT Al-Ghozali Jember, SMA Negeri 1 Kencong, bapak/ibu dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran;
4. Umi Sahrn Ni'mah yang telah banyak membantu dalam penelitian saya.
5. kawan-kawan Kimia 2013 (TITANIUM), keluarga besar jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember terimakasih atas semangat, bantuan, saran dan kenangan indah yang telah diberikan;
6. sahabat seperjuangan Umi Sahrn Ni'mah, Heni Ristiani, Fitri Sulistiyowati, Eka Ditasari, terima kasih atas doa, motivasi, keceriaan dan kebersamaan selama ini;
7. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
8. semua pihak yang telah berkontribusi namun tidak dapat disebutkan satu persatu.

MOTO

Dia (Allah) berfirman, “Berapa tahnkah lamanya kam tinggal di bumi?”. Mereka menjawab, “Kami tinggal (di bumi) sehari atau setengah hari, maka tanyakanlah kepada mereka yang menghitung”. Dia (Allah) berfirman, “Kamu tinggal (di bumi) hanya sebentar saja, jika kamu benar-benar mengetahui”.

(terjemah Surat *Al Mu'minun* ayat 112-114).*)

Wahai orang-orang yang beriman! Bertakwalah kepada Allah dan hendaklah setiap orang memperhatikan apa yang telah diperbuatnya untuk hari esok (akhirat), dan bertakwalah kepada Allah, Sungguh, Allah Mahateliti terhadap apa yang kamu kerjakan. (terjemah Surat *Al Hasyr* ayat 18)**)

*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2018. *Al-Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Diponegoro.

***) Departemen Agama Republik Indonesia. 2018. *Al-Qur'an dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Diponegoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Istimahillah Mawaddah

NIM : 131810301031

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Komparasi *Cyclic* dan *Linear Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometri Fosfat” 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 ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Januari 2019

Yang menyatakan,

Istimahillah Mawaddah
NIM 131810301031

SKRIPSI

**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINEAR SWEEP VOLTAMMETRY*
PADA ELEKTRODEPOSISI $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON
SEBAGAI SENSOR POTENSIOMETRI FOSFAT**

Oleh

Istimahillah Mawaddah
NIM 131810301031

Pembimbing

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

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Komparasi *Cyclic* dan *Linear Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometri Fosfat” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

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

Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si
NIP.198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.
NIP. 197107031997021001

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D.
NIP. 195910091986021001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Komparasi *Cyclic* dan *Linear Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometri Fosfat; Istimahillah Mawaddah, 131810301031; 2019: halaman; Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Fosfor termasuk salah satu nutrisi makro tanah yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang besar. Unsur P di alam berikatan dengan oksigen membentuk senyawa fosfat. Ketersediaan unsur P yang sangat penting bagi kehidupan organisme maka perlu dilakukan monitoring terhadap unsur P. Metode yang diyakini paling efektif untuk pengukuran fosfat yaitu menggunakan sensor fosfat. Sensor fosfat diklasifikasikan menjadi tiga tipe yaitu; membran polimer, biosensor protein dan elektroda kobalt. Saat ini, jenis sensor yang paling efektif untuk pengukuran fosfat yaitu menggunakan elektroda kobalt. Elektroda kobalt memiliki banyak keuntungan dibandingkan dengan metode lainnya diantaranya elektroda kobalt memiliki sensitivitas yang baik, selektif terhadap ion fosfat dan daya tahan yang baik. Sedangkan metode yang lain masih membutuhkan sampel dalam jumlah yang banyak, prosedur yang panjang dan peralatan yang mahal.

Pengukuran fosfat menggunakan elektroda kobalt memberikan respon yang kurang baik dikarenakan penampang dari kawat kobalt kecil. Beberapa peneliti melakukan variasi pada penggunaan elektroda kobalt. Salah satunya yaitu dengan melakukan elektrodeposisi kobalt pada suatu substrat. Beberapa peneliti banyak menggunakan elektroda karbon untuk deposisi kobalt. Elektrodeposisi kobalt pada karbon bertujuan untuk memperbesar luas permukaan kobalt dalam proses oksidasi reduksi dengan fosfat. Proses elektrodeposisi kobalt dapat menggunakan beberapa metode elektrokimia diantaranya, *cyclic voltammetry*, *linear sweep voltammetry* dan kronoamperometri.

Penelitian ini dilakukan perbandingan elektroda kobalt-karbon dari $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ secara elektrodeposisi dengan metode *cyclic voltammetry* dan *linear sweep voltammetry*. Penelitian ini juga akan melakukan pengukuran fosfat menggunakan elektroda kobalt-karbon secara potensiometri. Hasil kajian ini akan

memberikan informasi mengenai metode yang paling efektif dalam proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon. Proses elektrodeposisi menggunakan campuran larutan $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dengan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 1 M dengan kondisi larutan elektrolit pH 6 dilakukan secara voltametri menggunakan alat *Potensiostat* AMEL 433A. Hasil yang didapat yaitu kinerja metode *linear sweep voltammetry* dalam proses elektrodeposisi lebih baik daripada metode *cyclic voltammetry*. Hal tersebut ditunjukkan dengan hasil pengukuran sisa larutan elektrodeposisi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan hasil analisis morfologi menggunakan SEM. Pengukuran sisa larutan deposisi menginformasikan massa kobalt yang terdeposisi pada elektroda karbon. Hasil analisis morfologi menggunakan SEM juga mendukung hasil pengukuran sisa larutan deposisi yang menjelaskan bahwa jumlah kobalt yang terdeposisi pada elektroda karbon lebih banyak menggunakan metode *linear sweep voltammetry* dilihat dari penampang morfologi elektroda Co-C hasil SEM.

Hasil analisis karakterisasi potensiometri pengukuran larutan standar fosfat konsentrasi 0,01; 0,1; 1; 10; 100 ppm dilakukan pengukuran selama 7 hari berturut-turut menunjukkan hasil yang lebih baik untuk elektroda Co-C *linier sweep voltammetry* daripada elektroda Co-C *cyclic voltammetry* yang ditunjukkan dengan karakteristik potensiometri meliputi daerah linear, limit deteksi, sensitifitas, dan reproduibilitas. Kinerja elektroda kobalt-karbon dalam mengukur fosfat secara potensiometri memiliki daerah linear pada konsentrasi 0,01 ppm hingga 100 ppm, limit deteksi sebesar 1,43 ppm, nilai sensitivitas yang dihasilkan sebesar 31,7 mV/dekade, dan reproduibilitas dilihat dari parameter nilai K_v terendah sebesar 0,07% dan tertinggi sebesar 0,68%.

PRAKATA

Puji syukur atas segala rahmat dan karunia yang dilimpahkan Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Komparasi *Cyclic* dan *Linear Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometri Fosfat”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di 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. Drs. Sujito, 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. Kepala Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
5. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji I, dan Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
6. Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;
7. segenap dosen pengajar Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.

Penulis berharap, semoga setiap kalimat yang ada dalam skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan bagi pembaca.

Jember, Januari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Fosfor	5
2.2 Voltammetri	5
2.2.1 Sel voltammetri.....	6
2.2.2 Voltammetri siklik (<i>Cyclic voltammetry</i>)	7
2.2.3 <i>Linear sweep voltammetry</i> (LSV).....	8
2.2.4 Elektrodeposisi.....	9
2.3 Potensiometri	10
2.3.1 Elektroda pembanding (<i>Reference electrode</i>).....	11
2.3.2 Elektroda indikator (<i>Indicator electrode</i>)	12
2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)	12
2.5 Spektrofotometri	13
BAB 3. METODELOGI PENELITIAN	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	15
3.2.1 Alat Penelitian.....	15
3.2.2 Bahan Penelitian	15
3.3 Diagram Alir Penelitian	16
3.4 Prosedur Penelitian	17
3.4.1 Pembuatan larutan.....	17
3.4.2 Pembuatan elektroda kerja kobalt-karbon	18
3.4.3 Uji efektifitas elektroda kobalt-karbon dengan potensiometri	20

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Elektrodeposisi Kobalt pada Permukaan Batang karbon	23
4.1.1 Karakterisasi menggunakan metode SEM.....	27
4.1.2 Analisis sisa kobalt dengan spektrometri UV-Vis.....	29
4.2 Uji Efektifitas Elektroda Kobalt-Karbon dengan Potensiometri	31
4.2.1 Daerah linier	32
4.2.2 Sensitivitas	33
4.2.3 Reprodusibilitas	34
4.2.4 Limit deteksi	36
BAB 5. PENUTUP	37
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	38
LAMPIRAN	42

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Hasil pengukuran kobalt dari larutan sisa deposisi metode CV	30
4.2 Hasil pengukuran kobalt dari larutan sisa deposisi metode LSV	30

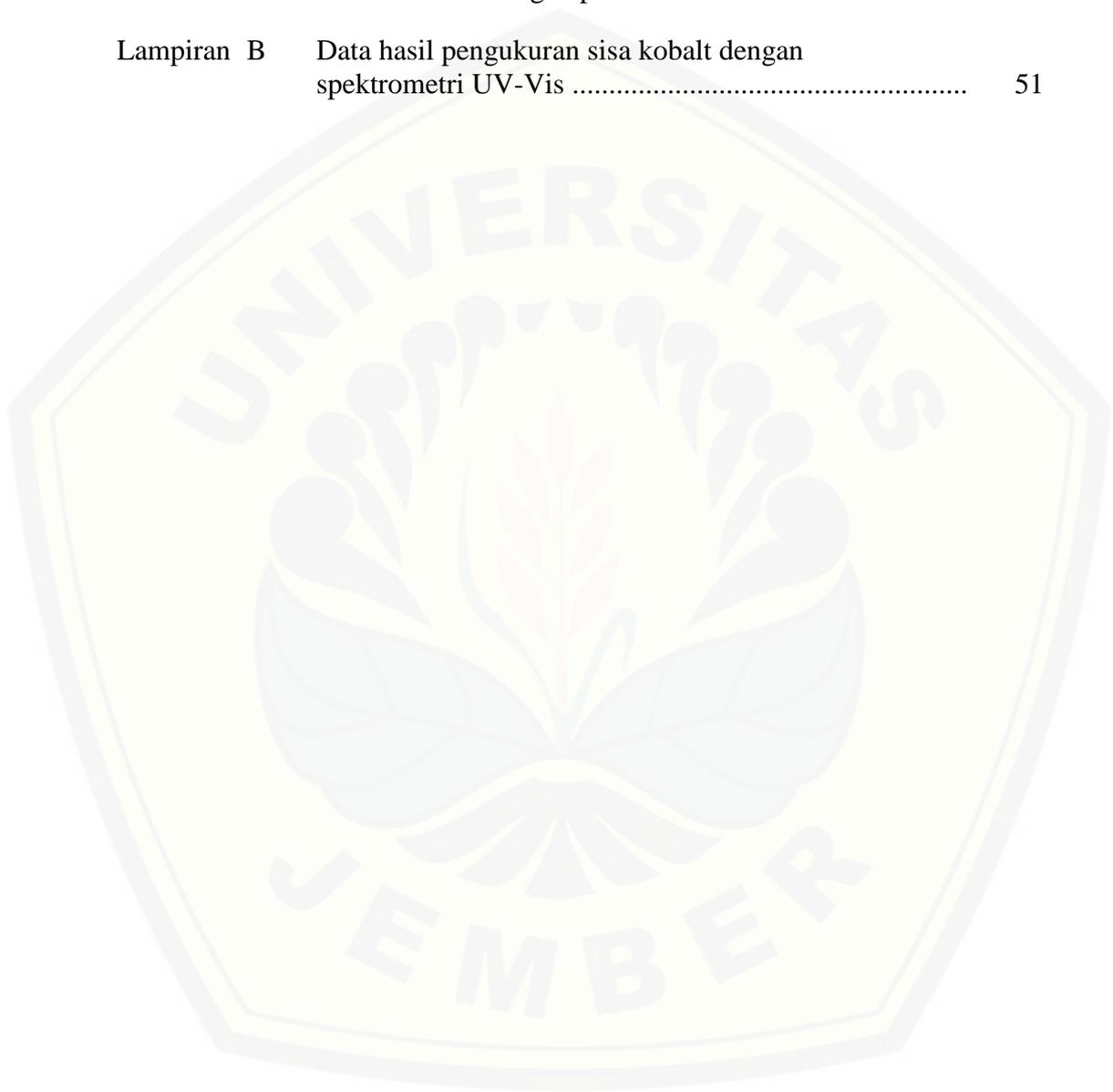


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Tipe sel elektrokimia untuk voltammetri.....	6
2.2 Voltammetri siklik arus sebagai fungsi potensial.....	8
2.3 Diagram skema sel elektrokimia untuk pengukuran potensiometri	10
2.4 Struktur morfologi elektrodeposisi kobalt-karbon	13
3.1 Diagram alir penelitian	16
4.1 Voltammogram elektrodeposisi kobalt menggunakan (a) <i>cyclic voltammetry</i> , (b) <i>linear sweep voltammetry</i>	25
4.2 Struktur morfologi permukaan karbon (a) sebelum dielektrodeposisi, (b) setelah dielektrodeposisi dengan metode <i>cyclic voltammetry</i> , dan (c) setelah dielektrodeposisi dengan metode <i>linear sweep voltammetry</i>	28
4.3 Respon elektroda kobalt-karbon pada pengukuran fosfat (a) metode <i>cyclic voltammetry</i> , (b) metode <i>linear sweep voltammetry</i>	32
4.4 Nilai sensitivitas elektroda kobalt-karbon metode (a) <i>cyclic voltammetry</i> , (b) <i>linear sweep voltammetry</i>	33
4.5 Nilai Kv elektroda kobalt-karbon metode <i>cyclic voltammetry</i>	35
4.6 Nilai Kv elektroda kobalt-karbon metode <i>linear sweep voltammetry</i>	35

