

# Fabrikasi Elektroda Pembanding Ag/AgCl Menggunakan Membran Poliisoprena dan LDPE

Anang Maryanto, Fredy Kurniawan

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

*e-mail:* fredy@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Telah dibuat elektroda pembanding Ag/AgCl dengan menggunakan berbagai jenis membran. Membran yang digunakan berasal dari bahan yang mudah diperoleh, yaitu poliisoprena dan LDPE. Kinerja dari elektroda pembanding Ag/AgCl yang dibuat, diamati dengan membandingkan voltammogram larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  0,1 M yang diperoleh dengan voltammogram yang dihasilkan oleh elektroda Ag/AgCl komersial. Semua pengukuran dilakukan menggunakan sistem tiga elektroda dengan teknik voltametri siklik dimana elektroda emas sebagai elektroda kerja, elektroda platina sebagai elektroda pembantu, dan elektroda Ag/AgCl (hasil buatan sendiri/komersial) sebagai elektroda pembanding. Pengukuran dilakukan setiap 2 jam selama 24 jam, kemudian dilanjutkan setiap 24 jam selama 6 hari, dan dilanjutkan lagi setiap 3 hari selama 6 hari. Voltammogram yang diperoleh dari hasil pengukuran elektroda pembanding Ag/AgCl dengan berbagai jenis membran dibandingkan dengan hasil pengukuran elektroda pembanding Ag/AgCl komersial menggunakan uji F an uji t. Hasil uji statistik menunjukkan elektroda modifikasi dengan menggunakan membran poliisoprena dan LDPE memiliki kinerja yang mendekati elektroda Ag/AgCl komersial.

**Kata Kunci**— Elektroda, voltametri, Ag/AgCl.

## I. PENDAHULUAN

Analisa elektrokimia merupakan salah satu teknik yang mendapat perhatian saat ini. Hal ini disebabkan karena instrumen yang dipergunakan relatif dalam ukuran yang kecil, biaya operasional murah serta pengoperasian yang mudah. Parameter pengukuran dapat berupa arus listrik, potensi listrik, muatan listrik, impedansi maupun kapasitan (Rouessac, 2007). Pada umumnya pengukuran secara elektrokimia menggunakan elektroda. Pengukuran ini bisa menggunakan sistem dua elektroda maupun tiga elektroda (Wang, 2000). Berdasarkan fungsinya, elektroda digolongkan menjadi tiga kategori: elektroda kerja, elektroda banding, dan elektroda bantu (Harvey, 2000).

Elektroda kerja merupakan tempat terjadinya reaksi reduksi dan oksidasi, yang memberikan respon dari analit yang akan diuji. Elektroda pembanding merupakan elektroda setengah sel yang diketahui nilai potensialnya. Potensial yang diaplikasikan merupakan beda potensial antara elektroda kerja dengan elektroda pembanding. Dalam sistem dua elektroda elektron akan mengalir lewat elektroda pembanding. Sehingga pada sistem ini sulit digunakan untuk mempertahankan potensial konstan dalam elektroda, akibatnya elektroda pembanding mempunyai kemungkinan ikut bereaksi (mengalami

perubahan). Kekurangan ini diperbaiki dalam sistem tiga elektroda. Dengan memberikan impedansi yang besar pada elektroda pembanding, elektron disuplai dari elektroda ketiga yaitu elektroda bantu/kounter. Walaupun sistem tiga elektroda lebih sempurna, namun sistem dua elektroda sering digunakan karena lebih sederhana (Bard, 1980; Wang, 2000). Prasyarat utama dari elektroda pembanding, potensialnya harus diketahui pasti dan tidak berubah selama digunakan. Contoh elektroda yang telah dikenal secara luas yaitu Elektroda Hidrogen Standar (EHS), Elektroda Kalomel Jenuh (EKJ), Elektroda Merkuri/Merkuri Sulfat, dan Elektroda Ag/AgCl. Elektroda Ag/AgCl merupakan elektroda yang terdiri dari logam perak yang dilapisi dengan perak klorida, larutan KCl, dan membran (Robinson, 2005).

