

FABRICATION AND ANALITICAL PERFORMANCE EVALUATION OF CARBON PASTE ELECTRODE USING CYCLIC VOLTAMMETRY

Wulan Tri Wahyuni, Latifah K Darusman, Desi Herliani

Divisi Kimia Analitik Departemen Kimia Fakultas MIPA Institut Pertanian Bogor
Gedung Departemen Kimia Wing 2 Level 1, Jalan Tanjung No.3 Kampus IPB Dramaga, Bogor
wulantriws@apps.ipb.ac.id

Artikel Info

Diterima
tanggal
15.07.2017

Disetujui
publikasi
tanggal
01.10.2017

Kata kunci :
Anoda,
elektroda,
katoda, pasta
karbon,

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan mengembangkan metode pembuatan Elektrode Pasta Karbon (EPK) yang memberikan respon voltammetri yang optimum serta menguji kinerjanya menggunakan larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ secara voltammetri siklik. Parameter yang dioptimasi meliputi nisbah komposisi grafit dan parafin, pemanasan grafit, sonikasi campuran grafit dan parafin, waktu penggerusan, dan lama penyimpanan EPK sebelum digunakan. Respons terbaik diperoleh saat EPK dibuat dengan nisbah campuran grafit dan parafin sebesar 7 : 3 dan grafit yang dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 105 °C selama 2 jam. Campuran grafit dan parafin terbaik diperoleh setelah sonikasi selama 30 menit dan waktu penggerusan selama 45 menit. EPK yang disimpan 2 hari sebelum digunakan menghasilkan respons terbaik. Pengukuran $K_3[Fe(CN)_6]$ pada rentang konsentrasi 0,1 – 125 mM menunjukkan respon linear dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9998 dan 0,9991, masing-masing untuk arus puncak oksidasi dan reduksi dengan simpangan baku relatif (%SBR) sebesar 2,0% pada reaksi oksidasi dan 1,07% pada reaksi reduksi. EPK yang dihasilkan menunjukkan stabilitas yang baik pada pemakaian selama 7 hari berturut-turut dan 96 kali pengukuran.

ABSTRACT

The aim of this study was to optimize the fabrication parameter of Carbon Paste Electrode (CPE) and evaluate the analytical performance of fabricated CPE using $K_3[Fe(CN)_6]$ solution by cyclic voltammetry. The optimization covered the following parameters such as ratio of graphite and paraffin, preheating duration of graphite, sonication time of graphite and paraffin mixture, grinding time, and the period of electrode storage prior to use. The optimum electrochemical responses of $K_3[Fe(CN)_6]$ was obtained from measurement using CPE with ratio graphite and paraffin of 7: 3, preheated graphite at 105 °C for 2 hours, 30 minutes sonication time and 45 minutes grinding time. Electrodes were kept for two days before used to produce the best responses. Measurement of $K_3[Fe(CN)_6]$ in concentration range of 0,1 – 125 mM provided a linear responses with determination coefficient of 0,9998 and 0,9991 for anodic and cathodic current, respectively and percent relative standard deviation of 2,0% and 1,07% for anodic and cathodic current. Signals were reproducible during seven days measurements and for 96 cycles.

Keywords: Anode, carbon paste, cathode, cyclic voltammetry, electrode

PENDAHULUAN

Teknik elektrokimia banyak digunakan dan dikembangkan karena memiliki keuntungan berupa waktu analisis yang cepat, sensitivitasnya baik, menggunakan sampel dan bahan kimia

dalam jumlah yang sedikit, serta ekonomis. Metode elektrokimia didasarkan pada reaksi oksidasi dan reduksi yang berlangsung pada suatu elektrode kerja dalam suatu sistem elektrokimia (Wang, 2006). Voltametri merupakan salah satu metode elektrokimia yang didasarkan pada pemberian potensial pada selang nilai tertentu terhadap suatu elektrode kerja agar suatu reaksi oksidasi atau reduksi analit dapat terjadi. Arus oksidasi maupun reduksi dari analit dapat diukur dan diplotkan sebagai kurva hubungan potensial dan arus yang dikenal sebagai voltammogram. Teknik voltametri yang banyak digunakan ialah voltametri siklik dengan memberikan potensial dari nilai V_1 ke V_2 dan kembali ke V_1 . Kelebihan teknik voltametri siklik ialah mampu mendeteksi arus puncak untuk analisis kualitatif dan kuantitatif, praktis, dan dapat digunakan untuk mempelajari reversibilitas transfer elektron (Scholz, 2010).

Salah satu komponen penting dalam analisis voltametri ialah elektrode kerja. Elektrode kerja merupakan tempat terjadinya transfer elektron atau reaksi redoks analit. Salah satu elektrode kerja yang banyak digunakan ialah elektrode berbasis karbon. Elektrode pasta karbon (EPK) merupakan salah satu elektrode kerja berbasis karbon yang banyak digunakan karena memiliki beberapa keunggulan, yaitu rentang potensial yang luas, arus latar belakang rendah, inert, ramah lingkungan, tidak beracun, cocok digunakan untuk bermacam-macam sensor, dan ekonomis (Švancara *et al.*, 2009). Namun demikian, EPK memiliki kelemahan berupa respons yang kurang stabil dibandingkan dengan elektrode logam sehingga memiliki sensitivitas, stabilitas, dan keterulangan yang kurang baik (Xia *et al.*, 2010).