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A Data hasil uji efektifitas elektroda kobalt-karbon dengan potensiometri	43
Lampiran B Data hasil pengukuran sisa kobalt dengan spektrometri UV-Vis	51



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fosfor termasuk salah satu nutrisi makro tanah yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang besar (Dobermann dan Fairhurst, 2000). Menurut Hardjowigeno (1989), unsur P memiliki jumlah paling sedikit di dalam tanah. Kandungan unsur P dalam tanah berkisar antara 0,01-0,20 %, dan pada umumnya kadar P di dalam tanaman berkisar 0,1-0,2 % (Winarso, 2005). Ketersediaan unsur P yang sedikit ini membuat tidak semua tanaman dapat memenuhi kebutuhannya dan dapat terjadi defisiensi unsur P sehingga tanaman menjadi kerdil dan daun menjadi kehitaman. Unsur P di alam berikatan dengan oksigen membentuk senyawa fosfat. Tanaman menyerap fosfor dalam bentuk ion fosfat anorganik terutama H_2PO_4^- dan HPO_4^{2-} . Ketersediaan unsur P dalam tanah umumnya sangat rendah yang disebabkan senyawa fosfat terikat menjadi AlPO_4 pada tanah asam atau $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ pada tanah basa (Elfiati, 2005).

Ketersediaan unsur P yang sangat penting bagi kehidupan organisme maka perlu dilakukan monitoring terhadap unsur P. Metode yang diyakini paling efektif untuk pengukuran fosfat yaitu menggunakan sensor fosfat. Monitoring unsur P dengan sensor fosfat dapat menggunakan ion selektif elektroda maupun biosensor. Menurut Kim, dkk. (2009), sensor fosfat diklasifikasikan menjadi tiga tipe yaitu; membran polimer, biosensor protein dan elektroda kobalt. Saat ini, jenis sensor yang paling efektif untuk pengukuran fosfat yaitu menggunakan elektroda kobalt. Elektroda kobalt memiliki banyak keuntungan dibandingkan dengan metode lainnya. Kim, dkk., (2006) melakukan evaluasi terhadap membran selektif ion fosfat dan elektroda berbasis kobalt untuk mengukur fosfat dan menyatakan bahwa elektroda kobalt memiliki respon yang baik (10^{-5} - 10^{-1} mol/L) dibandingkan dengan membran selektif ion fosfat (10^{-4} - 10^{-1} mol/L). Menurut Kim, dkk. (2009), elektroda kobalt memiliki sensitivitas yang baik, selektif terhadap ion fosfat dan daya tahan yang baik. Sedangkan metode yang lain masih membutuhkan sampel dalam jumlah yang banyak, prosedur yang panjang dan peralatan yang mahal.

Sukaton (2014) melakukan pengukuran fosfat dalam tanah menggunakan elektroda kobalt dan memberikan respon yang kurang baik dikarenakan penampang dari kawat kobalt kecil. Beberapa peneliti melakukan variasi pada penggunaan elektroda kobalt. Salah satunya yaitu dengan melakukan elektrodeposisi kobalt pada substrat seperti emas (Mendoza, dkk., 2002), tembaga (Huriyati, dkk., 2010) dan karbon (Pardave, dkk., 2005). Elektrodeposisi memiliki beberapa keuntungan diantaranya tidak memerlukan teknologi vakum dan terjangkau. Elektrodeposisi dapat digunakan untuk skala besar dan menghasilkan ketebalan film yang seragam pada permukaan yang kompleks tanpa efek pengotor yang sering dijumpai pada metode lainnya (Cohen, 2002).

Elektrodeposisi kobalt biasanya digunakan sebagai bahan pelapis karena sifat ketahanan terhadap suhu tinggi, sifat anti-oksidasi dan sifat magnetik tersebut (Liu, dkk., 2013). Beberapa peneliti banyak menggunakan elektroda karbon untuk deposisi kobalt. Elektrodeposisi kobalt pada karbon bertujuan untuk memperbesar luas permukaan kobalt dalam proses oksidasi reduksi dengan fosfat. Kelebihan elektroda karbon yaitu memiliki pori-pori yang dapat memerangkap kobalt sehingga mempermudah proses elektrodeposisi. Selain itu elektroda karbon memiliki harga yang murah dan mudah didapatkan dibandingkan substrat yang lain. Grujicic dan Batric (2004) melakukan elektrodeposisi larutan $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ pada elektroda karbon-grafit untuk menghasilkan elektroda kobalt-karbon (Co-C). Elektroda kobalt-karbon (Co-C) yang dihasilkan memiliki penampang permukaan yang lebih luas jika dibandingkan dengan elektroda kobalt. Meruva dan meyerhoff (1996) melakukan deposisi kobalt dan menyatakan bahwa respon elektroda terhadap fosfat bergantung pada pH, kekuatan ion, larutan buffer dan *scan rate*.

Floate, dkk., (2002) berpendapat bahwa proses elektrodeposisi kobalt dapat menggunakan beberapa metode elektrokimia diantaranya, *cyclic voltammetry*, *linear sweep voltammetry* dan kronoamperometri. Grujicic dan Batric (2004) melakukan elektrodeposisi kobalt pada elektroda karbon-grafit menggunakan metode *cyclic voltammetry* dan kronoamperometri. Sedangkan Floate, dkk., (2002) melakukan elektrodeposisi kobalt pada elektroda karbon-grafit

menggunakan metode *linear sweep voltammetry* dan kronoamperometri. Berdasarkan uraian diatas, peneliti akan melakukan kajian lebih lanjut terhadap proses deposisi kobalt pada permukaan karbon dengan metode *cyclic voltammetry* dan *linear sweep voltammetry* menggunakan larutan $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Peneliti akan membandingkan kinerja antara metode *cyclic voltammetry* dan *linear sweep voltammetry* pada proses deposisi kobalt pada permukaan karbon. Peneliti juga akan melakukan pengukuran fosfat menggunakan elektroda kobalt-karbon secara potensiometri. Hasil kajian ini akan memberikan informasi mengenai metode yang paling efektif dalam proses elektrodposisi kobalt pada permukaan karbon.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana perbandingan elektroda kobalt-karbon dari $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ secara elektrodposisi dengan metode *cyclic voltammetry* dan *linear sweep voltammetry*?
2. Bagaimana kinerja elektroda kobalt-karbon dalam mengukur fosfat secara potensiometri yang meliputi *linear range*, sensitifitas, limit deteksi, dan reproduibilitas?

1.3 Tujuan

Tujuan dalam penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui perbandingan elektroda kobalt-karbon dari $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ secara elektrodposisi dengan metode *cyclic voltammetry* dan *linear sweep voltammetry*.
2. Mengetahui kinerja elektroda kobalt-karbon dalam mengukur fosfat secara potensiometri yang meliputi *linear range*, sensitifitas, limit deteksi, dan reproduibilitas.

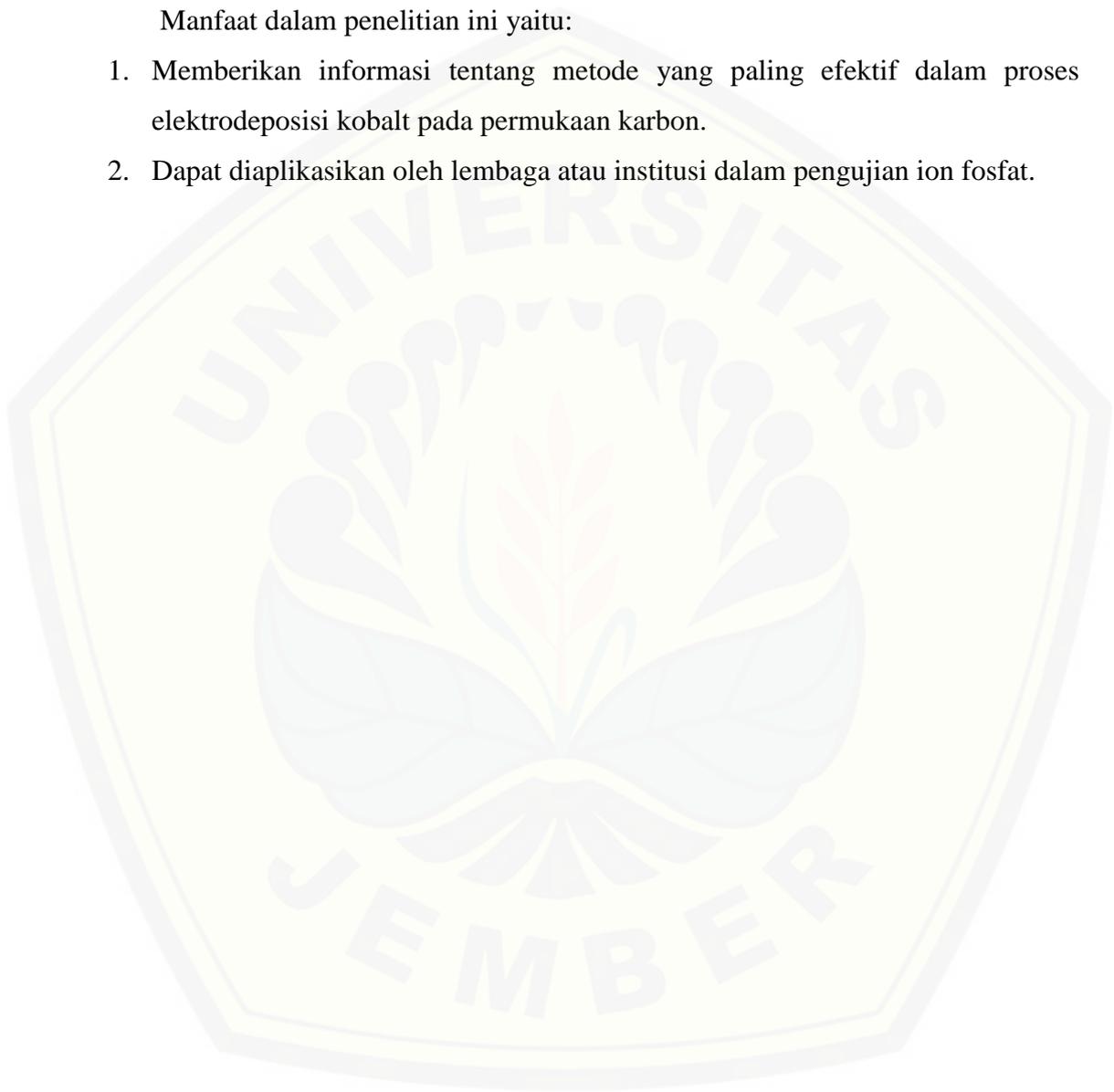
1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu karakter elektroda kobalt-karbon dilihat dari jumlah Co yang terdeposisi dan morfologi permukaan elektroda.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini yaitu:

1. Memberikan informasi tentang metode yang paling efektif dalam proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon.
2. Dapat diaplikasikan oleh lembaga atau institusi dalam pengujian ion fosfat.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fosfor

Fosfor termasuk unsur hara yang penting bagi tanaman dan salah satu unsur utama yang dibutuhkan pada proses metabolisme tanaman. Fosfor yang ada di tanah berasal dari bahan organik, pupuk buatan, dan mineral-mineral tanah. Fosfor berfungsi dalam perbaikan kualitas tanaman, membentuk *nucleoprotein*, perpindahan dan penyimpanan energi, pembelahan dan pembesaran sel serta proses-proses di dalam tanaman lainnya yang ditemukan sebagai fosfat dalam beberapa mineral dan tanaman. Secara garis besar fosfor dalam tanah dapat dikelompokkan menjadi fosfor organik dan fosfor anorganik, keduanya merupakan unsur hara penting bagi tanaman (Hardjowigeno, 1989).

