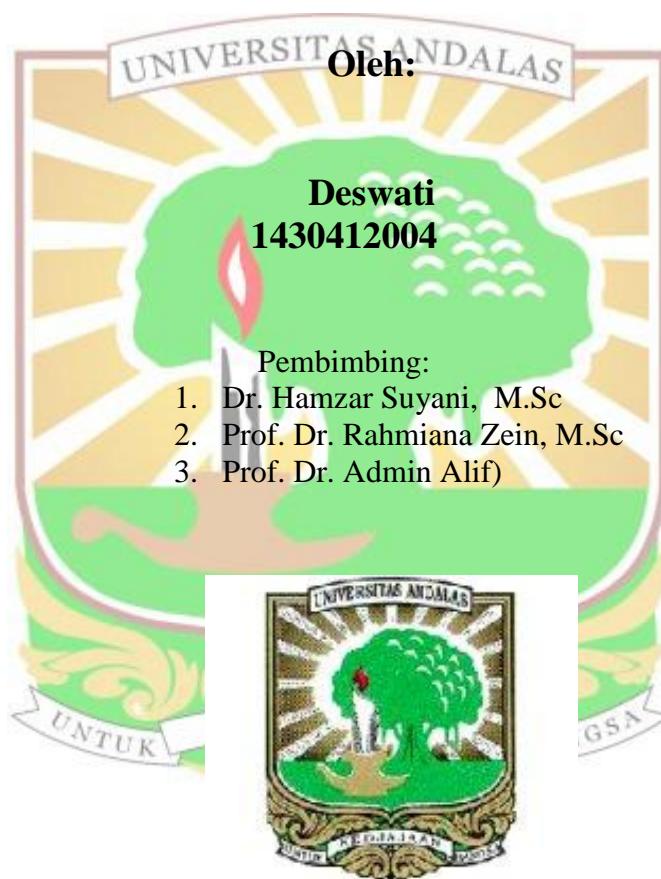


**PENGEMBANGAN METODE VOLTAMMETRI STRIPPING ADSORPTIF
UNTUK ANALISIS LOGAM RUNUT Cd, Cu, Pb DAN Zn
SECARA SIMULTAN DALAM SAMPEL LINGKUNGAN**

DISERTASI



**PROGRAM PASCASARJANA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG**

Pengembangan Metode Voltammetri Stripping Adsorptif untuk Analisis Logam Runut Cd, Cu, Pb dan Zn secara Simultan dalam Sampel Lingkungan

Oleh : Deswati (1430412004)

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mencari suatu metode yang sensitive dan selektif untuk penentuan logam runut Cd, Cu, Pb dan Zn secara simultan dengan voltammetri stripping adsorptif dengan menggunakan kalsein sebagai peng kompleks. Faktor variabel yang mempengaruhi respon dipelajari yaitu, variasi elektrolit pendukung dan peng kompleks, variasi konsentrasi kalsein, pH, potensial akumulasi dan waktu serta elektivitas dan sensitivitas.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kondisi optimum untuk keempat logam, baik secara individu maupun simultan yaitu, elektrolit pendukung dan ligan optimum masing-masing adalah larutan KCl 0,1 M dan kalsein. Pada pH 6,0 untuk Cd(II) dan Zn(II), pH 7,0 untuk Cu(II) dan Pb(II) sedangkan secara simultan pada pH 4,0. Konsentrasi kalsein 0,2 mM untuk Cu(II), 0,6 mM untuk Cd(II) dan Zn(II) dan 0,7 mM untuk Pb(II), sedangkan untuk simultan adalah 0,6 mM. Potensial akumulasi untuk masing-masing ion logam Cd, Cu, Pb dan Zn adalah, -0,4, -0,9, -0,4 dan -0,6 V sedangkan untuk kondisi simultan pada -0,7 V, dengan waktu akumulasi untuk Cd(II) 70 s, untuk Cu(II) dan Pb(II) 90 s dan untuk Zn(II) 50 s, sedangkan untuk kondisi simultan adalah selama 60 s.

Berdasarkan analisis data dengan metode permukaan respon, diperoleh kondisi optimum yaitu konsentrasi kalsein: 0,63; 0,11; 0,76 dan 0,62 mM masing-masing untuk Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II), sedangkan untuk kondisi simultan 0,59; 0,61; 0,58 dan 0,60 mM, pH = 6,8 untuk Cd(II) dan Cu(II); 5,9 untuk Pb(II) dan pH 5,8 untuk Zn(II), untuk kondisi simultan pada pH : 3,9; 3,8; 4,1 dan 4,0. Potensial akumulasi -0,54 V; -0,88; -0,46 dan -0,60 V masing-masing untuk Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II), sedangkan untuk secara simultan pada -0,71; -0,72; -0,69 dan -0,70 V dan waktu akumulasi 72,72; 42,34; 64,64 dan 59,97 s masing-masing untuk Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II) dan untuk secara simultan 59,00; 58,88; 64,54 dan 58,79 s.

