

**PENGEMBANGAN SENSOR ION LOGAM PB(II)
MENGUNAKAN *PENCIL LEAD ELECTRODE*
MODIFIKASI LAPISAN TIPIS EMAS
SECARA VOLTAMMETRI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
sarjana sains*



Oleh:

**DICKY MUHAMMAD RIANDI
NIM. 19036064/2019**

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2024**

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini

Nama : Dicky Muhammad Riandi
NIM : 19036064
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/02 November 2000
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Pengembangan Sensor Ion Logam Pb(II) Menggunakan
Pencil Lead Electrode Modifikasi Lapisan Tipis Emas
Secara Voltammetri

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani Asli oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, 29 Februari 2023
Yang Menyatakan



Dicky Muhammad Riandi
NIM. 19036064

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

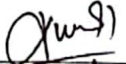
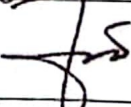

Nama : Dicky Muhammad Riandi
NIM : 19036064
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

PENGEMBANGAN SENSOR ION LOGAM PB(II) MENGUNAKAN *PENCIL LEAD ELECTRODE* MODIFIKASI LAPISAN TIPIS EMAS SECARA VOLTAMMETRI

Dinyatakan Lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 29 Februari 2024

Tim Penguji:

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Trisna Kumala Sari, M.Si., Ph.D	1. 
2	Anggota	Alizar, S.Pd., M.Sc., Ph.D	2. 
3	Anggota	Dra.Syamsi Aini, M.Si., Ph.D	3. 

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengembangan Sensor Ion Logam Pb(II) Menggunakan
Pencil Lead Electrode Modifikasi Lapisan Tipis Emas
Secara Voltammetri
Nama : Dicky Muhammad Riandi
NIM : 19036064
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui:
Kepala Departemen Kimia



Budhi Oktavia S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Padang, 29 Februari 2024
Disetujui Oleh:
Dosen Pembimbing



Trisna Kumala Sari, M.Si., Ph.D
NIP. 198701112019032009

**PENGEMBANGAN SENSOR ION LOGAM PB(II)
MENGUNAKAN *PENCIL LEAD ELECTRODE*
MODIFIKASI LAPISAN TIPIS EMAS
SECARA VOLTAMMETRI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
sarjana sains*



Oleh:

DICKY MUHAMMAD RIANDI

NIM. 19036064/2019

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

2024

ABSTRAK

The electrochemical detection of Pb^{2+} ions was achieved by utilizing a pencil lead electrode that had been modified with a thin layer of gold (Au/PLE). The modification of the gold layer was conducted through cyclic voltammetry based sweeping-potential electrodeposition. This investigation aimed to explore the response of both PLE and Au/PLE towards Pb^{2+} ion determination, as well as to identify the optimal conditions for the electrodeposition cycle, supporting electrolyte, voltammetry technique, and pH of the supporting electrolyte employed in Pb^{2+} ion measurement.

A gold thin layer was deposited onto the surface of the pencil lead electrode through potential sweeping, with potential scanned from 1.2 V to 0 V. The findings indicated that Au/PLE exhibited superior performance compared to PLE when subjected to a single cycle of electrodeposition scan and using 0.1 M HNO_3 at pH 1 as the optimal supporting electrolyte. Pb^{2+} ion measurement using Au/PLE electrodes at a test analyte concentration of 1 mM revealed an oxidation peak of Pb^{2+} ion at a potential of -0.42 Volt. The relative standard deviation (RSD) value was determined to be 1.22%. The calibration curve for Pb^{2+} ion on a gold thin layer-modified pencil lead electrode exhibited linearity within the range of 0.04 mM to 0.28 mM, achieving a detection limit of 0.017 mM.