Fosfor biasanya diserap tanaman dalam bentuk ion ortofosfat primer (H_2PO_4^-) dan ion ortofosfat sekunder (HPO_4^{2-}) sedangkan PO_4^{3-} lebih sulit diserap oleh tanaman. Bentuk yang paling banyak dalam tanah bergantung pada pH tanah. Ketika pH tanah rendah, tanaman lebih banyak menyerap ion ortofosfat primer, sedangkan ketika pH tanah tinggi tanaman lebih banyak menyerap ion ortofosfat sekunder (Hanafiah, 2012). Menurut Winarso (2005), umumnya kadar fosfor pada tanaman ada di bawah kadar nitrogen dan kalium, yaitu sekitar 0,1 hingga 0,2%.

Jumlah sediaan fosfor pada tanah ditentukan oleh beberapa faktor, tetapi yang paling penting yaitu pH tanah. Faktor-faktor yang dapat menentukan kandungan fosfor pada tanah selain pH adalah ketersediaan oksigen di dalam tanah (aerasi), temperatur, bahan organik, dan unsur hara lain. Menurut Agbenin dan Raij (2001), ketersediaan fosfor dalam tanah berada pada pH 5,5 sampai 7,0 dan akan berkurang apabila pH-nya di atas atau di bawah range tersebut. Kadar fosfor pada tanah umumnya rendah jika dibandingkan unsur-unsur yang lain.

2.2 Voltammetri

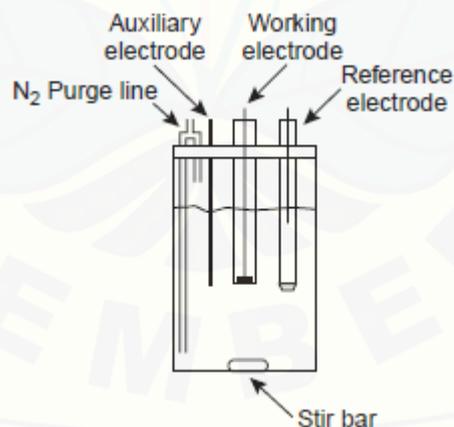
Voltammetri merupakan metode elektroanalisis dalam skala mikro dengan menggunakan elektroda kerja mikro, atau biasa disebut dengan teknis arus voltase. Voltammetri mempunyai elektroda kerja dan elektroda pembanding sama dengan

potensiometri, hanya saja pada voltametri ditambahkan satu elektroda lagi yaitu elektroda bantu, sehingga dalam voltametri terdapat tiga buah elektroda (Harvey, 2000).

Voltametri mempelajari informasi tentang analit yang didasarkan pada pengukuran arus (I) sebagai fungsi potensial (V) ketika elektroda kerja dan elektroda indikator mengalami polarisasi. Arus yang diukur dalam teknik voltametri disebut arus difusi. Arus difusi adalah arus yang disebabkan akibat perubahan gradien konsentrasi pada lapisan difusi sebanding dengan konsentrasi analit dalam larutan. Arus inilah yang selanjutnya memberikan informasi tentang konsentrasi analit (Skoog *et al.*, 1998).

2.2.1 Sel Voltametri

Rangkaian sel voltametri terdapat tiga elektroda diantaranya elektroda kerja (*working electrode*), elektroda pembanding (*reference electrode*), dan elektroda pembantu (*counter electrode*). Berikut ini adalah rangkaian dari sel elektrokimia voltametri



Gambar 2.1 Tipe sel elektrokimia untuk voltametri (Sumber: Harvey, 2000)

Elektroda yang digunakan sebagai berikut:

a. Elektroda kerja (*working electrode*)

Elektroda kerja yaitu elektroda tempat terjadinya reaksi reduksi atau oksidasi analit. Elektroda kerja digunakan sebagai katoda atau anoda tergantung pada jenis

reaksi elektroda tersebut. Beberapa bahan yang biasa digunakan dalam elektroda kerja diantaranya yaitu merkuri (Hg), emas (Au), platina (Pt), dan karbon inert seperti *glassy carbon* ataupun elektroda tipis dan tetes raksa (Wang, 2000).

Pemilihan elektroda yang akan digunakan pada teknik voltametri bergantung pada analit yang dianalisis dan arus latar belakang pada daerah potensial pengukuran. Hal-hal yang harus diperhatikan diantaranya yaitu jendela potensial elektroda, konduktifitas listrik, sifat-sifat mekanik, ketersediaan, dan toksisitas (Wang, 2000).

b. Elektroda pembanding (*reference electrode*)

Elektroda pembanding yaitu elektroda yang potensialnya dibuat tetap selama pengukuran dan nilainya tidak bergantung pada jenis dan komposisi larutan yang diukur. Elektroda pembanding digunakan untuk mengontrol arus yang mengalir pada elektroda kerja dan juga larutan. Elektroda pembanding yang umum digunakan adalah elektroda kalomel atau Ag/AgCl (Wang, 2000).

c. Elektroda bantu (*counter electrode*)

Elektroda bantu merupakan elektroda konduktor yang melengkapi sel. Elektroda bantu berfungsi untuk mengalirkan arus antara elektroda kerja dan elektroda bantu, sehingga arus dapat terukur. Bahan yang biasanya digunakan sebagai elektroda bantu adalah bahan yang bersifat inert seperti kawat platina (Pt), emas (Au), dan grafit (C) (Wang, 2000).

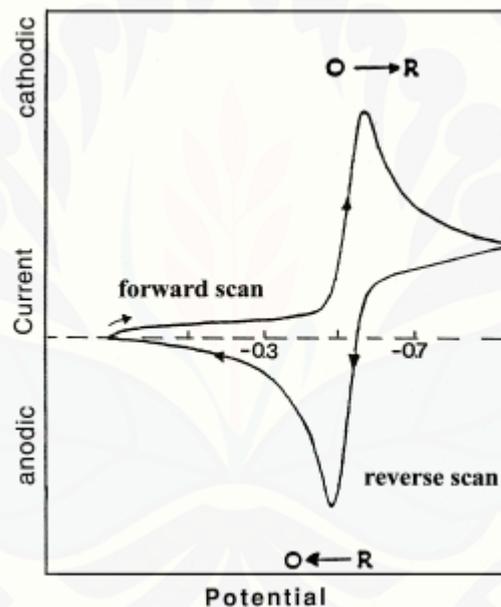
2.2.2 Voltametri Siklik (*Cyclic Voltammetry*)

Voltametri siklik yaitu metode yang digunakan pada teknik elektroanalisis dan merupakan metode yang dapat memungkinkan dilakukannya karakterisasi pada sistem elektrokimia, digunakan dalam mempelajari proses reduksi dan oksidasi. Voltametri siklik didasarkan pada variasi potensial yang digunakan pada elektroda kerja (Wang, 1994).

Voltametri siklik adalah teknik voltametri dimana arus diukur selama *scanning* potensial dari potensial awal ke potensial akhir dan kembali lagi ke potensial awal sehingga arus katodik ataupun anodik dapat terukur. Arus katodik adalah arus yang digunakan pada saat *scanning* dari arus yang paling besar sampai

arus yang paling kecil, sedangkan arus anodik adalah kebalikan dari arus katodik (Khopkar, 1990).

Pengukuran menggunakan voltametri siklik digunakan potensiostat yang mengontrol potensial yang melewati elektroda kerja untuk mengubah potensial secara perlahan-lahan kembali ke potensial yang awal. Potensial awal bergerak ke arah negatif menuju ke potensial akhir yang dicapai membentuk setengah siklus. Arus yang dihasilkan merupakan arus katodik, selanjutnya *scan* kembali ke arah positif yang menyatakan adanya reaksi reduksi dan oksidasi yang terjadi. Arus yang dihasilkan merupakan arus anodik (Rieger, 1994).



Gambar 2.2 Voltametri siklik arus sebagai fungsi potensial (Sumber: Wang, 2000)

2.2.3 Linear Sweep Voltammetry (LSV)

Linear sweep voltammetry merupakan teknik voltametri dimana potensial diberikan pada elektroda kerja dengan variasi waktu linier. Metode LSV mencakup polarografi, voltametri siklik, dan voltametri disk rotasi. Slope yang dihasilkan dari LSV memiliki unit potensial per satuan waktu, dan biasanya disebut laju selusur percobaan. Nilai dari laju selusur percobaan dapat divariasikan dari tingkat rendah mV/sec (khusus untuk polarografi) sampai tingkat tinggi 1.000.000 V/sec

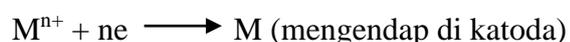
(tercapai bila digunakan ultra mikroelektroda sebagai elektroda kerja). *Linear sweep voltammetry* dilakukan dari batas potensial yang lebih rendah menuju yang lebih tinggi. Karakteristik LSV tergantung pada laju reaksi transfer elektron, reaktivitas kimia dari spesi-spesi elektroaktif dan laju pemindaian potensial (Wang, 2000). LSV potensial dari indikator elektroda bervariasi secara linear sebagai fungsi dari waktu. Tingkat scan yaitu 100 mV/s, yang memungkinkan waktu bagi analit untuk sampai ke elektroda sehingga elektroda selalu dalam kesetimbangan dengan larutan induk. LSV memberikan informasi kualitatif dan kuantitatif. Nilai $E_{1/2}$ dapat digunakan untuk mengidentifikasi spesies yang tidak diketahui, sedangkan ketinggian dari arus dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi.

Pengukuran menggunakan LSV, respon arus diplotkan sebagai fungsi tegangan daripada waktu, tidak seperti tahap pengukuran potensial. Pemindaian dimulai dari sisi kiri arus/plot tegangan di mana belum adanya arus yang mengalir. Sepanjang jendela potensial, pemindaian lebih lanjut ke arah kanan (ke nilai yang lebih reduktif) dan arus mulai mengalir kemudian mencapai puncaknya. Alasan memberikan perilaku tersebut dengan mempertimbangkan pengaruh tegangan pada tetapan keseimbangan di permukaan elektroda. Laju transfer elektron dinilai cepat dalam perbandingan dengan laju pemindaian tegangan.

2.2.4 Elektrodeposisi

Elektrodeposisi merupakan proses reaksi elektrokimia yang terjadi pada permukaan elektroda berupa pelapisan ion atau senyawa kimia. Elektrodeposisi terjadi karena adanya transfer muatan pada permukaan elektroda dengan ion-ion elektrolit. Perpindahan pada spesies yang tidak bermuatan ditentukan oleh konveksi dan difusi spesies dalam larutan, sedangkan pada spesies yang bermuatan, medan listrik turut mempengaruhi proses perpindahan reaktan ke permukaan elektroda. Kualitas deposit dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya; rapat arus, konsentrasi elektrolit, jenis elektrolit dan suhu (Prentice, 1991).

