

G/KIM
2007
078

METODE VOLTAMETRI ADSORPSI PENGUPASAN PADA PENENTUAN GERMANIUM(IV) DALAM GANODERMA (*Ganoderma lucidum*)

YOHANSYAH AMARULLAH



PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2004

ABSTRAK

YOHANSYAH AMARULLAH. Metode Voltametri Adsorpsi Pengupasan pada Penentuan Germanium(IV) dalam Ganoderma (*Ganoderma lucidum*). Dibimbing oleh DEDED SAPRUDIN dan SARYATI

Ganoderma merupakan jamur kayu yang tumbuh di daerah tropis. Jamur tersebut telah lama dimanfaatkan sebagai obat tradisional di Cina, Jepang, dan Korea untuk berbagai macam penyakit. Germanium (Ge) terutama dalam bentuk senyawa organik banyak terdapat pada tumbuhan yang berkhasiat obat. Unsur Ge merupakan unsur kelumit yang sulit diukur dengan metode *furnace atomic adsorption spectrometry* sedangkan menggunakan instrumen *inductively coupled plasma mass spectrometry* relatif mahal dan memerlukan preparasi yang cukup panjang. Hal ini dapat diatasi dengan metode voltametri pengupasan.

Penelitian ini bertujuan menentukan kadar Ge(IV) dalam Ganoderma. Ge(IV) tidak dapat dianalisis dengan metode voltametri pengupasan biasa melainkan harus dimodifikasi dengan menambahkan pengkompleks (pirogalol) sehingga membentuk Ge-pirogalol yang bersifat elektroaktif. Kondisi pengukuran yang dipelajari ialah konsentrasi pengkompleks, elektrolit pendukung, potensial deposisi, waktu deposisi, *scan rate*, tinggi pulsa, linearitas dan limit deteksi.

Dari hasil penelitian diperoleh konsentrasi pirogalol optimum yaitu 2.10^{-5} M; elektrolit pendukungnya $V_{HCl\ 5\ M} : V_{KCl\ 1\ M}$ (1:2); potensial deposisi 0,00 Volt; *scan rate* 2,0 mV/detik; waktu deposisi 90 detik; tinggi pulsa 0,06 Volt; kisaran linearitas 0-12 ng/ml dan limit deteksi 0,8292 ng/ml. Metode ini tidak dipengaruhi oleh ion-ion logam lain seperti: Zn(II), Mn(II) dan Cu(II). Kadar Ge(IV) dalam sampel adalah $(20,60 \pm 0,65) \cdot 10^{-4} \%$.

ABSTRACT

YOHASYAH AMARULLAH. Determination of Germanium(IV) in Ganoderma (*Ganoderma lucidum*) by Adsorptive Stripping Voltammetry. Supervised by DEDED SAPRUDIN and SARYATI

Ganoderma is a tree fungi lives in tropical climate that have been used as a traditional medicine in China, Japan, and Korea for various diseases. Germanium especially in a form of organic compound could be obtained in medicinal plants. Germanium is a trace mineral that difficult to measure with furnace atomic adsorption spectroscopy (FAAS) method. It measured using inductively coupled plasma mass spectroscopy (ICP-MS) method but it is expensive and need complicated preparation. Another alternative is stripping voltammetry method.

The research objectives is to determine Ge(IV) content in Ganoderma. The Ge(IV) could not be measured using conventional stripping voltammetry, but it had to be modified by added pyrogallol as complexing agent, so the Ge-pyrogallol complex will be electroactive compound. The research started with the operation condition, with the parameter are concentration of pyrogallol, supporting electrolyte, deposition potential, deposition time, scan rate, pulse height and linearity.

The result are an optimum concentration of pyrogallol is 20 μ l 0,01 M; supporting electrolyte HCl 5 M : KCl 1 M = 1 : 2; deposition potential 0,00 Volt; scan rate 2,0 mV/second; deposition time 90 second; pulse height 0,06 Volt; standard curve range 0-12 ng/ml, and detection limit 0,8292 ng/ml. This method is not interfere with another metal ions impurities such as Zn(II), Mn(II), and Cu(II). The Ge(IV) content in Ganoderma is $(20,60 \pm 0,65) \cdot 10^{-4} \%$.

**METODE VOLTAMETRI ADSORPSI PENGUPASAN
PADA PENENTUAN GERMANIUM(IV) DALAM
GANODERMA (*Ganoderma lucidum*)**

YOHANSYAH AMARULLAH

Skripsi
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains
pada
Program Studi Kimia

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2004**



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Kupersembahkan kepada
Ayah, Ibu, Adik dan Tessa tercinta...*



@Hik_cipa_milik IPB University

IPB University

Hik Cipa, Platform Unggulan
1. Dilansir berbagai sumber dan artikel yang ada di berbagai media sosial dan website lainnya
2. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
3. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
4. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
5. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
6. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
7. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
8. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
9. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University
10. Berisi kumpulan foto, video, dan audio yang berkaitan dengan kehidupan sehari-hari mahasiswa IPB University



Judul : Metode Voltametri Adsorpsi Pengupasan pada Penentuan Germanium(IV) dalam Ganoderma (*Ganoderma lucidum*)

Nama : Yohansyah Amarullah

NIM : G01499045

Menyetujui,

Drs. Deden Saprudin, M.Si.
Pembimbing I

Dra. Saryati
Pembimbing II

Mengetahui,



Prof. Dr. Ir. Suminar S. Achmadi
Ketua Program Studi Kimia

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Jakarta pada tanggal 13 Januari 1982 sebagai anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Amirudin Usman dan Yoyoh Suherty. Pada tahun 1999 penulis lulus dari SMU Negeri 3 Bogor dan pada tahun yang sama lulus seleksi masuk Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor melalui jalur Undangan Seleksi Masuk IPB (USMI).

Selama mengikuti perkuliahan penulis pernah menjadi asisten praktikum untuk mata kuliah Kimia Dasar I dan Kimia Dasar II untuk mahasiswa S1 Tanah, S1 Gizi Masyarakat dan Sumberdaya Keluarga, S1 Teknik Pangan dan Gizi, dan D3 Kehutanan, serta asisten dosen untuk mata kuliah Kimia Dasar I. Penulis juga pernah mengikuti kegiatan magang kerja di PT Mawar Sejati (WELLA) Bogor selama bulan Juli sampai Agustus 2000, praktik lapangan di PT Yupharin Pharmaceuticals selama bulan Juli sampai dengan Agustus 2001. Pada tahun 2000-2002 penulis mengikuti beberapa kegiatan organisasi yang meliputi Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) FMIPA, Ikatan Mahasiswa Kimia (IMASIKA), pernah menjabat sebagai Presiden *Chemistry English Club*, dan panitia pengarah untuk beberapa kegiatan kemahasiswaan. Pada tahun 2001 hingga 2003 penulis memperoleh beasiswa BCA. Pada tahun 2001-2004 penulis pernah bekerja sebagai staf pengajar mata pelajaran Kimia dan *trainer* Quantum Learning di Bimbingan Tes Alumni 8 (BTA 8). Pada tahun 2003 hingga 2004 penulis aktif dalam berbagai kegiatan di RRI untuk mengisi acara siaran di RRI Bogor (*Radio English Program*) di bawah organisasi *Radio English Club* sebagai *Committee Team*. Salah satu pencapaian terbesar penulis yakni terpilih menjadi peserta *Marketing Promotion Training* PT Nutrifood Indonesia pada tahun 2004.

PRAKATA

Segala puji hanyalah milik Allah *azza wa jalla* karena atas segala rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan karya ilmiah ini. Penelitian dengan judul Metode Adsorpsi Pengupasan pada Penentuan Germanium dalam Ganoderma (*Ganoderma lucidum*) dilakukan sejak bulan Mei 2003 hingga Februari 2004 di Laboratorium Kimia Puspiptek Batan, Serpong dan Laboratorium Kimia Analitik Program Studi Kimia, Departemen Kimia FMIPA IPB.

Terima kasih penulis ucapkan kepada Bapak Drs. Deden Saprudin, M.Si dan Ibu Dra. Saryati selaku pembimbing dalam penelitian ini, para staf Laboratorium Kimia Puspiptek Batan, Serpong yaitu Mbak Wahyu, Pak Marjo dan para staf Laboratorium Kimia Analitik Program Studi Kimia, Departemen Kimia FMIPA IPB, yaitu Pak Eman dan Pak Dede.

