



**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINIER SWEEP VOLTAMMETRY*
PADA ELEKTRODEPOSISI $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON
SEBAGAI SENSOR POTENSIOMETRIK FOSFAT**

SKRIPSI

Oleh

Umi Sahrin Ni'mah

NIM 131810301029

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2019



**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINIER SWEEP VOLTAMMETRY*
PADA ELEKTRODEPOSISI $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON
SEBAGAI SENSOR POTENSIOMETRIK FOSFAT**

SKRIPSI

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

Oleh

**Umi Sahun Ni'mah
NIM 131810301029**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Keluarga tercinta, Ayahanda Jazuli (Alm), Ibunda Komsiyah, Kakak-kakak Siti Hurin Munawaroh, Siti Nursana Musa'adah, Umi Anisrotul Jama'in, Kakak ipar Mas Warsana, Mas Eksan, Mas Amri. Keponakan Aqilla, Omar, Alifa, Azzam, dan Syifa. Alhamdulillah telah tercapainya cita-cita bapak dan mami untuk menuntaskan pendidikan putri-putrinya;
2. Keluarga tercinta yang setia mendukung baik moril dan materiil, mendoakan, mendidik, memberi kasih sayang, dan pengorbanan yang tidak terhingga selama ini;
3. Bapak/Ibu guru TPQ Al-Arif Tawang-Sumberbendo, TK Kusuma Mulia Gedangsewu, SDN Sumberbendo II, MTsN 1 Kediri, MAN 4 Kediri, bapak/ibu dosen kimia, teknisi jurusan kimia, dan segenap karyawan FMIPA Universitas Jember yang telah membimbing dan memberikan ilmu, serta pengalamannya;
4. Kawan seperjuangan KIMIA 2013 (TITANIUM), Pengurus HIMAKI periode 2015/2016, keluarga besar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, serta almamater Universitas Jember.
5. Teman-teman kosan Asrama Putri PKP-RI Jember (Irma, Devira, Akhis, Kristin, Avivah, Ica, Dwi, Dian, dll), teman-teman KKN 53, terima kasih atas semangat, bantuan, saran, perhatian, dan kenangan yang telah diberikan.
6. Sahabat-sahabat ku Yus, Vina, Sumi, Djoelianto, Heni, Fitri, Dita, Diah terima kasih atas semangat, bantuan, saran, perhatian yang telah diberikan;
7. Sahabat satu tim penelitian Istimahillah Mawaddah, teman seperjuangan di Laboratorium Deys, Wenny, Ijul, Khumairah, Hisyam, Vida, Farida, Vikri, mbak Gita terima kasih atas doa, dukungan, semangat dan perhatian yang diberikan selama ini;

MOTO

Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. Dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap (terjemahan Surat *Al-Insyirah* ayat 6-8).*)

Musuh yang paling berbahaya di atas dunia ini adalah penakut dan bimbang. Teman yang paling setia, hanyalah keberanian dan keyakinan yang teguh (Andrew Jackson).**)

“Laa Tahzan Innallaha Ma’anaa”
“Janganlah kamu bersedih hati. Sesungguhnya Allah ada bersama kita”
(terjemahan potongan Surat *At-Taubah* ayat 40).***)

*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2008. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Diponegoro.

***) Jackson, A. 2011. The Papers of Andrew Jackson. *Journal of The Early Republic*. Vol (7) : 826.

****) Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Pustaka Agung Harapan.

PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Umi Sahrin Ni'mah

NIM : 131810301029

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Komparasi *Cyclic* dan *Linier Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometrik 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,

Umi Sahrin Ni'mah
NIM 131810301029

SKRIPSI

**KOMPARASI *CYCLIC* DAN *LINIER SWEEP VOLTAMMETRY*
PADA ELEKTRODEPOSISI $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ DALAM KARBON
SEBAGAI SENSOR POTENSIOMETRIK FOSFAT**

Oleh

Umi Sahrin Ni'mah
NIM 131810301029

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 *Linier Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometrik Fosfat” karya Umi Sahrin Ni'mah Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

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,

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP. 197409012000032004

Dr. D. Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si.
NIP. 196808021994021001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Komparasi *Cyclic* dan *Linier Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometrik Fosfat Umi Sahrut Ni'mah, 131810301029; 2018; 58 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Fosfor adalah unsur hara makro yang penting dalam proses pertumbuhan dan perkembangan tanaman. Kandungan fosfor dalam tanah tidak lagi berbentuk unsur, namun berbentuk senyawa fosfat yang berikatan dengan unsur oksigen. Senyawa ion fosfat utama yang diserap oleh tanaman adalah dihidrogen fosfat (H_2PO_4^-) dan hidrogen fosfat (HPO_4^{2-}). Kandungan senyawa fosfat yang sangat sedikit dalam tanah dikarenakan pada tanah asam, fosfat akan terikat menjadi AlPO_4 atau pada tanah basa akan menjadi $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Faktor lain yang mempengaruhi jumlah kandungan fosfat dalam tanah adalah pH tanah, aktivitas mikroorganisme, dan tingkat dekomposisi. Jumlah ion fosfat yang sedikit pada tanah akan menyebabkan defisiensi pada tanaman. Efek terjadinya defisiensi yaitu menyebabkan laju pertumbuhan tanaman melambat, tanaman menjadi kerdil dan lemah, serta warna daun yang gelap.

Metode pengukuran fosfat dalam tanah yang paling efektif dan efisien dapat dilakukan dengan ESI dan biosensor selektif fosfat. Berdasarkan jenisnya, elektroda dikelompokkan menjadi tiga yaitu elektroda kobalt, membran selektif ion fosfat, dan biosensor protein. Analisa kinerja elektroda kawat kobalt menggunakan potensiometri untuk mendeteksi fosfat dalam tanah, namun respon kinerja elektroda yang dihasilkan kurang baik karena luas penampang elektroda kawat kobalt yang digunakan kecil. Pengembangan elektroda kobalt dengan luas permukaan yang besar salah satunya dengan metode elektrodeposisi. Kobalt dapat dielektrodeposisi pada beberapa elektroda yaitu emas, karbon, dan tembaga. Proses elektrodeposisi dapat dilakukan dengan beberapa metode elektrokimia yaitu voltametri siklik, kronoamperometri, dan *linier sweep voltammetry*.

Penelitian ini dilakukan untuk membandingkan kinerja metode *cyclic* dan *linear sweep voltammetry* dalam proses elektrodposisi kobalt pada permukaan karbon. Proses elektrodposisi menggunakan campuran larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dengan NH_4Cl 1 M dengan kondisi larutan elektrolit pH 6 dilakukan secara voltametri menggunakan alat *Potensiostat* AMEL 433A. Hasil yang didapat yaitu kinerja metode *cyclic voltammetry* dalam proses elektrodposisi lebih baik daripada metode *linear sweep voltammetry*. Hal tersebut ditunjukkan dengan hasil pengukuran sisa larutan elektrodposisi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dan hasil analisis morfologi menggunakan SEM. Pengukuran sisa larutan deposisi menginformasikan seberapa banyak massa Co yang terdposisi pada elektroda C yaitu 0.0174 gram untuk metode *cyclic voltammetry*, sedangkan metode *linear sweep voltammetry* sebanyak 0.0055 gram. Hasil analisis morfologi menggunakan SEM juga mendukung hasil pengukuran sisa larutan deposisi yang menjelaskan bahwa jumlah Co yang terdposisi pada elektroda C lebih banyak menggunakan metode *cyclic 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. Proses deposisi dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali menggunakan satu karbon, kemudian setiap ulangan deposisi dianalisis kinerjanya dengan potensiometri.

PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Komparasi *Cyclic* dan *Linier Sweep Voltammetry* pada Elektrodeposisi $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam Karbon sebagai Sensor Potensiometrik 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. 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;
4. Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I, dan Dr. D. Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Agung Budi Santoso, S.Si., M.Si., dan drh. Wuryanti Handayani, M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik awal dan pengganti.
6. Kepala Laboratorium Kimia Analitik dan Kepala Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember;
7. segenap dosen pengajar Jurusan Kimia 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
HALAM AN 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	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Fosfor	5
2.2 Potensiometri	6
2.2.1 Elektroda.....	7
2.3 Voltametri	9
2.3.1 Voltametri siklik (<i>Cyclic Voltammetry</i>)	10
2.3.2 <i>Linier sweep voltammetry</i> (LSV)	10
2.4 Elektrodeposisi	11
2.5 SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>).....	11
2.6 Spektrometri	12
BAB 3. METODELOGI PENELITIAN	13
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Alat.....	13
3.2.2 Bahan	13
3.3 Diagram Alir Penelitian	14
3.4 Prosedur Penelitian.....	15
3.4.1 Pembuatan larutan.....	15
a. Pembuatan larutan NH_4OH 0.02 M	15
b. Pembuatan larutan ISA 0.025 M pH 4	15
c. Pembuatan larutan HCl 6 M.....	15
d. Pembuatan larutan KSCN 50%	15

e.	Pembuatan larutan induk kobalt 0.02 M	15
f.	Pembuatan larutan standar kobalt.....	15
g.	Pembuatan larutan induk fosfat 1000 ppm.....	16
h.	Pembuatan larutan standar fosfat	16
3.4.2	Pembuatan larutan dan elektroda kobalt-karbon.....	16
a.	Pembuatan elektroda karbon	16
b.	Pembuatan larutan elektrolit.....	16
c.	Preparasi sel elektrokimia dengan metode <i>cyclic</i> dan <i>linier sweep voltammetry</i>	17
d.	Pengujian morfologi permukaan elektoda kobalt-karbon menggunakan SEM	17
3.4.3	Pengukuran SisaKobalt menggunakan Spektrometer UV Vis	17
a.	Pengukuran <i>scanning</i> panjang gelombang	17
b.	Pembuatan kurva kalibrasi	18
c.	Pengukuran kobalt dari larutan sebelum dan setelah deposisi.....	18
3.4.4	Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri....	18
a.	Daerah linier	19
b.	Limit deteksi	19
c.	Sensitifitas	20
d.	Reprodusibilitas	20
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1	Elektrodeposisi Co-C dengan metode <i>cyclic</i> dan <i>linier</i> <i>sweep voltammetry</i>	22
4.1.1	Elektodeposisi	22
4.1.2	Analisa morfologi permukaan dengan SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	25
4.1.3	Pengukuran sisa kobalt menggunakan Spektrometer UV Vis	28
4.2	Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri	29
BAB 5.	PENUTUP	38
5.1	Kesimpulan	38
5.2	Saran.....	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	44

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Tabel Pengukuran Sisa Kobalt Menggunakan Spektrometer UV-Vis	29



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Sinyal eksitasi voltametri siklik.....	10
2.2 Sinyal <i>Linier Sweep Voltammetry</i>	10
4.1 Voltamogram elektroda Co-C	23
4.2 Struktur morfologi permukaan elektroda	25
4.3 Kurva kalibrasi larutan standar Co	28
4.4 Respon elektroda Co-C.....	30
4.5 Sensitifitas elektroda Co-C	34
4.6 Nilai Kv elektroda Co-C	36

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 4.1 Hasil voltamogram elektroda Co-C	44
Lampiran 4.2 Pengukuran sisa kobalt menggunakan Spektrometer UV Vis	46
Lampiran 4.3 Penentuan daerah linier elektroda C (kontrol)	49
Lampiran 4.4 Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri metode <i>cyclic voltammetry</i>	50
Lampiran 4.5 Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri metode <i>linier sweep voltammetry</i>	54

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fosfor adalah unsur hara makro yang penting dalam proses pertumbuhan dan perkembangan tanaman. Fosfor tergolong dalam unsur makro, sehingga jumlah fosfor yang diperlukan tanaman berkisar lebih dari 500 ppm (Foth, 1998). Hardjowigeno (1989), menyatakan bahwa kandungan unsur hara makro dalam tanah yang memiliki jumlah sangat sedikit adalah fosfor. Kandungan fosfor dalam tanah tidak lagi berbentuk unsur, namun berbentuk senyawa fosfat yang berikatan dengan unsur oksigen. Senyawa ion fosfat utama yang diserap oleh tanaman adalah dihidrogen fosfat (H_2PO_4^-) dan hidrogen fosfat (HPO_4^{2-}). Menurut Elfiati (2005), kandungan senyawa fosfat yang sangat sedikit dalam tanah dikarenakan pada tanah asam, fosfat akan terikat menjadi AlPO_4 atau pada tanah basa akan menjadi $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Faktor lain yang mempengaruhi jumlah kandungan fosfat dalam tanah adalah pH tanah, aktivitas mikroorganisme, dan tingkat dekomposisi (Hardjowigeno, 1989). Kandungan fosfat dalam tanah yang kecil akan menghambat proses metabolisme sel tanaman sehingga mempengaruhi laju pertumbuhan dan perkembangan tanaman.