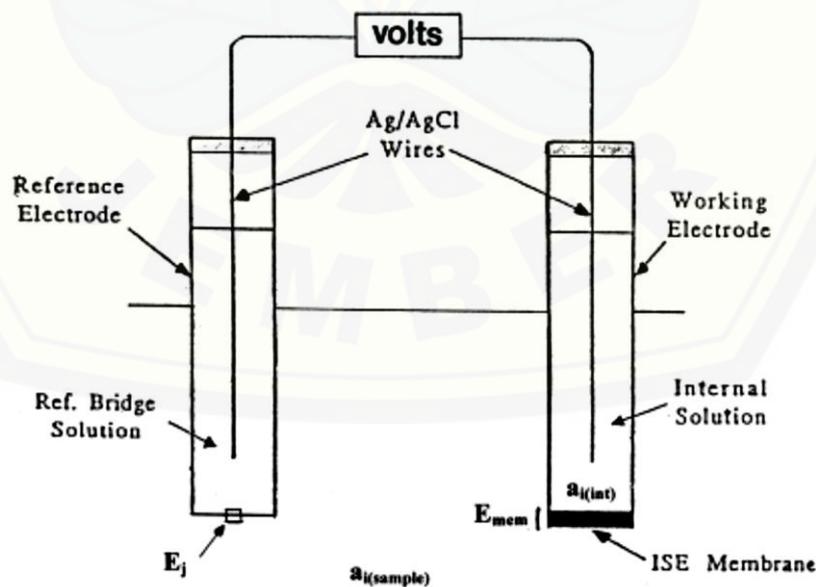
Elektrodeposisi proses pelapisan katodik, sehingga yang terjadi adalah reaksi reduksi dengan reaksi umum sebagai berikut :



dengan memberikan potensial lebih positif pada elektroda yang akan ditempel, maka berdasarkan prinsip Le Chatelier's akan terjadi kecenderungan ion-ion M^{n+} untuk mengendap pada elektroda dan larut dari elektroda yang potensialnya lebih kecil sementara di anoda akan terjadi reaksi oksidasi dan terbentuk gas oksigen. Larutan elektrolit yang digunakan pada proses elektrodposisi seharusnya encer dan memiliki kepekatan yang sama serta jarak elektrodanya cukup dekat (Khopkar, 1990).

2.3 Potensiometri

Potensiometri merupakan suatu metode yang didasarkan pada nilai potensial yang muncul antara dua elektroda sehingga didapatkan informasi komposisi suatu sampel (Wang, 2000). Prinsip kerja potensiometri adalah pengukuran beda potensial yang terjadi antara elektroda pembanding dengan elektroda indikator atau elektroda kerja tanpa ada aliran listrik (Skoog *et al.*, 2007). Pengukuran perbedaan potensial antara elektroda indikator dan elektroda pembanding pada kondisi mendekati nol yang bertujuan untuk mendapatkan informasi analitik tentang komposisi kimia dari larutan. Pada potensiometri, elektroda indikator merupakan sensor kimianya (Kellner, 1998).



Gambar 2.3 Diagram skema sel elektrokimia untuk pengukuran potensiometri

(Sumber: Wang, 2000)

Analisis potensiometri bergantung pada hubungan antara konsentrasi analit dan gaya elektromotif sel elektrokimia dimana analit merupakan salah satu komponen dari sistem kesetimbangan. Hubungan ideal sistem tersebut mematuhi persamaan Nernst sebagai berikut:

$$E_{sel} = E_{sel}^o - \frac{0,0591}{n} \log \frac{[Hasil\ reaksi]}{[pereaksi]}$$

dimana n adalah jumlah mol elektron yang terlibat (Hendayana *et al.*, 1994).

Kelebihan metode potensiometri adalah biaya analisis yang rendah. Alat yang digunakan (voltmeter dan elektroda) jauh lebih murah dibandingkan dengan instrumen saintifik lainnya. Bersifat nondestruktif terhadap sampel artinya pencelupan elektroda tidak mengubah komposisi larutan yang diuji (kecuali untuk sedikit kebocoran elektrolit dari elektroda pembanding) (Day dan Underwood, 1998).

2.3.1 Elektroda pembanding (*Reference electrode*)

Elektroda pembanding merupakan elektroda yang harga potensialnya tidak bergantung pada konsentrasi analit (Hendayana *et al.*, 1994). Elektroda pembanding yang ideal untuk pengukuran adalah yang memiliki sifat sebagai berikut yaitu, sebaiknya reversibel dan mematuhi Persamaan Nernst, potensial yang dihasilkan sebaiknya stabil dengan waktu, potensialnya harus dapat kembali ke nilai semula setelah arus yang kecil melewati elektroda (tidak ada histeresis), dan jika elektroda termasuk dalam jenis kedua (seperti Ag/AgCl), maka fase padatnya tidak boleh larut dalam larutan elektrolit (Sawyer *et al.*, 1995).

Salah satu contoh elektroda pembanding yang sering digunakan yaitu elektroda perak/perak klorida (Ag/AgCl) karena dapat digunakan pada suhu tinggi. Elektroda ini biasanya terbuat dari suatu larutan jenuh atau 3,5 M KCl. Harga potensialnya adalah 0,199 V (larutan jenuh KCl) dan 0,205 (larutan 3,5 M KCl) (Hendayana *et al.*, 1994).

2.3.2 Elektroda indikator (*Indicator electrode*)

Elektroda indikator merupakan elektroda yang harga potensialnya dipengaruhi oleh konsentrasi analit. Elektroda ini terbagi menjadi dua macam yakni elektroda logam dan elektroda membran (Hendayana *et al.*, 1994).

a. Elektroda logam

Menurut Hendayana *et al.* (1994) elektroda logam dapat dikelompokkan menjadi 4 jenis yaitu elektroda jenis pertama, jenis kedua, jenis ketiga dan redoks.

- 1) Elektroda jenis pertama, elektroda jenis ini langsung berkesetimbangan dengan kation yang berasal dari elektroda logam tersebut. Contohnya yaitu elektroda tembaga yang dapat mengukur langsung konsentrasi tembaga.
- 2) Elektroda jenis kedua, elektroda logam yang harga potensialnya bergantung pada konsentrasi suatu anion yang berikatan dengan ion yang berasal dari elektroda membentuk endapan atau ion kompleks yang stabil. Contoh elektroda perak untuk penentuan halida.
- 3) Elektroda jenis ketiga, elektroda logam yang harga potensialnya bergantung pada konsentrasi ion logam lainnya. Contohnya elektroda Hg untuk menentukan konsentrasi Ca^{2+} , Zn^{2+} atau Cd^{2+} .
- 4) Elektroda redoks, logam yang dapat menjadi elektroda indikator seperti platina, emas dan paladium. Fungsi logam yaitu untuk membangkitkan kecenderungan sistem dalam mengambil atau melepas elektron, namun logam tidak ikut serta nyata dalam reaksi redoks.

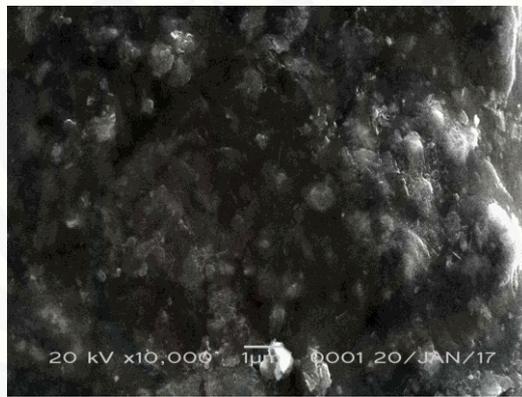
b. Elektroda Membran

Elektroda membran dikenal dengan *ion-selective electrode* (ISE) karena selektifitas yang tinggi (Skoog *et al.*, 2007). ISE merupakan elektroda indikator yang mampu secara selektif mengukur aktivitas spesies ion. Elektroda ini memiliki respon yang cepat dan *linear range* yang besar, tidak terpengaruh oleh warna atau kekeruhan, tidak merusak (nondestruktif) sampel, dan sangat murah (Wang, 1994).

2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan salah satu instrumen mikroskop elektron dengan prinsip difraksi elektron. Prinsip kerja SEM yaitu

difraksi elektron, dengan cara menembakan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan sampel kemudian berkas elektron yang mengenai permukaan sampel akan menghasilkan pantulan berupa berkas elektron sekunder yang memancarkan ke segala arah. Berkas elektron sekunder yang memancar ke segala arah ini akan tertangkap oleh detektor kemudian informasi dari detektor dilanjutkan ke *transducer* yang berfungsi mengubah signal menjadi *image*. *Image* yang tergambar diperoleh dari berkas elektron sekunder yang terpancar secara acak sehingga dapat memberikan informasi morfologi permukaan (Egerton, 2005).



Gambar 2.4 Struktur morfologi elektrodeposisi kobalt-karbon
(Sumber: Rahmi, 2018)

Karakterisasi morfologi permukaan menggunakan SEM berfungsi untuk mengetahui tekstur, ukuran dan susunan partikel dalam suatu sampel. SEM merupakan mikroskop elektron yang digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dalam skala mikro dan nano. Teknik analisa SEM menggunakan elektron yang berinteraksi dengan atom-atom pada sampel sehingga membuat sampel menghasilkan sinyal yang memberikan informasi mengenai komposisi dan sifat-sifat lainnya pada sampel (Egerton, 2005).

2.5 Spektrofotometri

Spektrofotometer adalah salah satu instrumen yang digunakan untuk mengukur transmitans atau absorbans suatu sampel sebagai fungsi panjang

gelombang (Day dan Underwood, 1998). Spektrofotometer terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrometer berfungsi menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, sedangkan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang (Khopkar, 1990).

Khopkar (1990) menyatakan bahwa spektroskopi absorpsi didasarkan pada hukum Lambert-Beer. Setiap cahaya yang dilewatkan pada suatu larutan maka sebagian cahaya yang datang (P_0) akan diserap (P_a), dipantulkan (P_r), dan diteruskan (P_t). Namun, cahaya yang dipantulkan sangat kecil sekali ($\sim 4\%$) sehingga untuk menyederhanakannya diperoleh persamaan:

$$P_0 = P_a + P_t$$

Dari hukum Lambert-Beer diperoleh hubungan sebagai berikut:

$$T = \frac{P_t}{P_0} = 10^{-abc}$$

b = jarak tempuh optik, c = konsentrasi

$$\log(T) = \log\left(\frac{P_t}{P_0}\right) = -abc$$

a = tetapan absorptivitas, T = transmitansi

$$\log\left(\frac{1}{T}\right) = \log\left(\frac{P_0}{P_t}\right) = abc = A$$

A = absorbansi

$$-\log(T) \text{ i. e. } A = abc$$

$$A = abc$$

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai dengan September 2018 di Laboratorium Analitik dan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