Untaian terima kasih dihaturkan kepada Ayahanda, Ibunda, dan Adinda atas dukungan, pengorbanan, doa dan kasih sayangnya selama ini. Ucapan terima kasih juga penulis sampaikan kepada Theresa Dwi Utami Azis (Tessa) atas segala perhatian, kebaikan dan kasih sayangnya selama ini. Penghargaan dan terima kasih juga penulis persembahkan kepada Mas Herry rekan-rekan di Laboratorium Komputer Departemen Kimia IPB (*Chem Net*), rekan-rekan di Kimia'36, yaitu Tommy, Eka, Evi, Tri, Susi, Ayu, Tia dan Amel terima kasih atas hal-hal yang luar biasa serta keceriaan selama ini. Terima kasih juga penulis sampaikan terutama kepada Mada dan keluarga (*Steak House*), Tyas (Universitas Indonesia) atas segala kerja sama dan dukungannya selama penelitian berlangsung. Semoga Allah bisa membalas amal perbuatan kita.

Akhirnya penulis berharap bahwa karya ilmiah ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan memberi tambahan ilmu bagi yang membutuhkannya.

Bogor, Mei 2004

Yohansyah Amarullah

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Jamur ganoderma (<i>Ganoderma lucidum</i>)	2
2. Skema tahapan voltametri pengupasan	4
3. Perbandingan sensitivitas berbagai teknik voltametri	4
4. Struktur pirogalol	5
5. Bentuk polarogram logam Ge(IV)	9
6. Reaksi hipotetik yang terjadi pada permukaan elektroda	10
7. Kurva hubungan volume pirogalol terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	10
8. Kurva hubungan potensial deposisi (Volt) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	10
9. Kurva hubungan elektrolit pendukung $V_{HCl\ 5M} : V_{KCl\ 1\ M}$ (ml:ml) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	10
10. Kurva hubungan waktu deposisi (detik) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	11
11. Kurva hubungan <i>scan rate</i> (mV/detik) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	11
12. Kurva hubungan tinggi pulsa (Volt) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml	11
13. Kurva standar Ge(IV) 0-12 ng/ml dengan variasi waktu deposisi. (A) waktu deposisi 60 detik; (B) waktu deposisi 90 detik; (C) waktu deposisi 180 detik	11
14. Kurva hubungan konsentrasi Cu(II) 0-100 ng/ml terhadap tinggi puncak Ge(IV) 5 ng/ml	12
15. Kurva hubungan konsentrasi Cu(II) 100-6000 ng/ml terhadap tinggi puncak Ge(IV) 5 ng/ml ..	12
16. Kurva hubungan konsentrasi Ge(IV) (ng/ml) terhadap tinggi pulsa (nA) pada metode penambahan standar	13

DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Kondisi umum dan ligan-ligan yang dapat digunakan dengan metoda voltametri pengupasan adsorpsi	6
2. Kondisi operasi optimum analisis Ge(IV)	12
3. Pengaruh ion-ion pengganggu	12
4. Hasil perolehan kembali	13
5. Kadar Ge(IV) dalam ganoderma	13

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Optimasi konsentrasi pirogalol dan optimasi potensial deposisi	17
2. Optimasi elektrolit pendukung dan optimasi waktu deposisi	18
3. Optimasi <i>scan rate</i> dan optimasi tinggi pulsa	19
4. Kurva standar.....	20
5. Pengaruh ion-ion pengganggu	22
6. Pengaruh konsentrasi ion pengganggu Cu(II) terhadap tinggi puncak Ge(IV) dan penentuan persen perolehan kembali metode penambahan standar tanpa ion pengganggu.....	24
7. Penentuan persen perolehan kembali metode penambahan standar dengan ion pengganggu Cu(II).....	26
8. Analisis Ge(IV) dalam sampel ganoderma.....	28
9. Voltamogram blanko [(V _{HCl} 5 M : V _{KCl} 1 M (1:2)) + pirogalol 2.10 ⁻⁵ M].....	29
10. Voltamogram blanko + Ge(IV) 5 ng/ml + Cu(II) 10 ng/ml.....	30
11. Voltamogram blanko + Ge(IV) 5 ng/ml + Cu(II) 5 µg/l.....	31
12. Voltamogram sampel ganoderma.....	32

Halaman ini adalah bagian dari dokumen yang diterbitkan oleh Institut Pertanian Bogor dan merupakan hak cipta dari Institut Pertanian Bogor. Seluruh isi dokumen ini adalah hak cipta dari Institut Pertanian Bogor dan tidak boleh disebarluaskan atau digunakan untuk tujuan komersial tanpa izin dari Institut Pertanian Bogor.

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Pencarian obat baru dalam upaya mengatasi berbagai macam penyakit semakin meningkat, diantaranya penelitian mengenai spesies jamur. Jamur (*macrofungi*) ialah mikroorganisme yang tidak hanya berperan sebagai pengurai, tapi juga dapat menghasilkan bahan makanan yang bernilai gizi tinggi dan bahan obat-obatan untuk berbagai macam penyakit (Sumarna 2002). Sebagian spesies jamur mempunyai peran yang menguntungkan dan sebagian lagi merugikan. Salah satu keuntungan yang bisa didapatkan adalah sebagai sumber pangan yang bernilai gizi tinggi dan sumber pangan yang memiliki rasa yang lezat. Keuntungan lain yang tak kalah pentingnya adalah potensi menghasilkan senyawa kimia yang memiliki efek fisiologis. Hal ini menyebabkan jamur memiliki nilai ekonomis tinggi, sehingga budidayanya berkembang pesat baik di dalam maupun di luar negeri.

Salah satu spesies yang banyak dibudidayakan ialah spesies dari genus *Ganoderma*, merupakan jamur kayu yang tumbuh di daerah tropis. Spesies jamur tersebut tergolong ke dalam kelas Basidiomycetes. *Ganoderma lucidum* adalah suatu jenis jamur yang telah lama dimanfaatkan sebagai obat tradisional di Cina, Jepang, dan Korea untuk berbagai macam penyakit (Kim & Byong 1999).

Germanium (Ge) terutama dalam bentuk senyawa organik banyak terdapat pada tumbuhan yang berkhasiat obat. Germanium dipercaya dapat meningkatkan metabolisme melalui peningkatan daya kerja listrik biologis atau secara biokimia melalui perubahan potensial sistem baik pada reaksi reduksi oksidasi maupun reaksi lain (Chang & John 1999).

Unsur germanium merupakan unsur kelumit, oleh karena itu untuk menguji kandungannya di dalam sampel, diperlukan suatu metode yang memenuhi kriteria-kriteria analisis yaitu: memiliki sensitivitas dan selektivitas yang tinggi, mudah dilaksanakan, cepat dan murah. Penentuan kadar germanium dalam tanaman sangat penting untuk dilakukan, namun sejauh ini kadar germanium dalam tanaman jarang dilakukan dan ada beberapa yang melaporkan kadar germanium dalam tanah (Shi & Kui 1995). Germanium tidak dapat terdeteksi dengan metode *furnace atomic absorption spectroscopy* (FAAS), dan disarankan untuk analisis germanium harus menggunakan

instrumen *inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS) (Darusman, 1999). Kadar germanium dari beberapa sayuran yang berhasil dianalisis dari beberapa kultivar berkisar 10-100 ng/ml dengan kadar rata-rata 50 ng/ml dan hasil ini diperoleh dengan perangkat ICP-MS (Mizuno 1997). Analisis germanium menggunakan instrumen ICP-MS relatif mahal dan memerlukan preparasi yang cukup panjang, sehingga perlu dicari metoda analisis yang lain yang relatif lebih mudah dan murah tapi memiliki sensitivitas yang tinggi, antara lain metode voltametri adsorpsi pengupasan yang akan digunakan pada penelitian ini.

Alasan tersebut mendasari dipilih metode voltametri adsorpsi pengupasan, sebab dengan metode ini tidak diperlukan tahap pemisahan unsur-unsur yang dianalisis dan pemekatan awal. Pemisahan antar unsur didasarkan atas potensial redoks, sedangkan pemekatan dapat dilakukan dengan teknik pengupasan. Akibatnya adalah galat negatif yang biasanya ditimbulkan oleh perlakuan awal analisis dapat dihindari. Selain itu, pengoperasian alat relatif mudah dilakukan, waktu analisis singkat, serta biaya yang dibutuhkan lebih murah dibandingkan dengan teknik analisis lain (Chang 1999).

Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan menentukan kondisi optimum yang digunakan dalam analisis germanium serta menentukan kadar germanium dalam tubuh buah dan ekstrak *G. lucidum* dengan metode voltametri pengupasan adsorpsi.

Hipotesis

Hipotesis yang diajukan dalam penelitian ini adalah metode voltametri adsorpsi pengupasan dapat digunakan untuk menganalisis unsur germanium dalam tubuh buah *G. lucidum*.

TINJAUAN PUSTAKA

Ganoderma lucidum

G. lucidum adalah jamur kayu yang tumbuh pada kayu mati dan kayu hidup, tubuh buah keras seperti kayu dan menempel pada batang tanaman lain.