Grafik kalibrasi linear untuk rentang konsentrasi 10,0-100,0 $\mu\text{g/L}$, baik dengan optimasi satu variabel maupun dengan RSM. Batas deteksi untuk Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II) yang diperoleh dengan optimasi satu variabel yaitu, masing-masing 0,59; 1,79; 1,60 dan 0,67 $\mu\text{g/L}$ sedangkan secara simultan adalah, 6,74; 1,28; 0,42; dan 1,24 $\mu\text{g/L}$. Batas deteksi yang didapatkan dengan menggunakan optimasi RSM adalah 0,76; 1,40; 0,52 dan 1,09 $\mu\text{g/L}$ untuk Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II), sedangkan secara simultan diperoleh 1,32; 0,82; 1,65; dan 1,16 $\mu\text{g/L}$.

Prosedur ini berhasil diterapkan untuk penentuan simultan dan individu Cd(II), Cu(II), Pb(II) dan Zn(II) dalam sampel : air (laut, kran, danau dan air sungai), buah-buahan (apel, buah naga, melon dan pisang kepok) dan sayur-sayuran: bunga kol, brokoli, sawi dan terong dengan hasil yang memuaskan.

Kata Kunci : voltammetri stripping adsorptif, logam runut, RSM

**The development method for simultaneous determination
of trace metals of Cd, Cu, Pb and Zn in environmental samples
by adsorptive stripping voltammetry**

by : Deswati (14304120040)

(Supervised by : Prof. Dr. Hamzar Suyani M.Sc, Prof. Dr. Rahmiana Zein M.Sc and Prof. Dr. Admin Alif)

ABSTRACT

The purpose of this study was to find a sensitive and selective method for the simultaneous determination of trace metals of Cd, Cu, Pb and Zn by adsorptive stripping voltammetry by using calcein as a complexing agent. Variable factors that affect the response were studied names : variations of supporting electrolyte and complexing agent, the effect variations of calcein concentration, pH, accumulation potential and accumulation time on the selectivity and sensitivity.

The result showed the optimum conditions for the four metals, either individually or simultaneously are supporting electrolyte and optimum ligand respectively 0.1 M KCl solution and calcein. At pH 6.0 for Cd(II) and Zn(II), pH 7.0 for Cu(II) and Pb(II) whereas by simultaneously at pH 4.0, 0.2 mM concentration calcein for Cu(II), 0.6 mM for Cd(II) and Zn(II), while 0.7 mM for Pb(II) and 0.6 mM for simultaneous. Accumulation potential for each metal ion Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II) -0.4, -0.9, -0.4 and -0.6V while for simultaneous conditions at -0.7 V, with accumulated time for Cd(II) 70 s, for Cu(II) and Pb(II) 90 s, and Zn(II) 50 s, while for simultaneous for 60 s

Based on data analysis with response surface method, the obtained optimum conditions, calcein of concentration, 0.63; 0.11; 0.76 and 0.62 mM, respectively for Cd(II), Cu (II), Pb (II) and Zn(II), while for the simultaneous conditions of 0.59; 0.61; 0.58 and 0.60 mM, pH=6.8 for Cd(II) and Cu(II); 5.9 for Pb(II) and a pH of 5.8 for Zn(II), for simultaneous conditions at pH: 3.9; 3.8; 4.1 and 4.0. Accumulation potential -0.54 V; -0.88; -0.46 and -0.60 V respectively, for Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II), while simultaneously at -0.71; -0.72; -0.69 And -0.70 V and the accumulation time 72.72; 42.34; 64.64 and 59.97 s respectively, for Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II) and to simultaneously 59.00; 58.88; 64.54 and 58.79 s.

The linear calibration graph for the concentration range from 10.0 -100.0 $\mu\text{g/L}$, both with the optimization of one variable and the RSM. Detection limits for Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II) were obtained by the optimization of the variables, respectively 0.60; 1.79; 1.60 and 0.67 $\mu\text{g/L}$, while the simultaneous were, 6.74; 1.28; 0.42; and 1.24 $\mu\text{g/L}$. Detection limits was obtained using RSM optimization were 0.76; 1.40; 0.52 and 1.09 $\mu\text{g/L}$ for Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II), while the simultaneous were obtained 1.32; 0.82; 1.65; and 1.16 $\mu\text{g/L}$.

This procedure was successfully applied for the simultaneous and individual determination of Cd(II), Cu(II), Pb(II) and Zn(II) in the environmental samples water (sea water, tap water, lake water and river water), fruits (apples , dragon fruit, melon and banana kepok) and vegetables include: cauliflower, broccoli, cabbage and eggplant with standard addition method with satisfactory results.

Keywords : adsorptive stripping voltammetry, trace metals, calcein, response surface methodology