Saat ini, metode pengukuran fosfat dalam tanah yang paling efektif dan efisien dapat dilakukan dengan ESI dan biosensor selektif fosfat. Berdasarkan jenisnya, elektroda dikelompokkan menjadi tiga yaitu elektroda kobalt, membran selektif ion fosfat, dan biosensor protein (Kim, *et al.*, 2009). Kim, *et al.*, (2006) mengembangkan membran selektif ion fosfat untuk mengukur fosfat dalam tanah dengan nilai respon konsentrasi total fosfat pada kisaran 10^{-4} - 10^{-1} mol/L dalam larutan Tris buffer pH 7. Kelemahan membran selektif ion fosfat adalah tidak sensitif untuk pengukuran fosfat menggunakan ekstrak tanah kelowna. Hal ini dimungkinkan karena jumlah konsentrasi fluorida yang tinggi (0,015 mol/L) pada larutan kelowna.

Hasil penelitian dari Xiao *et al.*, (1995), menunjukkan respon sensor elektroda kobalt sangat baik pada kisaran 10^{-5} - 10^{-2} mol/L menggunakan analisis potensiometri. Prinsip utama elektroda kobalt sebagai sensor fosfat karena adanya

oksidasi pada permukaan logam kobalt sehingga menghasilkan respon dengan baik. Sukaton (2014), menganalisa kinerja elektroda kawat kobalt menggunakan potensiometri untuk mendeteksi fosfat dalam tanah, namun respon kinerja elektroda yang dihasilkan kurang baik karena luas penampang elektroda kawat kobalt yang digunakan kecil. Spesifikasi elektroda kobalt yang digunakan Sukaton adalah kobalt murni dengan kemurnian 99,95 %, panjang 0,5 cm dan diameter 0,25 mm.

Pengembangan elektroda kobalt dengan luas permukaan yang besar salah satunya dengan metode elektrodeposisi. Elektrodeposisi merupakan salah satu proses pelapisan yang memiliki beberapa kelebihan yaitu ketebalan lapisan yang seragam tanpa efek pengotor, dapat digunakan dalam skala besar, terjangkau dan tidak menggunakan teknologi vakum (Cohen, 2002). Kelebihan lain yaitu proses elektrodeposisi cepat, tidak memerlukan proses pemisahan sebelumnya, metode sederhana, dan efisiensi tinggi karena tingkat kemurnian logam yang didapat tinggi (Huriyati, *et al.*, 2010). Pemilihan kobalt sebagai bahan pelapis dikarenakan sifat ketahanan pada suhu tinggi, anti oksidasi, dan bersifat magnetik (Liu, *et al.*, 2013). Kobalt dapat dielektrodeposisi pada beberapa elektroda yaitu emas (Mendoza, *et al.*, 2002), karbon (Pardave, *et al.*, 2005), dan tembaga (Huriyati, *et al.*, 2010). Pemilihan elektroda karbon sebagai media elektrodeposisi karena karbon harganya murah, mudah diperoleh, arus *background* rendah, dan inert sehingga tidak mudah teroksidasi maupun tereduksi (Wang, 2001). Karbon memiliki struktur grafit yang atom-atom pada karbonnya membentuk orbital hibridisasi sp^2 sehingga atom satu dengan atom karbon yang lainnya saling berhubungan (Wang, 2001). Proses elektrodeposisi kobalt bergantung pada kekuatan ion, *stirring rate*, nilai pH, dan larutan buffer (Meruva, 1996).

Pengembangan elektrodeposisi kobalt-karbon oleh Soto, *et al.*, (1996) dan Pardave, *et al.*, (2005) menunjukkan bahwa larutan amonium klorida yang digunakan dalam proses elektrodeposisi kobalt-karbon akan menghasilkan proses nukleasi yang lebih baik, namun evaluasi kinerja elektroda tersebut tidak dilakukan pengamatan morfologinya. Murti (2016), melakukan evaluasi kinerja elektroda kobalt-karbon untuk pengukuran fosfat dalam tanah menggunakan

metode potensiometri. Menurut Floate, *et al.*, (2002), elektrodeposisi dapat dilakukan dengan beberapa metode elektrokimia yaitu voltametri siklik, kronoamperometri, dan *linier sweep voltammetry*. Voltametri siklik adalah metode elektrokimia yang arusnya diukur selama proses *scanning* potensial. Pengukuran *scanning* potensial dilakukan secara bolak-balik yang dapat mengukur arus katodik maupun anodik (Khopkar, 1990). Floate, *et al.*, (2002) menggunakan metode *linear sweep voltammetry* dan kronoamperometri untuk elektrodeposisi Co-C. Proses elektrodeposisi kobalt pada elektroda karbon menggunakan metode *cyclic voltammetry* dan kronoamperometri (Grujicic dan Batric, 2004).

Berdasarkan uraian yang telah dipaparkan, akan dilakukan kajian lebih lanjut terhadap proses deposisi Co-C menggunakan larutan amonium klorida. Peneliti akan membandingkan kinerja antara metode *cyclic* dan *linear sweep voltammetry* pada proses elektrodeposisi kobalt menggunakan larutan amonium klorida. Hasil dari proses elektrodeposisi berupa elektroda Co-C yang akan diuji aktivitasnya dalam mengukur fosfat menggunakan potensiometri. Hasil kajian ini, akan memberikan informasi tentang efektivitas mengenai penggunaan metode yang tepat untuk proses deposisi kobalt sebagai sensor potensiometrik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang, berikut ini rumusan masalah penelitian yaitu:

1. Bagaimana perbandingan kinerja antara metode *cyclic* dan *linear sweep voltammetry* dalam proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon?
2. Bagaimana kinerja elektroda Co-C dalam mengukur fosfat secara potensiometri meliputi daerah linier, limit deteksi, sensitifitas, dan reproduibilitas?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, berikut ini tujuan penelitian yaitu:

1. Mengetahui perbandingan kinerja antara metode *cyclic* dan *Linear sweep voltammetry* dalam proses elektrodeposisi kobalt pada permukaan karbon.
2. Mengetahui kinerja elektroda Co-C dalam mengukur fosfat secara potensiometri meliputi daerah linear, limit deteksi, sensitifitas, dan reproduibilitas.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Elektrodeposisi menggunakan campuran larutan elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M dan NH_4Cl 1 M. Kondisi pada pH 6, *scanrate* 3 mV/s, beda potensial 0 sampai -1000 mV.
2. Elektroda C yang digunakan dari batang karbon baterai ukuran AA, voltase 1.5 V, diameter 0.3 cm, dan panjang 4.6 cm.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diperoleh dengan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai penggunaan metode yang tepat untuk proses deposisi kobalt sebagai sensor potensiometrik.
2. Dapat diterapkan oleh lembaga atau institusi yang menaungi bidang pengujian unsur fosfat.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

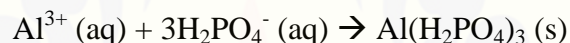
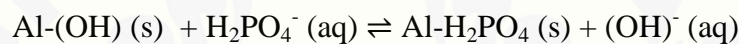
Unsur hara esensial merupakan unsur yang diperlukan tanaman dalam proses pertumbuhan dan perkembangan yang tidak dapat digantikan unsur lain. Jumlah unsur hara yang tak cukup dalam tanaman akan menyebabkan pertumbuhan yang tidak normal pada tanaman. Menurut Hardjowigeno (1989), terdapat 17 unsur hara esensial yang terbagi dua yaitu unsur hara makro dan unsur hara mikro. Unsur hara yang diperlukan dalam jumlah banyak adalah unsur hara makro, diantaranya C, H, O, K, P, N, Mg, S, dan Ca. Unsur hara mikro adalah unsur hara yang diperlukan dalam jumlah sedikit yaitu Mn, B, Fe, Mo, Cl, Co, Cu, dan Zn. Jumlah unsur hara makro yang diperlukan biasanya berkisar lebih dari 500 ppm, sedangkan untuk unsur hara mikro kurang dari 50 ppm (Foth, 1998). Kandungan mineral, unsur hara, maupun kondisi pada tanah perlu dilakukan pemeriksaan dan pengujian. Pengujian dapat berupa analisa tentang sejarah pengelolaan, potensi dan pengelolaan tanah yang nantinya dapat dijadikan dasar dalam mengontrol sistem produksi dan efektifitas jumlah pemberian pupuk pada tanah (Winarso, 2005).

2.1 Fosfor

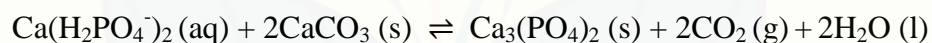
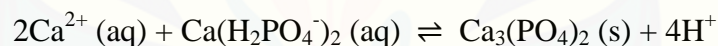
Fosfor adalah unsur kimia yang memiliki simbol P dengan nomor atom 15 dan berat molekul 30,9738 g/mol. Fosfor merupakan salah satu unsur hara makro yang dibutuhkan relatif banyak dalam proses pertumbuhan dan perkembangan tanaman. Fungsi fosfor pada tanaman yaitu membantu proses pembelahan sel, mampu membentuk nukleoprotein sebagai penyusun gen seperti RNA dan DNA, sebagai penyimpan dan pentransfer energi seperti ATP dan ADP, mempercepat pematangan pada buah, dan lain-lain. Sumber fosfor pada tanah berasal dari bahan organik, kandungan mineral, dan pupuk buatan (TSP dan DS) (Hardjowigeno, 1989). Menurut Winarso (2005), pengelompokan fosfor terbagi menjadi dua yaitu P-organik dan P-anorganik. Menurut Winarso (2005), jumlah P-organik lebih banyak daripada P-anorganik. Contoh P-organik adalah asam nukleat, fosfolipid,

dan inositol fosfat, sedangkan macam-macam P-anorganik yaitu $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)$, $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, CaO , $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, CaF_2 , dll.