Gambar 1. Jamur ganoderma (*G. lucidum*)

Klasifikasi dari jamur *G. lucidum* adalah sebagai berikut (Alexopoulos 1996):

Dunia	: Fungi
Kelas	: Basidiomycetes
Subkelas	: Halobasidiomycetes
Seri	: Hymenomycetes
Ordo	: Aphyllophorales
Famili	: Ganodermataceae
Genus	: <i>Ganoderma</i>
Spesies	: <i>G. lucidum</i>

Ciri umum yang dimiliki adalah adanya sebuah struktur yang disebut basidium (suatu sel berbentuk tabung atau seperti pemukul bola yang mempunyai empat buah basidiospora di bagian luar). Himenium yang menutupi permukaannya berpori-pori. Tubuh buah berbentuk setengah lingkaran dan berwarna coklat kehitam-hitaman. Pada bagian bawah tubuh buah terdapat pori tempat keluarnya spora. Permukaan atas tubuh buah (konus) rata dan halus dan bagian bawah spora berbentuk pipih (Sumarna 2002).

G. lucidum di Cina dikenal dengan nama Ling zhi, sedangkan di Jepang dikenal dengan nama Reishi atau Mannen take. Ekstrak miselium atau tubuh buah *G. lucidum* digunakan untuk mengobati berbagai jenis penyakit diantaranya diabetes, hipertensi, hepatitis B, leukimia, asma, *migrane*, kanker, tumor, demam, jantung koroner, dan batuk bronkhitis. Jamur *G. lucidum* memiliki kandungan germanium yang berkhasiat sebagai antikanker, alergi, hipertensi, diabetes, *arterosclerosis* dan *thrombosis* (Kim & Byong 1999).

Germanium

Sifat Fisik dan Kimia

Unsur Ge berasal dari bahasa latin "Germania", ditemukan oleh Clemens Winkler pada tahun 1886. Germanium merupakan unsur metaloid yang berwarna putih mengkilap, dalam sistem periodik termasuk golongan IVA, dan sifatnya mirip dengan silikon. Germanium termasuk logam berat dengan

bobot molekul besar dan berbobot jenis lebih dari 5 g/ml. Lambang kimianya adalah Ge, dengan konfigurasi (Ar) $3d^{10} 4s^2 4p^2$, nomor atomnya 32, bobot molekul 72,59 g/mol, titik leleh $937,4^{\circ}\text{C}$ dan titik didihnya 2830°C .

Unsur ini stabil di udara tetapi eksplosif karena bercampur dengan partikulat lain. Germanium dapat bereaksi dengan nitrit atau asam sulfat, basa peroksida, nitrat, dan karbonat. Germanium biasanya ditemukan dalam bentuk dioksida, digunakan untuk katalis dan bahan mentah logam. Germanium juga biasanya ditemukan dalam bentuk larutan, asam germanat, dan $\text{Ge}(\text{OH})_2$. Secara kimia unsur ini membentuk senyawa dengan bilangan oksidasi +2 dan +4, dan senyawa germanium (+4) yang lebih mantap. Ada 5 isotop germanium yang terjadi secara alami yaitu 70 (21%), 72 (27%), 73 (8%), 74 (37%), 76 (8%), dan dalam bentuk radioaktif 65-69, 71,75,77, dan 78 adalah diproduksi secara buatan. Unsur ini juga membentuk sejumlah besar senyawa organologam. Germanium dijumpai dalam seng sulfida dan dalam beberapa biji sulfida lainnya, dan terutama diperoleh sebagai hasil samping peleburan seng.

Kegunaan Germanium

Ge banyak digunakan dalam industri rumah tangga, jaringan pipa, dan isolator alat-alat listrik. Ge merupakan unsur keumit yang penting dalam tubuh. Akumulasi dan defisiensi germanium dalam tubuh dapat menyebabkan berbagai macam penyakit. Akumulasinya dalam tubuh dapat menyebabkan kerusakan akut pada jaringan renal sedangkan defisiensinya memicu pembentukan sel-sel tumor dan kanker. Mahluk hidup mendapatkan unsur kelumit germanium dari udara, air dan makanan, di mana makanan merupakan sumber utama germanium bagi manusia. Pada bidang pengobatan, germanium dipercaya dapat meningkatkan metabolisme melalui peningkatan daya kerja listrik biologis atau secara biokimia melalui perubahan potensial sistem baik pada reaksi reduksi maupun reaksi lain (Chang & John 1999).

Kandungan germanium organik yang terdapat pada miselia *G. lucidum* secara klinis dapat banyak digunakan untuk menambah oksigen dalam darah dan menyebarkannya ke otak, menyeimbangkan tekanan darah dan fungsi bioelektrik dalam tubuh, meningkatkan metabolisme tubuh, menguatkan saluran darah, mencegah kesemutan dan kram (Susanto 1998). Terdapat hubungan antara terpenoid yang memiliki aktivitas anti tumor dan aktivitas induksi terhadap kadar Ge, karena Ge

dapat menetralkan rasa sakit ketika mencapai keadaan tingkat akhir dari suatu penyakit kanker (Mizuno 1997).

Prinsip Dasar Voltametri

Voltametri adalah teknik elektrokimia yang didasarkan atas pengukuran arus pada elektrode. Kurva hubungan antara arus dengan potensial yang dihasilkan disebut voltamogram. Voltametri dapat digunakan untuk menganalisis senyawa-senyawa kimia yang bersifat elektroaktif, yaitu yang bisa dioksidasi atau direduksi dipermukaan elektrode. Parameter kontrol yang dapat menyebabkan suatu senyawa dioksidasi atau direduksi adalah potensial elektrode. Potensial inilah yang mampu memaksa senyawa kimia dalam larutan menerima atau melepaskan elektron. Nilai potensial elektrode dipengaruhi oleh tahap-tahap kinetika lambat dari rekasi redoks, sehingga besar potensial tersebut selalu harus lebih tinggi dari nilai teoritisnya.

Voltametri merupakan pengembangan fenomena redoks yang melibatkan transfer elektron antara spesi-spesi yang diamati. Arus yang terjadi dari hasil reaksi redoks disebut arus Faraday. Arus ini merupakan inti dari analisis secara voltametri. Selain arus Faraday, dikenal juga arus kapasitif yaitu arus yang disebabkan adanya lapisan rangkap listrik pada antar muka elektrode larutan, analog dengan pengisian muatan pada kapasitor. Di dalam voltametri, arus kapasitif dapat mengganggu interpretasi data tentang besarnya konsentrasi suatu zat (Skoog & Holler 1998).

Perkembangan Voltametri

Perkembangan teknik voltametri diawali dengan teknik polarografi arus searah dan polarografi *sampled DC*. Metode pertama, potensial diberikan secara kontinu ke arah nilai yang semakin negatif dan arus yang mengalir diukur dan plot antara keduanya disebut polarogram. Arus yang terukur merupakan jumlah total antara arus Faraday dan arus kapasitif. Karena arus kapasitif dapat memberikan arus latar belakang dan mengakibatkan penurunan limit deteksi, maka dikembangkanlah metode kedua. Pada metode ini, arus hanya diukur pada beberapa milidetik terakhir dari waktu tetes raksa sehingga penampilan polarogramnya lebih halus daripada polarogram pada polarografi arus searah.

Selanjutnya dikembangkan teknik polarografi pulsa normal. Arus kapasitif tidak tergambar pada polarogramnya sebab arus yang terukur tidak

terpengaruh olehnya. Hal ini disebabkan karena pemberian pulsa potensial diberikan pada akhir waktu hidup dari raksa dan arus diukur pada waktu sebelum pemberian pulsa tersebut sehingga teknik ini lebih sensitif dibandingkan dengan kedua metode diatas.

Sensitivitas analisis yang lebih tinggi dicapai pada teknik Polarografi Pulsa Diferensial (PPD). Dalam teknik ini lama dan jarak pulsa tegangan dari luar divariasikan secara bebas, selain itu polarogramnya merupakan turunan pertama dari polalogram polalografi pulsa normal, sehingga informasi yang diperoleh mengenai logam yang dianalisis lebih baik dibandingkan dengan polarogram biasa. Arus puncak (I_p) sebanding dengan arus difusi serta konsentrasi, dan potensial puncak (E_p) sebanding dengan potensial setengah gelombang (Skoog & West 1996).

