

Pengaruh Supporting Electrolyte Terhadap Deteksi Ion Logam Pb^{2+} Menggunakan Pencil Lead Electrode Termodifikasi Lapisan Tipis Perak dengan Metode Voltametri Siklik

Radha Afifah¹, Trisna Kumala Sari^{2*}

¹Program Studi Kimia, Universitas Negeri Padang
e-mail: trisna.kumala.s@fmipa.unp.ac.id

Abstrak

Ion logam Pb^{2+} merupakan kontaminan yang berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari respon elektrokimia dari PLE dan Ag/PLE untuk mendeteksi ion logam Pb^{2+} dan menentukan kondisi optimum *supporting electrolyte* untuk pengukuran ion Pb^{2+} . Pada penelitian ini digunakan teknik elektrokimia untuk mendeteksi ion logam Pb^{2+} . Elektroda dimodifikasi dengan lapisan tipis perak secara elektrodposisi dengan metode voltametri siklik. Hasil penelitian menunjukkan Ag/PLE memberikan respon yang lebih baik dibandingkan PLE dalam mendeteksi ion Pb^{2+} dengan HNO_3 0,1 M sebagai *supporting electrolyte* yang optimum.

Kata Kunci: Pb^{2+} , Pencil Lead Electrode, Lapisan Tipis Perak, Supporting Electrolyte, Voltametri Siklik.

Abstract

Pb^{2+} metal ions are contaminants that are harmful to the environment and health. This study aims to study the electrochemical response of PLE and Ag/PLE to detect Pb^{2+} metal ions and determine the optimum conditions of supporting electrolytes for Pb^{2+} ion measurement. In this study, electronic techniques were used to detect Pb^{2+} metal ions. The electrode is modified with a thin layer of silver electrodeposition by the cyclic voltammetry method. The results showed that Ag/PLE responded better than PLE in detecting Pb^{2+} ions with HNO_3 0.1 M as the optimal supporting electrolyte.

Keywords: Pb^{2+} , Pencil Lead Electrode, lapisan tipis perak, supporting electrolyte, cyclic voltammetry.

PENDAHULUAN

Ion logam timbal (Pb^{2+}) merupakan kontaminan logam berat yang berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan manusia karena bersifat karsinogenik dan sulit terdegradasi (Phal et al., 2021). Masuknya logam Pb ke lingkungan dapat disebabkan dari faktor aktivitas industri yang menggunakan logam timbal secara berlebihan. Beberapa industri yang memanfaatkan logam timbal di antaranya industri bahan bakar, pertambangan, cat, keramik, batu bara, dan baterai (Sarvestani et al., 2023) . Oleh

sebab itu, pengujian ion logam Pb^{2+} di lingkungan perlu dilakukan. Salah satu metode yang dapat digunakan adalah metode elektrokimia.

Metode elektrokimia merupakan metode analisis yang didasarkan pada reaksi spesifik analit dengan output berupa sinyal listrik. Kelebihan metode ini adalah sederhana dan sensitif (Kumala Sari et al., 2021). Salah satu teknik metode elektrokimia dalam deteksi logam berat adalah metode voltametri siklik. Voltametri siklik memberikan informasi cepat tentang reaksi redoks analit (Annu et al., 2020). Penelitian ini menggunakan *Pencil Lead Electrode* (PLE) yang merupakan elektoda berbasis karbon sekitar 75-80% grafit dengan kelebihan murah, mudah didapatkan, dan mudah dibersihkan (David et al., 2017). Untuk meningkatkan sensitivitas permukaan elektroda, diperlukan modifikasi salah satunya menggunakan logam seperti perak. Penelitian sebelumnya melaporkan keunggulan modifikasi dengan lapisan tipis perak dapat meningkatkan transpor elektron karena memiliki konduktivitas tinggi (Asadian et al., 2016) dan meningkatkan respon elektrokatalitik (Pura et al., 2023). Penelitian sebelumnya telah dilaporkan menggunakan PLE dengan beberapa modifikasi dan teknik elektrokimia dalam penentuan ion Pb^{2+} seperti BiNPs/Nafion/PLE dengan teknik *Anodic Stripping Voltammetry* (ASV) (Palisoc et al., 2018) dan AgNPs/Bi/Nafion/PLE dengan teknik ASV (Palisoc et al., 2019).

