

BAB III METODE PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penentuan kondisi pengukuran logam Co dan penentuan kadar Co pada sampel limbah dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Anorganik, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta. Penelitian ini dilakukan dalam kurun waktu 7 bulan dari bulan Januari hingga Juli 2022.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah potensiostat e-corder eDAQ 163 yang dilengkapi oleh software E-Chem v 2.1.0 untuk pengukuran elektrokimia menggunakan sistem 3 elektroda dengan Pt sebagai elektroda kerja, kawat Pt sebagai elektroda pendukung dan elektroda Ag/AgCl (KCl jenuh) sebagai elektroda referensi, pH meter, statif dan klem, neraca analitik, pinset, spatula serta peralatan gelas umum yang digunakan di laboratorium.

Bahan yang digunakan antara lain adalah $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, HNO_3 pekat, HCl , NaOH , KCl (semua bahan bersifat pro analisis dan dibeli dari Merck), etanol-air, gas N_2 , aquabides dan sampel limbah chemical.

C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan yaitu *Cyclic Voltammetry* (CV) yang dimulai dari merangkai alat potensiostat menggunakan sistem 3 elektroda, menguji respon elektrokimia ion logam Co, menentukan kondisi pengukuran ion logam Co, serta menentukan kadar ion logam Co dalam sampel limbah.

D. Prosedur Penelitian

1. Penentuan Pengukuran Rentang Tegang

Kedalam sel voltammeter, dimasukkan 25 mL larutan standar Co(II) 10 mM. Diatur variasi tegangan mulai dari 0,75 sampai -0,75; -1,00; -1,25 dan -1,50 V. Setelah pengukuran selesai didapatkan data berupa nilai arus

puncak (I_p) yang dihasilkan. Dialurkan kurva antara rentang tegangan versus arus puncak (I_p) untuk menentukan pengukuran rentang tegangan.

2. Penentuan Pengukuran Scan Rate

Kedalam sel voltammeter, dimasukkan 25 mL larutan standar Co(II) 10 mM. Diatur variasi scan rate 25, 50, 100, 200 dan 250 mV/s. kemudian dilakukan pengukuran pada rentang tegangan yang sudah didapatkan. Setelah pengukuran selesai, didapatkan data berupa nilai arus puncak (I_p) yang dihasilkan. Dialirkan kurva antara scan rate versus arus puncak (I_p) untuk menentukan pengukuran scan rate.

3. Penentuan Pengukuran pH

Kedalam sel voltammeter, dimasukkan 10 mL larutan standar Co(II) 10 mM dan ditambahkan 10 mL KCl 300 mg/L dalam 20 mL larutan. Diatur variasi pH 3, 4, 6, 7, dan 8 dengan penambahan HCl dan NaOH. Kemudian, dilakukan pengukuran pada rentang tegang dan scan rate yang sudah didapatkan. Setelah pengukuran selesai, didapatkan data berupa nilai arus puncak (I_p) yang dihasilkan. Dialurkan kurva antara pH larutan versus arus puncak (I_p) untuk menentukan pengukuran pH larutan.

4. Penentuan Kurva Kalibrasi Logam Co

Sebanyak 10 mL larutan Co masing-masing dengan konsentrasi 10,15, 20, 25, dan 30 mM serta 10 mL larutan KCl 300 mg/L dimasukkan ke dalam voltammeter vessel. Setelah itu baru dilakukan pengukuran sampel menggunakan rentang tegang, scan rate dan pH larutan yang sudah didapatkan. Dari hasil voltammogram yang didapat, dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis dan koefisiensi relasi. Setelah itu dilakukan juga penentuan konsentrasi menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS).

5. Validasi Pengukuran

Untuk melihat ketelitian metode yang diusulkan ditentukan melalui nilai standar deviasi relative (SDR). Penentuan standar deviasi relative dilakukan perhitungan untuk konsentrasi ion logam Co dengan 8 kali pengulangan ($n = 8$) pada kondisi pengukuran yang telah didapatkan untuk konsentrasi Co(II) 10 mM. Nilai standar deviasi relative dapat ditentukan melalui rumus:

$$SDR = \frac{s}{x} \times 100\%$$
$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Limit deteksi dan limit kuantisasi ditentukan berdasarkan data rentang konsentrasi linier dan perhitungan menggunakan persamaan 1, 2, 3 dan 4 (Miller and Miller, 2010).

6. Aplikasi dalam Sampel Limbah

Sebanyak 10 mL larutan sampel limbah dan 10 mL KCL 300 mg/L dimasukkan ke dalam sel voltammeter. Setelah itu baru dilakukan pengukuran sampel dengan menggunakan rentang tegangan, scan rate, dan pH yang sudah didapatkan kadar Co(II) dalam sampel.

E. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data

Data yang diamati dalam penelitian ini Sebagian besar diperoleh dari voltamogram yang dihasilkan melalui potentiostat dan perangkat lunak EChem. Data untuk penentuan kondisi pengukuran seperti pengaruh rentang tegangan, scan rate dan pH larutan dapat diperoleh berdasarkan analisis elektrokimia dengan *Cyclic Voltammetry*, kemudian akan dibuat kurva kalibrasi untuk masing-masing parameter. Untuk mengetahui sensitivitas metode dapat dilakukan perhitungan batas deteksi ion logam. Sedangkan untuk melihat ketelitian suatu metode dapat dilihat melalui nilai Standar Deviasi Relatif (SDR).