Voltametri Pengupasan

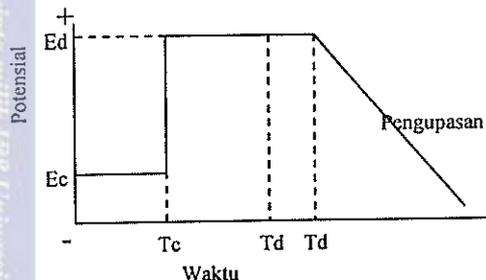
Metode voltametri pengupasan adalah metode voltametri yang menggunakan elektrode kerja suatu elektrode khusus stasioner serta proses analisisnya melewati dua tahap proses kerja yaitu tahap deposisi dan pengupasan. Elektrode yang digunakan yaitu HMDE (*Hanging Mercury Dropped Electrode*) atau Elektrode Tetes Raksa Menggantung. Tahap deposisi atau *preconcentration* adalah tahap pemberian potensial kepada sistem analisis sehingga akan terjadi reduksi/oksidasi logam pada elektrode Hg. Pengadukan penting dilakukan sebab akan meminimalkan interaksi antara sampel dengan elektrode. Tahap ini terdiri dari proses anodik atau katodik tergantung dari proses redoks yang dialami analat. Tahap pengupasan adalah proses pembebasan analat pada amalgam atau film sehingga analat larut kembali ke dalam larutan. Metoda ini pertama kali ditemukan oleh Zbinden pada tahun 1931, kemudian mulai dikembangkan pada tahun 1950 oleh Kemula dkk, pada tahun 1957 telah berhasil menentukan kadar Cd^{2+} pada konsentrasi rendah (ng/ml). Metode pengupasan ini merupakan metode yang sensitif karena konsentrasi logam dalam air raksa 100-1000 kali lebih besar dari konsentrasi ion logam di dalam larutan dan sensitivitas ini tergantung dari tahap deposisi yang dilakukan (Wang 1994).

Metode voltametri pengupasan terdiri atas tiga macam, yaitu:

- Pengupasan Katodik, yaitu potensial deposisi lebih positif dari potensial oksidasi elektrode

sehingga terbentuk film tidak larut di permukaan elektrode.

- b. Pengupasan Anodik, yaitu potensial deposisi lebih negatif dari potensial 1/2 gelombang.
- c. Pengupasan Adsorpsi, yaitu untuk senyawa yang dapat teradsorpsi di elektrode, berdasarkan pada induksi ion dalam kompleks, induksi pengkompleks dan efek katalitik.



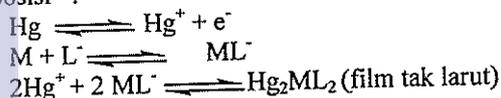
Gambar 2. Skema tahapan voltametri pengupasan

Keterangan: Ec = Potensial Awal
Ed = Potensial Deposisi
Tc = Waktu Awal
Td = Waktu Deposisi
Te = Waktu Kesetimbangan

Pada Gambar 2, ditunjukkan skema tahapan analisis voltametri pengupasan. Mula-mula sampel diberikan Potensial Awal (Ec) pada selang waktu tertentu, kemudian potensial dinaikkan ke arah positif (+) menjadi Potensial Deposisi (Ed). Potensial Deposisi diberikan selama selang waktu tertentu yaitu Waktu Deposisi (Td), setelah itu diberikan *rest time* sampai pada Waktu Kesetimbangan (Te). Kemudian dilakukan Tahap Pengupasan yaitu dengan memberikan beda potensial ke arah negatif (-). Dari semua tahapan yang dilakukan, dilakukan pengukuran arus.

Voltametri pengupasan katodik dilakukan dengan memberikan potensial ke arah positif yang dikenakan ke dalam sistem sel pada tahap deposisi. Elektrode Hg berperan aktif dalam pembentukan amalgam. Pada proses pengupasan, pengukuran dilakukan ke arah negatif. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

Deposisi :



Pengupasan :

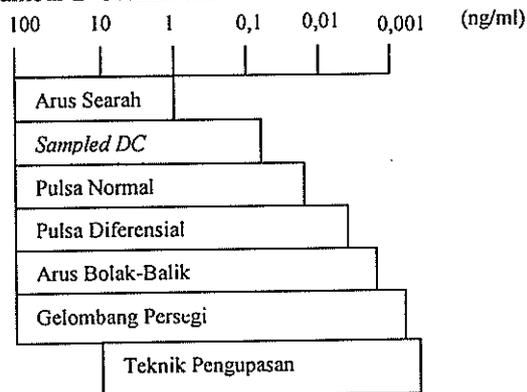


Keterangan:

M : Logam yang dianalisis

L : Ligan/pengkompleks yang digunakan

Perbandingan sensitivitas antara masing-masing teknik voltametri dapat dilihat pada Gambar 2 berikut ini:

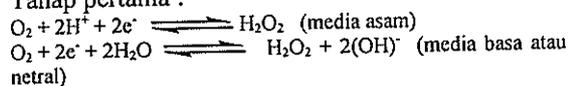


Gambar 3. Perbandingan sensitivitas berbagai teknik voltametri.

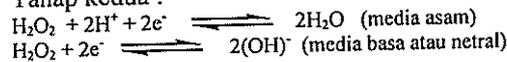
Voltametri pengupasan banyak sekali aplikasinya, antara lain dapat digunakan untuk penentuan kadar selenium (Se) dalam bawang putih (Inam & Somer 1999), penentuan kadar selenium (Se) dan timbal (Pb) dalam susu sapi (Inam & Somer 2000), penentuan kadar nikel dalam formulasi *infant* (Barbera *et al.* 1994) dan lain-lain.

Untuk meningkatkan sensitivitas pengukuran, dilakukan pula tahap deaerasi yaitu penghilangan gas O₂ dari larutan sampel. Hal ini perlu dilakukan karena oksigen terlarut dapat mempengaruhi analisis voltametri. Ada dua tahap reduksi oksigen yang dipengaruhi oleh pH yaitu sebagai berikut:

Tahap pertama :



Tahap kedua :



Potensial setengah gelombang pada kedua tahap ini mendekati -0,05 V dan -0,90 V terhadap elektrode kalomel jenuh. Tahap reduksi ini menghasilkan kenaikan arus latar belakang yang mengganggu puncak pengupasan yang diinginkan. Selain itu, oksigen juga dapat mengoksidasi logam dalam amalgam, dan ion hidroksil yang terbentuk selama reduksi oksigen dalam medium basa atau netral dapat mengendapkan ion logam di sekitar elektrode kerja. Pengusiran oksigen dilakukan

dengan mengalirkan gas nitrogen ke dalam larutan sampel selama empat menit (Wang 1994).

Voltametri Adsorpsi Pengupasan

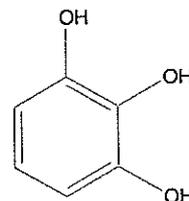
Anodik maupun katodik voltametri pengupasan hanya bisa digunakan untuk analisis senyawa atau ion yang elektroaktif, yaitu yang dapat dideposisikan secara elektrolisis membentuk amalgam atau film yang tidak larut dipermukaan elektrode. Untuk senyawa-senyawa organik yang tidak dapat dideposisikan secara elektrolisis, seperti senyawa-senyawa lingkungan, makanan maupun obat-obatan, tidak dapat ditentukan secara voltametri pengupasan anodik maupun katodik. Senyawa-senyawa tersebut dapat ditentukan secara voltametri adsorpsi pengupasan, di mana deposisi didasarkan pada adsorpsi senyawa ke dalam elektrode kerja. Adsorpsi diperlukan untuk memekatkan analit dipermukaan elektrode, sehingga konsentrasi dipermukaan elektrode jauh lebih besar dari konsentrasi analit di dalam larutan. Kemampuan adsorpsi senyawa dipermukaan elektrode ditentukan oleh beberapa parameter seperti pelarut, material elektrode, potensial, waktu, pH, kekuatan ion, transfer massa dan temperatur. Pada umumnya hanya senyawa yang mempunyai koefisien adsorpsi cukup tinggi yang cocok ditentukan secara voltametri adsorpsi pengupasan. Kondisi optimum adsorpsi umumnya ditentukan secara percobaan, dengan memperhatikan sensitivitas reproduksitas dan bentuk puncak voltamogramnya.

Material yang terakumulasi di permukaan elektrode dalam bentuk lapisan molekul yang dapat teroksidasi maupun tereduksi. Perhitungan konsentrasi didasarkan pada puncak oksidasi/reduksi molekul tersebut. Beberapa ion logam yang dapat membentuk kompleks dengan senyawa organik/pengkomplek yang dapat teradsorpsi di permukaan elektrode dapat ditentukan secara voltametri adsorpsi pengupasan. Perhitungan konsentrasi ion logam didasarkan pada oksidasi-reduksi logam yang terkompleks, oksidasi-reduksi pegompleks atau efek katalitik.