Pada beberapa penelitian terdahulu, EPK disiapkan dengan komposisi yang berbeda. Sebagai contoh Rosalina (2015) menggunakan nisbah grafit dan parafin 7:3, sedangkan Mattos *et al.*, (2008) menggunakan nisbah 12:1. Belum adanya suatu standar dalam pembuatan EPK melatarbelakangi penelitian ini. Pembuatan EPK terstandar yang menghasilkan respons optimum diperlukan untuk meningkatkan stabilitas dan keterulangan pengukuran. Parameter yang dioptimasi dalam pembuatan EPK dapat meliputi nisbah grafit dan parafin sebagai komposisi utama penyusun pasta karbon serta frekuensi interaksi grafit dan parafin (sonikasi dan penggerusan) (Švancara *et al.*, 2009). Kinerja dan kualitas EPK yang telah dibuat dievaluasi menggunakan suatu zat yang sudah diketahui perilaku reduksi dan oksidasinya, seperti sistem fero-ferisianida (Hastuti *et al.*, 2012). Penelitian ini bertujuan mengembangkan metode

pembuatan EPK yang memberikan respon yang optimum serta menguji kinerjanya menggunakan larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ secara voltametri siklik.

METODE

Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi $K_3[Fe(CN)_6]$, KCl, air deionisasi, grafit (~20 μm , Sigma-Aldrich), parafin cair, dan lem lilin. Alat-alat yang digunakan meliputi kompartemen sel elektrokimia dengan volume 8 mL, elektrode platina (Pt) eDAQ ET078 sebagai elektrode lawan (*counter electrode*), elektrode Ag/AgCl eDAQ ET072 sebagai elektrode pembanding (*reference electrode*), neraca analitik, sonikator As One, oven Memmert, desikator, mortar, tabung elektrode, alat-alat gelas, mikroskop elektron payaran (SEM) JEOL JSM-6360LA, seperangkat alat potensiostat/galvanostat eDAQ, dan komputer yang telah dilengkapi program pengolah data *Echem v.2.1.0* dan *Origin Pro 7.0*.

Prosedur

Metode penelitian ini secara umum dibagi menjadi 2 tahap utama, yaitu penentuan kondisi optimum pembuatan EPK dan evaluasi kinerja analitik EPK yang dihasilkan. Secara umum EPK disiapkan dari campuran serbuk grafit dan parafin dengan nisbah tertentu, disonikasi dengan durasi tertentu dan digerus dalam mortar hingga diperoleh pasta. Sebagai badan elektrode disiapkan selongsong kaca berdiameter sekitar 2,5 mm dengan panjang 7,5 cm. Kawat tembaga berdiameter 2 mm dengan panjang 10 cm dibersihkan dengan amplas, ditempatkan dan direkatkan dalam selongsong badan elektrode sedemikian rupa sehingga tersisa ruang kosong di bagian dasar selongsong setinggi 5 mm (Gambar 1). Pasta karbon yang telah disiapkan diisikan ke dalam rongga bagian dasar badan elektrode sehingga terkemas padat dan homogen. Permukaan pasta karbon dihaluskan menggunakan kertas minyak. Semua analisis data voltametri dilakukan pada perangkat OriginPro 7.0. Elektrode kerja yang digunakan ialah EPK, elektrode pembanding yang digunakan ialah elektrode Ag/AgCl, dan elektrode pembantu yang digunakan ialah elektrode Pt.

1. Penentuan Komposisi Grafit dan Parafin (Švancara 2012)

Pasta karbon disiapkan dengan beberapa variasi nisbah komposisi grafit:parafin, yaitu 9:1, 8:2, 7:3, dan 6:4. Pasta disiapkan melalui pencampuran grafit dan parafin dengan teknik sonikasi

selama 15 menit, lalu dihaluskan di dalam mortar selama 30 menit. Pasta karbon yang terbentuk dikemas pada tabung elektrode. EPK yang telah dibuat kemudian diuji kinerjanya secara voltametri siklik menggunakan larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M. Jendela potensial diatur pada -0.5 V sampai $+1$ V dengan laju selusur potensial 100 mV/s. Nisbah komposisi EPK yang memberikan respons terbaik digunakan kembali pada pengukuran selanjutnya.

2. Penentuan Waktu Pemanasan Grafit

Grafit yang digunakan untuk membuat pasta karbon dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 105 °C dengan variasi waktu pemanasan selama 0, 1, 2, dan 3 jam. Grafit dan parafin dicampurkan dengan nisbah optimum berdasarkan optimasi nisbah grafit: parafin. Campuran grafit dan parafin selanjutnya disonikasi 15 menit, lalu dihaluskan di dalam mortar selama 30 menit. Pasta karbon yang terbentuk dikemas pada tabung elektrode. EPK yang telah dibuat kemudian diuji kinerjanya secara voltametri siklik seperti halnya pada tahap optimasi komposisi grafit: parafin.