Pada penelitian ini, untuk pertama kalinya dilakukan pengujian ion logam Pb^{2+} menggunakan PLE yang dimodifikasi lapisan tipis perak dengan metode voltametri siklik. Modifikasi PLE dilakukan dengan cara elektrodposisi perak pada permukaan elektroda. Sifat elektrokimia modifikasi dan pengaruh supporting electrolyte dipelajari dengan teknik voltametri siklik. Penelitian ini menawarkan metode analisis yang sederhana, sensitif, analisis cepat, dan harga yang murah.

METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari gelas kimia, pipet mikro, labu ukur, magnetic stirrer, botol vial, *teflon tube*, potensiostat e-DAQ model EA163, elektroda kerja menggunakan *Pencil Lead Electrode* (PLE) yang dimodifikasi menggunakan lapisan tipis perak (Ag/PLE), elektroda pembanding Ag/AgCl, dan elektroda pembantu Pt. Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain $Pb(NO_3)_2$, $AgNO_3$, $K_3[Fe(CN)_6]$, KNO_3 , $HClO_4$, CH_3COOH , CH_3COONa , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , kertas saring, dan akuades.

Preparasi Ag/PLE dengan metode elektrodposisi

Preparasi PLE menggunakan lapisan tipis perak dilakukan dengan metode elektrodposisi dengan menggunakan larutan $AgNO_3$ 5 mM dalam larutan elektrolit KNO_3 0,1 M dengan scan potential dari 1,0 V sampai 1,0 V sebanyak satu *cycle*. Elektroda ini direpresentasikan sebagai PLE termodifikasi lapisan tipis perak (Ag/PLE) (Anugrah Putri et al., 2021)

Pengukuran Elektrokimia pada elektroda PLE dan Ag/PLE terhadap Analit Ion Pb^{2+} dengan metode voltametri siklik

Pengukuran elektrokimia elektroda PLE dan Ag/PLE terhadap larutan analit ion Pb^{2+} 1 mM dalam larutan supporting electrolyte HNO_3 0,1 M dengan metode voltametri siklik. Pengukuran ini dilakukan dengan scan potential 0,2 V sampai -0,8 V.

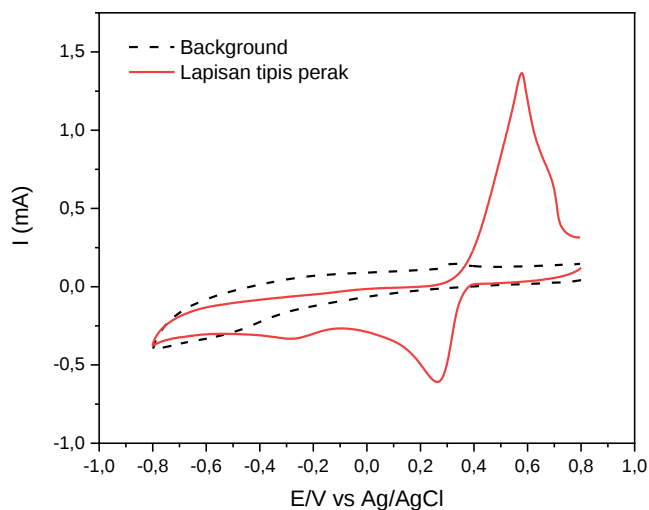
Variasi Supporting Electrolyte

Variasi Supporting electrolyte dilakukan pada larutan Pb^{2+} 1 mM dengan variasi larutan elektrolit HNO_3 0,1 M, HClO_4 0,1 M, buffer asetat pH 4, dan buffer fosfat pH 7. Pengukuran ini dilakukan dengan scan potential 0,2 V sampai -0,8 V dengan metode voltametri siklik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