Unsur germanium tidak dapat dianalisis dengan cara pengupasan biasa, melainkan perlu modifikasi lebih lanjut dengan teknik voltametri adsorpsi pengupasan sehingga dapat mendeteksi kadar germanium dalam kadar ng/ml (Bond 1999). Metode ini memiliki dasar analisis yang sama seperti voltametri pengupasan katodik biasa, hanya diperlukan suatu modifikasi dengan menambahkan ligan atau pengkompleks yang sesuai dengan

logam atau spesi yang akan dianalisis, hal ini dilakukan untuk meningkatkan sensitivitas analisis (Wang 1994). Unsur nikel (Ni) dan kobalt (Co) dapat menggunakan senyawa dimetilglioksim sebagai ligan (Sancho *et al.* 2000), untuk logam Mn dapat menggunakan senyawa 2-(5'-bromo-2'piridilazo)-5-dietilaminofenol (5-Br-PADAP). Ligan-ligan ini akan membentuk kompleks dengan logam/spesi yang akan dianalisis, sebab dengan terbentuknya kompleks tersebut maka akan menyebabkan logam/spesi tersebut mudah untuk ditarik oleh elektrode HMDE pada tahap deposisi sehingga semua logam/spesi akan membentuk amalgam yang maksimal. Dengan demikian akan didapatkan arus yang lebih tinggi pada tahap pengupasan yang mencirikan peningkatan sensitivitas pengukuran.

Ada beberapa ligan yang dapat digunakan sebagai pengkompleks untuk analisis Ge, antara lain katekol, fluoron hitam, pirogalol, PCV (pirokatekol violet), Alizarin merah dan kuarsetin (Bond 1999). Ligan pirogalol dapat digunakan dengan baik sebagai pengkompleks Ge dan mencapai limit deteksi $1,2 \cdot 10^{-9}$ M (Sun 1995), dan katekol mencapai limit deteksi $1,0 \cdot 10^{-9}$ M dengan daerah linieritasnya adalah $1,0 \cdot 10^{-9}$ - $7,0 \cdot 10^{-6}$ M untuk sampel tanaman dan tanah (Shi & Jiao 1995). Sedangkan untuk keempat ligan lainnya yaitu: fluoron hitam, PCV (pirokatekol violet), alizarin merah dan kuarsetin belum ada data-data yang menunjukkan kemampuannya uniuik digunakan dalam pengukuran dengan metode voltametri adsorpsi pengupasan.



Gambar 4. Struktur pirogalol

Logam-logam yang dapat membentuk kompleks dengan pirogalol antara lain: Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Ti^{4+} dan Ga^{3+} . Akan tetapi ion-ion Cu^{2+} , Cd^{2+} , Fe^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Pb^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Ca^{2+} dan As^{3+} tidak mengganggu analisis yang akan dilakukan (Sun *et al.* 1995). Beberapa kondisi umum dan ligan-ligan yang dapat digunakan dengan metoda voltametri adsorpsi pengupasan dapat dilihat pada Tabel 1 (Wang 1994).

Tabel 1. Kondisi umum dan ligan-ligan yang dapat digunakan dengan metoda voltametri *pengupasan* adsorpsi

Logam	Ligan	Elektrolit pendukung	Limit deteksi (M)
Al	<i>asam dihidroksiantrakuinon sulfonat</i>	bufer BES	1×10^{-9}
Be	<i>torin</i>	bufer amonia	3×10^{-9}
Co	<i>nioksim</i>	bufer HEPES	6×10^{-12}
Cr	<i>asam dietilentriaminpentaas etat</i>	bufer asetat	4×10^{-10}
Fe	<i>solokrom violet RS</i>	bufer asetat	7×10^{-10}
Mn	<i>erio T</i>	bufer PIPES	6×10^{-10}
Mo	<i>oksim</i>	asam klorida	1×10^{-10}
Ni	<i>dimetilglioksim</i>	bufer amonia	1×10^{-10}
Pt	<i>formazon</i>	asam sulfat	1×10^{-12}
Sn	<i>tropolon</i>	bufer asetat	2×10^{-10}
Ti	<i>asam mandeloat</i>	kalium klorat	7×10^{-12}
U	<i>oksim</i>	bufer PIPES	2×10^{-10}
V	<i>katekol</i>	bufer PIPES	1×10^{-10}

Parameter Optimasi Kondisi Operasi

Analisis dengan menggunakan metode voltametri adsorpsi pengupasan perlu dilakukan optimasi kondisi operasinya terlebih dahulu agar hasilnya baik. Parameternya yaitu konsentrasi pengkompleks pirogalol, elektrolit pendukung, potensial deposisi, waktu deposisi, *scan rate*, tinggi pulsa dan kurva standar.

Konsentrasi pengkompleks pirogalol.

Konsentrasi pirogalol yang akan digunakan untuk mengkompleks logam Ge(IV) harus dilakukan konsentrasi optimumnya, jika konsentrasinya terlalu rendah maka tinggi puncaknya kurang optimum. Sedangkan pada konsentrasi yang terlalu tinggi akan terjadi kejenuhan yang akan mempengaruhi tinggi arus puncak.

Elektrolit pendukung

Pengukuran secara voltametri, analit yang diukur harus dalam bentuk larutan yang konduktif

dengan cara menambahkan elektrolit pendukung dengan demikian dapat menghilangkan arus migrasi. Garam-garam anorganik, asam mineral maupun basa dapat digunakan sebagai elektrolit pendukung, apabila diperlukan pengontrolan pH, sebagai elektrolit digunakan buffer. Komposisi elektrolit pendukung mempengaruhi selektifitas dan sensitivitas pengukuran. Elektrolit pendukung yang ideal dapat memberikan bentuk puncak dan pemisahan yang bagus untuk beberapa ion. Pemilihan elektrolit pendukung merupakan faktor penting sebab setiap spesi mempunyai potensial setengah gelombang yang berbeda ($E_{1/2}$) yang berbeda (Saryati 2001).

Potensial deposisi

Potensial deposisi adalah potensial yang digunakan pada saat berlangsungnya deposisi analit pada permukaan katode. Pada voltametri adsorpsi pengupasan, mula-mula potensial awal yang disebut sebagai potensial deposisi, kemudian potensial dinaikkan ke arah positif lalu diberikan selang waktu tertentu (waktu deposisi), setelah itu potensial digeser kembali ke arah negatif, kemudian dilakukan tahap pengupasan dan dilakukan pembacaan arus dimulai dari potensial deposisi semula.

Waktu deposisi

Waktu deposisi adalah waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan amalgam. Semakin lama waktu deposisi yang diterapkan ke dalam sistem reaksi maka akan semakin banyak logam yang terdeposisikan pada permukaan elektrode raksa. Batas deteksi yang sangat kecil pada voltametri pengupasan dimungkinkan karena adanya pengkonsentrasian analit dipermukaan elektrode selama tahap deposisi (Saryati 2001).

Scan rate

Metode analisis secara voltametri, sensitivitas dipengaruhi oleh *scan rate* yang digunakan. Umumnya sensitivitas akan meningkat jika digunakan *scan rate* yang kecil, hanya waktu analisis menjadi lebih lama. Ada beberapa analit yang dapat dianalisis dengan baik walaupun digunakan *scan rate* tinggi sehingga waktu analisis lebih cepat.

Tinggi Pulsa

Sensitivitas metode voltametri akan meningkat dengan diberikannya potensial yang berbentuk pulsa-pulsa, sehingga limit deteksinya akan semakin kecil.

Kurva Standar

Adanya variasi parameter kondisi operasi, memerlukan adanya pengujian terhadap kisaran dan kemiringan kurva standar. Diharapkan diperoleh kurva standar dengan kisaran yang lebar dan kemiringan (gradien) yang tinggi sehingga sensitivitasnya meningkat.

Metode voltametri adsorpsi pengupasan sangat baik digunakan untuk menganalisis suatu unsur atau spesi kelumit karena memiliki beberapa keunggulan antara lain; sensitivitas tinggi dan limit deteksi kecil, peralatan yang diperlukan relatif mudah, cara kerja yang dilakukan relatif mudah, kisaran pengukuran lebar, dan dapat dilakukan spesiasi

Diharapkan metode ini dapat menjadi metode tercepat, terkecil, termurah, termudah, dan terbaik untuk penggunaan dan pengembangannya dimasa yang akan datang (Wang et. al.1999).

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah semua pelarut dan pereaksi dalam derajat pro analisis, yaitu HNO_3 , HCl , KCl , HNO_3 pekat, pirogalol, standar germanium (GeO_2), air bebas ion dan sampel jamur *G. lucidum*.

Alat-alat yang digunakan adalah polarografi (model 384B EG & G PAR dan model 303A EG & G PAR) dengan tiga elektrode (elektrode tetes merkuri gantung (*HMDE = Hanging Mercury Drop Electrode*) sebagai elektrode kerja, elektrode $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{KCl}$ sebagai elektrode rujukan dan platina sebagai elektrode pembantu), ploter digital, neraca analitik, pH meter, pengaduk magnetik, mikropipet, dan peralatan gelas lainnya.