3. Penentuan Waktu Sonikasi

Grafit dipanaskan pada suhu 105 °C sesuai waktu pemanasan optimum. Grafit dan parafin dicampurkan dengan nisbah optimum. Campuran grafit dan parafin disonikasi dengan variasi waktu selama 0, 15, 30, dan 45 menit. Campuran grafit dan parafin selanjutnya dihaluskan di dalam mortar selama 30 menit. Pasta karbon yang terbentuk dikemas pada tabung elektrode. EPK yang telah dibuat kemudian diuji kinerjanya secara voltametri siklik seperti halnya pada tahap optimasi komposisi grafit: parafin.

4. Penentuan Waktu Penggerusan

Grafit dipanaskan pada suhu 105 °C sesuai waktu pemanasan optimum. Grafit dan parafin dicampurkan dengan nisbah optimum dan disonikasi pada durasi optimum. Campuran grafit:parafin selanjutnya dibuat pasta di dalam mortar dengan variasi waktu penggerusan selama 0, 15, 30, dan 45 menit. Pasta karbon yang terbentuk dikemas pada tabung elektrode. EPK yang telah dibuat kemudian diuji kinerjanya secara voltametri siklik seperti halnya pada tahap optimasi komposisi grafit: parafin.

5. Penentuan Waktu Penyimpanan EPK Sebelum Digunakan

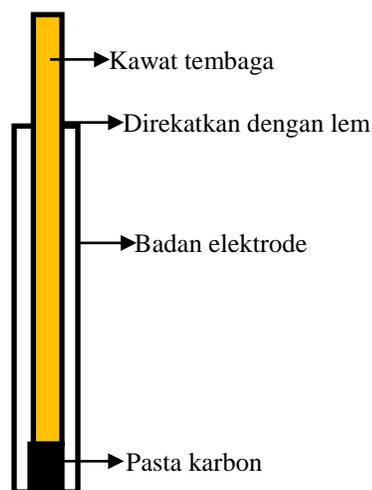
Grafrit dipanaskan pada suhu 105 °C sesuai waktu pemanasan optimum. Grafrit dan parafin dicampurkan dengan nisbah optimum dan disonikasi pada durasi optimum. Campuran grafrit: parafin selanjutnya dibuat pasta di dalam mortar dengan variasi waktu penggerusan optimum. Pasta karbon yang terbentuk dikemas pada tabung elektrode. EPK yang telah dibuat kemudian disimpan pada suhu ruang selama 0, 1, 2, dan 3 hari sebelum diuji kinerjanya secara voltametri siklik seperti halnya pada tahap optimasi komposisi grafrit: parafin.

6. Evaluasi Morfologi Permukaan EPK

Morfologi permukaan EPK dicirikan menggunakan instrumen mikroskop elektron payaran (SEM) dengan potensial akselerasi 10 kV serta perbesaran 2 000 dan 5 000 kali.

7. Kinerja Analitik EPK Optimum

Kinerja analitik EPK optimum dievaluasi dengan melakukan pengukuran terhadap larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ pada rentang konsentrasi 0,1 – 125 mM. Hubungan konsentrasi dengan intensitas arus redoks analit dan presisi pengukuran dievaluasi pada rentang konsentrasi tersebut. Stabilitas EPK dievaluasi berdasarkan respons voltametri siklik dari larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M yang diukur pada potensial $-0,5$ V sampai $+1$ V dengan laju selusur potensial 100 mV/detik. Pengukuran dilakukan sebanyak 96 kali menggunakan 1 buah EPK pada hari yang sama dan sebanyak 3 kali pengukuran selama 7 hari menggunakan 1 buah EPK.

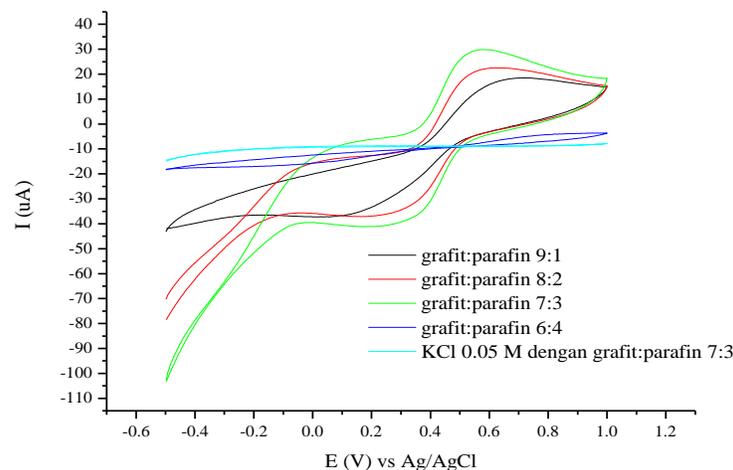


Gambar 1. Konstruksi elektrode pasta karbon

HASIL DAN PEMBAHASAN

Nisbah Grafit dan Parafin pada Pembuatan EPK

Elektrode pasta karbon (EPK) dibuat dari bahan dasar grafit dan parafin. Grafit merupakan sumber karbon padat sementara parafin adalah minyak mineral yang berperan sebagai pengikat dan membentuk pasta (Vytras *et al.* 2009). Nisbah grafit dan parafin memengaruhi kualitas EPK yang dibuat. Pada penelitian ini komposisi grafit dan parafin divariasikan pada nisbah 6:4 hingga 9:1. Nisbah grafit dan parafin optimum ditunjukkan dari intensitas arus puncak oksidasi dan reduksi yang paling tinggi. Nisbah grafit dan parafin yang menghasilkan respon terbaik ialah 7:3 (Gambar 2). Komposisi grafit sebagai sumber karbon harus lebih banyak daripada parafin agar arus yang diperoleh maksimum. Namun, jika parafin terlalu sedikit maka bentuk pasta yang diinginkan (lembut dan plastis) tidak akan diperoleh sehingga arus yang dihasilkan tidak maksimum (Švancara *et al.* 2009).