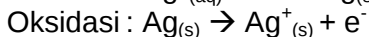
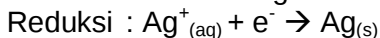
Modifikasi PLE dengan Lapisan Tipis Perak secara Elektrodposisi

Modifikasi permukaan elektroda PLE menggunakan lapisan tipis perak dilakukan dengan cara elektrodposisi 5 mM AgNO_3 dalam KNO_3 0,1 M pada permukaan elektroda sebanyak 1 cycle. Puncak oksidasi dan reduksi yang muncul pada voltamogram (Gambar 1) menunjukkan perak telah terdposisi pada permukaan elektroda dan direpresensatkan sebagai Ag/PLE (Anugrah Putri et al., 2021).



Gambar 1. Voltamogram siklik modifikasi PLE dalam larutan AgNO_3 5mM dan KNO_3 0,1 M dengan scan rate 100 mV/s

Berdasarkan voltamogram pada gambar 1 menunjukkan adanya puncak oksidasi dan puncak reduksi dari Ag/PLE dengan persamaan reaksi:

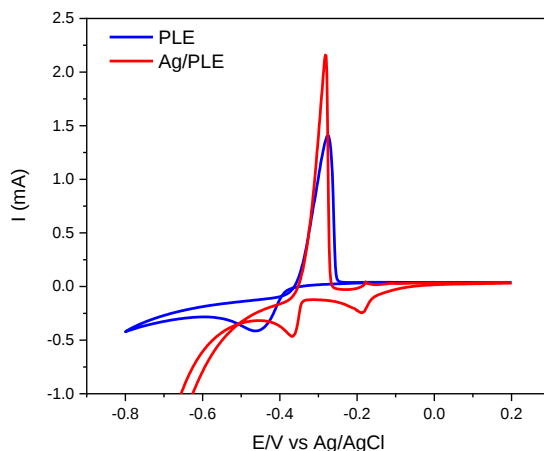


Nilai potensial reduksi perak didapatkan pada potensial +0,27 V dengan arus sebesar 0,60 mA dan puncak oksidasi didapatkan pada +0,58 V dengan arus sebesar 1,36 mA. Berdasarkan data tersebut menunjukkan permukaan PLE telah dilapisi lapisan

tipis perak sebanyak 1 siklus. Hal serupa telah dilaporkan sebelumnya, menunjukkan puncak oksidasi pada +0,45 V dan puncak reduksi pada +0,20 V (Safavi et al., 2009). Elektroda ini direpresentasikan sebagai PLE yang termodifikasi lapisan tipis perak (Ag/PLE). Modifikasi permukaan PLE bertujuan untuk meningkatkan sensitivitas permukaan elektroda (Phal et al., 2021). Keuntungan modifikasi dengan cara elektrodposisi adalah prosesnya mudah, biaya murah, serta memiliki sifat yang sama dengan logam murni dari sifat kekerasan dan ketahanan terhadap korosi (Pinate et al., 2021). Sensitivitas kedua elektroda dibandingkan terhadap $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{-3/-4}$. Kinerja elektroda Ag/PLE memberikan hasil yang lebih baik dalam pengukuran $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{-3/-4}$ secara voltametri siklik. Peningkatan respon arus pada elektroda (Oje et al., 2019) temodifikasi Ag/PLE menunjukkan transpor elektron yang lebih baik.

Perbandingan respon PLE dan Ag/PLE terhadap Deteksi Ion Logam Pb^{2+}

Perbandingan respon elektroda PLE dan Ag/PLE terhadap ion logam Pb^{2+} untuk melihat elektroda yang lebih baik dalam deteksi ion logam Pb^{2+} . Pengujian ini dilakukan dalam larutan Pb^{2+} 1 mM dan HNO_3 0,1 M dengan scan potential +0,2 V sampai -0,8 V dengan hasil pengukuran seperti pada gambar 2.