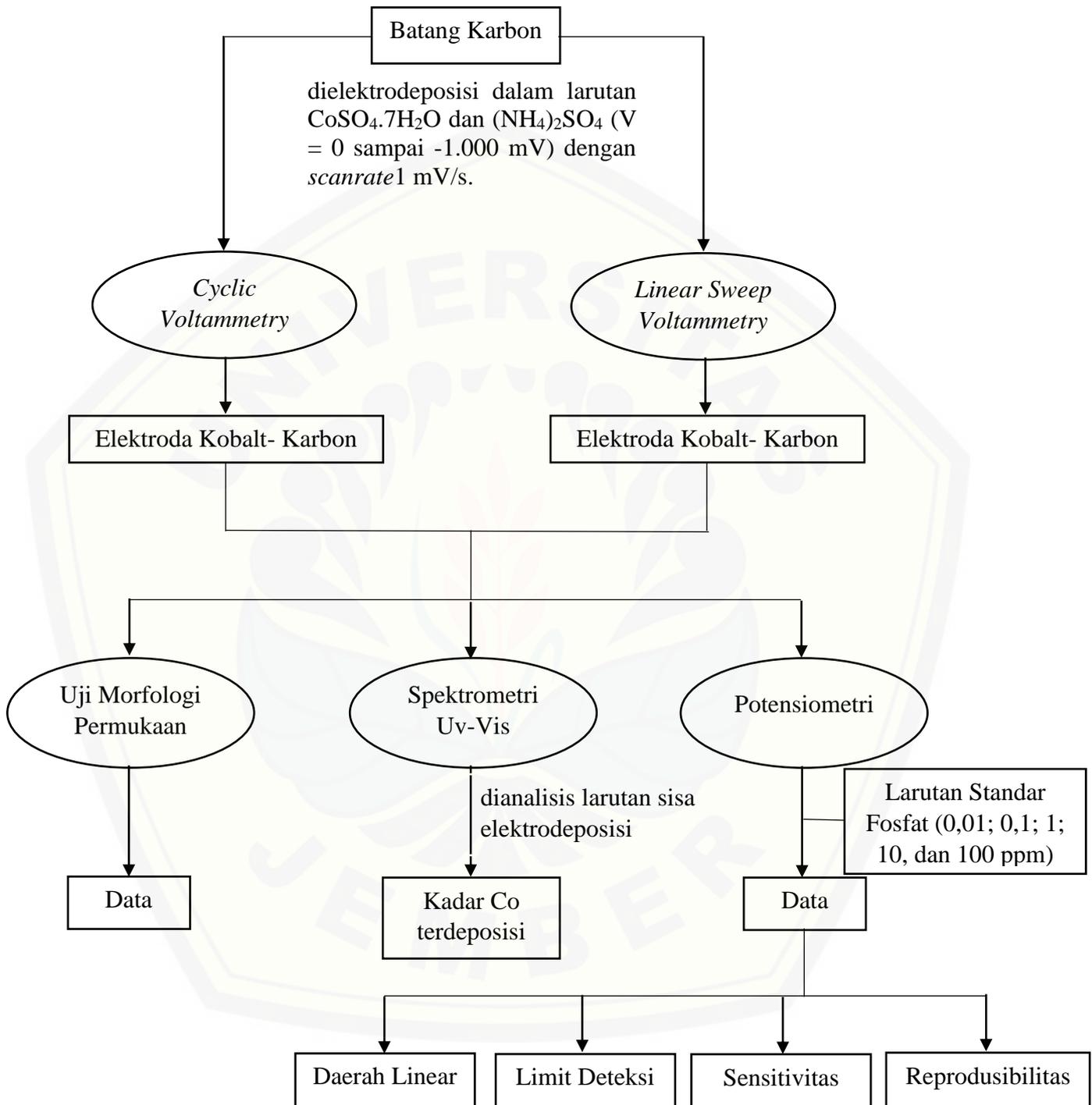
3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi set alat gelas Laboratorium Kimia, pengaduk, *magnetic stirrer* dan anaknya, neraca analitik, pHmeter Jenway, elektroda referensi Ag/AgCl, elektroda kerja karbon, elektroda bantu *Stainless Steel*, multimeter Sanwa PC 500, spektrometri UV-Vis, spatula logam, botol semprot, dan *ball* pipet.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi batang karbon, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck, Mr:156,02 g/mol), KHP (Merck, Mr:204,22 g/mol), HCl (Merck, 37%), $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (Merck, Mr:132,14 g/mol), $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Merck, Mr:281,0 g/mol), bubuk alumina, NH_4OH encer (Merck, Mr:35,05 g/mol), KSCN (Merck, Mr:97,18 g/mol), aseton (Merck, Mr:58,08 g/mol), akuades dan akuademin.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan larutan NH_4OH 0,02 M

Larutan NH_4OH 0,02 M dibuat dengan cara mengencerkan larutan NH_4OH 30%. Labu ukur 50 mL terlebih dahulu diisi dengan akuades secukupnya, kemudian dimasukkan NH_4OH 30% sebanyak 0,13 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

b. Pembuatan larutan ISA (*Ionic Strength Adjustor*) 0,025 M pH 4

Larutan ISA 0,025 M dibuat dengan menimbang padatan KHP 0,510 gram dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut kemudian diatur pHnya menjadi 4 dengan menambahkan 0,025 M HCl.

c. Pembuatan larutan HCl 6 M

Larutan HCl 6 M dibuat dengan cara mengisi labu ukur 50 mL dengan akuades setengah bagian kemudian ditambahkan larutan HCl 37% sebanyak 24,88 mL.

d. Pembuatan larutan KSCN 50%

Larutan KSCN 50% dibuat dengan menimbang padatan KSCN 47,23 gram dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

e. Pembuatan larutan induk kobalt 0,02 M

Larutan induk kobalt 0,02 M dibuat dengan cara menimbang padatan $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,48 gram yang dilarutkan dengan 10 mL akuades, kemudian dimasukkan ke dalam 100 mL labu ukur dengan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

f. Pembuatan larutan standar kobalt

Larutan standar kobalt konsentrasi 0,015; 0,0125; 0,01; 0,0075; 0,005; 0,0025 M dibuat dengan cara memipet 7,5; 6,25; 5; 3,75; 2,5; 1,25 mL larutan induk kobalt 0,02 M, kemudian masing-masing konsentrasi diencerkan ke dalam labu ukur 10 mL menggunakan akuades.

g. Pembuatan larutan induk fosfat 1000 ppm

Larutan standar fosfat dibuat dengan cara menimbang 1,64gram natrium hidrogen fosfat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Padatan dilarutkan dalam 20 mL akuademin, dimasukkan ke dalam labu ukur 1000mL dan ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

h. Pembuatan larutan standar fosfat

Pembuatan larutan standar fosfat 0,01; 0,1; 1; 10, dan 100 ppm dilakukan dengan cara memipet 10 mL larutan standar 0,1; 1, 10, 100 dan 1000 ppm. Selanjutnya diencerkan pada labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

3.4.2 Pembuatan Elektroda Kerja Kobalt-Karbon

a. Pembuatan elektroda karbon

Pembuatan elektroda karbon dilakukan dengan cara mengambil batang karbon dari baterai ABC 1,5 V ukuran AA. Bagian permukaan batang karbon dilapisi (kecuali bagian bawah) dengan epoksi resin. Bagian bawahnya diampelas dengan alumina 0,5 μm . Elektroda dibilas dengan aquades dan ditempatkan pada ultrasonic cleaning bath selama 8 menit. Setelah itu, elektroda dibiarkan kering pada suhu ruang.

b. Pembuatan larutan menggunakan ammonium sulfat

Pembuatan larutan dilakukan dengan menyiapkan reagen $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam aquades hingga konsentrasi 0,01 M. Larutan ditambahkan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 1 M. Larutan dibuat dengan mengatur pH menjadi 6 dengan menambahkan NH_4OH encer (Grujicic dan Batric, 2004).

c. Proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon dengan metode *linear sweep voltammetry* (LSV)

Elektrodeposisi kobalt pada karbon dilakukan dengan metode *Linear Sweep Voltammetry* yaitu dengan menggunakan 3 elektroda, meliputi elektroda karbon sebagai elektroda kerja, *Stainless Steel* sebagai elektroda bantu, dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Elektrodeposisi dilakukan pada daerah potensial antara 0 sampai -1.000 mV dengan *scanrate* 1 mV/s. Prosedur ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

- d. Proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon dengan metode *cyclic voltammetry* (CV)

Elektrodeposisi kobalt pada karbon dilakukan dengan metode *Cyclic Voltammetry* yaitu dengan menggunakan 3 elektroda, meliputi elektroda karbon sebagai elektroda kerja, *Stainless Steel* sebagai elektroda bantu, dan *Ag/AgCl* sebagai elektroda pembanding. Elektrodeposisi dilakukan dengan memberikan daerah potensial antara 0 sampai -1.000 mV dan dengan *scanrate* 1 mV/s. Prosedur ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

- e. Karakterisasi menggunakan metode SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Karakterisasi uji SEM untuk elektroda Kobalt-Karbon dilakukan pada tegangan 20 kV dan perbesaran 10000 kali. Sampel yang akan dikarakterisasi berbentuk padatan serbuk ukuran nano. Sampel diletakkan dan ditempel di atas SEM *specimen holder* dengan menggunakan *carbon double tipe* dengan bagian penampang lintang (*cross section*) mengarah vertikal ke atas atau lensa obyektif. Karakteristik menggunakan SEM menghasilkan struktur morfologi pada permukaan sampel tersebut.

- f. Pengukuran Sisa Kobalt Dengan Spektrometri UV-Vis

- a. Pengukuran *scanning* panjang gelombang

Pengukuran *scanning* dilakukan dengan cara mengambil 2 mL larutan standar kobalt konsentrasi 0,01 M. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 0.8 mL HCL 6 M, 2 mL KSCN 50%, dan 4,8 mL aseton. Campuran tersebut ditambahkan akuades hingga tanda batas. Campuran larutan dihomogenkan, kemudian didiamkan selama 30 menit. Proses *scanning* dilakukan dengan cara memasukkan larutan ke dalam kuvet dan diukur absorbansinya. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 610-630 nm.

- b. Pembuatan kurva kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara mengambil 2 mL larutan standar kobalt konsentrasi 0,015; 0,0125; 0,01; 0,0075; 0,005; 0,0025 M. Masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 0.8 mL HCL 6 M, 2 mL KSCN 50%, dan 4,8 mL aseton. Campuran tersebut ditambahkan akuades hingga tanda batas. Campuran larutan dihomogenkan, kemudian

didiamkan selama 30 menit. Pengukuran absorbansinya dilakukan dengan cara memasukkan larutan ke dalam kuvet kemudian diukur dengan spektrometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali.

c. Pengukuran kobalt dari larutan sisa deposisi

Larutan sisa deposisi diambil 2 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan 0.8 mL HCL 6 M, 2 mL KSCN 50%, dan 4,8 mL aseton. Campuran tersebut ditambahkan akuades hingga tanda batas. Campuran larutan dihomogenkan, kemudian didiamkan selama 30 menit. Pengukuran absorbansinya dilakukan dengan cara memasukkan larutan ke dalam kuvet kemudian diukur dengan spektrometer UV Vis pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali.

3.4.3 Uji Efektifitas Elektroda Kobalt-Karbon Dengan Potensiometri

Uji Efektifitas Elektroda Kobalt-Karbon Dengan Potensiometri yaitu mendeteksi fosfat dengan mengambil masing-masing 10 mL larutan fosfat (0,01; 0,1; 1; 10; dan 100 ppm) dan dimasukkan ke dalam gelas piala. Kemudian ditambahkan 0,2 mL larutan ISA (Chen *et al.*, 1998) pada masing-masing konsentrasi. Larutan dihomogenkan dengan *stirer magnetic* dan dicelupkan elektroda kobalt-karbon serta elektroda referensi untuk mengukur beda potensial larutan hingga beda potensial yang dihasilkan stabil. Beda potensial yang terbaca pada multimeter dicatat. Prosedur ini dilakukan dari konsentrasi kecil ke besar dan diulangi sebanyak 3 kali. Kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan mengplotkan sumbu x dan y. Sumbu x untuk log konsentrasi dan sumbu y untuk beda potensial. Dilakukan langkah yang sama untuk elektroda kobalt.

Data kurva kalibrasi akan digunakan untuk menentukan beberapa hal diantaranya:

a. Daerah linier

Daerah linier didapatkan dari kurva kalibrasi yang dibuat dengan mengplotkan antara sumbu x dan sumbu y. Data yang diplotkan merupakan hasil pengukuran larutan standar. Variasi konsentrasi larutan standar sebagai sumbu x dan beda potensial yang dihasilkan sebagai sumbu y. Kurva yang dibuat

menghasilkan hubungan linear yang ditunjukkan dengan koefisien korelasi (r). Persamaan garis lurusnya adalah sebagai berikut:

$$y = ax + b$$

dimana y merupakan variabel terikat, hasil dari perubahan x yang merupakan variabel bebas. a menunjukkan slope atau kemiringan dan b adalah intersep (Jeffery, *et al.*, 1991).

b. Limit deteksi

Limit deteksi ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

Dimana:

y = beda potensial (mV);
 y_i = beda potensial teoritis (mV);
 n = jumlah pengukuran;
 $S(y/x)$ = simpangan baku
 (Skoog, *et al.*, 2007).

c. Sensitivitas

Sensitivitas sebuah instrumen atau metode merupakan ukuran kemampuan instrumen atau metode untuk mendeteksi perbedaan konsentrasi analit yang kecil. Menurut IUPAC dalam Skoog *et al.* (2007), sensitivitas adalah slope atau kemiringan dari kurva kalibrasi. Nilai sensitivitas dihasilkan dari slope kurva larutan standar fosfat.

d. Reprodusibilitas

Reprodusibilitas merupakan pengulangan percobaan dengan menggunakan waktu, metode atau laboratorium yang berbeda (Miller dan Miller, 1991). Pengulangan percobaan yang dilakukan diharapkan menghasilkan limit antar percobaan yang sekecil mungkin (Caulcutt, 1995). Hasil pengulangan dapat dinyatakan sebagai koefisien variasi dari simpangan induk.