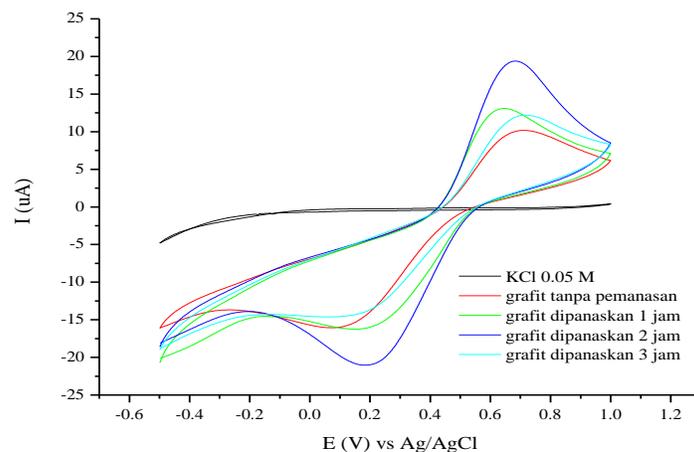


Gambar 2. Voltammogram siklik $K_3Fe(CN)_6$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M pada laju selusur potensial 100 mV/s diukur dengan EPK yang disiapkan dengan nisbah grafit:parafin bervariasi.

Pengaruh Pemanasan Grafit

Pemanasan grafit pada suhu 105 °C bertujuan menghilangkan air masih terjerap di permukaan grafit agar kinerja EPK yang dihasilkan meningkat (Rice *et al.*, 1983). EPK yang dibuat dari grafit tanpa pemanasan menunjukkan arus anodik dan katodik paling rendah. Kondisi optimum diperoleh setelah grafit dipanaskan selama 2 jam, sementara arus anodik dan katodik pada EPK dengan grafit yang dipanaskan selama 3 jam kembali menurun (Gambar 3). Grafit

memiliki struktur kisi heksagonal yang berlapis dan memiliki lapisan segi enam yang paralel. Antarlapisan dihubungkan oleh ikatan antarlapisan. Atom karbon pada lapisan planar grafit memiliki ikatan valensi yang kuat, namun kekuatan ikatan pada pengikat interplanar grafit merupakan ikatan van der Waals yang sangat lemah. Hal tersebut yang menjadi alasan pemanasan yang terlalu lama akan merusak struktur grafit, terutama ikatan interplanar (Greenstreet, 1968), sehingga mengakibatkan kinerja grafit menurun saat pemanasan dilakukan pada waktu terlalu panjang.



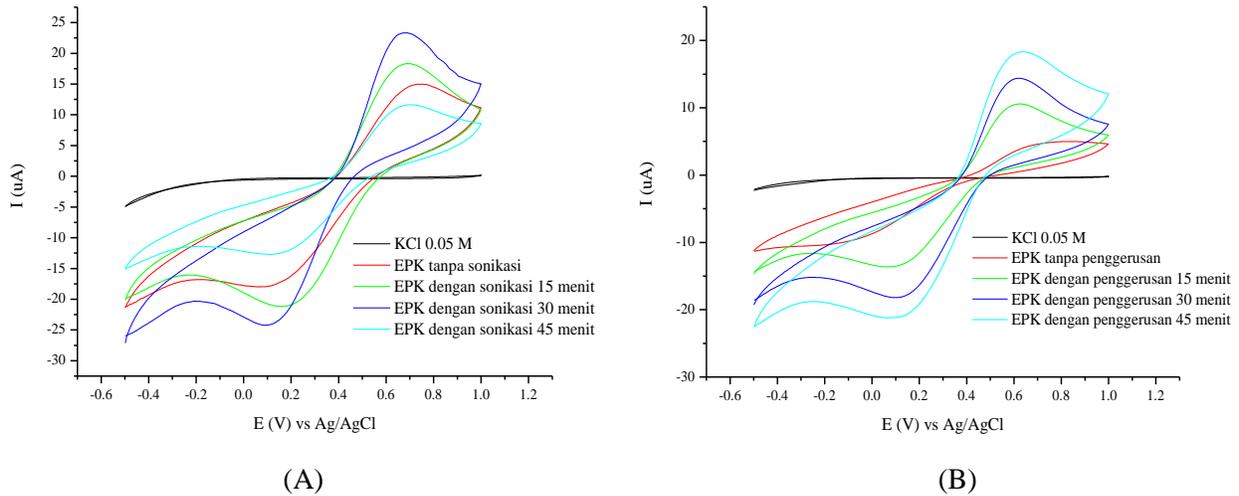
Gambar 3. Voltammogram siklik $K_3Fe(CN)_6$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M pada laju selurus potensial 100 mV/s diukur dengan EPK dengan nisbah grafit:parafin 7:3 dan praperlakuan berupa pemanasan grafit dengan waktu bervariasi