Gao P. dkk telah memodifikasi elektroda pembanding Ag/AgCl dengan menggunakan selubung kuarsa yang diuji dalam larutan  $CaCl_2$ . Penelitian ini menunjukkan kinerja yang baik dalam hal reproduksibilitas dan stabilitas dalam percobaan dengan variasi suhu (700 - 950 °C) dan waktu penggunaan (dari jam sampai hari). Kuarsa digunakan sebagai selubung dan membran dalam percobaan ini. Kuarsa tahan pada suhu tinggi lebih dari 1200°C dan bersifat konduktif. Kuarsa juga tahan dalam garam klorida cair. Pembuatan elektroda ini membutuhkan teknik khusus layaknya pembuatan alat dengan bahan dasar kaca, mulai dari pembentukan kaca serta teknik meniup kaca sehingga terbentuk sesuai dengan ukuran yang benar. Penelitian dari elektroda Ag/AgCl dengan kuarsa sebagai membran dan selubung menunjukkan hasil stabil, reversibel, bebas dari kontaminan, dan dapat lagi digunakan dalam sistem yang sama maupun berbeda. Membran ini bersifat stabil dan konduktif terhadap larutan yang diuji berdasarkan pada penelitian yang sebelumnya, hal ini yang menjadi dasar penelitian ini dilakukan.

Pada penelitian ini dilakukan modifikasi elektroda Ag/AgCl dengan menggunakan membran yang berbeda, membran tersebut mempunyai sifat berpori dan stabil terhadap larutan yang akan diuji dengan teknik pembuatan elektroda yang lebih sederhana. Membran yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, karet ban bekas, biji kacang hijau, keramik porselin, LDPE, grafit pensil. Dalam penelitian ini juga membuat bentuk elektroda Ag/AgCl yang lebih kecil dibandingkan dengan elektroda yang diproduksi secara masal. Hal ini dilakukan karena perkembangan teknologi yang menuntut semua menjadi lebih praktis dari sisi tempat dan waktu. Dengan pengeluaran dalam pembuatan elektroda ini lebih murah dan mudah.

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

#### 1) Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu kowi, kempus, blendes, palu, cetakan kawat perak, tang, potensiostat, kabel, penjepit buaya, baterai 1,5 V, gunting, suntikan, gelas piala, pipet tetes, labu ukur. Potensiostat eDAQ E161 yang terhubung dengan corder 410 dan menggunakan software e-chem vs 201 dengan menggunakan tiga jenis elektroda yaitu, emas sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl komersial dan Ag/AgCl buatan sendiri sebagai elektroda pembanding, dan Pt sebagai elektroda bantu

#### 2) Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu bijih perak murni, borak, pipa polietilen dengan diameter 2 mm, Larutan KCl 3 M, larutan KCl 0,1 M, larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  0,1 M. Karet ban dan LDPE digunakan sebagai bahan alternatif pengganti membran silika pada elektroda pembanding Ag/AgCl.

### B. Prosedur Kerja

#### 1) Pelapisan Ag/AgCl

Bijih perak murni diproses menjadi bentuk kawat dengan diameter 0,26 mm. Kawat perak dipotong dengan ukuran 7 cm sebanyak 5 buah. Kawat perak pertama ujungnya disambungkan dengan kabel tembaga dengan rangkaian sedemikian rupa. Larutan KCl 1 M sebanyak 100 mL dimasukkan dalam gelas piala ukuran 150 mL. Baterai 1,5 V dirangkai secara seri, kemudian masing-masing kutub baterai dihubungkan dengan kabel tembaga yang suah terhubung dengan kawat perak. Kemudian kedua kawat dicelupkan ke dalam larutan KCl 1M selama 1,5 menit. Kemudian kawat diangkat dan dikeringkan AgCl yang menempel pada kawat perak. Kawat Ag/AgCl akan berwarna hitam keabu-abuan.

#### 2) Pembuatan membran

Disiapkan karet ban dan LDPE. Bahan-bahan membran tersebut dibentuk menjadi lingkaran dengan diameter tidak melebihi diameter pipa polietilen yang akan digunakan sebagai elektroda pembantu. Setelah semua membran dibentuk lingkaran, siap digunakan menjadi membran penutup elektroda. Masing-masing membran dibuat sebanyak 3 buah.