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

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

Dimana:

SD = standart deviasi

x = potensial yang dihasilkan

\bar{x} = potensial rata-rata sampel

n = jumlah pengulangan

Kv = koefisien variasi

(Miller dan Miller, 1991).



BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan dari penelitian ini yaitu:

1. Elektrodeposisi kobalt dari $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ pada elektroda karbon dengan metode *Linear Sweep Voltammetry* menunjukkan hasil yang lebih baik dari pada elektrodeposisi dengan metode *Cyclic Voltammetry*. Hasil ini didukung dengan data dari analisis SEM dan Spektrometri UV-Vis.
2. Kinerja elektroda kobalt-karbon dalam mengukur fosfat secara potensiometri memiliki daerah linear pada konsentrasi 0,01 ppm hingga 100 ppm, limit deteksi sebesar 1,43 ppm, nilai sensitivitas yang dihasilkan sebesar 31,7 mV/dekade, dan reproduibilitas dilihat dari parameter nilai Kv yaitu terendah sebesar 0,07% dan tertinggi sebesar 0,68%.

5.2 Saran

Adapun saran dari penelitian ini yaitu:

1. Pengujian terhadap adanya reduksi ion hidrogen sebaiknya dilakukan pada penelitian selanjutnya.
2. Analisis SEM dilakukan menggunakan SEM-EDX agar dapat diketahui lebih detail mengenai adanya unsur lain yang terbentuk, terutama adanya unsur hidrogen.

DAFTAR PUSTAKA

- Agbenin, J.O. dan B.V. Rajj. 2001. Kinetics and Energetics of Phosphate Released from Tropical Soils Determined by Mixed-Ion Exchange Resin. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 65: 1108-1114.
- Atkins, P. dan De Paula, J. 2006. *Physical Chemistry*. Eight Edition. New York: Oxford University Press.
- Caulcut, R. dan Boddy, R. 1995. *Statistics for Analytical Chemists*. London: Chapman & Hall.
- Chen, Z., Grierson, P. dan Adams, M. A. 1998. Direct Determination of Phosphate in Soil Extracts by Potentiometric Flow Injection Using A Cobalt Wire Electrode [on line]. *J. Anal. Chem Acta.* 363 (2-3): (191-197).
- Cohen, H., Kaplan, W. D. dan Joseph, Y. 2002. Structure of Electrodeposited Cobalt. *J. Electrochem and Solid-State* (2002). 5(8): C75–C78.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1998. *Quantitative Analysis*. Sixth Edition. New Jersey: Prentice-Hall Inc. Terjemahan oleh I. Sopyan. 2002. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Jakarta: Erlangga.
- Doberman, A. dan Fairhurst, T. 2000. *Rice Nutrient Disorders and Nutrient Management*. Canada: PPIC.
- Egerton, Ray F. 2005. *Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM and AEM*. Kanada: University of Alberta.
- Elfiati, D. 2005. *Peranan Mikroba Pelarut Fosfat Terhadap Pertumbuhan Tanaman*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Floate, S., Hyde, M. dan Compton, R. G. 2002. Electrochemical and AFM Studies of the Electrodeposition of Cobalt on Glassy Carbon: an Analysis of the Effect of Ultrasound. *J. Electroanalytical. Chemistry.* 523 (2002) 49–63.

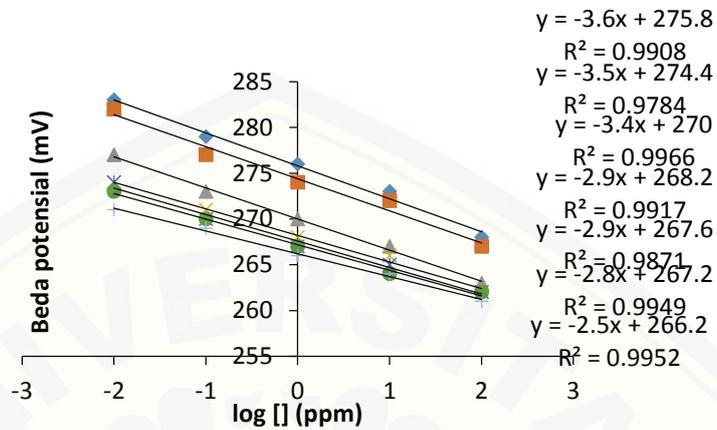
- Grujicic, D. Dan Batric, P. 2004. Elektrochemical and AFM Study of Cobalt Nucleation Mechanisms on Glassy Carbon from Ammonium Sulfate Solutions. *J. Electrochem. Acta.* 49 (2004) 4719-4732.
- Hanafiah, K. A. 2012. *Dasar-dasar Ilmu Tanah. Edisi Kelima.* Jakarta: Rajawali Pers.
- Hardjowigeno, S. 1989. *Ilmu Tanah. Edisi Revisi.* Jakarta: Mediyatama Sarana Perkasa.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry.* USA: McGraw Hill.
- Hendayana, Kadarohman, Sumarna, dan Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen. Edisi Kesatu.* Semarang: IKIP Semarang Press.
- Huriyati, S.E., Abdul, H. dan Didik, S.W. 2010. Kualitas dan Morfologi Hasil Elektrodeposisi Kobal pada Substrat Tembaga Terhadap Pengaruh Rapat Arus dan Asam Borat. *J. Sains dan Matematika.* 18 (2010) 63-67. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Jeffery, G. H., Basset, J. Mendham, J. dan Denney, R. C. 1991. *Quantitative Chemical Analysis. Fifth Edition.* New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Kellner, R., Mermert, J. M., Otto, M., dan Winder, H. M. 1998. *Analytical Chemistry.* Weinheim: Wiley-VHC.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Jakarta: UI Press.
- Kim, H. J., Hummel, J. W., Sudduth, S. J. dan Birrel. 2006. Evaluation of Phosphate Ion-Selective Membranes and Cobalt-Based Electrodes for Soil Nutrient Sensing. *J. Agricultural and Bio Engineers.* ISSN 0001-2351. 50 (2): 415-425.
- Kim, H. J., Hummel, J. W. dan Sudduth, S. J. 2009. Soil Macronutrient Sensing For Precision Agriculture. *J. Environ. Monit.* (2009). 11, 1810–1824.

- Kiss, K. E. 1986. *Spectrophotometric Determination Of Ions Of Various Element. 28 September 1986*. Departement of General and Analytical Chemistry. Technical University. H-1521 Budapest.
- Liu, Y., Zhejun, L., Yicheng, W. dan Wei, W. 2013. Electrochemical Reduction Process of Co(II) in Citrate Solution. *J. Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 24(2014).876–883.
- Mendoza, H., Robles, J. dan Palomar, P. 2002. Nucleation and growth of cobalt onto different substrates: Part I. Underpotential deposition onto a gold electrode. *J. Electroanal. Chem.* 521, 95–106.
- Meruva, R. K. dan Mark, E. M. 1996. Mixed Potential Response Mechanisme of Cobalt Electrodes Toward Inorganic Phosphate. *J. Anal. Chem.* 68. No.13: 2022-2026.
- Miller, J. C. dan Miller, J. N. *Statistika untuk Kimia Analitik. Edisi Kedua*. Terjemahan oleh Suroso. 1991. Bandung: ITB.
- Nury, Sulistyarti dan Atikah. 2015. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dan pH Optimum dalam Pembuatan Tes Kit Sianida Berdasarkan Pembentukan Hidrindatin. *Kimia Student Journal*. 1. No. 1, pp. 711-717.
- Pardave, M. P., Scharifker, B. R., Arce, E. M. dan Romo, M. R. 2005. Nucleation and Diffusion-Controlled Growth of Electroactive Centers Reduction of protons During Cobalt Electrodeposition. *J. Electrochem. Acta.* 50. pp. 4736-4745.
- Prentice, G. 1991. *Electrochemical Engineering Principles*. New Jersey: Prentice-Hall Inc.
- Rahmi, M. 2018. Optimasi Deposisi Kobalt pada Karbon sebagai Elektroda Selektif Ion Fosfat Menggunakan Larutan Ammonium Sulfat dan Ammonium Klorida. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Rieger, P. H. 1994. *Electrochemistry*. 2nd edition. USA: Chapman and Hall, Inc.

- Sawyer, D. T., Sobkowiak, A., dan Roberts, J. L. 1995. *Electrochemistry for Chemists. Second Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Skoog, D., Douglas. A., Holler. F., James, West, Donald. M. 1998. *Principles of Instrumental Analysis. 5th ed.* USA: Thompson Learning Inc.
- Skoog, D., Douglas. A., Holler. F., James, West, Donald. M. 2007. *Principles of Instrumental Analysis*. New York: Sounders College Publishing.
- Soto, A. B., Arce, E. M., Pardave, M. P. dan Gonzalez, I. 1996. Electrochemical Nucleation of Cobalt onto Glassy Carbon Electrode from Ammonium Chloride Solutions. *J. Electrochem. Acta*. 41. No. 16. pp. 2647-2655.
- Sukatun, A. R. 2014. Evaluasi Kinerja Metode Potensiometri dengan Ekstraktor Portabel untuk Penentuan Fosfat dalam Tanah. *Skripsi*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Wang, J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. USA: Wiley-VCH. Inc.
- Wang, J. 2000. *Analytical Electrochemistry*. Second Edition. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Winarso, S. 2005. *Kesuburan tanah*. Yogyakarta: Gava Media.

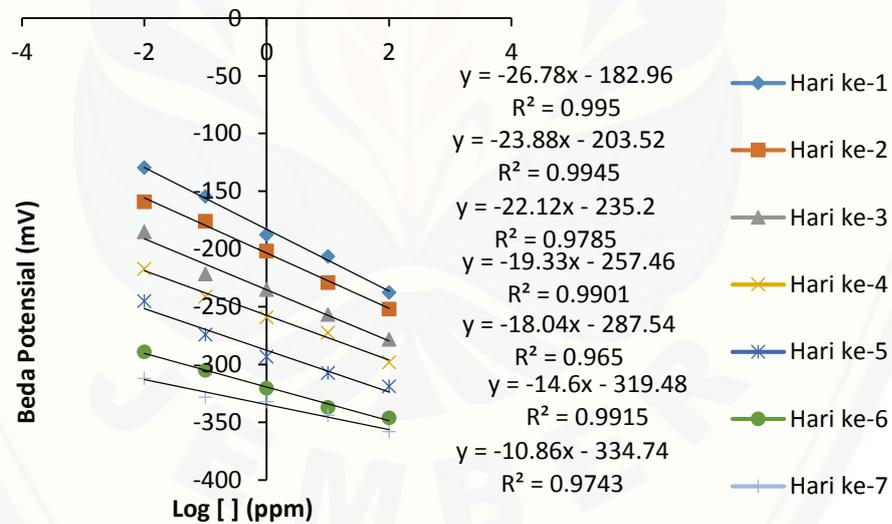
LAMPIRAN A. DATA HASIL UJI EFEKTIFITAS ELEKTRODA KOBALT-KARBON DENGAN POTENSIOMETRI