Keywords — *Pb^{2+} ion,, Gold Thin Layer, Pencil Lead Electrode, Cyclic Voltammetry*

ABSTRAK

Ion Pb^{2+} dideteksi secara elektrokimia menggunakan *pencil lead electrode* yang dimodifikasi dengan lapisan tipis emas (Au/PLE). Modifikasi lapisan tipis emas dilakukan dengan metode elektrodeposisi menggunakan siklik voltametri. Studi ini bertujuan untuk mempelajari respons PLE dan Au/PLE untuk penentuan ion Pb^{2+} dan juga untuk menentukan kondisi optimum *cycle* elektrodeposisi, *supporting electrolyte*, model teknik voltametri, dan pH *supporting electrolyte* yang digunakan dalam pengukuran ion Pb^{2+} .

Lapisan tipis emas dideposisikan pada permukaan *pencil lead electrode* dengan teknik *sweeping potential* pada rentang potensial dari 1,2 V hingga 0 V. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Au/PLE memberikan kinerja yang lebih baik daripada PLE dengan satu siklus pemindaian elektrodeposisi dan 0,1 M HNO_3 pH 1 sebagai *supporting electrolyte* optimum. Pengukuran ion Pb^{2+} menggunakan elektroda Au/PLE dengan konsentrasi 1 mM analit uji menunjukkan puncak oksidasi ion Pb^{2+} pada potensial -0,42 Volt. Nilai standar deviasi relatif (RSD) diperoleh sebesar 1,22%. Kurva kalibrasi untuk ion Pb^{2+} pada *pencil lead electrode* yang dimodifikasi dengan lapisan tipis emas menunjukkan linearitas dalam rentang 0,04 mM hingga 0,28 mM dengan batas deteksi mencapai 0,017 mM.

Keywords — Pb^{2+} ion, Gold Thin Layer, Pencil Lead Electrode, Cyclic Voltammetry

KATA PENGANTAR

Tiada kata yang paling indah selain puji dan rasa syukur kepada Allah SWT, yang telah menentukan segala sesuatu berada di tangan-Nya. Shalawat beserta Salam semoga terlimpahkan kepada Arwah junjungan alam, Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi panutan kita dalam menuntut ilmu di bumi Allah yang luas ini. Judul penelitian ini adalah **“Pengembangan Sensor Ion Pb (II) menggunakan *Pencil Lead Electrode* modifikasi Lapisan Tipis Emas secara Voltammetri”**.

Skripsi ini diajukan sebagai persyaratan untuk memperoleh gelar sarjana sains pada Program Studi Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bimbingan, arahan, serta masukan dari berbagai pihak sehingga pada kesempatan ini penulis dengan tulus mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Trisna Kumala Sari, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Penasehat Akademik dan Pembimbing Tugas Akhir.
2. Bapak Alizar, S.Pd., M.Sc., Ph.D dan Ibu Dra.Syamsi Aini, M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembahas Tugas Akhir.
3. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia serta Kepala Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
4. Bapak dan Ibu tenaga pendidik serta seluruh staff akademik dan non akademik Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

5. Semua pihak terkait yang tidak sempat disebutkan namanya yang senantiasa membantu dan memberi dorongan penulis selama penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna, ketidaksempurnaan tersebut disebabkan oleh kemampuan, pengetahuan serta pengalaman penulis yang masih terbatas. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan dari rekan-rekan dan bapak/ibu dosen pembahas bagi kemajuan dimasa yang akan datang.

Padang, 29 Februari 2024

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian.....	5
F. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Ion Pb^{2+}	6
B. <i>Pencil Lead Electrode (PLE)</i>	8
C. Lapisan tipis emas	9
D. Metode Voltammetri	10
E. Instrumentasi	16
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
A. Waktu dan Tempat Penelitian	21
B. Objek Penelitian	21
C. Variabel Penelitian	21
D. Alat dan Bahan Penelitian	21
E. Prosedur Kerja.....	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	29