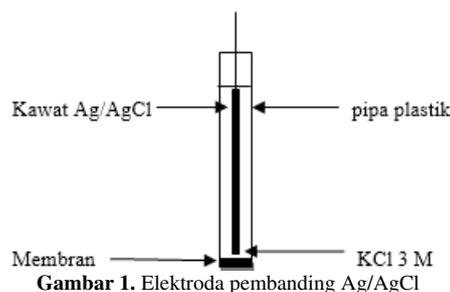
#### 3) Pembuatan elektroda pembanding Ag/AgCl

Bahan-bahan berupa pipa polietilen, kawat Ag/AgCl, larutan KCl 3M, dan membran disiapkan. Pipa polietilen disumbat ujungnya dengan membran. Pipa yang sudah disumbat dengan membran direndam dengan larutan KCl 3 M selama 1 hari. Kemudian pipa polietilen diangkat dan dikeringkan. Pipa polietilen diisi dengan larutan KCl 3 M, kemudian dimasukkan kawat Ag/AgCl. Susunan bahan elektroda seperti Gambar 1. Membran yang digunakan yaitu dengan variasi jenis membran yang berbeda serta masing-masing variasi membran sebanyak 3 buah.

#### 4) Pengukuran elektroda Ag/AgCl

Pengukuran elektrokimia dilakukan dengan menggunakan teknik voltametri siklik, dengan 3 jenis elektroda, emas sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, dan Pt sebagai elektroda pembantu. Larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  0,1 M dalam KCl 0,1 M dimasukkan ke dalam sampel holder. Ketiga elektroda

pada sampel holder. Potensiostat dioperasikan dengan parameter voltametri siklik (CV), pada potensial -500 mV sampai 800 mV dengan kecepatan sapuan 100mV/s dengan 5 kali pengulangan siklik.



Gambar 1. Elektroda pembanding Ag/AgCl

Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali untuk setiap variasi membran. Dilakukan juga pengukuran sebanyak 3 kali untuk variasi elektroda lateks dan plastik.

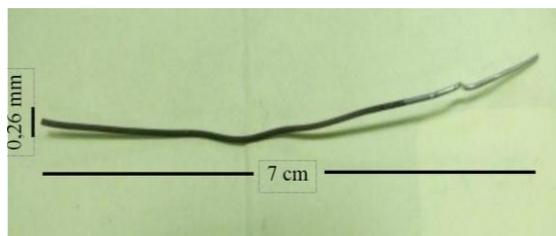
## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Pelapisan Ag/AgCl

Bijih perak murni disiapkan seberat 5 gram. Bijih perak dimasukkan ke dalam kowi, wadah berbentuk cawan terbuat dari tanah liat, dan selanjutnya ditambahkan borak. Borak digunakan untuk meningkatkan suhu pembakaran. Borak terbakar sempurna saat pembakaran perak, sehingga tidak akan menempel pada perak. Reaksinya adalah sebagai berikut:



Perak dibakar dengan kempus dan bahan bakar bensin sampai membara dan mencair. Kemudian perak dicetak bentuk memanjang. Kawat perak yang berukuran awal 2,2 mm, dipanaskan menggunakan kempus sedang dan ditarik secara bertahap hingga mencapai ukuran yang diinginkan, yaitu 0,26 mm. Kawat tersebut kemudian dibentuk silinder.



Gambar 2. Kawat Ag/AgCl

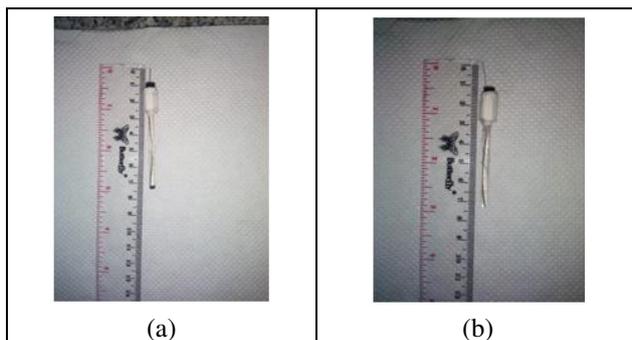
Kawat perak berdiameter 0,26 mm dipotong sebanyak 5 buah dengan ukuran 7 cm. Ujung kedua kawat dijepit dengan penjepit buaya yang sudah dihubungkan dengan kabel. Ujung kabel tersebut telah dihubungkan dengan baterai 1,5 V yang disusun secara seri. Disiapkan larutan KCl 1 M di dalam gelas beker 50 mL. Larutan KCl berfungsi sebagai elektrolit untuk proses pelapisan kawat Ag dengan AgCl. Baterai 1,5 V yang disusun secara seri berfungsi sebagai sumber listrik dalam proses elektrolisis. Setelah semua rangkaian siap, kawat perak direndam ke dalam larutan KCl 1 M untuk proses elektrolisis selama 1,5 menit. Kawat Ag berada pada posisi kutub positif sebagai anoda dan kawat Ag lainnya pada kutub negatif sebagai katoda. Pada kutub katoda terjadi reaksi reduksi dan kutub anoda mengalami oksidasi. Kawat pada kutub katoda terlapisi AgCl yang berwarna hitam keabu-abuan (Gambar 3). Lama proses elektrolisis akan mempengaruhi ketebalan AgCl yang