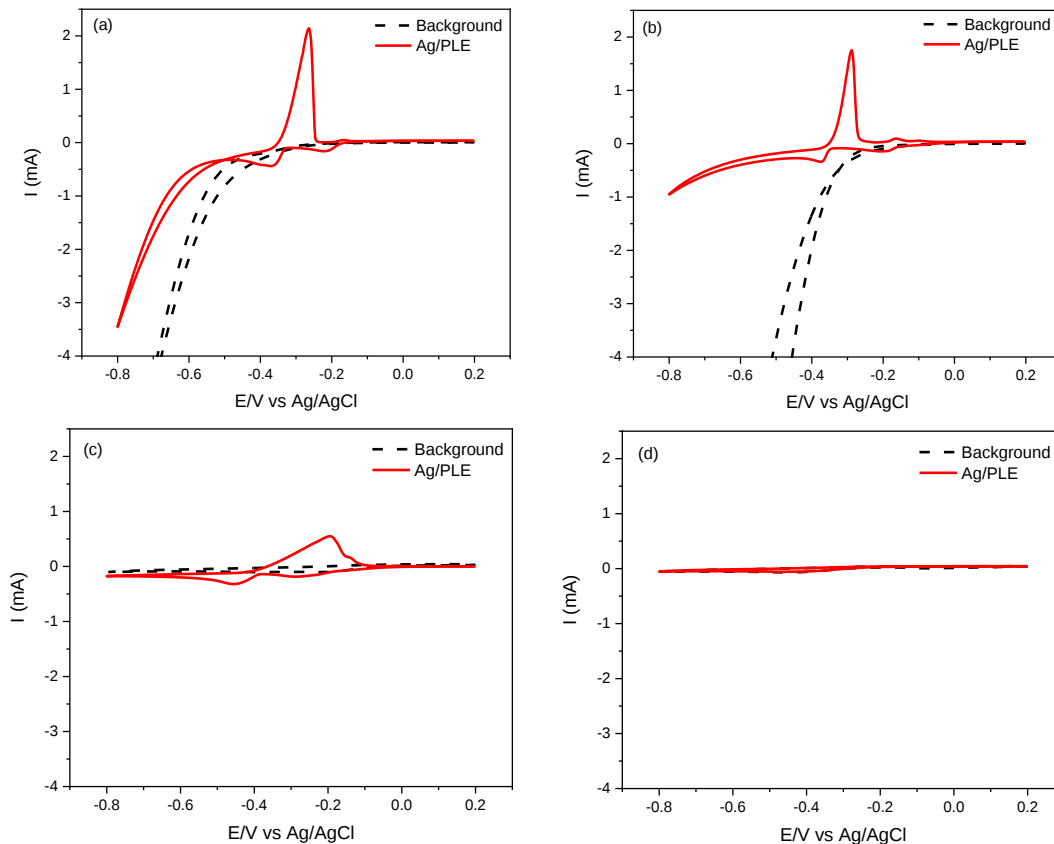
Gambar 2. Voltamogram siklik PLE dan Ag/PLE dalam 1 mM Pb^{2+} dan HNO_3 0,1 M pada scan rate 100 mV/s

Berdasarkan data pada gambar 2, dapat dilihat puncak oksidasi dari Pb berada pada potensial -0,20 sampai -0,30 V. Hal ini juga telah dilaporkan sebelumnya (Honeychurch, 2019), yang menyatakan puncak oksidasi Pb berada pada rentang -0,48 V dan -0,20 V. Perbedaan kedua elektroda tersebut memberikan respon arus yang berbeda. Pada elektroda modifikasi Ag/PLE memberikan respon arus yang lebih tinggi dimungkinkan karena luas permukaan yang lebih besar dan efek elektrokatalitik terhadap oksidasi ion logam Pb^{2+} (Pura et al., 2023).