A.	Preparasi <i>Pencil Lead Electrode</i> dimodifikasi dengan Lapisan Tipis Emas secara elektrodeposisi.....	29
B.	Respon elektrokimia antara elektroda PLE dan Au/PLE menggunakan metode voltametri siklik.....	30
C.	Optimasi sensor Au/PLE dalam penentuan ion logam Pb(II).....	34
D.	Pengukuran keberulangan menggunakan SWV	41
E.	Kurva Kalibrasi	42
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		43
A.	Kesimpulan.....	43
B.	Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA		44
LAMPIRAN.....		54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Bentuk gelombang voltametri siklik	12
Gambar 2. Tipe Voltammogram siklik	13
Gambar 3. Bentuk gelombang dan voltammogram DPV	14
Gambar 4. Bentuk gelombang umum voltammogram LSV	15
Gambar 5. Bentuk gelombang dan voltammogram SWV	15
Gambar 6. Potensiostat dengan sel elektrokimia	16
Gambar 7. Voltammogram siklik modifikasi PLE dalam larutan 50 μM $\text{HAuCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan 0,1 M KCl pada scan rate 50 mV/s secara elektrodeposisi	29
Gambar 8. Voltammogram siklik PLE dan Au/PLE dalam 2 mM $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3/4-}$ dan 0,1 M KNO_3 pada scan rate 50 mV/s.....	30
Gambar 9. Voltammogram siklik PLE dan Au/PLE dalam 1 mM ion Pb^{2+} dan 0,1 M HNO_3 pada scan rate 50 mV/s.....	33
Gambar 10. Voltammogram siklik dari Au/PLE dalam 1 mM Pb^{2+} dengan variasi cycle elektrodeposisi 1, 5, dan 10 cycles pada scan rate 50 mV/s.....	35
Gambar 11. Voltammogram siklik dari Au/PLE dalam 1 mM Pb^{2+} dengan variasi supporting electrolyte (a) HNO_3 0,1 M, (b) KOH 0,1, dan (c) PBS pH 7 pada scan rate 50 mV/s	36
Gambar 12. Voltammogram dari Au/PLE dalam 0,2 mM Pb^{2+} dengan variasi model teknik voltametri (a) SWV, (b) DPV, dan (c) LSV pada scan rate 50 mV/s	38
Gambar 13. Voltammogram SWV dari Au/PLE dalam 0,2 mM Pb^{2+} dengan variasi pH supporting electrolyte pada scan rate 50 mV/s.....	40
Gambar 14. Voltammogram SWV keberulangan dari Au/PLE dalam 0,2 mM Pb^{2+} pada scan rate 50 mV/s	41

Gambar 15. (a) Kurva kalibrasi SWV dari AU/PLE pada konsentrasi Pb^{2+} yang berbeda dalam 0,1 M HNO_3 (dari 0, 0.04, 0.08, 0.12, 0.16, 0.20, 0.24, 0.28 mM);
(b) hubungan linier antara konsentrasi dan arus puncak..... 42

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat Kimia ion pb^{2+}	6
Tabel 2. Penentuan Ion logam Pb^{2+} menggunakan teknik voltammometri	7

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Jadwal Penelitian	54
Lampiran 2. Skema Penelitian	55
Lampiran 3. Diagram Alir Penelitian.....	56
Lampiran 4. Dasar-Dasar Perhitungan.....	60
Lampiran 5. Skema Instrumentasi dan Preparasi Elektroda	63
Lampiran 6. Voltammogram Penelitian.....	64
Lampiran 7. Dokumentasi Penelitian.....	71

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pesatnya perkembangan industrialisasi ekonomi global, menyebabkan timbulnya masalah lingkungan, salah satu masalah yang paling serius yaitu pencemaran lingkungan akibat logam berat. Logam berat seperti kadmium, timbal, nikel, tembaga, kromium, merkuri dan senyawanya banyak digunakan dalam industri finishing logam, pertambangan dan kimia, menyebabkan pencemaran perairan alami dan mengancam kelangsungan hidup dan kesehatan manusia. Akumulasi ion logam berat dalam tubuh manusia dapat menyebabkan kerusakan ginjal, gagal napas, kerusakan sistem saraf pusat, bahkan kematian. Di antara ion logam berat yang disebutkan di atas, Hg^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , dan Cd^{2+} adalah yang paling umum dalam produksi industri dan kehidupan kita sehari-hari (Chu et al., 2019).