melapisi kawat Ag. Semakin lama proses elektrolisis maka semakin tebal kawat Ag yang terlapisi sampai batas tertentu dan sebaliknya. Kawat Ag/AgCl yang telah terbentuk dikeringkan pada ruang terbuka

### B. Pembuatan membran dan elektroda pembanding Ag/AgCl

Kacang hijau dibentuk model silinder dengan diameter 2 mm dan tebal 1 mm, membran dibuat sebanyak tiga buah. Membran yang telah dibentuk dimasukkan pada ujung pipa dan dilakukan pengecekan kebocoran dengan cara ditiup. Hal ini dimaksudkan agar saat pengukuran berlangsung tidak terjadi kebocoran. Pipa yang telah disumbat dengan membran kemudian direndam dengan KCl 3 M selama 24 jam. Hal ini dimaksudkan untuk aktifasi membran agar siap untuk digunakan pada saat pengukuran. Setelah dilakukan perendaman, dimasukkan KCl 3 M ke dalam pipa dengan menggunakan suntikan, diusahakan saat penyuntikkan KCl 3 M tidak terdapat gelembung di dalam pipa. Susunan bahan-bahan elektroda terlihat pada Gambar 1. Hasil pembuatan elektroda banding menggunakan membran yang berasal dari karet ban motor ditampilkan pada Gambar 3a. Selanjutnya untuk pembuatan elektroda dengan menggunakan LDPE berbeda dengan pembuatan membran-membran sebelumnya. LDPE dililitkan pada pipa polietilen hingga rapat, membran dibuat sebanyak tiga buah. Hasil pembuatan elektroda pembanding menggunakan membran yang berasal dari LDPE ditampilkan pada Gambar 3b.

Elektroda yang telah jadi disimpan dalam botol vial dengan ujung membran elektroda tercelup larutan KCl 3 M. Elektroda yang jadi berjumlah 15 buah dengan masing-masing jenis membran berjumlah 3 buah.



Gambar 3. Elektroda pembanding modifikasi (a) membran membran poliisoprena (b) membran LDPE

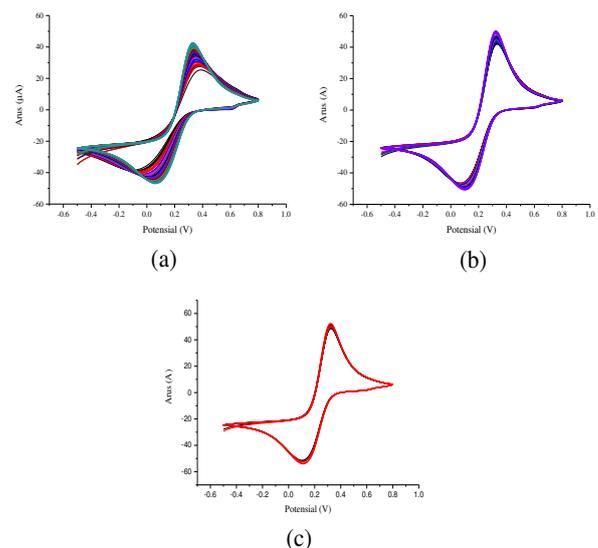
### C. Pengujian elektroda pembanding

Pengukuran elektrokimia dilakukan dengan menggunakan teknik voltametri siklik, dengan sistem tiga elektroda. Emas sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, dan platina sebagai elektroda bantu. Larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  0,1 M dalam KCl 0,1 M dimasukkan ke dalam sampel holder. Potensiostat dioperasikan dengan parameter voltametri siklik (CV), pada potensial -500 mV sampai 800 mV dengan kecepatan penyapuan 100 mV/detik. 5 kali pengulangan untuk pengujian setiap jenis membran. Dilakukan variasi waktu, yaitu pengukuran hari pertama setiap 2 jam sekali selama 24 jam. Pengukuran selanjutnya 24 jam sekali selama 7 hari. Selanjutnya 3 hari sekali dengan 2 kali pengukuran. Voltamogram hasil dari pengukuran elektroda pembanding Ag/AgCl buatan sendiri dan

elektroda komersil dibandingkan dengan menggunakan uji signifikansi (uji F dan uji t).