Kandungan fosfor dalam tanah tidak lagi berbentuk unsur, namun berbentuk senyawa fosfat yang berikatan dengan unsur oksigen. Menurut Oxtoby *et al.* (1986), jenis fosfor yang banyak ditemukan di alam adalah ion fosfat fosfat (PO_4^{3-}) dapat bereaksi dengan ion positif seperti H_3O^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , dan K^+ , serta ion positif lainnya yang memiliki muatan 2 atau 3 (Thomason, 2002). Nilai pH pada tanah akan mempengaruhi interaksi ion fosfat (PO_4^{3-}) (Buckman dan Brady, 1990). Ion fosfat (PO_4^{3-}) pada tanah asam akan berikatan pada permukaan tanah yang bermuatan positif (bagian tepi mineral lempung) (Tan, 1982). Berikut ini reaksi ion fosfat (PO_4^{3-}) ketika berada pada tanah asam:



Ion fosfat pada tanah basa akan berikatan dengan kalsium. Menurut Hardjowigeno (1989), reaksi yang terjadi ketika ion fosfat bereaksi dengan Ca^{2+} maupun CaCO_3 sebagai berikut:



Menurut Winarso (2005), jumlah kandungan ion fosfat dalam larutan tanah antara 1-20 $\mu\text{mol/L}$. Lain halnya menurut Rowell (1994), jumlah konsentrasi ion fosfat dalam larutan tanah dan air buangan sekitar 1 dan 50 μM (0,03 – 3 mg/L). Jumlah ion fosfat yang sedikit pada tanah akan menyebabkan defisiensi pada tanaman. Efek terjadinya defisiensi yaitu menyebabkan laju pertumbuhan tanaman melambat, tanaman menjadi kerdil dan lemah, serta warna daun yang gelap (Jones, 1998). Penanggulangan terhadap defisiensi dapat dilakukan dengan cara pemberian pupuk pada tanaman.

2.2 Potensiometri

Potensiometri merupakan pengukuran beda potensial tanpa adanya penambahan arus listrik. Elektroda digunakan untuk merespon aktivitas analit yang akan menghasilkan nilai beda potensial disebut elektroda indikator. Selain

elektroda indikator, juga diperlukan elektroda pembanding sebagai acuan pembacaan beda potensial. Beda potensial merupakan perbedaan potensial hubungan antara aktivitas analit dan potensial konstan dari elektroda pembanding (Harris, 1999). Menurut Wang (1994), alat pendukung lain berupa voltmeter juga diperlukan untuk mengukur beda potensial yang dihasilkan. Hubungan antara konsentrasi analit dan gaya elektromotif sel elektrokimia merupakan penentu hasil analisis potensiometri. Hubungan tersebut berdasarkan persamaan Nernst yaitu:

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

Keterangan :

$$E_{sel}^o = E^o_{katoda} - E^o_{anoda}$$

n = jumlah elektron

(Hendayana *et al.*, 1994).

Kelebihan dari metode potensiometri adalah biaya analisis yang rendah, alat yang digunakan (voltmeter dan elektroda) lebih murah dan efisien dibandingkan dengan komponen instrumen lainnya. Bersifat nondestruktif terhadap sampel artinya pencelupan elektroda tidak akan mengubah komposisi larutan yang diuji (Day dan Underwood, 2001).

2.2.1 Elektroda

Elektroda merupakan penghantar dalam sel elektrokimia (Hendayana *et al.*, 1994). Elektroda terbagi menjadi dua yaitu elektroda indikator/kerja dan elektroda pembanding.

Elektroda indikator/kerja merupakan elektroda yang nilai potensialnya bergantung pada konsentrasi analit. Elektroda indikator/kerja adalah elektroda tempat terjadinya reaksi elektrokimia. Kualifikasi elektroda kerja yang baik yaitu memiliki daerah potensial yang lebar, memiliki arus *background* yang rendah, dan memiliki luas permukaan yang *reproducible*. Jenis elektroda yang sering digunakan adalah platina (Pt), karbon (C), emas (Au), dan perak (Ag). Menurut Hendayana *et al.*, (1994), elektroda indikator dibagi menjadi dua yaitu elektroda logam dan elektroda membran.

a. Elektroda logam

Pengelompokkan elektroda logam terbagi menjadi 4 jenis yaitu:

- 1) Elektroda jenis pertama, elektroda jenis ini akan mengalami kesetimbangan dengan kation yang berasal dari elektroda logam tersebut. Contohnya yaitu elektroda tembaga (Cu) yang dapat mengukur langsung konsentrasi tembaga.
- 2) Elektroda jenis kedua, elektroda yang harga potensialnya bergantung pada konsentrasi anion dari elektroda itu sendiri membentuk endapan atau ion kompleks yang stabil. Contoh elektroda perak untuk penentuan halida.
- 3) Elektroda jenis ketiga, elektroda jenis ini harga potensialnya bergantung pada konsentrasi ion logam lainnya. Contohnya elektroda Hg untuk menentukan konsentrasi Zn^{2+} , Ca^{2+} , atau Cd^{2+} .
- 4) Elektroda redoks, logam yang dapat menjadi elektroda indikator seperti Pt, Pd, dan Au. Fungsi logam yaitu untuk meningkatkan tingkat kecenderungan dalam proses serah terima elektron, namun tidak ikut bereaksi.

Elektroda kerja/indikator yang akan dipakai dalam penelitian ini adalah karbon. Karbon memiliki dua bentuk alotrop utama yaitu intan dan grafit. Intan banyak ditemukan di alam. Intan memiliki sifat sangat keras karena memiliki struktur ikatan kovalen. Grafit merupakan zat lunak berwarna hitam dan licin.

Berikut sifat fisik dari grafit:

Fase	: Padat
Massa atom	: 12,0107 g/mol
Kerapatan	: 2,267 g/cm ³
Konfigurasi elektron	: $1s^2 2s^2 2p^2$
Titik didih	: 4027° C
Titik leleh	: 3527° C

Karbon pada baterai kering dapat digunakan sebagai elektroda kerja. Menurut Wang (2001), kelebihan elektroda karbon adalah harga murah, mudah diperoleh, arus *background* rendah, dan inert sehingga tidak mudah teroksidasi

maupun tereduksi. Karbon memiliki struktur grafit yang atom-atom pada karbonnya membentuk orbital hibridisasi sp^2 sehingga atom satu dengan atom karbon yang lainnya saling berhubungan.

b. Elektroda Membran

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

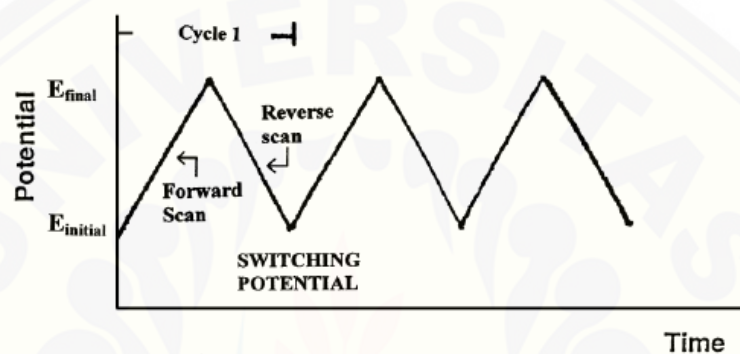
Elektroda pembanding merupakan elektroda acuan yang harga potensialnya tidak bergantung pada konsentrasi analit (Hendayana *et al.*, 1994). Kualifikasi elektroda dapat dijadikan sebagai elektroda pembanding yang ideal yaitu: (1) reversibel dan memenuhi Persamaan Nernst; (2) potensial yang dihasilkan stabil terhadap waktu; (3) potensialnya dapat kembali ke nilai semula setelah arus yang kecil melewati elektroda (tidak ada histeresis); dan (4) jika elektroda termasuk dalam jenis kedua (seperti Ag/AgCl), maka fase padatnya tidak boleh larut dalam larutan elektrolit (Sawyer *et al.*, 1995). Jenis elektroda pembanding yang sering digunakan adalah elektroda perak/perak klorida (Ag/AgCl) karena dapat digunakan pada suhu tinggi (Hendayana *et al.*, 1994).

2.3 Voltametri

Voltametri merupakan metode elektrolisis yang arusnya direkam sebagai suatu fungsi potensial elektroda kerja (voltamograf). Menurut Haryadi (1993), voltametri memiliki kelebihan yaitu sensitifitas dan selektifitas tinggi, sederhana, dan mudah dalam analisisnya. Menurut Liadler (1996), pada bagian sel voltametri terdapat 3 jenis elektroda yaitu elektroda kerja, elektroda pembanding, dan elektroda pembantu. Elektroda kerja tidak ikut bereaksi, namun merespon elektroda aktif lainnya yang terdapat pada sampel.

2.3.1 Voltametri Siklik (*Cyclic voltammetry*)

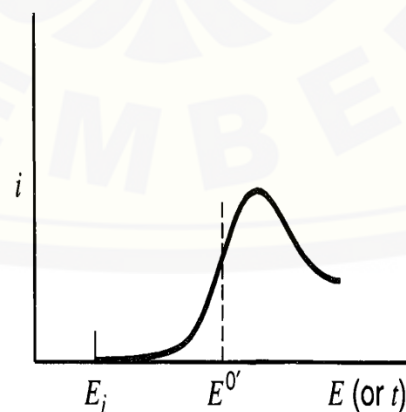
Voltametri siklik adalah teknik voltametri yang arusnya diukur selama proses *scanning* potensial. Pengukuran potensial dilakukan secara bolak-balik yang dapat mengukur arus katodik maupun anodik (Khopkar, 1990). Nilai potensial akan meningkat sampai puncak maksimum kemudian turun secara linier dengan nilai *slope* yang sama, kemudian dilakukan secara berulang. Berikut gambar 2.1 menunjukkan sinyal eksitasi dari voltametri siklik.



Gambar 2.1 Sinyal Eksitasi Voltametri Siklik (Wang, 2001)

2.3.2 *Linear Sweep Voltammetry (LSV)*

Linear sweep voltammetry merupakan teknik voltametri yang pengukuran potensialnya dilakukan oleh elektroda kerja dengan variasi waktu linier. Slope yang dihasilkan dari metode ini memiliki unit potensial (volt) per satuan waktu.



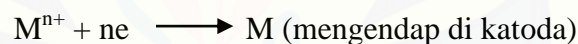
Gambar 2.2 Sinyal *Linear sweep voltammetry* (Andrienko, 2008)

Gambar 2.2 menjelaskan bahwa proses *scanning* dimulai dari sisi sebelah kiri yang menunjukkan tidak adanya tegangan atau arus yang mengalir, kemudian berjalan ke arah kanan (arah reduktif) ditandai dengan adanya arus yang mengalir (E^0). Reaksi kimia yang terjadi pada *linier sweep voltammetry* adalah reaksi reduksi saja.

2.4 Elektrodeposisi

Elektrodeposisi merupakan salah satu proses pelapisan yang memiliki beberapa kelebihan yaitu ketebalan lapisan yang seragam tanpa efek pengotor, dapat digunakan dalam skala besar, terjangkau dan tidak menggunakan teknologi vakum (Cohen-Hyams, 2002). Prinsip kerja elektrodeposisi adalah adanya transfer muatan pada permukaan elektroda dengan ion-ion elektrolit. Faktor yang berpengaruh pada proses elektrodeposisi adalah jenis elektrolit, rapat arus, konsentrasi elektrolit, dan suhu (Prentice, 1991).