Ion logam sering hadir di banyak sampel lingkungan dan dapat menimbulkan risiko bagi organisme akuatik, terutama pada level tinggi. Dalam beberapa tahun terakhir, identifikasi ion logam beracun dalam sampel lingkungan telah menjadi perhatian umum, yang meningkatkan kebutuhan untuk identifikasi logam beracun secara simultan. Timbal bersifat racun menurut Peraturan Wakil Menteri Lingkungan Hidup No. 2. Batasan kandungan timbal dalam air minum tahun 2001 82 adalah 0,03 mg/L. Kasus pencemaran ion logam berat seperti ion timbal (Pb) dari limbah industri pertambangan, pulp dan kertas telah memperburuk kualitas air sungai (F. R. and C. Kurniawan, 2021a)

Dengan meningkatnya penggunaan industri logam Pb, mengakibatkan efek yang berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan. Paparan ion logam Pb pada tubuh manusia dapat berbahaya hingga menyebabkan ketidaksadaran, kejang, dan kematian (Tiwari et al., 2013). Oleh karena itu, dibutuhkan pengembangan metode untuk mengukur ion logam Pb dalam jumlah kecil. Sampai saat ini, banyak metode yang dapat diandalkan seperti spektroskopi sinar-X (Kamilari et al., 2018), spektroskopi serapan atom (Ghaedi et al., 2007), ICP-OES dan *atomic fluorescence spectroscopy* (F. R. and C. Kurniawan, 2021b) namun, metode ini membutuhkan teknologi yang kompleks, mahal dan memakan waktu.

Metode elektrokimia merupakan pendekatan analitik yang menjanjikan karena menawarkan metode yang sederhana, sensitif, handal dan membutuhkan peralatan yang lebih murah (Sari et al., 2021a). Voltametri adalah teknik elektroanalitik serbaguna untuk penentuan unsur runtu dalam berbagai sampel lingkungan, klinis, dan industri (Bedin et al., 2018a). Elektroda karbon digunakan sebagai sensor voltametri dalam banyak aplikasi. Salah satu material berbas karbon yaitu pensil mekanik yang merupakan bahan alternatif murah yang dapat digunakan untuk membuat elektroda karbon karena tersedia secara komersial dalam berbagai diameter dan tingkat kekerasan. Selain itu, grafit memiliki sifat yang sangat baik seperti konduktivitas listrik yang tinggi, *pretreatment* yang cepat dan mudah, biaya rendah, ketersediaan yang luas, dan arus *background* yang rendah (Bedin et al., 2018a). Pada penelitian (Kiliç & Kizil, 2019) melaporkan analisis Pb^{2+} pada nanoelektroda graphene/bismuth yang dimodifikasi dengan *Pencil Graphite Electrode* secara voltametri. Hasil penelitian menunjukkan bahwa graphene termodifikasi PGE dikembangkan untuk dekomposisi logam berat Pb^{2+} dan deteksi

ion Pb^{2+} dengan metode elektrokimia yang cepat, sederhana, aman, ekonomis dan ramah lingkungan dengan batas deteksi $0,29 \mu g L^{-1}$. Elektroda pensil memiliki banyak keunggulan, seperti reaktivitas elektrokimia yang tinggi, biaya rendah, teknologi rendah, dan arus *background* rendah. Untuk meningkatkan kinerjanya, permukaan elektroda dapat dimodifikasi dengan menggunakan material seperti bahan nano, polimer atau kompleksnya, sehingga dapat memodifikasi sifat permukaan dan meningkatkan sensitivitas elektroda (Kiliç & Kizil, 2019)