Prosedur Umum Voltametri Pengupasan

Alat-alat gelas seperti sel voltametri dan labu takar direndam satu malam dalam asam nitrat 6 M sebelum digunakan, untuk mencegah kontaminasi terhadap sampel. Setelah itu dibilas dengan air demineralisata dan dikeringkan. Digunakan 10 ml elektrolit pendukung yang terdiri dari HCl , KCl , dan pengkompleks (pirogalol). Sel voltametri yang berisi larutan yang akan diukur dipasang pada alat elektrode tetes raksa statis, sehingga semua elektrode dan selang tempat pengeluaran gas nitrogen tercelup ke dalam larutan. Setelah

penambahan masing-masing sampel, gas nitrogen dialirkan melewati larutan selama 4 menit. Laju aliran gas nitrogen diatur sampai diperoleh laju yang diinginkan. Kemudian diatur pula parameter-parameter percobaan lainnya seperti waktu deposisi, dan potensial deposisi. Parameter-parameter tersebut dapat diubah-ubah dengan menekan tombol panel pada alat polalografi. Lalu alat dijalankan dengan menekan tombol *run* sehingga secara otomatis akan mengeluarkan gas nitrogen disertai pengadukan disusul dengan tahap-tahap lainnya. Potensial prakonsentrasi (biasanya 0,0 V vs. $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{KCl}$ jenuh) ditambahkan ke dalam tetes merkuri segar dan larutan terus diaduk. Pengadukkan dihentikan kemudian voltamogram direkam dengan melakukan *scan* negatif mulai dari 0,00 – 0,60 V menggunakan metode pengupasan pulsa diferensial. Setelah voltamogram latar belakang terukur, adsorpsi pengupasan diulang kembali dengan menggunakan tetes merkuri yang baru dan ditambahkan sampel yang mengandung Ge. Setelah pengukuran selesai, voltamogram yang diperoleh digambarkan pada kertas dengan menekan tombol *play back* (Hidayatullah 1999).

Metode Penelitian

Penentuan kadar germanium dalam sampel ganoderma dengan metode voltametri, tahap pertama yang dilakukan adalah mencari kondisi optimum percobaan yang akan digunakan untuk menganalisis germanium tersebut. Parameter-parameter yang divariasikan adalah konsentrasi pengkompleks, elektrolit pendukung, potensial deposisi, waktu deposisi, *scan rate*, tinggi pulsa, kurva standar dan pengaruh ion-ion pengganggu. Adapun prosedur kerja yang dilakukan adalah sebagai berikut (Sun, Qian & LiLing 1995; Shi & Kui 1995):

Pengambilan Sampel

Sampel ganoderma yang dipakai berupa sampel kering dan diperoleh dari Pusat Studi Biofarmaka. Pengambilan sampel dilakukan pada bulan Juni 2003.

Penyiapan Bahan Baku dan Pereaksi

Disiapkan larutan elektrolit pendukung yang terdiri dari HCl 5 M, KCl 1 M, dan pengkompleks (pirogalol) dan dipersiapkan larutan standar germanium dengan beragam nilai konsentrasi yaitu 1, 10, dan 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$.

Penentuan Konsentrasi Optimum Pengkompleks

Larutan standar Ge(IV) 50 ng/ml di dalam elektrolit pendukung diukur dengan cara memvariasikan konsentrasi pengkompleks pirogalol, menambahkan pirogalol 0,01 M dengan selang 10 μ L kemudian di *run* sehingga akan terlihat perbandingan tinggi puncaknya.

Penentuan Elektrolit Pendukung Optimum

Isi sel terdiri atas larutan elektrolit pendukung yaitu terdiri dari HCl; KCl; dan pengkompleks (pirogalol) diukur secara voltametri adsorpsi pengupasan dengan variasi volume HCl-KCl dengan perbandingan (0:1), (1:4), (2:1), (1:1), (2:1), (2:4), (1:0) dan diukur pH masing-masing larutan tersebut. Kemudian ditambahkan Ge(IV) 50 ng/ml lalu alat polarografi di *run* untuk melihat perbandingan tinggi puncaknya.

Penentuan Potensial Deposisi Optimum

Isi sel terdiri atas larutan elektrolit pendukung yaitu terdiri dari HCl; KCl; dan pengkompleks (pirogalol) diukur secara voltametri adsorpsi pengupasan dengan variasi potensial deposisi dengan selang 0,5 Volt. Kemudian ditambahkan Ge(IV) 50 ng/ml lalu alat polarografi di *run* untuk melihat perbandingan tinggi puncaknya.

Penentuan Waktu Deposisi Optimum

Isi sel terdiri atas larutan elektrolit pendukung yaitu terdiri dari HCl; KCl; dan pirogalol dengan konsentrasi optimum yang telah diperoleh, kemudian di *run* memvariasikan waktu deposisi yaitu: 0, 60, 120, 180, 240, 300 dan 360 detik, kemudian dapat dilihat perbandingan tinggi puncaknya.

Penentuan Scan Rate Optimum

Isi sel terdiri atas larutan elektrolit pendukung yaitu terdiri dari HCl; KCl; dan pirogalol dengan konsentrasi optimum yang telah diperoleh, kemudian di *run* memvariasikan *scan rate* yaitu: 0, 1, 2, 3, 4, 6, dan 8 mV/detik, kemudian dapat dilihat perbandingan tinggi puncaknya.

Penentuan Tinggi Pulsa Optimum

Isi sel terdiri atas larutan elektrolit pendukung yaitu terdiri dari HCl; KCl; dan pirogalol dengan konsentrasi optimum yang telah diperoleh, kemudian di *run* memvariasikan tinggi pulsa yaitu: 0,00; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,10 Volt, kemudian dapat dilihat perbandingan tinggi puncaknya.

Pembuatan Kurva Standar

Pengukuran dilakukan dengan mengamati respon arus puncak dari beberapa konsentrasi larutan standar mulai dari 1 ng/ml – 12ng/ml Ge(IV) dalam sel polarografi. Kurva dibuat dengan memplotkan tinggi arus puncak logam standar dengan konsentrasinya.

Variasi Waktu Deposisi Terhadap Kurva Standar

Dilakukan pengukuran kurva standar pada beberapa nilai waktu deposisi dan diamati kemiringan serta dihitung limit deteksinya.

Penentuan Limit Deteksi

Limit deteksi dihitung dari kurva standar yang diperoleh dengan menggunakan metode *propagation of errors* (Nur & Adijuwana 1989).

Penentuan Pengaruh Ion-Ion pengganggu

Pengukuran dilakukan dengan mengamati respon potensial dan tinggi puncak standar Ge(IV) terhadap penambahan io-ion logam ke dalam sel voltametri.

Penentuan Persen Perolehan Kembali

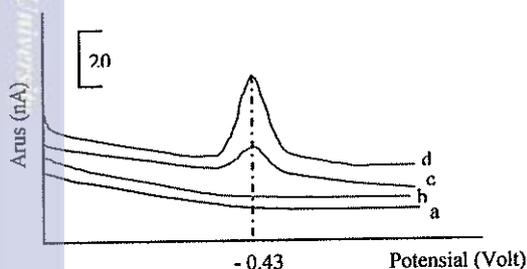
Larutan simulasi yang terdiri atas larutan standar Ge(IV) dengan konsentrasi tertentu dan penambahan ion-ion pengganggu tertentu kemudian diukur secara voltametri dengan menggunakan kondisi pengukuran optimum hasil percobaan sebelumnya.

Analisis Germanium dalam Sampel Ganoderma

Sejumlah 0,5 g serbuk ganoderma ditimbang dan dimasukkan kedalam gelas beker, lalu ditambah 2 ml HNO₃ pekat kemudian dipanaskan diatas pelat pemanas dalam lemari asam sampai larut sempurna. Apabila tidak larut sempurna ditambahkan lagi 1 ml HNO₃ pekat dan 0,4 ml H₂O₂ 30 % lalu dipanaskan sampai diperoleh residu putih. Residu dilarutkan dalam air bebas ion hingga 10 ml. Lalu diukur secara voltametri dengan menggunakan kondisi pengukuran optimum hasil percobaan sebelumnya. Pengukuran kadar Ge sampel dilakukan dengan metode penambahan standar. Standar ditambahkan dengan selang konsentrasi tertentu agar terlihat perubahan tinggi puncak yang signifikan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