Reaksi yang terjadi pada proses elektrodeposisi adalah reaksi reduksi, berikut ini reaksinya:



Mekanisme reaksi diatas menjelaskan bahwa berdasarkan prinsip Le Chatelier's akan terjadi kecenderungan ion-ion M^{n+} untuk mengendap pada elektroda, sedangkan pada anoda akan terjadi reaksi oksidasi dan terbentuk gas oksigen. Proses elektrodeposisi sebaiknya menggunakan larutan elektrolit yang encer, memiliki kepekatan yang sama, dan jarak elektrodanya cukup dekat (sekitar 0,5 cm) (Khopkar, 1990).

2.5 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Prinsip yang mendasari SEM adalah elektron yang menggunakan sinyal elektron BSEs (*Backscattered Electrons*) dan Ses (*Secondary Electrons*). Perbedaan spesimen dan topografi permukaan dipengaruhi terus-menerus, pengangkutan, dan tempat keluarnya sinyal elektron. Gambar dibentuk sebagai hasil SEM dan variasi-variasi intensitas sinyal elektron dikumpulkan berupa elektron beam dengan daerah scan (Stokes, 2008). Difraksi elektron adalah proses

penembakan permukaan benda menggunakan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan sampel, kemudian menghasilkan pantulan berupa berkas elektron sekunder yang memancarkan ke segala arah. Menurut Egerton (2005), berkas elektron sekunder yang memancar akan tertangkap oleh detektor, kemudian dilanjutkan ke transduser. Transduser berfungsi untuk mengubah signal yang terperangkap oleh detektor menjadi *image*. *Image* berupa informasi dalam bentuk gambar yang dapat menjelaskan morfologi permukaan. SEM memiliki perbesaran mikroskop elektron sebesar $0,005\mu\text{m}$ - $0,01\mu\text{m}$ atau (5-10 nm). Hasil dari pengukuran SEM berupa informasi tentang struktur penampang membran secara jelas dengan resolusi yang cukup tinggi (Wenten, 2000). Menurut Mulder (1996), teknik SEM juga dapat digunakan untuk karakterisasi membran berpori dengan menentukan porositas dan ukuran pori. Hasil pengukuran SEM akan dapat menggambarkan secara jelas morfologi permukaan lapisan atas atau bawah membran dan juga bagian penampang lintang membran.

2.6 Spektrometri

Spektrometri merupakan metode analisis yang dapat mengidentifikasi analit melalui sifat optisnya. Menurut Day dan Underwood (2001), proses yang terjadi antara analit dengan radiasi elektromagnetik bisa melalui absorpsi, emisi, fluoresensi. Wujud radiasi elektromagnetik berupa energi diskrit yang disebut foton. Foton memiliki energi yang dapat menyebabkan transisi tingkat energi suatu atom atau molekul. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur nilai absorbansi dari sampel sebagai fungsi λ . Menurut Khopkar (1990), spektrofotometer didasarkan pada Hukum Beer-Lambert yaitu:

$$A = \log (P_0/P) = abc$$

Keterangan:

A	= absorbansi;
P_0	= intensitas cahaya;
P	= intensitas cahaya yang ditransmisikan;
b	= tebal kuvet (cm);
c	= konsentrasi spesies (g/L);
a	= absorptivitas ($\text{cm}^{-1} \text{g}^{-1} \text{L}$)

(Day dan Underwood, 2001).

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1. Alat Penelitian

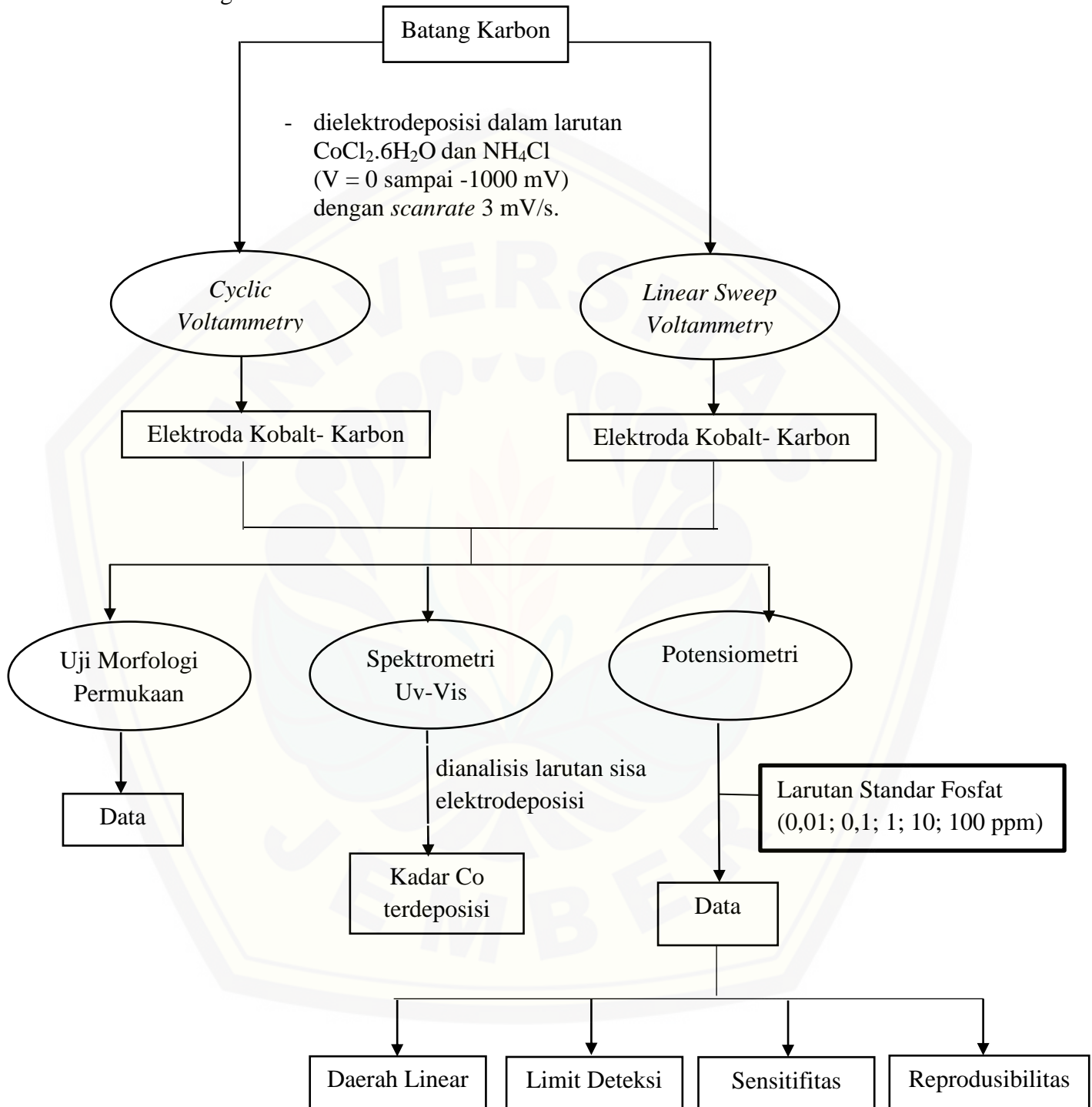
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat-alat gelas, neraca analitik, *magnetic stirrer* dan *anak stirer*, pH meter Jenway, elektroda referensi Ag/AgCl, elektroda kerja kobalt-karbon, *counter-electrode* SS, multimeter Sanwa PC 500, spatula logam, *ball* pipet, lemari asam, dan botol semprot.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain batang karbon, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Merck, Mr:137,99 g/mol), KHP (Merck, Mr:204,22 g/mol), HCl 37% (Merck, Mr: 36,45 g/mol; ρ : 1,19 g/mL), NH_4OH 30% (Merck, Mr:35,05 g/mol), $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, Mr:237,93 g/mol), NH_4Cl 99% (Merck, Mr:53,49 g/mol), KSCN (Merck, Mr:97,18 g/mol), aseton (Merck, Mr:58,08 g/mol), bubuk alumina, akuademin, dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Diagram Alir



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 0,025 M pH 4

Larutan ISA 0,025 M dibuat dengan cara menimbang padatan KHP sebanyak 0,051 gram, kemudian dilarutkan dengan akuades ke dalam labu ukur 10 mL. Larutan ISA yang terbentuk diatur pH nya sebesar 4 dengan menambahkan 0,02 M NH_4OH .

c. Pembuatan larutan HCl 6 M

Larutan HCl 6 M dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl 37%. Labu ukur 50 ml terlebih dahulu diisi dengan akuades secukupnya, kemudian dimasukkan HCl 37% sebanyak 24.9 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

d. Pembuatan larutan KSCN 50%

Larutan KSCN 50% dibuat dengan cara menimbang padatan KSCN sebanyak 94,46 gram yang dilarutkan dengan akuades ke dalam labu ukur 100 mL.

e. Pembuatan larutan Induk Kobalt 0,02 M

Larutan induk kobalt 0,02 M dibuat dengan cara menimbang padatan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,238 gram yang dilarutkan dengan 10 mL akuades, kemudian dimasukkan ke dalam 50 mL labu ukur dengan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

f. Pembuatan Larutan Standar Kobalt

Larutan standar kobalt konsentrasi 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 M dibuat dengan cara memipet 0,25; 0,5; 0,75; 1; 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 induk fosfat 1000 ppm dibuat dengan cara menimbang padatan $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1,423 gram yang dilarutkan dalam 20 mL akuades. Larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam 1000 mL labu ukur dengan ditambah akuades hingga tanda batas.

h. Pembuatan Larutan Standar Fosfat

Larutan standar fosfat konsentrasi 100; 10; 1 ppm dibuat dengan cara memipet 10; 1; 0,1 mL larutan induk fosfat 1000 ppm. Larutan standar fosfat konsentrasi 0,1 dan 0,01 ppm dibuat dengan cara memipet 0,1 mL larutan standar fosfat konsentrasi 100 dan 10 ppm, kemudian masing-masing konsentrasi diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL menggunakan akuades.

3.4.2 Pembuatan Larutan dan Elektroda Kobalt-Karbon

a. Pembuatan Elektroda Karbon

Elektroda karbon dibuat dengan mengambil batang karbon baterai bekas ukuran AA dengan voltase sebesar 1,5 V, kemudian batang karbon dibersihkan dengan akuades. Proses selanjutnya melapisi bagian permukaan batang karbon dengan epoksi resin menggunakan cetakan sedotan minuman berdiameter 0.9 cm, selanjutnya dikeringkan dalam suhu kamar. Bagian bawah batang karbon diampelas dengan alumina 0,5 μm . Elektroda karbon yang telah siap dibilas dengan akuades, kemudian dilakukan *ultrasonic cleaning* selama 8 menit selanjutnya dikeringkan dalam suhu ruang. Jumlah elektroda karbon yang dibuat sebanyak dua buah yang akan digunakan untuk proses elektrodposisi menggunakan metode CV dan LSV.

b. Pembuatan Larutan Elektrolit

Larutan elektrolit yang digunakan dalam deposisi yaitu campuran larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M sebanyak 50 mL dengan 10 ml NH_4Cl 1 M. Larutan elektrolit yang terbentuk diatur pH nya menjadi 6 dengan menambahkan NH_4OH 0,02 M (Soto, *et al.*, 1996). Pembuatan larutan elektrolit $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 M dilakukan dengan menimbang padatan

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,12 gram kemudian dilarutkan dengan akuademin, diencerkan dalam labu ukur 50 mL. Pembuatan larutan elektrolit pendukung berupa NH_4Cl 1 M dilakukan dengan menimbang padatan NH_4Cl sebanyak 0,54 gram kemudian dilarutkan dengan akuademin dan diencerkan pada labu ukur 10 mL.