Bahan yang banyak digunakan untuk modifikasi elektroda salah satunya adalah Emas. Emas memiliki ketahanan korosi dan konduktivitas listrik yang sangat baik (Chen & Nigro, 2003). Emas adalah bahan elektroda yang ideal untuk pengukuran analitik karena merupakan logam yang relatif stabil dan inert (Mohanaraj et al., 2019). Dalam penelitian (Sari et al., 2021a) melaporkan deteksi voltametri kromium (VI) menggunakan *Pencil lead electrode* yang dimodifikasi dengan lapisan tipis emas. Modifikasi lapisan tipis emas dilakukan dengan metode elektrodeposisi sehingga dapat meningkatkan konduktivitas listrik dan sifat elektrokatalitik pada permukaan elektroda kerja PLE, Au/PLE telah berhasil dimodifikasi untuk deteksi analit target kromium (VI) dengan batas deteksi $2,3 \mu m$.

Berdasarkan permasalahan di atas, untuk pertama kalinya Au/PLE digunakan untuk menentukan kandungan ion Pb^{2+} . PLE dimodifikasi dengan lapisan tipis menggunakan proses elektrodeposisi. Perubahan sifat elektrokimia elektroda diselidiki selama penentuan ion Pb^{2+} menggunakan metode voltametri.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Paparan ion logam Pb(II) di dalam tubuh dapat menimbulkan risiko kesehatan dan menyebabkan terganggunya ekosistem di lingkungan
2. Metode deteksi ion logam Pb(II) memiliki keterbatasan dalam waktu analisa, proses preparasi sampel, dan biaya analisa
3. *Pencil Lead Electrode* sebagai elektroda kerja dalam deteksi ion logam Pb(II) masih memiliki sensitivitas elektrokatalisis yang rendah

C. Batasan Masalah

Berdasarkan paparan di atas, maka terdapat batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Penentuan ion logam Pb²⁺ diuji menggunakan *Pencil Lead Electrode* non-modifikasi dan Elektroda modifikasi Au/PLE secara voltammetri.
2. Pengembangan sensor ion logam Pb²⁺ dipelajari dengan variasi *supporting electrolyte*, *cycle* elektrodeposisi, model teknik voltammetri, dan pH *supporting electrolyte*.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan paparan di atas, maka dapat dituliskan rumusan masalah sebagai berikut.

1. Bagaimana respon *Pencil Lead Electrode* non modifikasi dan *Pencil Lead Electrode* modifikasi Lapisan tipis emas terhadap hasil penentuan Ion logam Pb²⁺ dengan metode voltammetri?

2. Bagaimana pengaruh variasi *supporting electrolyte*, *cycle* elektrodeposisi, model teknik voltammetri, dan pH *supporting electrolyte* terhadap kondisi optimum sensor kimia menggunakan elektroda modifikasi Au/PLE dalam penentuan Ion logam Pb^{2+} ?

E. Tujuan Penelitian

1. Mengembangkan sensor Ion logam Pb^{2+} menggunakan elektroda modifikasi Au/PLE dengan metode voltammetri
2. Menentukan kondisi optimum dalam penentuan Ion logam Pb^{2+} menggunakan elektroda modifikasi Au/PLE dengan melihat pengaruh variasi *supporting electrolyte*, *cycle* elektrodeposisi, model teknik voltammetri, dan pH *supporting electrolyte*.

F. Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi tentang penentuan Ion logam Pb^{2+} menggunakan elektroda modifikasi Au/PLE dengan metode voltammetri.
2. Memberikan informasi mengenai kondisi optimum dalam penentuan Ion logam Pb^{2+} menggunakan elektroda modifikasi Au/PLE dengan melihat pengaruh variasi *supporting electrolyte*, *cycle* elektrodeposisi, model teknik voltammetri, dan pH *supporting electrolyte*.