A.1 Data beda potensial pada pengukuran fosfat dengan elektroda karbon

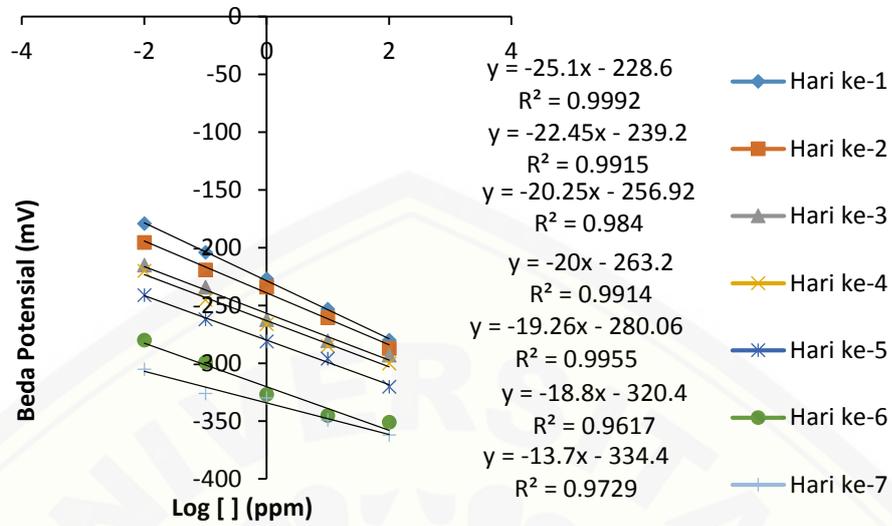


A.2 Data beda potensial pada pengukuran fosfat dengan elektroda kobalt-karbon metode CV

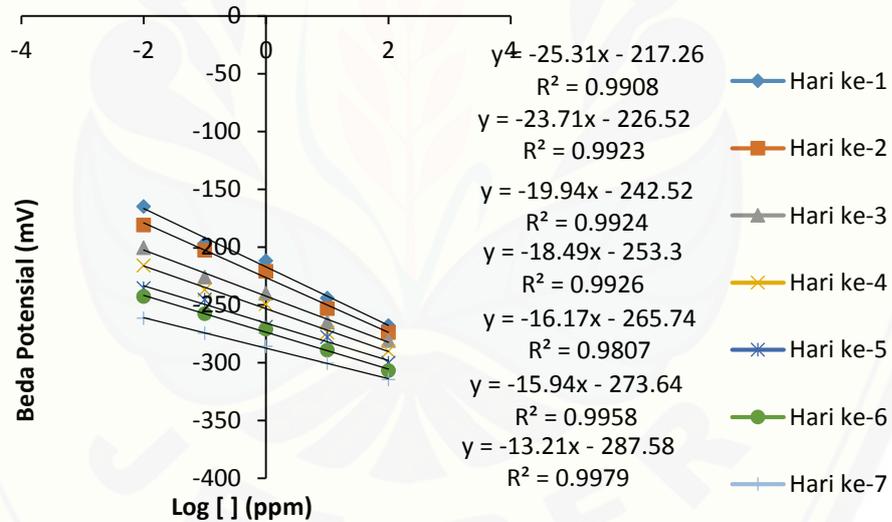
A.2.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1



A.2.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2

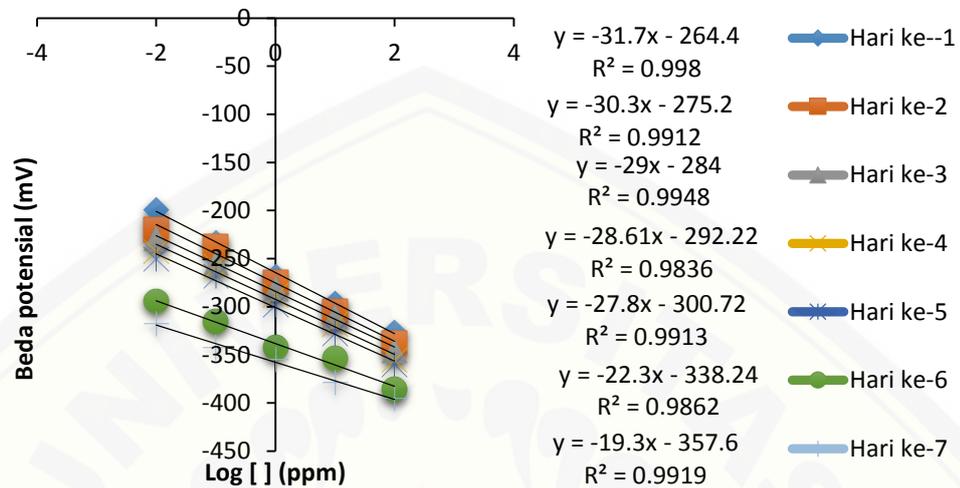


A.2.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3

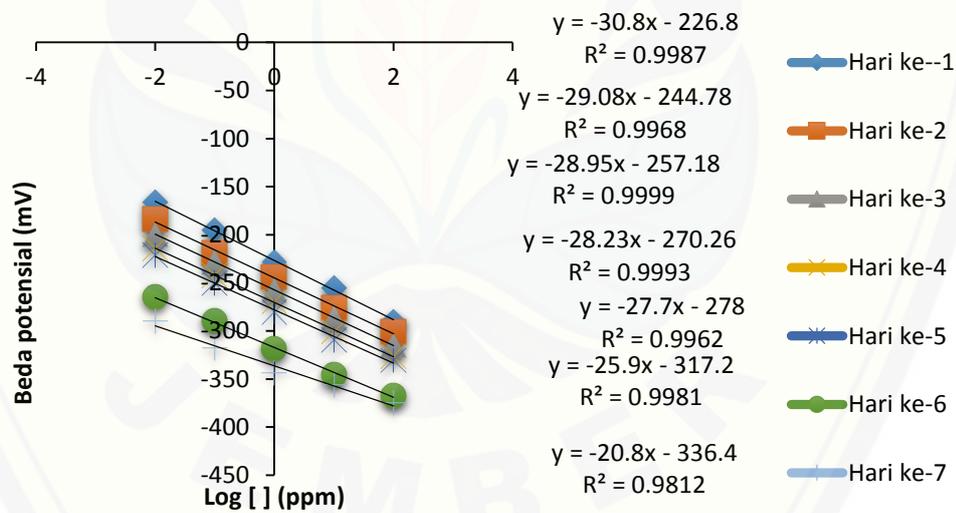


A.3 Data beda potensial pada pengukuran fosfat dengan elektroda kobalt-karbon metode LSV

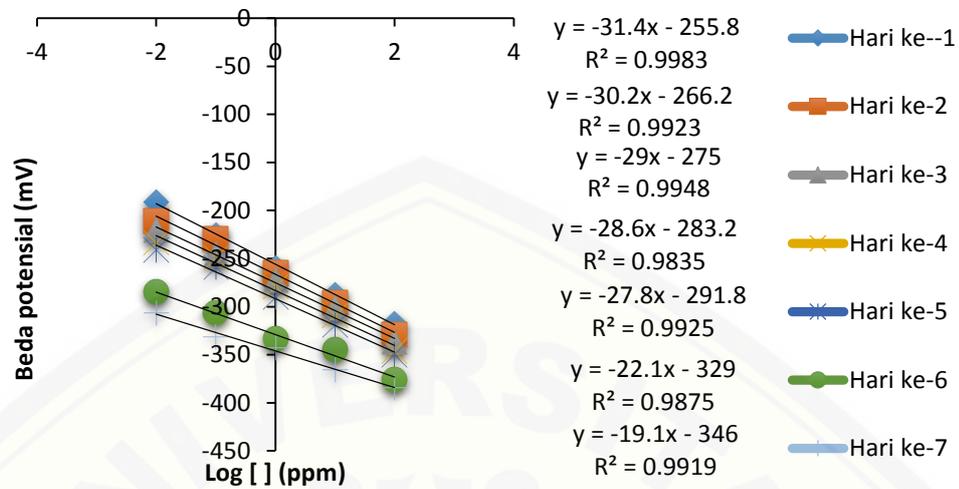
A.3.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1



A.3.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2



A.3.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3



A.4 Karakteristik Potensiometri Metode *Cyclic Voltammetry*

A.4.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-129,4	-129	-130,7	-130	0,89	0,68
0,1	-154,4	-155,2	-155,6	-155	0,61	0,39
1	-187,4	-188,2	-187	-188	0,61	0,32
10	-206,2	-206	-205,9	-206	0,15	0,07
100	-237,4	-237,2	-238	-238	0,42	0,17

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,89}{130} \right] \times 100\% = 0,68\%$$

A.4.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-179	-180	-180	-180	0,58	0,32
0,1	-204	-205	-205	-205	0,58	0,28
1	-227	-228	-227,5	-228	0,50	0,21
10	-253	-253,6	-255	-254	1,03	0,40
100	-280	-279	-280,2	-280	0,64	0,22

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,58}{180} \right] \times 100\% = 0,32\%$$

A.4.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-165	-164,4	-166	-165	0,81	0,49
0,1	-197,1	-199,3	-198	-198	1,11	0,55
1	-212	-211	-213,2	-212	1,10	0,51
10	-244,2	-246,5	-245	-245	1,17	0,47
100	-268	-269	-270	-269	1,00	0,37

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,81}{165} \right] \times 100\% = 0,49\%$$

A.5 Karakteristik Potensiometri Metode *Linear Sweep Voltammetry*

A.5.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-199	-200	-199	-199	0,58	0,29
0,1	-233	-235	-236	-235	1,53	0,65
1	-268	-266	-268	-267	1,15	0,43
10	-296	-298	-297	-297	1,00	0,33
100	-325	-328	-326	-326	1,53	0,46

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,58}{199} \right] \times 100\% = 0,29\%$$

A.5.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-166	-167,1	-166,8	-167	0,57	0,34
0,1	-195	-197	-196,4	-196	1,03	0,52
1	-228	-230	-228,8	-229	1,01	0,43
10	-255	-257	-256	-256	1,00	0,39
100	-290	-290,9	-292	-291	1,00	0,34

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,57}{167} \right] \times 100\% = 0,34\%$$

A.5.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3

Konsentrasi (ppm)	Potensial (mV)			Rata-rata	SD	Kv (%)
	1	2	3			
0,01	-191	-192	-191	-191	0,58	0,30
0,1	-225	-227	-229	-227	2,00	0,88
1	-259	-257	-259	-258	1,15	0,44
10	-287	-289	-286	-287	1,53	0,53
100	-317	-318	-315	-317	1,53	0,48

Misal pengukuran koefisien variasi 0,01 ppm

$$Kv = \left[\frac{SD}{x} \right] \times 100\%$$

$$Kv = \left[\frac{0,58}{191} \right] \times 100\% = 0,30\%$$

A.6 Perhitungan Limit Deteksi Metode *Cyclic Voltammetry*

A.6.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1

Persamaan regresi linear $y = -26,78x - 182,96$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-129,7	-129,4	-0,30	0,09
-1	-155,1	-156,2	1,08	1,17
0	-187,5	-183,0	-4,54	20,6
1	-206	-209,7	3,74	14,0
2	-237,5	-236,5	-0,98	0,96

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{36,8}{5-2}} = \sqrt{12,26} = 3,50$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 3,50}{26,78}$$

$$\text{Log } [LOD] = 0,40$$

$$\text{Antilog } [PO_4^{3-}] = 2,51 \text{ ppm}$$

A.6.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2

Persamaan regresi linear $y = -25,1x - 228,6$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-179,7	-178,4	-1,30	1,69
-1	-204,7	-203,5	-1,2	1,44
0	-227,5	-228,6	1,1	1,21
1	-253,9	-253,7	-0,2	0,04
2	-279,7	-278,8	-0,9	0,81

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{5,2}{5-2}} = \sqrt{1,74} = 1,32$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 1,32}{25,1}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0,158$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 1,43 \text{ ppm}$$

A.6.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3

Persamaan regresi linear $y = -25,31x - 217,26$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-165,1	-166,6	1,54	2,37
-1	-198,1	-192,0	-6,15	37,8
0	-212,1	-217,3	5,16	26,6
1	-245,2	-242,6	-2,63	6,92
2	-269	-267,9	-1,12	1,25

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{75,0}{5-2}} = \sqrt{25} = 5$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 5}{25,31}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0,60$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 3,98 \text{ ppm}$$

A.7 Perhitungan Limit Deteksi Metode *Linear Sweep Voltammetry*

A.7.1 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-1

Persamaan regresi linear $y = -31,7x - 264,4$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-199	-201	2,00	4
-1	-235	-233	-2,3	5,29
0	-267	-264	-2,6	6,8
1	-297	-296	-0,9	0,8
2	-326	-328	1,8	3,24