Pengaruh Sonikasi dan Penggerusan

Proses sonikasi dilakukan agar grafit dan parafin mudah bercampur serta memiliki tekstur yang halus. Sonikasi akan mempermudah penetrasi parafin di permukaan grafit karena sonikasi akan mempercepat proses adsorpsi (Foya *et al.* 2014). Perlakuan sonikasi terhadap campuran grafit:parafin meningkatkan intensitas arus anodik dan katodik $K_3Fe(CN)_6$ (Gambar 4a). Namun demikian, pada perlakuan sonikasi selama 45 menit terjadi penurunan arus. Hal ini dapat disebabkan telah jenuhnya permukaan grafit oleh parafin sehingga diduga sonikasi pada waktu lebih panjang dari waktu optimum menyebabkan partikel parafin terlepas dari permukaan grafit.

Penggerusan dilakukan agar diperoleh pasta karbon yang homogen. Semakin lama penggerusan, semakin homogen pasta karbon yang diperoleh. Hal ini sesuai dengan hasil yang diperoleh, yaitu arus anodik dan katodik tertinggi dihasilkan dari waktu penggerusan EPK yang paling lama (Gambar 4b). Waktu penggerusan tidak ditambah karena penggerusan dilakukan

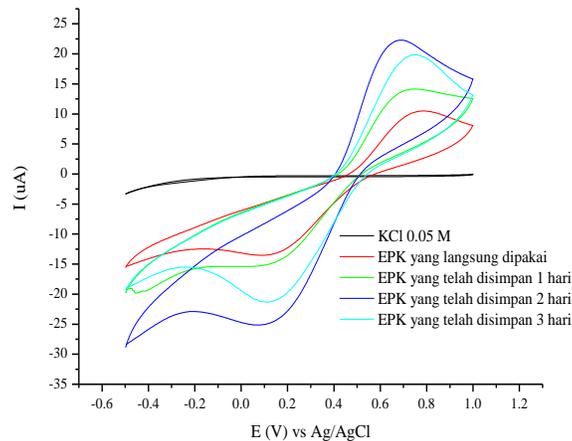
oleh tangan sehingga semakin lama menggerus, frekuensi penggerusan akan berkurang karena kekuatan tangan juga semakin berkurang. Permukaan EPK yang telah dibuat harus dihaluskan dan diratakan dengan kertas minyak karena struktur permukaan elektrode yang tidak rata akan memengaruhi kinetika pada analisis elektrokimia (Wang, 2006).



Gambar 4. Voltammogram siklik $K_3Fe(CN)_6$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M pada laju selurus potensial 100 mV/s diukur dengan EPK dengan nisbah grafit:parafin 7:3 dan praperlakuan berupa pemanasan grafit selama 2 jam (A) dengan variasi waktu perlakuan sonikasi, (B) pada waktu sonikasi 30 menit dan variasi waktu penggerusan

Pengaruh Penyimpanan EPK Sebelum Digunakan

Penyimpanan EPK dilakukan pada suhu ruang dengan posisi tabung elektrode berdiri, permukaan EPK menghadap ke atas, dan kawat tembaga menghadap ke bawah. Parafin termasuk minyak mineral yang kental dan cukup berat dengan viskositas sebesar 240 cSt pada suhu 20 °C dan densitas sebesar 0,845 g/mL pada suhu 15 °C (Ash dan Ash, 2004). Sifat parafin yang berat ini akan membuat parafin bergerak ke bawah karena adanya gaya gravitasi. Hal tersebut membuat permukaan EPK yang berada di posisi atas lebih kering, maka transfer elektron analit pada permukaan karbon lebih mudah terjadi sehingga arus yang dihasilkan meningkat. Namun, apabila EPK disimpan terlalu lama, maka tekstur pasta karbon menjadi berubah dan terlalu kering sehingga membuat proses transfer elektron menjadi lebih sulit (Tadros, 2013) dan arus yang dihasilkan menurun (Gambar 5).



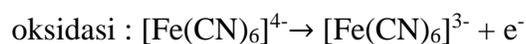
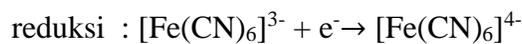
Gambar 5. Voltammogram siklik $K_3Fe(CN)_6$ 5×10^{-3} M dalam KCl 5×10^{-2} M diukur dengan EPK yang disiapkan dengan kondisi optimum pada laju selusur potensial 100 mV/s