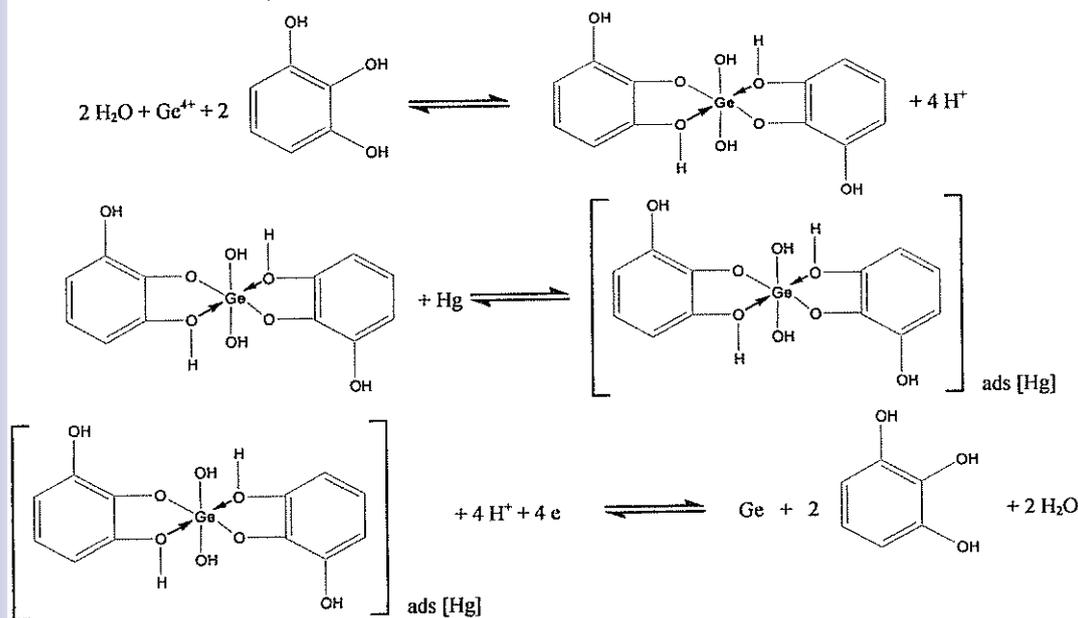
Logam Ge dalam bentuk ion Ge(IV) bersifat elektroaktif namun potensial reduksinya sangat negatif (-1,4 V vs Ag/AgCl) dan nilai ini lebih negatif dari potensial reduksi air (-1,2 V vs Ag/AgCl) sehingga mempersulit pengukuran dan hasilnya kurang baik. Ligan pirogalol yang ditambahkan membentuk kompleks Ge-pirogalol yang bersifat elektroaktif dan memiliki potensial reduksi yang tidak terlalu negatif (-0,43 V vs Ag/AgCl), hal ini sesuai dengan percobaan pendahuluan yang diperlihatkan pada Gambar 5. Potensial reduksi Ge-pirogalol lebih positif dari H₂O.



Gambar 5. Bentuk voltamogram adsorpsi pengupasan logam Ge(IV) (a) elektrolit pendukung $V_{HCl} 5 M : V_{KCl} 1 M = 1 : 2$; (b) ditambahkan Ge (IV) 20 ng/ml; (c) ditambahkan pirogalol $5 \cdot 10^{-5} M$; (d) ditambahkan Ge(IV) 100 ng/ml

Gambar 5a merupakan voltamogram elektrolit pendukung dan tidak menghasilkan puncak. Ketika elektrolit pendukung ditambahkan ion logam Ge(IV) terlihat kurva voltamogram yang datar dan tidak menunjukkan arus puncak (Gambar 5b) tetapi setelah ditambahkan pengkompleks pirogalol akan terlihat adanya puncak pada potensial - 0,43 V (vs Ag/AgCl) (Gambar 5c). Ketika sel voltametri ditambahkan lagi sejumlah ion logam Ge(IV) maka tinggi puncak akan bertambah tinggi (Gambar 5d), sehingga dapat dipastikan bahwa puncak tersebut adalah puncak reduksi ion logam Ge(IV). Dalam metode analisis voltametri yang diukur adalah tinggi puncak dari setiap pengukuran yang akan berbanding lurus dengan konsentrasi ion logam Ge(IV). Namun dalam pengoperasian alat polarografi perlu dilakukan optimasi kondisi operasi terlebih dahulu agar diperoleh hasil analisis yang baik.

Reaksi di bawah ini memperlihatkan mekanisme reaksi pada elektrode yang melibatkan 4 elektron dan pengkompleks pirogalol mampu mengikat Ge membentuk kompleks Ge-pirogalol yang stabil pada bilangan oksidasi + 4.

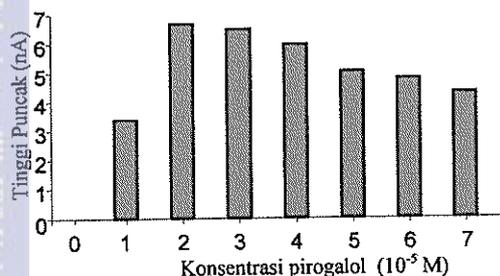


Gambar 6. Reaksi hipotetik yang terjadi pada permukaan elektrode (Shi & Kui 1995)

Optimasi Kondisi Operasi

Optimasi konsentrasi pirogalol

Logam germanium akan membentuk puncak setelah ditambahkan sejumlah tertentu pengkompleks pirogalol sehingga perlu ditentukan konsentrasi optimum pirogalol tersebut.



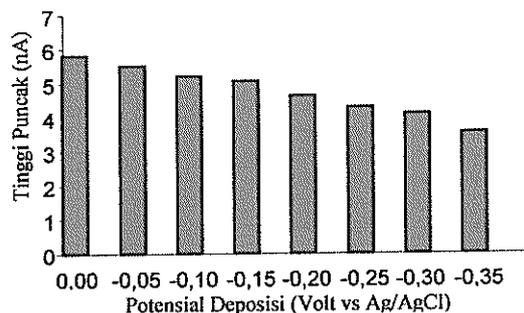
Gambar 7. Kurva hubungan konsentrasi pirogalol (10^{-5} M) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

Dari Gambar 7 di atas dapat dilihat bahwa tanpa penambahan pirogalol tidak akan terbentuk puncak reduksi Ge(IV), semakin tinggi konsentrasi pirogalol yang digunakan maka tinggi arus akan meningkat sampai konsentrasi optimum 2.10^{-5} M, setelah itu tinggi arus akan menurun. Hal ini terjadi karena penggunaan pirogalol yang berlebih akan mengakibatkan jenuhnya permukaan elektrode (Lampiran 1).

Optimasi potensial deposisi

Potensial deposisi terkecil yang diuji di mulai dari 0,00 Volt (vs Ag/AgCl), karena jika digunakan potensial yang lebih positif akan memungkinkan larutnya elektrode Hg ke dalam sel. Sedangkan potensial deposisi yang diuji terbesar adalah -0,35 Volt (vs Ag/AgCl), karena mulai terjadi kenaikan arus reduksi pada potensial lebih negatif dari -0,35 Volt (vs Ag/AgCl).

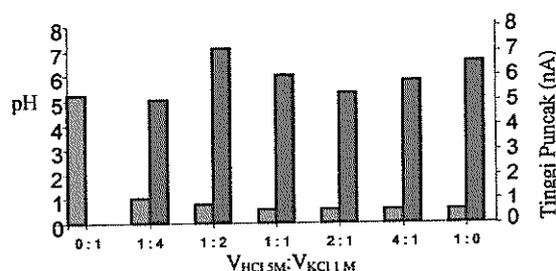
Dari Gambar 8 di bawah dapat dilihat bahwa potensial deposisi optimum diperoleh sebesar 0,00 Volt (Lampiran 1).



Gambar 8. Kurva hubungan potensial deposisi (Volt) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

Optimasi elektrolit pendukung

Larutan campuran HCl 5 M dengan KCl 1 M dipilih sebagai elektrolit pendukung karena kemampuannya yang baik untuk analisis Ge (IV) yang telah dikompleks oleh pirogalol (Sun, Qian & Liling 1995).



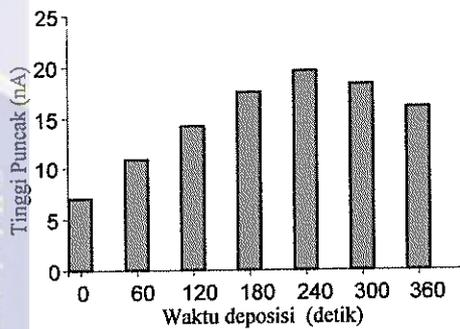
Gambar 9. Kurva hubungan elektrolit pendukung $V_{HCl\ 5M} : V_{KCl\ 1M}$ terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

■ pH; ■ Tinggi Puncak (nA)

Arus puncak reduksi Ge(IV) akan diperoleh pada kondisi asam, karena reaksi yang terjadi di katode Hg membutuhkan ion H^+ (reaksi hipotetik pada Gambar 4). Dari Gambar 8 di atas dapat dilihat bahwa komposisi elektrolit optimum diperoleh pada perbandingan $V_{HCl\ 5M} : V_{KCl\ 1M}$ (1:2) (Lampiran 2).

Optimasi waktu deposisi

Waktu deposisi terus dinaikkan sampai diperoleh kondisi tinggi puncak yang tetap atau mulai menurun.