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{20,1}{5-2}} = \sqrt{6,7} = 2,58$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 2,58}{31,7}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0,24$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 1,73 \text{ ppm}$$

A.7.2 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-2

Persamaan regresi linear $y = -30,8x - 226,8$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-166,6	-165,2	-1,40	1,96
-1	-196,1	-196	-0,1	0,01
0	-228,9	-226,8	-2,1	4,41
1	-256	-257,6	1,6	2,56
2	-291	-288,4	-2,6	6,76

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{15,7}{5-2}} = \sqrt{5,23} = 2,28$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 2,28}{30,8}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0,22$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 1,65 \text{ ppm}$$

A.7.3 Elektroda kobalt-karbon pengulangan ke-3

Persamaan regresi linear $y = -31,4x - 255,8$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-191	-193,0	2,00	4,00
-1	-227	-224,4	-2,6	6,8
0	-258	-255,8	-2,2	4,8
1	-287	-287,2	0,2	0,04
2	-317	-318,6	1,6	2,56

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{18,2}{5-2}} = \sqrt{6,06} = 2,46$$

$$LOD = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 2,46}{31,4}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0,23$$

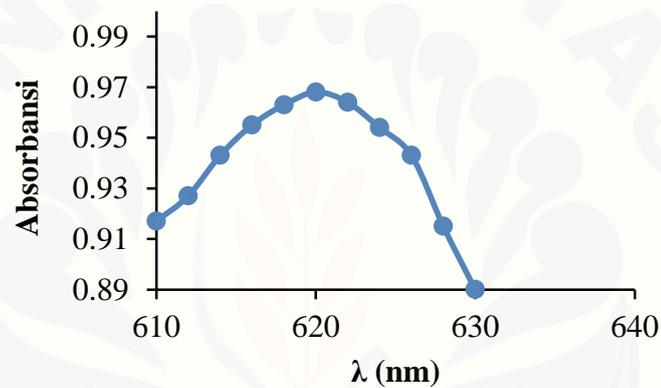
$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 1,70 \text{ ppm}$$

LAMPIRAN B. DATA HASIL PENGUKURAN SISA KOBALT DENGAN SPEKTROMETRI UV-VisB.1 Data *Scanning* Panjang Gelombang

Lambda (nm)	Absorbansi	Lambda (nm)	Absorbansi
400	0,035	560	0,176
410	0,032	570	0,343
420	0,029	580	0,504
430	0,028	590	0,549
440	0,027	600	0,750
450	0,028	610	0,906
460	0,029	620	0,963
470	0,030	630	0,876
480	0,031	640	0,710
490	0,032	650	0,496
500	0,032	660	0,245
510	0,029	670	0,095
520	0,028	680	0,044
530	0,031	690	0,022
540	0,045	700	0,015
550	0,080		

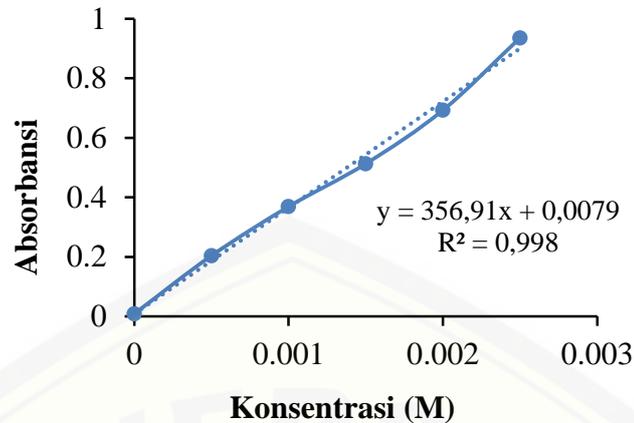
B.2 Penentuan panjang gelombang maksimum

Lambda (nm)	Absorbansi	Lambda (nm)	Absorbansi
610	0,917	622	0,964
612	0,927	624	0,954
614	0,943	626	0,943
616	0,955	628	0,915
618	0,963	630	0,890
620	0,968		



B.3 Pembuatan kurva kalibrasi

Konsentrasi (M)	Absorbansi			Rata-rata
	I	II	III	
0,0025	0,937	0,936	0,936	0,936
0,0020	0,693	0,693	0,693	0,693
0,0015	0,513	0,513	0,514	0,513
0,0010	0,369	0,369	0,368	0,369
0,0005	0,204	0,204	0,204	0,204
0	0,009	0,009	0,009	0,009



B.4 Hasil pengukuran kobalt dari larutan sisa deposisi metode *Cyclic Voltammetry*

Ulangan ke-	Absorbansi	[Co] mula-mula (mol/L)	[Co] sisa (mol/L)	[Co] terdeposisi (mol/L)	m Co terdeposisi (gram)
1	0,350	0,01	$9,58 \times 10^{-3}$	$4,2 \times 10^{-4}$	$5,90 \times 10^{-3}$
2	0,351	0,01	$9,61 \times 10^{-3}$	$3,9 \times 10^{-4}$	$5,47 \times 10^{-3}$
3	0,353	0,01	$9,66 \times 10^{-3}$	$3,4 \times 10^{-4}$	$4,77 \times 10^{-3}$

- [Co] mula-mula

$$A = 0,388$$

$$y = 356,91x + 0,0079$$

$$0,388 = 356,91x + 0,0079$$

$$0,3801 = 356,91x$$

$$x = 0,001$$

$$x = [\text{Co}] \text{ mula - mula} = 0,001x \text{ fp}$$

$$x = [\text{Co}] \text{ mula - mula} = 0,001x \cdot 10 = 0,01 \text{ M}$$

- Pengulangan ke-1

$$A = 0,350$$

$$y = 356,91x + 0,0079$$

$$0,350 = 356,91x + 0,0079$$

$$0,342 = 356,91x$$

$$x = 9,58 \times 10^{-4}$$

$$x = [\text{Co}] \text{ sisa} = 9,58 \times 10^{-4} x \text{ fp}$$

$$x = [\text{Co}] \text{ sisa} = 9,58 \times 10^{-4} x \cdot 10 = 9,58 \times 10^{-3}$$

$$[\text{Co}] \text{ mula - mula} = 0,01 \text{ M}$$

$$[\text{Co}] \text{ terdeposisi} = [\text{Co}] \text{ mula - mula} - [\text{Co}] \text{ sisa}$$

$$= 0,01 - 9,58 \times 10^{-3}$$

$$= 4,2 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = M \times Mr \times v$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = 4,2 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{\text{L}} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 5,90 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

- Pengulangan ke-2

$$A = 0,351$$

$$\begin{aligned}
 y &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,351 &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,343 &= 356,91x \\
 x &= 9,61 \times 10^{-4} \\
 x &= [\] \text{ sisa} = 9,61 \times 10^{-4} \times fp \\
 x &= [\] \text{ sisa} = 9,61 \times 10^{-4} \times 10 = 9,61 \times 10^{-3} \\
 [\] \text{ mula} - \text{mula} &= 0,01 \text{ M} \\
 [\] \text{ Co terdeposisi} &= [\] \text{ mula} - \text{mula} - [\] \text{ sisa} \\
 &= 0,01 - 9,61 \times 10^{-3} \\
 &= 3,9 \times 10^{-4} \text{ M} \\
 m \text{ Co terdeposisi} &= M \times Mr \times v \\
 m \text{ Co terdeposisi} &= 3,9 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{\text{L}} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 5,47 \times 10^{-3} \text{ gram}
 \end{aligned}$$

- Pengulangan ke-3

$$\begin{aligned}
 A &= 0,353 \\
 y &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,353 &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,345 &= 356,91x \\
 x &= 9,66 \times 10^{-4} \\
 x &= [\] \text{ sisa} = 9,66 \times 10^{-4} \times fp \\
 x &= [\] \text{ sisa} = 9,66 \times 10^{-4} \times 10 = 9,66 \times 10^{-3} \\
 [\] \text{ mula} - \text{mula} &= 0,01 \text{ M} \\
 [\] \text{ Co terdeposisi} &= [\] \text{ mula} - \text{mula} - [\] \text{ sisa} \\
 &= 0,01 - 9,66 \times 10^{-3} \\
 &= 3,4 \times 10^{-4} \text{ M} \\
 m \text{ Co terdeposisi} &= M \times Mr \times v \\
 m \text{ Co terdeposisi} &= 3,4 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{\text{L}} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 4,77 \times 10^{-3} \text{ gram}
 \end{aligned}$$

B.5 Hasil pengukuran kobalt dari larutan sisa deposisi metode *Linear Sweep Voltammetry*

Ulangan ke-	Absorbansi	[Co] mula-mula (mol/L)	[Co] sisa (mol/L)	[Co] terdeposisi (mol/L)	m Co terdeposisi (gram)
1	0,346	0,01	$9,40 \times 10^{-3}$	$6,0 \times 10^{-4}$	$8,43 \times 10^{-3}$
2	0,344	0,01	$9,41 \times 10^{-3}$	$5,9 \times 10^{-4}$	$8,28 \times 10^{-3}$
3	0,347	0,01	$9,49 \times 10^{-3}$	$5,1 \times 10^{-4}$	$7,16 \times 10^{-3}$

- [Co] mula-mula

$$\begin{aligned}
 A &= 0,388 \\
 y &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,388 &= 356,91x + 0,0079 \\
 0,3801 &= 356,91x \\
 x &= 0,001
 \end{aligned}$$

$$x = [Co] \text{ mula} - \text{mula} = 0,001x \text{ fp}$$

$$x = [Co] \text{mula} - \text{mula} = 0,001x \cdot 10 = 0,01 \text{ M}$$

- Pengulangan ke-1

$$A = 0,346$$

$$y = 356,91x + 0,0079$$

$$0,346 = 356,91x + 0,0079$$

$$0,338 = 356,91x$$

$$x = 0,00094$$

$$x = [] \text{ sisa} = 0,00094 \text{ x fp}$$

$$x = [] \text{ sisa} = 0,00094 \times 10 = 0,0094$$

$$[] \text{ mula} - \text{mula} = 0,01 \text{ M}$$

$$[] \text{ Co terdeposisi} = [] \text{ mula} - \text{mula} - [] \text{ sisa}$$

$$= 0,01 - 0,0094$$

$$= 6 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = M \times Mr \times v$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = 6 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{L} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 8,43 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

- Pengulangan ke-2

$$A = 0,344$$

$$y = 356,91x + 0,0079$$

$$0,344 = 356,91x + 0,0079$$

$$0,3361 = 356,91x$$

$$x = 0,000941$$

$$x = [] \text{ sisa} = 0,000941 \text{ x fp}$$

$$x = [] \text{ sisa} = 0,000941 \times 10 = 0,00941$$

$$[] \text{ mula} - \text{mula} = 0,01 \text{ M}$$

$$[] \text{ Co terdeposisi} = [] \text{ mula} - \text{mula} - [] \text{ sisa}$$

$$= 0,01 - 0,00941$$

$$= 5,9 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = M \times Mr \times v$$

$$m \text{ Co terdeposisi} = 5,9 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{L} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 8,28 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

- Pengulangan ke-3

$$A = 0,347$$

$$y = 356,91x + 0,0079$$

$$0,347 = 356,91x + 0,0079$$

$$0,339 = 356,91x$$

$$x = 9,49 \times 10^{-4}$$

$$x = [] \text{ sisa} = 9,49 \times 10^{-4} \text{ x fp}$$

$$x = [] \text{ sisa} = 9,49 \times 10^{-4} \times 10 = 9,49 \times 10^{-3}$$

$$[] \text{ mula} - \text{mula} = 0,01 \text{ M}$$

$$[] \text{ Co terdeposisi} = [] \text{ mula} - \text{mula} - [] \text{ sisa}$$

$$= 0,01 - 9,49 \times 10^{-3}$$

$$= 9,49 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$\begin{aligned}m_{\text{Co terdepositasi}} &= M \times Mr \times v \\m_{\text{Co terdepositasi}} &= 9,49 \times \frac{10^{-4} \text{ mol}}{L} \times 281,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,05 L \\&= 7,16 \times 10^{-3} \text{ gram}\end{aligned}$$