Pengaruh Variasi Supporting Electrolyte dalam Deteksi Ion Pb^{2+}

Variasi supporting electrolyte dalam deteksi ion Pb^{2+} diukur terhadap larutan Pb^{2+} 1 mM. *Supporting electrolyte* merupakan zat terlarut yang mempunyai mobilitas ionik sehingga memungkinkan adanya migrasi elektron karena medan listrik yang

dihasilkan oleh perbedaan potensial (Arce-Castro et al., 2022). Pengukuran variasi *supporting electrolyte* dilakukan untuk memastikan kekuatan larutan ionik dan medan listrik tidak mengganggu reaksi redoks dari analit (Dickinson et al., 2009). Pengaruh variasi *supporting electrolyte* dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Voltamogram siklik pada Ag/PLE dalam variasi *supporting electrolyte*; (a) HNO_3 0,1 M; (b) HClO_4 0,1 M; (c) buffer asetat pH 4; (d) buffer fosfat pH 7 dengan scan rate 100 mV/s

Berdasarkan data pada gambar 3, dapat dilihat pengukuran ion logam Pb^{2+} paling baik dilakukan menggunakan HNO_3 0,1 M sebagai *supporting electrolyte*. Kemampuan mobilitas ionik dalam mengantarkan listrik mempengaruhi respon arus yang dihasilkan. Semakin tinggi kemampuan larutan *supporting electrolyte* untuk terionisasi maka kemampuan dalam mengantarkan arus listrik juga semakin baik (Angizi et al., 2023). Berdasarkan hal tersebut, *supporting electrolyte* yang paling baik dalam penentuan ion Pb^{2+} adalah HNO_3 0,1 M karena memiliki kekuatan ionisasi paling baik dan lebih kuat sehingga menghasilkan respon arus yang paling tinggi sebesar 2,1516 mA.

SIMPULAN

Pada penelitian ini, elektroda PLE yang dimodifikasi dengan lapisan tipis perak (Ag/PLE) dengan cara elektrodeposisi digunakan untuk mendeteksi ion logam Pb^{2+} . Elektroda PLE menunjukkan hasil yang lebih baik dalam mendeteksi ion logam Pb^{2+} disebabkan luas permukaan yang lebih besar dan efek elektrokatalitik dibandingkan PLE. Elektroda Ag/PLE diuji berdasarkan pengaruh variasi supporting electrolyte yang menunjukkan hasil optimum pengukuran Pb^{2+} secara voltametri siklik menggunakan larutan HNO_3 0,1 M.

DAFTAR PUSTAKA

- Angizi, S., Hong, L., Huang, X., Selvaganapathy, P. R., & Kruse, P. (2023). Graphene versus concentrated aqueous electrolytes: the role of the electrochemical double layer in determining the screening length of an electrolyte. *Npj 2D Materials and Applications*, 7(1). <https://doi.org/10.1038/s41699-023-00431-y>
- Annu, Sharma, S., Jain, R., & Raja, A. N. (2020). Review—Pencil Graphite Electrode: An Emerging Sensing Material. *Journal of The Electrochemical Society*, 167(3), 037501. <https://doi.org/10.1149/2.0012003jes>
- Anugrah Putri, Y., Kumala Sari, T., Oktavia, B., & Kalmar Nizar, U. (2021). Pengaruh Supporting Electrolyte Pada Penentuan Formaldehida Secara Voltametri Siklik Menggunakan Pencil Lead Electrode (PLE) Modifikasi Lapisan Tipis Perak. *Chemistry Journal of Universitas Negeri Padang*, 10(1). <http://ejournal.unp.ac.id/index.php/kimia>
- Arce-Castro, J., Vilasó-Cadre, J. E., Benítez-Fernández, D., Rodríguez-de la Rosa, H., & Arada-Pérez, M. A. (2022). Effect of supporting electrolytes on voltammetry with manual staircase voltage scan. *The Journal of Engineering and Exact Sciences*, 8(3), 14235–01e. <https://doi.org/10.18540/jcecvl8iss3pp14235-01e>
- Asadian, E., Iraj Zad, A., & Shahrokhian, S. (2016). Voltammetric studies of Azathioprine on the surface of graphite electrode modified with graphene nanosheets decorated with Ag nanoparticles. *Materials Science and Engineering C*, 58, 1098–1104. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.09.022>
- David, I. G., Popa, D. E., & Buleandra, M. (2017). Pencil graphite electrodes: A versatile tool in electroanalysis. In *Journal of Analytical Methods in Chemistry* (Vol. 2017). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2017/1905968>
- Dickinson, E. J. F., Limon-Petersen, J. G., Rees, N. V., & Compton, R. G. (2009). How much supporting electrolyte is required to make a cyclic voltammetry experiment quantitatively “diffusional”? A theoretical and experimental investigation. *Journal of Physical Chemistry C*, 113(25), 11157–11171. <https://doi.org/10.1021/jp901628h>
- Honeychurch, K. (2019). Trace voltammetric determination of lead at a recycled battery carbon rod electrode. *Sensors (Switzerland)*, 19(4). <https://doi.org/10.3390/s19040770>
- Kumala Sari, T., Riga, R., & Zubir, M. (2021). Pencil Lead Electrode Modified with Gold Thin Layer for Voltammetric Detection of Chromium(VI). *Eksakta*, 22, 145–153. <http://www.eksakta.ppj.unp.ac.id/index.php/eksakta>