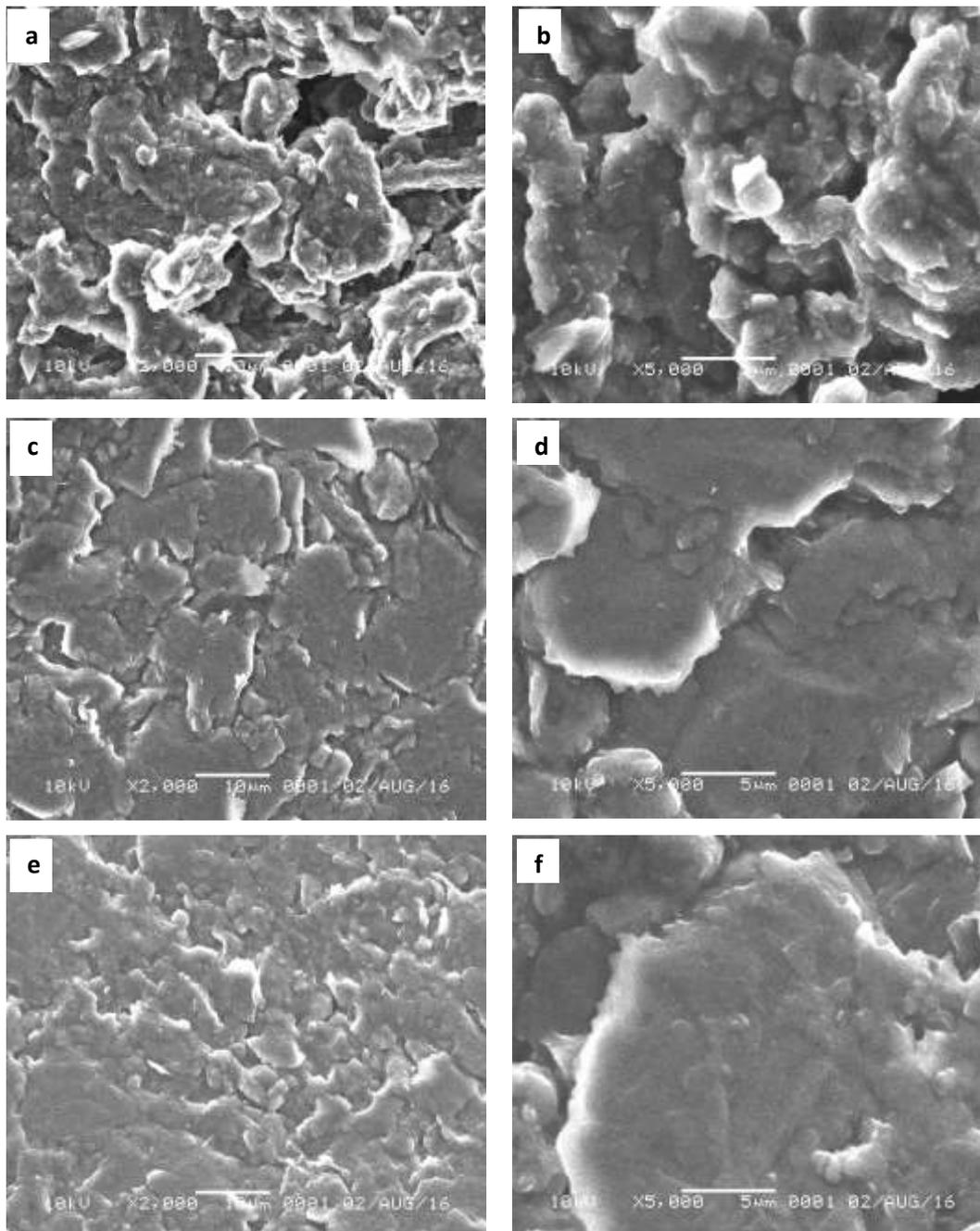
Morfologi EPK Optimum Berdasarkan Hasil SEM

Pencirian permukaan EPK menggunakan SEM menunjukkan morfologi mikrostruktur dari serbuk grafit, EPK yang disiapkan dengan kondisi nonoptimum (EPK biasa), dan EPK optimum. EPK biasa dibuat dengan nisbah grafit:parafin 7:3, tanpa pemanasan grafit, tanpa sonikasi, dengan waktu penggerusan 30 menit, sedangkan EPK optimum dibuat dengan nisbah grafit:parafin 7:3, praperlakuan berupa pemanasan grafit selama 2 jam, sonikasi 30 menit, dan waktu penggerusan 45 menit. Perbedaan mikrostruktur tampak pada perbesaran 2 000 kali dan 5 000 kali. Partikel grafit berbentuk bola yang memiliki banyak pori berukuran besar (Gambar 6a, 6b). Hasil ini mendekati hasil pencirian pasta karbon yang dilakukan Švancara *et al.* (2012). Grafit yang ditambahkan parafin dibentuk menjadi EPK biasa memiliki pori dengan ukuran yang lebih kecil (Gambar 6c, 6d). EPK optimum memiliki partikel dengan ukuran pori yang paling kecil dan morfologi lebih halus menunjukkan homogenitas yang baik (Gambar 6e, 6f).

Kinerja Analitik EPK Optimum

Kurva kalibrasi dibuat untuk mengetahui respons linear elektrode pada pengukuran analit pada berbagai konsentrasi menggunakan voltametri siklik. Analit yang digunakan ialah $K_3Fe(CN)_6$ yang akan mengalami reaksi redoks mengikuti persamaan reaksi:

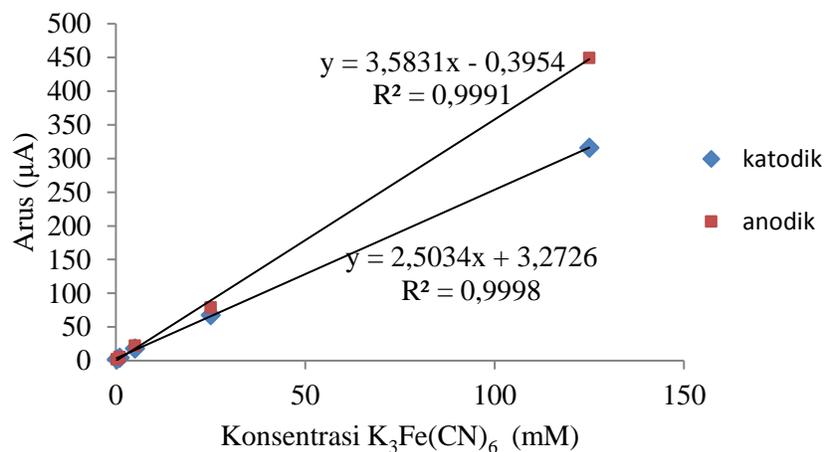




Gambar 6. Morfologi permukaan diamati dengan SEM pada perbesaran 2 000 kali (a, c, e) dan 5 000 kali (b,d,f) untuk grafit (a,b), EPK biasa (c,d), EPK optimum (e,f)

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa konsentrasi $K_3Fe(CN)_6$ berbanding lurus dengan intensitas arus puncak oksidasi dan reduksi (Gambar 7). Hubungan linear antara konsentrasi $K_3Fe(CN)_6$ pada selang konsentrasi 0,1 – 125 mM dengan intensitas arus puncak anodik mengikuti persamaan $y = 2503,4x + 3,2726$ pada $K_3Fe(CN)_6$ dengan $R^2 = 0,9998$. Persamaan

pada arus puncak katodik, yaitu $y = 3583,1x - 0,3954$ dengan $R^2 = 0,9991$. Nilai R^2 merupakan koefisien determinasi yang digunakan untuk mengukur pengaruh variabel independen (arus) terhadap variasi variabel dependen (konsentrasi). Koefisien determinasi yang mendekati nilai 1 menunjukkan hubungan antarvariabel tersebut yang semakin kuat. Nilai R^2 pada percobaan mendekati nilai 1 sehingga arus puncak anodik yang dihasilkan linear terhadap peningkatan konsentrasi analit sehingga memenuhi kriteria untuk dilakukan analisis secara kuantitatif.



Gambar 7. Kurva regresi linear antara konsentrasi $K_3Fe(CN)_6$ dengan intensitas puncak arus anodik dan katodik

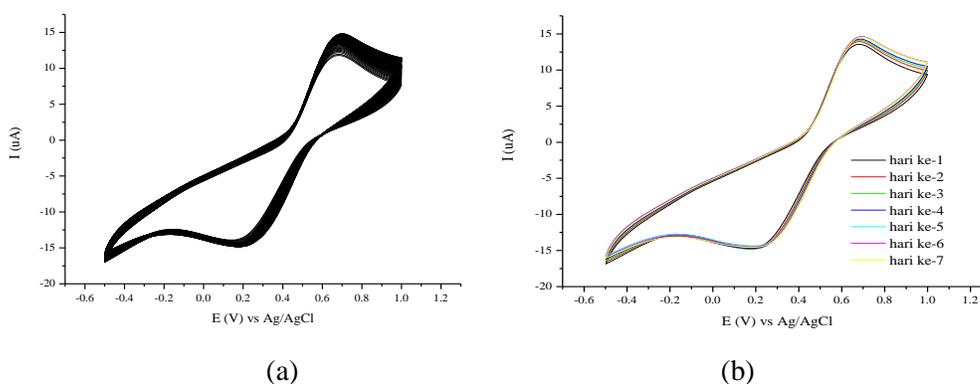
Presisi menunjukkan nilai ketelitian pengukuran berdasarkan nilai persen simpangan baku relatif (%SBR). Semakin kecil %SBR maka semakin teliti metode yang digunakan. Presisi dievaluasi menggunakan 5 seri konsentrasi larutan $K_3Fe(CN)_6$ dan masing-masing diukur sebanyak 6 ulangan. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa metode voltametri siklik dengan EPK yang telah dioptimasi memiliki ketelitian yang cukup baik dengan nilai %SBR sebesar 2,0% pada reaksi oksidasi dan 1,07% pada reaksi reduksi (Tabel 1). Nilai % SBR memenuhi kriteria yang ditetapkan AOAC, yaitu nilai %SBR maksimum pada metode dengan konsentrasi analit 10^{-4} M atau 100 ppm ialah 5,3% dan analit dengan konsentrasi 10^{-1} M ialah 2,7% (AOAC, 2000). Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran menggunakan EPK optimum secara voltametri siklik memiliki ketelitian yang baik.

Tabel 1. Presisi metode pada pengukuran arus puncak oksidasi dan reduksi

[K ₃ Fe(CN) ₆] (M)	SBR (%)	
	Pengukuran berdasarkan arus oksidasi	Pengukuran berdasarkan arus reduksi
2,00 × 10 ⁻⁴	2,29	2,62
1,00 × 10 ⁻³	3,03	2,58
5,00 × 10 ⁻³	3,18	1,30
2,50 × 10 ⁻²	0,79	0,74
1,25 × 10 ⁻¹	0,73	1,28
Rerata SBR (%)	2,00	1,70

Stabilitas EPK Optimum

Stabilitas EPK dievaluasi untuk mengetahui ketahanan EPK optimum dalam menghasilkan data yang stabil. Evaluasi stabilitas EPK dilakukan dengan dua cara, yaitu pengukuran terhadap EPK optimum pada hari yang sama sebanyak 96 kali pengukuran (Gambar 8a) dan pengukuran terhadap EPK optimum selama 7 hari yang setiap harinya dilakukan 3 kali pengukuran (Gambar 8b).