- c. Preparasi Sel Elektrokimia dengan Metode *Cyclic* dan *Linier Sweep Voltametry* (LSV)

Proses elektrodeposisi kobalt-karbon dilakukan dengan metode *Cyclic* dan *Linier Sweep Voltametry* (LSV). Proses elektrodeposisi kedua metode tersebut menggunakan 3 macam elektroda yaitu elektroda karbon sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, dan elektroda *counter* yaitu SS. Proses elektrodeposisi dilakukan pada daerah potensial 0 sampai -1000 mV dan *scanrate* 3 mV/s. Proses elektrodeposisi pada masing-masing metode dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan dengan metode dan elektroda karbon yang sama untuk masing-masing metode.

- d. Pengujian Morfologi Permukaan Elektoda Kobalt-Karbon Menggunakan SEM

Pengujian morfologi dilakukan dengan cara mengambil sampel elektroda kobalt-karbon berupa serbuk ukuran nano menggunakan SEM dengan perbesaran 10000 kali dan percepatan tegangan 20 kV. Sampel yang akan dikarakterisasi diletakkan diatas SEM *specimen holder* menggunakan bagian penampang lintang dari *carbon double tipe*, dengan arah penempatan secara vertikal. Hasil dari pengujian morfologi adalah homogenitas permukaan elektroda kobalt-karbon hasil deposisi optimum.

3.4.3 Pengukuran Sisa Kobalt Menggunakan Spektrometer UV Vis

- a. Pengukuran *Scanning Panjang Gelombang*

Pengukuran *scanning* dilakukan dengan cara mengambil 2 mL larutan standar kobalt konsentrasi 0,0025 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 beserta blanko berupa akuades, kemudian diukur absorbansinya. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 400-700 nm.

b. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara mengambil 2 mL larutan standar kobalt konsentrasi 0; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 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 620 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali.

c. Pengukuran Kobalt dari Larutan Sebelum dan Setelah Deposisi

Larutan sebelum 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 beserta blanko berupa akuades, kemudian diukur dengan spektrometer UV-Vis pada panjang gelombang 620 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali. Pengukuran larutan setelah deposisi juga dilakukan dengan prosedur yang sama.

3.4.4 Analisa Deteksi Fosfat Menggunakan Potensiometri

Analisa deteksi fosfat menggunakan potensiometri dilakukan dengan cara mengambil 10 mL larutan standar fosfat konsentrasi 0,01; 0,1; 1; 10; 100 ppm. Larutan dimasukkan ke dalam gelas piala dan ditambahkan larutan ISA KHP 0,2 mL pH 4 pada masing-masing konsentrasi (Chen *et al.*, 1998). Analisa deteksi fosfat dilakukan dengan memasukkan elektroda

kobalt-karbon dan elektroda Ag/AgCl ke dalam larutan, sebelumnya larutan dihomogenkan dengan *magnetic stirrer*. Hasil pengukuran berupa beda potensial yang terbaca pada multimeter. Analisa pada masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan 3 kali. Pengolahan data untuk mendapatkan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengplotkan sumbu x sebagai log konsentrasi dan sumbu y sebagai beda potensial. Data kurva kalibrasi yang dihasilkan, selanjutnya akan diolah untuk menentukan karakteristik potensiometri meliputi:

a. Daerah Linier

Daerah linier dapat ditentukan dari kurva kalibrasi hasil pengeplotan sumbu x sebagai log konsentrasi dan sumbu y sebagai beda potensial. Pengeplotan kurva kalibrasi akan diperoleh hubungan linearitas berupa koefisien korelasi (r) dengan persamaan garis lurus yaitu:

$$y = ax + b$$

Koefisien y merupakan variabel terikat, koefisien x adalah variabel bebas, koefisien a adalah kemiringan, dan koefisien b adalah intersep (Jeffery, *et al.*, 1991).

b. Limit Deteksi

Limit deteksi adalah nilai dari konsentrasi terkecil analit yang dapat dideteksi oleh metode (Caulcut dan Boddy, 1995). Limit deteksi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

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

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

Keterangan:

- y = beda potensial (mV);
- y_i = beda potensial teoritis (mV);
- n = jumlah pengukuran;
- S(y/x) = simpangan baku

(Skoog, *et al.*, 2007).

c. Sensitifitas

Sensitifitas adalah kemampuan suatu instrumen dalam menganalisa analit yang memiliki konsentrasi kecil. Kemiringan atau slope dapat menunjukkan nilai sensitifitas dalam pengukuran.

d. Reprodusibilitas

Reprodusibilitas adalah pengulangan percobaan menggunakan mekanisme waktu, metode, laboratorium yang berbeda (Miller dan Miller, 1991). Hasil reprodusibilitas berupa nilai limit antar percobaan yang sekecil mungkin (Caulcutt, 1995). Hasil reprodusibilitas dinyatakan sebagai koefisien variasi dari simpangan induk. Berikut adalah rumusnya:

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

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

Keterangan :

- Kv = koefisien variasi;
- SD = standar deviasi;
- \bar{x} = nilai potensial rata-rata;
- x = nilai potensial yang dihasilkan;
- n = jumlah pengulangan

(Miller dan Miller, 1991).

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Perbandingan kinerja antara metode *cyclic* dan *linier sweep voltammetry* mempengaruhi hasil elektrodposisi yaitu jumlah Co yang terdposisi pada permukaan karbon lebih banyak pada elektroda Co-C *cyclic voltammetry* yang ditunjukkan dengan hasil pengukuran sisa larutan elektrodposisi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan hasil analisis morfologi menggunakan SEM.
2. Hasil analisis karakterisasi potensiometri pengukuran larutan standar fosfat menunjukkan hasil yang lebih baik untuk elektroda Co-C *linier sweep voltammetry* daripada elektroda Co-C *cyclic voltammetry*.

5.2 Saran

1. Analisis morfologi permukaan elektroda Co-C dianjurkan menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui jenis ion atau logam yang terdposisi pada elektroda karbon.
2. Perbesaran analisis SEM lebih kecil agar dapat mengetahui detail pori-pori morfologi elektroda Co-C .

DAFTAR PUSTAKA

- Andrienko, D. 2008. Cyclic Voltammetry. [serial online]. <http://mpip-mainz.mpg.de/andrienk.mpg/journalclub/cyclicvoltammetry.pdf>. [5 Januari 2008].
- Buckman, H. O. dan Brady, N. C. *Ilmu Tanah*. Terjemahan oleh Soegiman. 1990. Bandung: ITB 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]. *Abstract from Analytica Chimica Acta*. 363 (2-3): 191-197.
- Cohen, H., Kaplan, W. D., dan Joseph, Y. 2002. Structure of Electrodeposited Cobalt. *J. Electrochem and Solid-State*. 5(8): 75-78.
- Dahlan, D., Daud, A. R., Radiman, S., dan Yahya, R. 2005. Pengendapan Lapis Tipis Nikel dan Sifat Korosinya. *Skripsi*. Malaysia: Fakultas Sains dan Teknologi UKM Malaysia.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. *Analisa Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*. Terjemahan oleh Iis Sopyan. 2001. Jakarta: Erlangga.
- Egerton, R. 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: USU e-Repository.
- Floate, S., Michael, H., dan Richard, G. C. 2002. Electrochemical and AFM studies of the electrodeposition of cobalt on glassy carbon an analysis of the effect of ultrasound. *J. Electroanalytical Chemistry*. 523: 49-63.

- Foth, H. D. *Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Terjemahan oleh Endang Dwi Purbayanti *et al.* 1998. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- 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: 4719-4732.
- Hardjowigeno, S. 1989. *Ilmu Tanah. Edisi Revisi*. Jakarta: Mediyatama Sarana Perkasa.
- Harris, D. C. 1999. *Quantitative Chemical Analysis. Fifth Edition*. New York: W. H. Freeman and Company.
- Haryadi, W. 1993. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka.
- 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: 63-67.
- Jeffery, G. H., Basset, J., Mendham, J., dan Denney, R. C. 1991. *Quantitative Chemical Analysis. Fifth Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Jones, J. B. 1998. *Plant Nutrition Manual*. USA: CRC Press.
- 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.* 50 (2): 415-425.
- Kim, H. J., Hummel, J. W., dan Sudduth, S. J. 2009. Soil Macronutrient Sensing For Precision Agriculture. *J. Environ. Monit.* 11: 1810–1824.

- Kiss, K. E. 1986. *Spectrophotometric Determination Of Ions Of Various Elements. 28 September 1986*. Department of General and Analytical Chemistry, Technical University. H-1521 Budapest.
- Liadler, K. 1996. *Principles of Chemistry*. Kanada: The University of Ottawa.
- 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: 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 : 2022–2026.
- Miller, J. C. & Miller, J. N. *Statistika untuk Kimia Analitik. Edisi Kedua*. Terjemahan oleh Suroso. 1991. Bandung: ITB.
- Mulder, M. 1996. *Basic Prinsiple of Membran Technology. 2nd Edition*. Dordrecht: Kluwer Academic Publisher.
- Murti, R. B. 2016. Evaluasi Kinerja Elektroda Kobalt-Karbon untuk Pengukuran Fosfat Dalam Tanah Menggunakan Metode Potensiometri. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia-FMIPA Universitas Jember.
- Oxtoby, G., dan Nachtrieb. 1986. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Terjemahan oleh Suminar Setiati Achmadi. 2003. Jakarta: Erlangga.
- 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: 4736–4745.

- Prentice, G. 1991. *Electrochemical Engineering Principles*. New Jersey: Prentice-Hall Inc.
- Purwanto, Huda, dan Syamsul. 2005. *Teknologi Industri Elektroplating*. Semarang: Badan Penerbit Universitas Diponegoro Semarang.
- Rand, B. 2009. *Graphite: Structure, Properties, and Manufacture*. Nuclear Graphite Material Technology: University of Pretoria.
- Rowell, D. L. 1994. *Soil Science Methods & Applications*. New York: John Wiley & Sons 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, W., dan 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: 2647-2655.
- Stokes, D. J. 2008. *Principles and Practice of Variable Pressure/ Environmental*. New York: John Willey and Sons, Inc.
- Sukatoni, A. R. 2014. Evaluasi Kinerja Metode Potensiometri dengan Ekstraktor Portabel untuk Penentuan Fosfat dalam Tanah. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia-FMIPA Universitas Jember.
- Tan, K. H. 1982. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Alih Bahasa oleh Didiek Hadjar Goenadi. 1998. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Thomason, W. 2002. Understanding Phosphorus Behavior in Soil. [serial on line] <http://www.noble.org/ag/soils/phosphorusbehavior/>. [13 Januari 2018].

Wang, J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. USA: Wiley-VCH. Inc.

Wang, J. 2001. *Analytical Electrochemistry Second Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

Wenten, I. G. 2000. *Teknologi Membran Industrial*. Bandung: Penerbit ITB.

Winarso, S. 2005. *Kesuburan tanah*. Yogyakarta: Gava Media.