- Oje, A. I., Ogwu, A. A., Mirzaeian, M., Oje, A. M., & Tsendzughul, N. (2019). Silver thin film electrodes for supercapacitor application. *Applied Surface Science*, 488, 142–150. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.05.101>
- Palisoc, S., Gonzales, A. J., Pardilla, A., Racines, L., & Natividad, M. (2019). Electrochemical detection of lead and cadmium in UHT-processed milk using bismuth nanoparticles/Nafion®-modified pencil graphite electrode. *Sensing and Bio-Sensing Research*, 23. <https://doi.org/10.1016/j.sbsr.2019.100268>
- Palisoc, S., Lee, E. T., Natividad, M., & Racines, L. (2018). Silver nanoparticle modified graphene paste electrode for the electrochemical detection of lead, cadmium and copper. *International Journal of Electrochemical Science*, 13(9), 8854–8866. <https://doi.org/10.20964/2018.09.03>
- Phal, S., Nguyen, H., Berisha, A., & Tesfalidet, S. (2021). In situ Bi/Carboxyphenyl-Modified Glassy Carbon Electrode as a Sensor Platform for Detection of Cd²⁺ dan Pb²⁺ using Square Wave Anodic Stripping Voltametry. *Sensing and Biosensing Research*. <https://doi.org/10.1016/j.sbsr.2021.100455>
- Pinate, S., Ispas, A., Leisner, P., & Zanella, C. (2021). Electrocodeposition of Ni composites and surface treatment of SiC nano-particles. *Surface and Coatings Technology*, 406. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126663>
- Pura, J. L., Salvo-Comino, C., García-Cabezón, C., & Rodríguez-Méndez, M. L. (2023). Concurrent study of the electrochemical response and the surface alterations of silver nanowire modified electrodes by means of EC-AFM. The role of electrode/nanomaterial interaction. *Surfaces and Interfaces*, 38. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2023.102792>
- Safavi, A., Maleki, N., & Farjami, E. (2009). Electrodeposited silver nanoparticles on carbon ionic liquid electrode for electrocatalytic sensing of hydrogen peroxide. *Electroanalysis*, 21(13), 1533–1538. <https://doi.org/10.1002/elan.200804577>
- Sarvestani, M. R. J., Madrakian, T., & Afkhami, A. (2023). Simultaneous electrochemical determination of Pb²⁺ and Cd²⁺ ions in food samples by a silver nanoparticle-COF composite modified glassy carbon electrode. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 3505–3514. <https://doi.org/10.1007/s11694-023-01880-1>