#### 1) Elektroda pembanding komersil

Hasil pengukuran elektrokimia untuk elektroda pembanding komersil dengan menggunakan teknik voltametri siklik pada variasi waktu 2 – 24 jam ditunjukkan pada Gambar 4a. Sedangkan hasil pengukuran pada variasi waktu 48 – 168 jam dan 240 – 312 jam masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4b dan 4c. Pada voltammogram menunjukkan terdapat kenaikan arus puncak oksidasi dan reduksi dengan waktu pengukuran 2 – 24 jam. Namun tidak terdapat kenaikan arus puncak oksidasi dan reduksi untuk waktu pengukuran 48 -168 jam dan 240 – 312 jam. Nilai potensial oksidasi dan reduksi untuk larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  dengan menggunakan elektroda pembanding komersil tidak mengalami perubahan yang signifikan untuk setiap waktu pengukuran. Puncak oksidasi dan reduksi masing – masing terbentuk pada potensial sekitar +0,335 V dan +0,069 V.



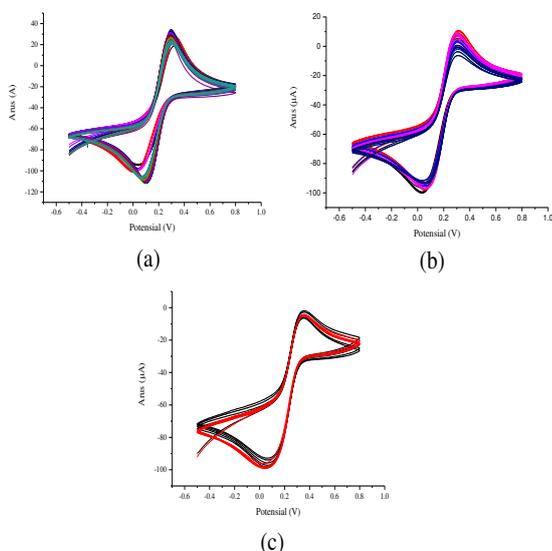
Gambar 4. Voltamogram elektroda komersil, (a) 2 – 24 jam, (b) 48 – 168 jam, (c) 240 - 312 jam

#### 2) Elektroda pembanding membran poliisoprena

Pengukuran elektrokimia untuk sampel poliisoprena yang berasal dari karet ban dengan menggunakan teknik voltametri siklik pada variasi waktu pengukuran tiap 2 jam sekali selama 24 jam, tiap 24 jam selama 6 hari, tiap 3 hari sebanyak 2 kali.

Gambar 5a merupakan voltammogram hasil pengukuran elektrokimia untuk elektroda pembanding bermembran poliisoprena pada variasi waktu 2 – 24 jam. Voltammogram untuk pengujian pada variasi waktu 48 – 168 jam dan 240 – 312 jam ditunjukkan pada Gambar 5b dan 5c. Berdasarkan voltammogram tersebut, terlihat adanya sinyal puncak oksidasi dan reduksi yang jelas untuk pengujian larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$ . Pada voltammogram menunjukkan adanya perbedaan di setiap pengukuran. Pada pengukuran variasi waktu jam 240 – 312 mempunyai nilai puncak oksidasi tertinggi dibandingkan dengan variasi pengukuran 2 – 24 jam dan 48 – 168 jam. Pada pengukuran untuk variasi waktu 48 – 168 jam mengalami kenaikan arus puncak oksidasi dan reduksi yang signifikan. Nilai potensial oksidasi dan reduksi untuk larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  dengan menggunakan elektroda pembanding membran poliisoprena tidak mengalami perubahan yang signifikan untuk setiap