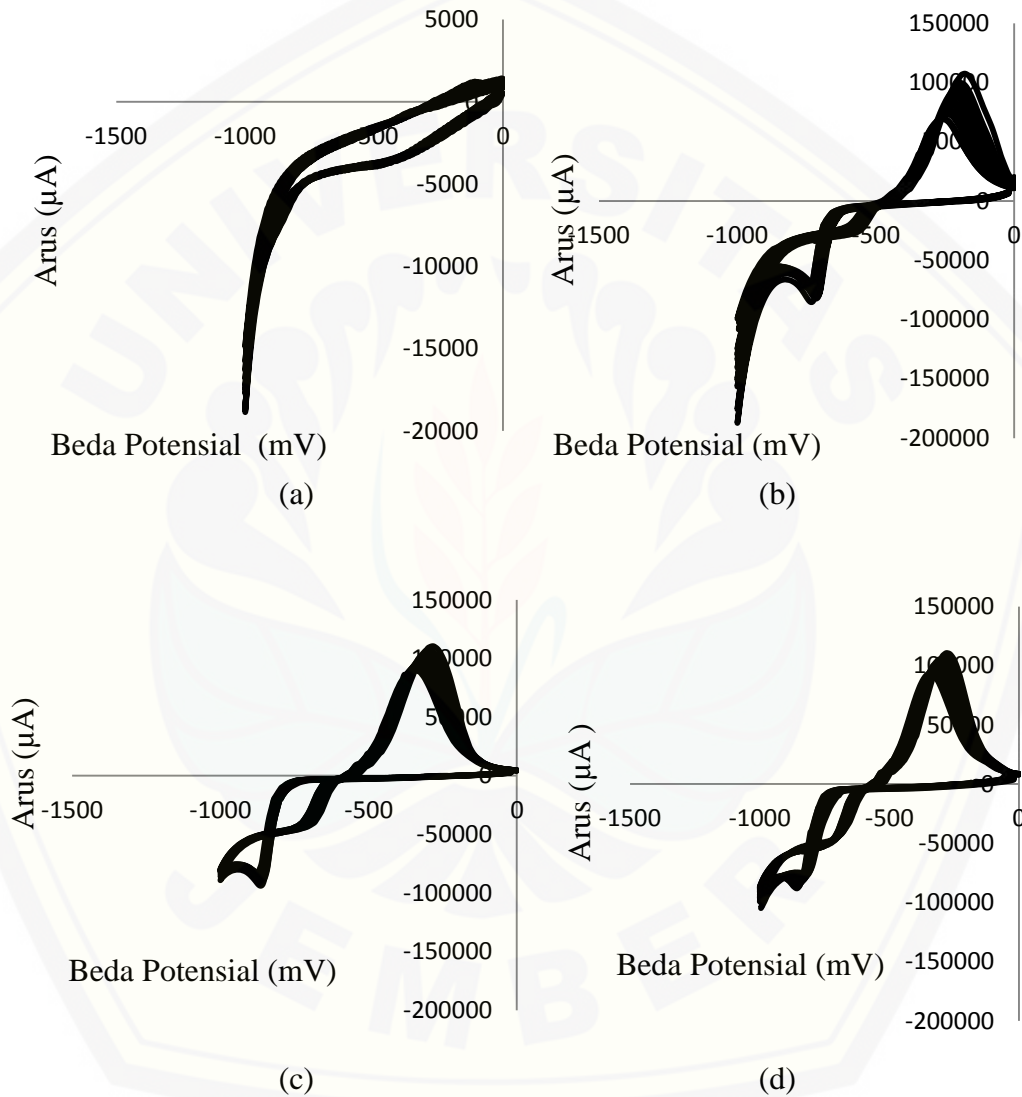
Wu, Y., Chang, D., Kim, D., dan Kovon, S. C. 2003. Influence of Boric Acid on the Electrodepositing Process and Structures of Ni Alloy Coating. *Surface and Coatings Technology*. 73: 259-264.

Xiao, D., Hongyan, Y., Jun, L., da Ruqin, Y. 1995. Surface Modified Cobalt Based Sensor as a Phosphate Sensitive Electrode. *J. Anal. Chem.* 67: 288-291.

LAMPIRAN

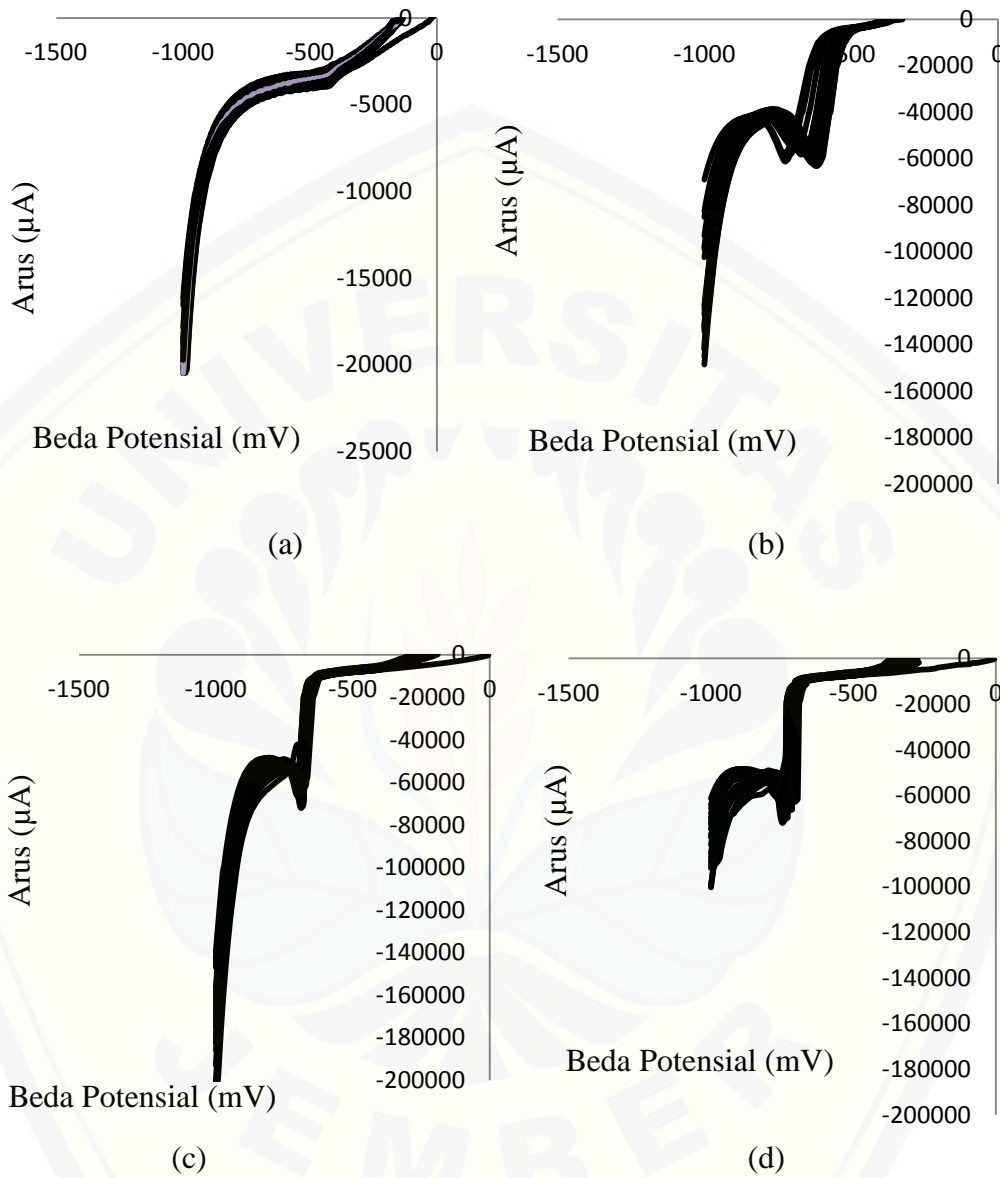
4.1 Hasil Voltamogram Elektroda Co-C

a. Metode *Cyclic Voltammetry*



Gambar 4.1 Voltamogram Elektroda Co-C Metode *Cyclic Voltammetry* (a) Kontrol (b) Elektroda Co-C ke-1 (c) Elektroda Co-C ke-2 (d) Elektroda Co-C ke-3

b. Metode *Linier Sweep Voltammetry*

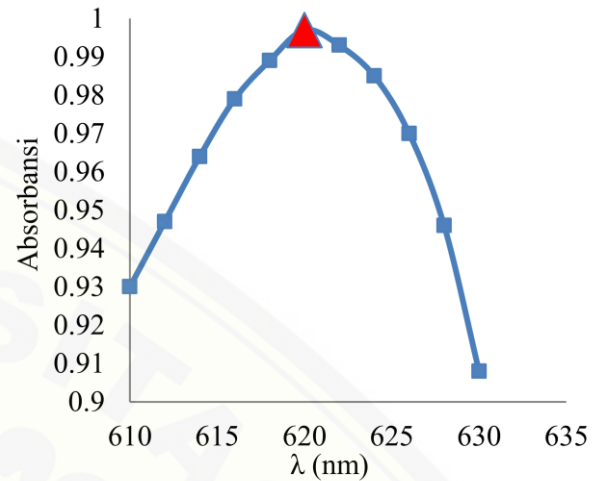


Gambar 4.2 Voltamogram elektroda Co-C metode LSV (a) Kontrol (b) Elektroda Co-C ke-1 (c) Elektroda Co-C ke-2 (d) Elektroda Co-C ke-3

Lampiran 4.2 Pengukuran Sisa Kobalt Menggunakan Spektrometer UV-Vis

a. Pengukuran *Scanning* Panjang Gelombang

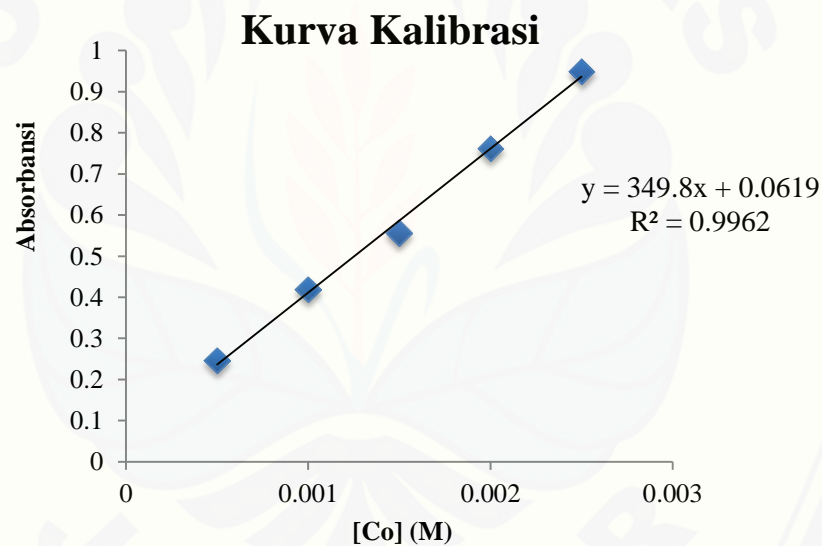
Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
400	0.324
410	0.201
420	0.160
430	0.144
440	0.146
450	0.150
460	0.157
470	0.160
480	0.160
490	0.158
500	0.147
510	0.135
520	0.122
530	0.112
540	0.113
550	0.137
560	0.223
570	0.377
580	0.534
590	0.579
600	0.758
610	0.930
612	0.947
614	0.964
616	0.979
618	0.989
620	0.997
622	0.993
624	0.985
626	0.970
628	0.946
630	0.908
640	0.741
650	0.516
660	0.270
670	0.101
680	0.039
690	0.014
700	0.006