Gambar 8. Voltammogram siklik K₃Fe(CN)₆ 5 × 10⁻³ M dalam KCl 5 × 10⁻² M diukur dengan EPK pada laju selusur potensial 100 mV/s sebanyak 96 kali ulangan (a) dan selama 7 hari (b)

EPK optimum yang dibuat memiliki kestabilan yang cukup baik dengan nilai %SBR yang kurang dari 5%, yaitu pada pengukuran sebanyak 96 kali hanya sebesar 4,69% dan 1,61%, masing-masing pada puncak oksidasi dan reduksi. Pada pengukuran selama 7 hari, EPK

optimum menunjukkan nilai % SBR sebesar 1,80% dan 2,06%, masing-masing pada puncak oksidasi dan reduksi. Hasil ini menunjukkan bahwa EPK optimum memiliki stabilitas yang baik karena tidak menunjukkan perubahan yang signifikan baik pada pengukuran sebanyak 96 kali maupun selama 7 hari.

KESIMPULAN

Elektrode Pasta Karbon (EPK) yang memiliki respon voltametri paling optimum pada pengukuran larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ ialah EPK yang terbuat dari campuran grafit dan parafin dengan nisbah 7:3 dengan grafit yang dipanaskan terlebih dahulu pada suhu 105 °C selama 2 jam. Campuran grafit dan parafin terbaik diperoleh setelah sonikasi selama 30 menit dan dilakukan penggerusan selama 45 menit. Elektrode yang disimpan 2 hari sebelum digunakan menghasilkan respons terbaik. Kinerja analitik EPK optimum menunjukkan hubungan linear pada pengukuran larutan $K_3[Fe(CN)_6]$ dengan ketelitian dan stabilitas yang baik sehingga memungkinkan EPK optimum digunakan untuk analisis rutin dengan teknik voltametri.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih yang dalam kami haturkan kepada guru dan inspirator yang kami hormati dan cintai almarhumah Prof. Latifah K Darusman.

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC (Association of Official Analytical Chemists), 2000, *Official Methods of Analysis of AOAC International*, Ed ke-17, Gaithersburg (US): AOAC International.
- Ash, M., Ash I., 2004, *Handbook of Presevatives*. New York (US): Synapse Information Resources.
- Foya, H., Mdoe J.E.G., Mkyula L.L., 2014, Adsorption of maleic and oxalic acids on activated carbon prepared from tamarind seed, *IJERT*. 3(4):1035-1042.
- Greenstreet, W.L., 1968, *Mechanical Properties of Artificial Graphites*. Virginia (US): Oak Ridge National Laboratory.
- Hastuti, S., Masykur A., Apriliani R., 2012, Penggunaan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Kurkumin untuk Analisis Timbal(II) secara *Stripping Voltammetry*. *J EKOSAINS* 4(1): 19-25.

- Mattos, C.S., Carmo D.R., Oliveira M.F., Stradiotto N.R., 2008, Voltammetric determination of total iron in fuel ethanol using a 1,10 fenantroline/nafion carbon paste-modified electrode, *IntJ Electrochem Sci.* 3(1):338-345.
- Rice, M.E., Galus Z., Adams R.N., 1983, Graphite paste electrodes effects of paste composition and surface states on electron-transfer rates, *J Electroanal Chem.* 143(1):89-102.
- Rosalina, A., 2015, Fraksi brazilin dari ekstrak metanol kayu secang sebagai pemodifikasi elektrode pasta karbon dalam identifikasi kalium ferosianida dan ion timbel (II) [skripsi], Bogor (ID): IPB.
- Scholz, F., 2010, *Electroanalytical Methods: Guide to Experiments and Applications*, Second Ed., Heidelberg (DE): Springer.
- Švancara, I, Kalcher, K, Walcarius, A, Vytras, K., 2012, *Electroanalysis with Carbon Paste Electrodes*, New York (US): CRC Press.
- Švancara, I., Vytras K., Kalcher K., Walcarius A., Wang J., 2009, Carbon paste electrodes in fact, numbers, and notes: a review on the occasion of the 50-years jubilee of carbon paste in electrochemistry and electroanalysis, *Electroanalysis.* 21(1):7-28.
- Tadros, T.F., 2013, *Emulsion Formation and Stability*, Wokingham (UK): Wiley-VCH.
- Vytras, K., Švancara I., Metela R., 2009, Carbon paste electrode in electroanalytical chemistry. *J Serb Chem Soc.* 74(10):1021-1033.
- Wang, J., 2006, *Analytical Electrochemistry*, Third Ed., New Jersey (US): John Wiley & Sons.
- Xia, F., Zhang X., Zhou C., Sun D., Dong Y., Liu Z., 2010, Simultaneous determination of copper, lead, and cadmium at hexagonal mesoporous silica immobilized quercetin modified carbon paste electrode, *J Auto Met Chem.* 10(1): 1-6.