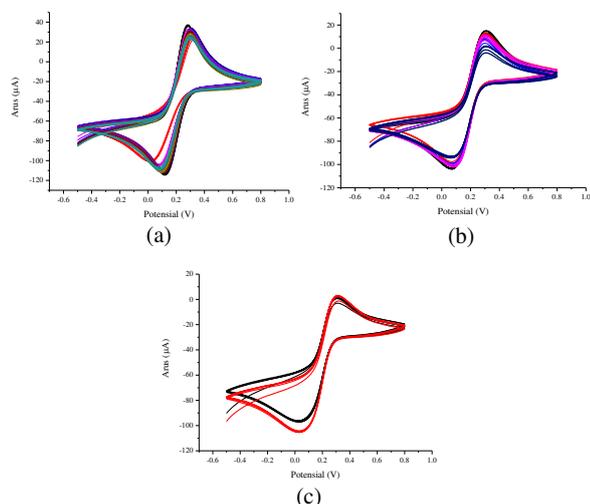
waktu pengukuran. Puncak oksidasi dan reduksi masing – masing terbentuk pada potensial sekitar +0,307 V dan +0,088 V. Hasil dari uji statistik, uji F menunjukkan bahwa elektroda pembanding dengan membran poliisoprena mempunyai varian potensial oksidasi yang tidak berbeda dengan elektroda pembanding komersil pada pengukuran siklus pertama. Sedangkan hasil uji t mempunyai perbedaan potensial oksidasi yang signifikan.



**Gambar 5.** Voltamogram larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  elektroda pembanding membran poliisoprena (a) 2 – 24 jam, (b) 48 – 168 (c) 240 – 312 jam

### 3) Elektroda pembanding membran LDPE

Pengukuran elektrokimia untuk elektroda pembanding bermembran LDPE dengan menggunakan teknik voltametri siklik pada variasi waktu pengukuran 2 – 24 jam (Gambar 6a), 48 – 168 jam (Gambar 6b), 240 – 312 jam (Gambar 6c). Pada voltamogram menunjukkan terdapat kenaikan arus oksidasi dan reduksi dengan variasi waktu pengukuran yang berbeda. Nilai potensial oksidasi dan reduksi untuk larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  dengan menggunakan elektroda pembanding membran LDPE tidak mengalami perubahan yang signifikan untuk setiap waktu pengukuran. Puncak oksidasi dan reduksi masing – masing terbentuk pada potensial sekitar +0,302 V dan +0,107 V.



**Gambar 6.** Voltamogram larutan  $K_4[Fe(CN)_6]$  elektroda pembanding membran LDPE (a) 2 – 24 jam, (b) 48 – 168 jam, (c) 240 – 312 jam

Hasil dari uji statistik, uji F menunjukkan bahwa elektroda pembanding dengan membran LDPE mempunyai varian potensial oksidasi yang berbeda dengan elektroda pembanding komersil pada pengukuran siklus pertama. Sedangkan hasil uji t mempunyai perbedaan potensial oksidasi yang signifikan.

## IV. KESIMPULAN

Elektroda modifikasi menggunakan membran poliisoprena, LDPE, selulosa, kaolin dan grafit dapat digunakan sebagai alternatif pengganti membran silika, karena dapat menampilkan puncak oksidasi dan reduksi ditunjukkan dari hasil voltammogram.

Elektroda pembanding dengan membran poliisoprena dan LDPE yang mempunyai daya tahan yang baik, karena dapat digunakan pengukuran selama variasi waktu yang ditentukan. Sedangkan elektroda pembanding modifikasi dengan membran selulosa hanya dapat digunakan pada pengukuran 2 jam pertama. Elektroda pembanding modifikasi dengan membran kaolin dapat digunakan sampai 2 jam ke-7. Elektroda pembanding modifikasi dengan membran grafit dapat digunakan sampai 2 jam ke-5.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bard, A.J., dan Faulker, L.R. 1980. *Electrochemical Methods*. New York: John Wiley & Son. Inc.
- [2] Gao, P., Xianbo, J., Dihua, W., Xiaohong, H., Geroge, Z. 2005. "A Quartz Sealed Ag/AgCl Reference Electrode for  $CaCl_2$  Base Molten Salts." *Electrochemical Chemistry* 579: 321-328.
- [3] Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. North America: Mc Graw-Hill.
- [4] Robinson, J.W. 2005. *Undergraduate Instrumental Analysis*. New York: Marcel Dekker.
- [5] Rouessac, F. 2007. *Chemical Analysis*. Inggris: John Wiley & Son Ltd.
- [6] Wang, J., 2000. *Analytical Electrochemistry 2nd Edition*. New York: John Wiley & Son ltd.