Gambar 4.3 Kurva Panjang Gelombang Kobalt

b. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Konsentrasi (M)	Absorbansi Larutan Standar Co	Rata – rata	SD
0.0005	0.246	0.244	0.002
	0.243		
	0.242		
0.001	0.419	0.418	0.001
	0.418		
	0.418		
0.0015	0.557	0.555	0.002
	0.554		
	0.554		
0.002	0.762	0.762	0
	0.762		
	0.762		
0.0025	0.949	0.948	0.001
	0.948		
	0.948		



b. Pengukuran Kobalt dari Larutan Sisa Deposisi

Metode	Absorbansi	Elektroda ke-	Massa Co sebelum deposisi (gram)	Massa Co setelah deposisi (gram)	Hasil Co Terdeposisi (gram)	Rata-rata	SD
CV	0.337	1	0.1106	0.0939	0.0167	0.0174	0.0006
	0.336	2	0.1106	0.0928	0.0178		
	0.335	3	0.1106	0.0928	0.0178		
LSV	0.370	1	0.1106	0.1047	0.0059	0.0055	0.0006
	0.369	2	0.1106	0.1047	0.0059		
	0.372	3	0.1106	0.1058	0.0048		

1) Perhitungan Larutan elektrolit sebelum deposisi

$$\begin{aligned}
 y &= mx + c \\
 y &= 349.8x + 0.0619 \\
 0.38 &= 349.8x + 0.0619 \\
 0.3261 &= 349.8x \\
 x &= \frac{0.3261}{349.8} \\
 x &= 0.00093 \text{ M} \cdot \text{fp (10X)} \\
 [\text{Co}]_{\text{sblm deposisi}} &= 0.0093 \text{ M} \\
 M &= \frac{m}{Mr \times V}
 \end{aligned}$$

$$0.0093 \text{ mol/L} = \frac{m}{237.93 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0.05 \text{ L}}$$

$$\text{Massa Co sblm deposisi} = 0.1106 \text{ gram}$$

2) Perhitungan larutan elektrolit setelah deposisi (LSV Elektroda ke-1)

$$\begin{aligned}
 y &= mx + c \\
 y &= 349.8x + 0.0619 \\
 0.370 &= 349.8x + 0.0619 \\
 0.3081 &= 349.8x \\
 x &= \frac{0.3081}{349.8} \\
 x &= 0.00088 \text{ M} \cdot \text{fp (10X)} \\
 [\text{Co}]_{\text{stlh deposisi}} &= 0.0088 \text{ M}
 \end{aligned}$$

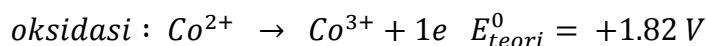
$$M = \frac{m}{Mr \times V}$$

$$0.0088 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = \frac{m}{237.93 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0.05 \text{ L}}$$

$$\text{Massa Co stlh deposisi} = 0.1047 \text{ gram}$$

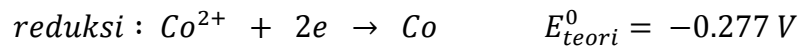
$$\begin{aligned}
 \text{Hasil Co terdeposisi} &= \text{Massa Co sblm deposisi} - \text{Massa Co stlh deposisi} \\
 &= 0.1106 \text{ gram} - 0.1047 \text{ gram} \\
 &= 0.0059 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

3) Perhitungan potensial total dan Energi Gibbs



$$E_{\text{pengukuran}}^0 = \frac{(-0.237 \text{ V}) + (-0.337 \text{ V}) + (-0.320 \text{ V})}{3}$$

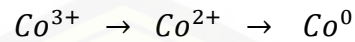
$$E_{\text{pengukuran}}^0 = -0.298 \text{ V}$$



$$E_{\text{pengukuran}}^0 = \frac{(-0.721 \text{ V}) + (-0.864 \text{ V}) + (-0.832 \text{ V})}{3}$$

$$E_{\text{pengukuran}}^0 = -0.806 \text{ V}$$

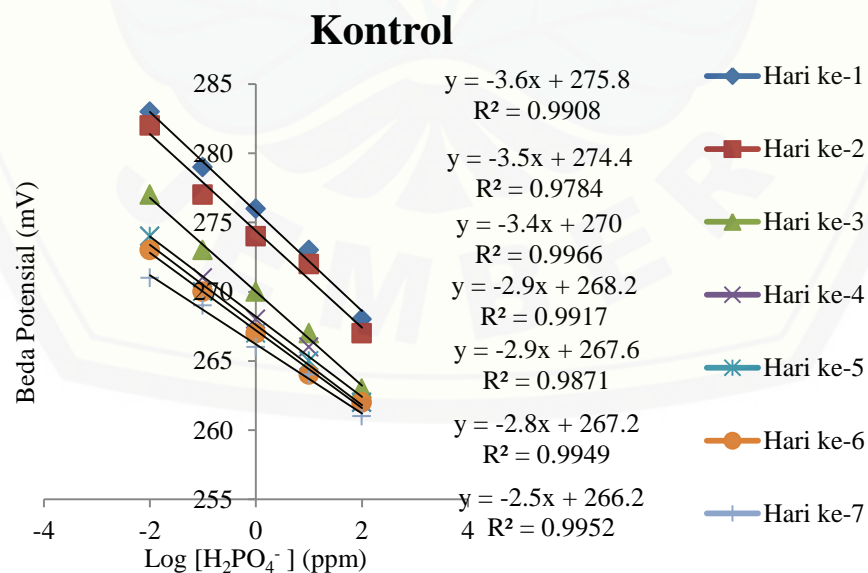
Potensial total dapat dihitung:



$$\begin{aligned} E_{\text{total}}^0 &= \frac{2(-0.806 \text{ V}) + 1(-0.298 \text{ V})}{3} \\ &= \frac{-1.91 \text{ V}}{3} \\ &= -0.64 \text{ V} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Delta G &= -nFE_{\text{total}}^0 \\ &= -3 \times 9.65 \times 10^4 \text{ C} \times (-0.64 \text{ V}) \\ &= 18.528 \times 10^4 \text{ J} \\ &= 185.28 \times 10^3 \text{ J} \\ &= 185.28 \text{ kJ} \end{aligned}$$

Lampiran 4.3 Penentuan Daerah Linier Elektroda C (Kontrol)

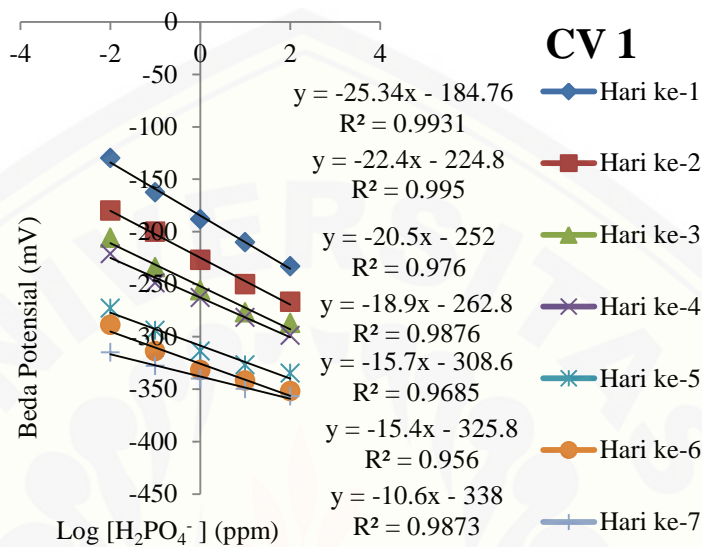


Lampiran 4.4 Analisa Deteksi Fosfat Menggunakan Potensiometri Metode

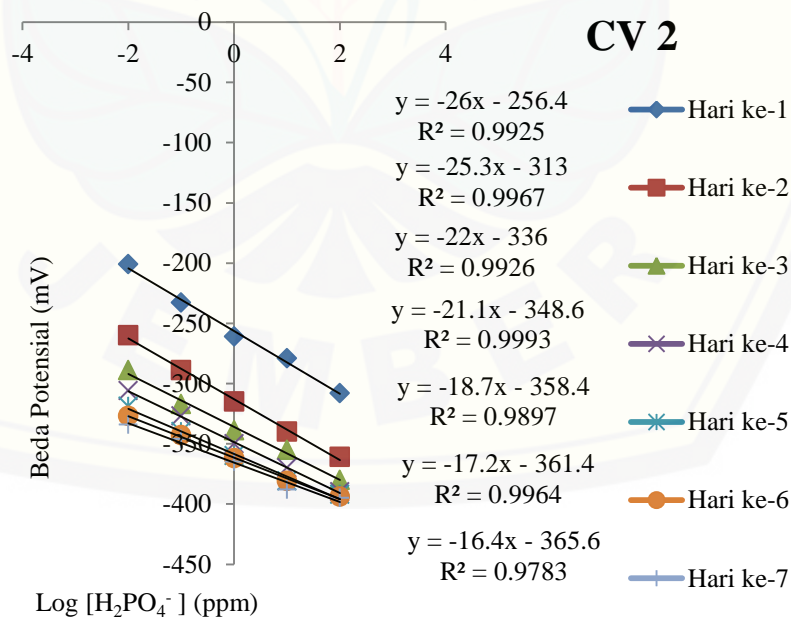
Cyclic Voltammetry

a. Daerah Linier

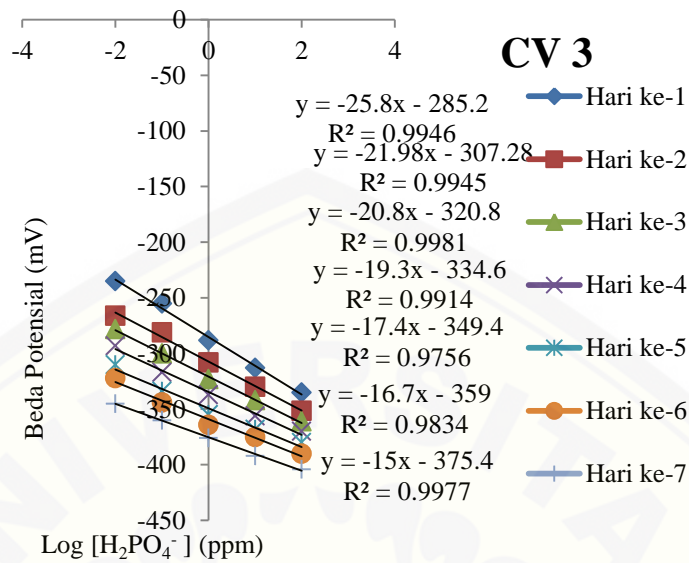
1) Elektroda Co-C ke-1



2) Elektroda Co-C ke-2



3) Elektroda Co-C ke-3



b. Limit Deteksi

1) Elektroda Co-C ke-1

$$y = -25.34x - 184.76$$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-128.7	-134.1	5.400	29.16
-1	-163.2	-159.4	-3.800	14.44
0	-189.3	-184.8	-4.500	20.25
1	-211.0	-210.1	-0.900	0.810
2	-232.7	-235.4	2.700	7.290

$$\sum(y-y_i)^2 = 71.95$$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{71.95}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{23.98} \\
 &= 4.897
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 4.897}{25.34}
 \end{aligned}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0.5798$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 3.800 \text{ ppm}$$

2) Elektroda Co-C ke-2

$$y = -26x - 256.4$$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-202.3	-204.4	2.100	4.410
-1	-233.0	-230.4	-2.600	6.760
0	-260.1	-256.4	-3.700	13.69
1	-280.7	-282.4	1.700	2.890
2	-309.7	-308.4	-1.300	1.690

$$\sum(y-yi)^2 = 29.44$$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{29.44}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{9.813} \\
 &= 3.133
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 3.133}{26}
 \end{aligned}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0.3615$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 2.299 \text{ ppm}$$

3) Elektroda Co-C ke-3

$$y = -25.8x - 285.2$$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-233.3	-233.6	0.300	0.090
-1	-255.0	-259.4	4.400	19.36
0	-287.7	-285.2	-2.500	6.250
1	-312.3	-311.0	-1.300	1.690
2	-335.7	-336.8	1.100	1.210

$$\sum(y-yi)^2 = 28.60$$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{28.60}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{9.533} \\
 &= 3.088
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 3.088}{25.8} \\
 &= 0.3591 \\
 \text{Log [LOD]} &= 0.3591 \\
 \text{Antilog [PO}_4^{3-}] &= 2.286 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

c. Reprodusibilitas

1) Elektroda Co-C ke-1

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	III			
0.01	-130.0	-126.2	-130.0	-128.7	2.194	1.710
0.1	-162.6	-164.1	-163.0	-163.2	0.777	0.480
1	-188.2	-190.6	-189.0	-189.3	1.222	0.650
10	-210.0	-211.0	-212.0	-211.0	1.000	0.470
100	-233.0	-235.0	-230.0	-232.7	2.517	1.080

2) Elektroda Co-C ke-2

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	III			
0.01	-201.0	-203.0	-203.0	-202.3	1.155	0.571
0.1	-233.0	-232.0	-234.0	-233.0	1.000	0.429
1	-261.0	-259.0	-260.2	-260.1	1.007	0.387
10	-279.0	-280.0	-283.0	-280.7	2.082	0.742
100	-308.0	-310.0	-311.0	-309.7	1.528	0.493

3) Elektroda Co-C ke-3

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	III			
0.01	-235.0	-232.0	-233.0	-233.3	1.528	0.650
0.1	-255.0	-254.0	-256.0	-255.0	1.000	0.390
1	-288.0	-290.0	-285.0	-287.7	2.517	0.870
10	-313.0	-313.0	-311.0	-312.3	1.155	0.370
100	-335.0	-337.0	-335.0	-335.7	1.155	0.340

Reprodusibilitas diperoleh dari pengukuran beda potensial masing-masing konsentrasi pada hari pertama, kemudian dihitung nilai SD dan Kv nya.

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

$$SD = \sqrt{\frac{((-235.0 + 233.3)^2 + \{-232.0 + 233.3\}^2 + \{-233.0 + 233.3\}^2)}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{(2.89 + 1.69 + 0.09)}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{4.67}{2}}$$

$$SD = 1.528$$

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

$$Kv = \left[\frac{1.528}{233.3} \right] \times 100\%$$

$$Kv = 0.0065 \times 100\%$$

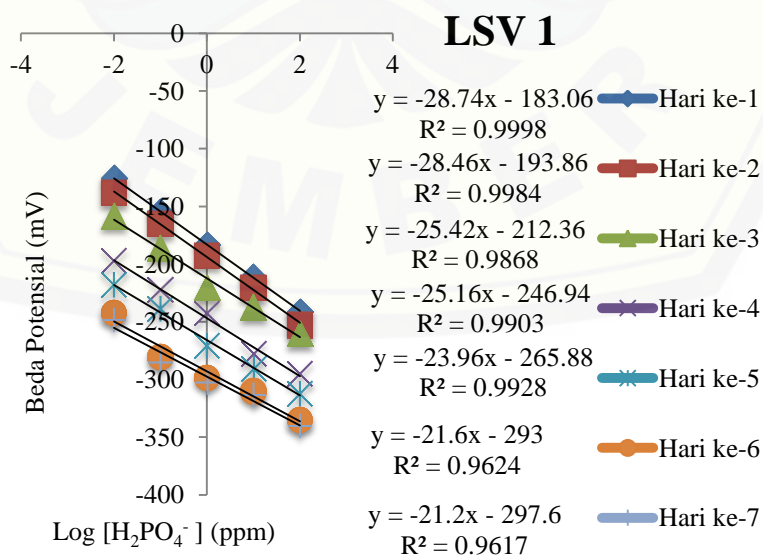
$$Kv = 0.65 \%$$

Lampiran 4.5 Analisa Deteksi Fosfat Menggunakan Potensiometri Metode

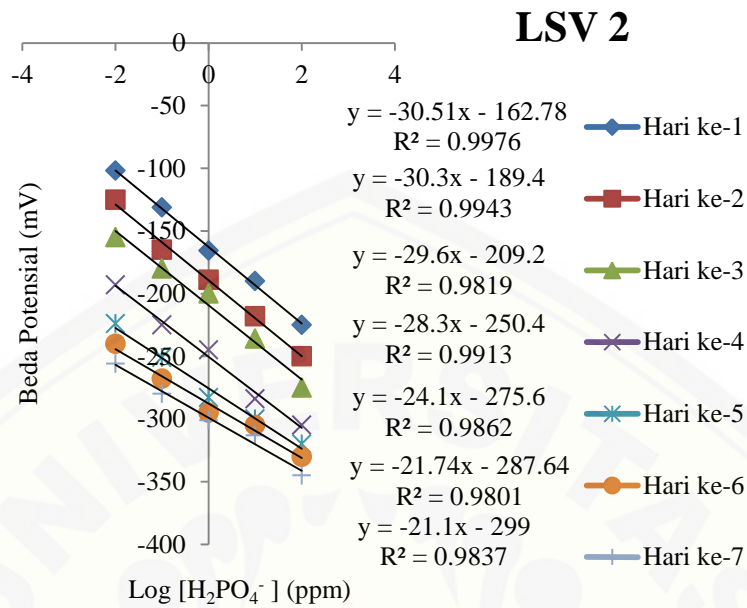
Linier Sweep Voltammetry

a. Daerah Linier

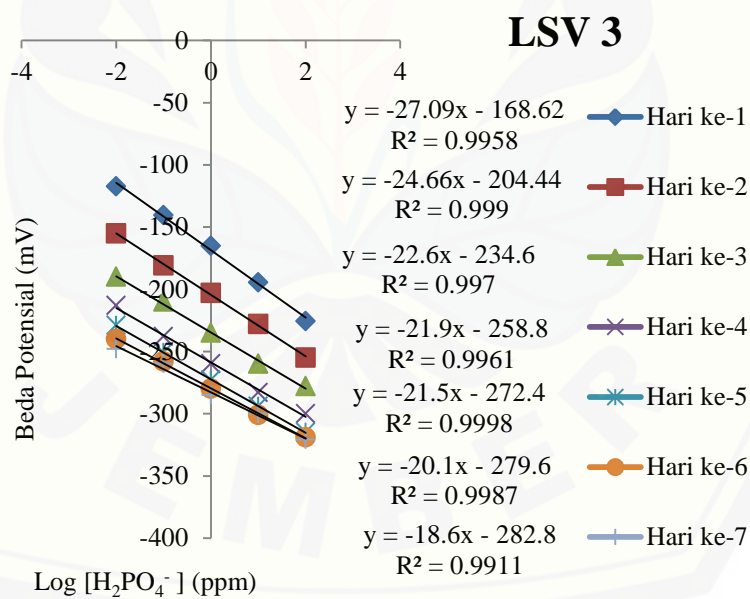
1) Elektroda Co-C ke-1



2) Elektroda Co-C ke-2



3) Elektroda Co-C ke-3



b. Limit Deteksi

1) Elektroda Co-C ke-1

$$y = -28.74x - 183.06$$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-123.7	-125.6	1.900	3.610
-1	-154.5	-154.3	-0.200	0.040
0	-183.0	-183.1	0.100	0.010
1	-212.4	-211.8	-0.600	0.360
2	-240.4	-240.5	0.100	0.010

$$\underline{\underline{\sum(y-yi)^2 = 4.030}}$$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{4.030}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{1.343} \\
 &= 1.159
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 1.159}{28.74}
 \end{aligned}$$

$$\text{Log [LOD]} = 0.121$$

$$\text{Antilog [PO}_4^{3-}] = 1.321 \text{ ppm}$$

2) Elektroda Co-C ke-2

$$y = -30.51x - 162.78$$

x	y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-103.1	-101.8	-1.300	1.690
-1	-131.2	-132.3	1.100	1.210
0	-166.4	-162.8	-3.600	12.96
1	-191.8	-193.3	1.500	2.250
2	-225.3	-223.8	-1.500	2.250

$$\underline{\underline{\sum(y-yi)^2 = 20.36}}$$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{20.36}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{6.787} \\
 &= 2.605
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 2.605}{30.51} \\
 \text{Log [LOD]} &= 0.256 \\
 \text{Antilog [PO}_4^{3-}] &= 1.803 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

3) Elektroda Co-C ke-3
 $y = -27.09x - 168.62$

x	Y	yi	y-yi	(y-yi) ²
-2	-117.4	-114.4	-3.00	9.000
-1	-142.3	-141.5	-0.80	0.640
0	-167.9	-168.6	0.70	0.490
1	-192.3	-195.7	3.40	11.56
2	-225.5	-222.8	-2.70	7.290
				$\Sigma(y-yi)^2 = 28.98$

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\Sigma(y - yi)^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{28.98}{5 - 2}} \\
 &= \sqrt{9.66} \\
 &= 3.108
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 LOD &= \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 3.108}{27.09} \\
 \text{Log [LOD]} &= 0.344 \\
 \text{Antilog [PO}_4^{3-}] &= 2.208 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

c. Reprodusibilitas

1) Elektroda Co-C ke-1

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	II			
0.01	-125.3	-123.0	-122.9	-123.7	1.358	1.098
0.1	-155.0	-155.0	-153.4	-154.5	0.924	0.598
1	-183.0	-183.8	-182.3	-183.0	0.751	0.410
10	-211.0	-212.0	-214.3	-212.4	1.692	0.796
100	-241.0	-240.0	-240.3	-240.4	0.513	0.213

2) Elektroda Co-C ke-2

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	II			
0.01	-101.8	-103.1	-104.3	-103.1	1.250	1.213
0.1	-131.3	-132.6	-129.6	-131.2	1.504	1.147
1	-165.8	-166.0	-167.5	-166.4	0.929	0.558
10	-190.0	-193.0	-192.4	-191.8	1.587	0.827
100	-225.0	-227.0	-224.0	-225.3	1.528	0.598

3) Elektroda Co-C ke-3

Konsentrasi (ppm)	Beda Potensial (mV)			Rata-rata (mV)	SD	Kv (%)
	I	II	II			
0.01	-117.3	-116.7	-118.3	-117.4	0.808	0.688
0.1	-140.4	-144.1	-142.5	-142.3	1.856	1.304
1	-165.2	-168.5	-170	-167.9	2.456	1.463
10	-194.5	-192	-190.4	-192.3	2.066	1.074
100	-225.7	-226.5	-224.3	-225.5	1.114	0.494

Reproduksibilitas diperoleh dari pengukuran beda potensial masing-masing konsentrasi pada hari pertama, kemudian dihitung nilai SD dan Kv nya.

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

$$SD = \sqrt{\frac{((-225.7 + 225.5)^2 + (-226.5 + 225.5)^2 + (-224.3 + 225.5)^2)}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{(0.04 + 1 + 1.44)}{3 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{2.48}{2}}$$

$$SD = 1.114$$

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

$$Kv = \left[\frac{1.114}{225.5} \right] \times 100\%$$

$$Kv = 0.00494 \times 100\%$$

$$Kv = 0.494$$