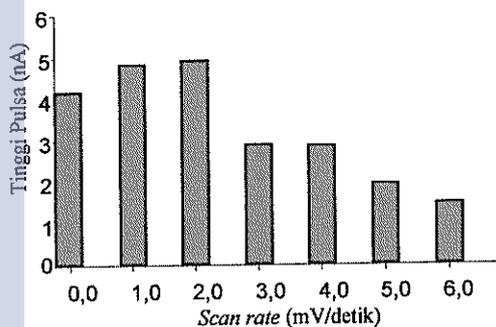


Gambar 10. Kurva hubungan waktu deposisi (detik) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

Dari data di atas dapat dilihat bahwa semakin banyak waktu deposisi yang digunakan maka tinggi arus akan meningkat, tetapi efek negatifnya adalah adanya kejenuhan pada elektrode raksa sehingga jika digunakan waktu deposisi yang terlalu lama maka tinggi puncak akan menurun. Waktu deposisi optimum diperoleh sebesar 240 detik (Lampiran 2).

Optimasi scan rate

Metode analisis secara voltametri, sensitivitas dipengaruhi oleh *scan rate* yang digunakan. Umumnya sensitivitas akan meningkat jika digunakan *scan rate* yang kecil, tetapi waktu analisis menjadi lebih lama.

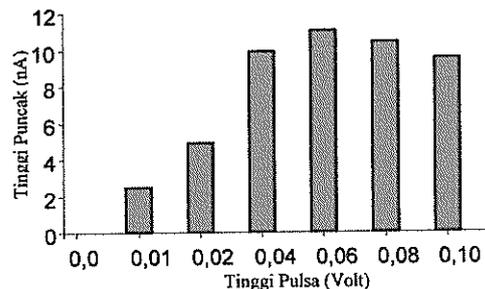


Gambar 11. Kurva hubungan *scan rate* (mV/detik) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

Ada beberapa analit yang dapat dianalisis dengan baik walaupun digunakan *scan rate* tinggi sehingga waktu analisis lebih cepat. Dari Gambar 11 dapat dilihat bahwa *scan rate* optimum untuk analisis Ge(IV) adalah 2,0 mV/detik (Lampiran 3).

Optimasi tinggi pulsa

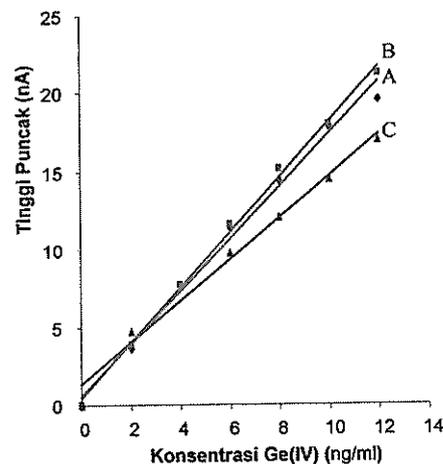
Parameter lain yang mempengaruhi sensitivitas analisis voltametri adalah tinggi pulsa yang digunakan. Semakin tinggi tinggi pulsa maka sensitivitasnya akan meningkat. Data pada Tabel 7 menunjukkan bahwa tinggi pulsa optimum untuk analisis Ge(IV) adalah 0,06 Volt (Lampiran 3).



Gambar 12. Kurva hubungan tinggi pulsa (Volt) terhadap tinggi puncak (nA) pada konsentrasi Ge(IV) 50 ng/ml.

Variasi waktu deposisi terhadap kurva standar.

Pengaruh variasi waktu deposisi tinggi puncak terhadap kurva standar dapat dilihat dari perbedaan kurva standar yang dihasilkan dengan kisaran 0 – 12 ng/ml ketika digunakan waktu deposisi 60 detik, 90 detik, dan 180 detik dibawah ini.



Gambar 13. Kurva standar Ge(IV) 0-12 ng/ml dengan variasi waktu deposisi. (A) waktu deposisi 60 detik; (B) waktu deposisi 90 detik; (C) waktu deposisi 180 detik.

Dari Gambar 13 dapat dilihat bahwa perbedaan waktu deposisi yang digunakan akan menghasilkan kemiringan kurva standar yang berbeda. Penggunaan waktu deposisi 60 detik kurang optimal karena waktu tersebut masih terlalu singkat untuk proses deposisi, artinya masih ada

spesi elektroaktif yang belum membentuk amalgam dengan elektrode Hg. Sedangkan penggunaan waktu deposisi 180 detik kurang baik karena waktu tersebut terlalu lama sehingga sudah terjadi kejenuhan pada permukaan elektrode Hg, artinya ada spesi elektroaktif yang sulit larut kembali pada proses pengupasan. Kurva standar dengan waktu deposisi 60 detik menghasilkan persamaan regresi linier $Y = 1,6309X + 1,0274$ dan persen regresi 99,00 %, dan kurva standar dengan waktu deposisi 180 detik menghasilkan persamaan regresi linier $Y = 1,2067X + 2,4646$ dan persen regresi 99,93 %, sedangkan kurva standar dengan waktu deposisi 90 detik menghasilkan kemiringan terbesar, dengan persamaan regresi linier $Y = 1,7267X + 0,8292$ dan persen regresi 99,67 % dibandingkan waktu deposisi 60 dan 180 detik (Lampiran 4).

Limit Deteksi

Metode pengupasan adsorpsi tidak menghasilkan puncak pada blanko (elektrolit pendukung + pengompleks pirogalol), maka limit deteksinya adalah perpotongan kurva standar pada sumbu Y, yaitu sebesar 0,8292 ng/ml. Nilai tersebut menandakan bahwa metode ini sangat baik untuk pengukuran Ge(IV) dalam kadar yang sangat kecil (skala ng/ml) (Nur, Anwar & Adijuwana 1989).

Tabel 2. Kondisi operasi optimum analisis Ge(IV)

Parameter alat	Kondisi optimum
konsentrasi pirogalol	20 μ l 0,01M
potensial deposisi	0,00 Volt (vs Ag/AgCl)
elektrolit pendukung	0,50 ml HCl 5 M + 1,00 ml KCl 1 M
waktu deposisi	90 detik
scan rate	2,0 mV/detik
tinggi pulsa	0,06 Volt
kisaran kurva standar	0-12 ng/ml
limit deteksi	0,8292 ng/ml

Pengaruh Ion-Ion Pengganggu

Pengkompleks pirogalol dapat membentuk kompleks dengan beberapa ion logam antara lain Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} (Masoud *et al.* 2002), sehingga perlu dilakukan pengujian pengaruh beberapa logam tersebut terhadap analisis Ge(IV). Logam-logam yang diujikan yaitu Zn(II), Mn(II), dan Cu(II) karena ketiga logam tersebut terdapat dalam jamur *G. lucidum* (Mizuno, 1997).

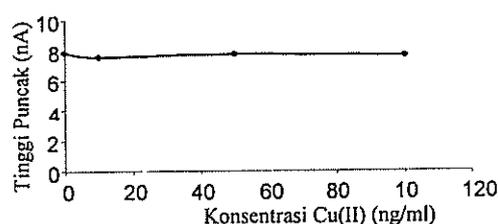
Tabel 3. Pengaruh ion-ion pengganggu

Ion Pengganggu	Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl))	Tinggi Puncak (nA)
Zn(II) 50 ppm	-	-
Mn(II) 50 ppm	-	-
Cu(II) 5 ppm	-0,166	242,5

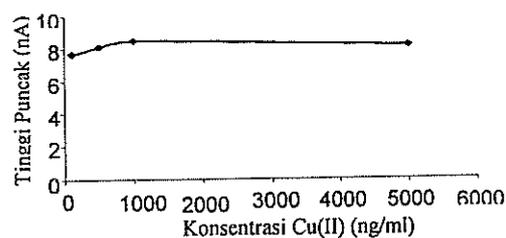
Dari data pada Tabel 3 diatas dapat dilihat bahwa ion-ion logam Zn(II) dan Mn(II) tidak membentuk puncak pada kisaran potensial kerja analisis Ge(IV) walaupun perbandingan konsentrasi kedua ion tersebut 10.000 kali lebih besar dibandingkan konsentrasi Ge(IV). Sehingga dapat dikatakan bahwa kedua ion logam tersebut tidak mempengaruhi analisis Ge(IV) yang dilakukan. Sedangkan untuk ion logam Cu(II) membentuk puncak pada potensial - 0,14 Volt (vs Ag/AgCl) dengan tinggi puncak 236,533 nA pada konsentrasi Cu(II) 50 ng/ml, walaupun potensial reduksi Cu(II) cukup jauh dari potensial reduksi Ge(IV), namun perlu diuji lebih lanjut pengaruhnya terhadap analisis Ge(IV) (Lampiran 5 dan 6).

Pengaruh perubahan konsentrasi Cu(II) terhadap tinggi puncak Ge(IV).

Pengaruh ion Cu(II) perlu diuji lebih lanjut karena ion logam tersebut bisa membentuk kompleks dengan pirogalol dan menghasilkan potensial puncak pada kisaran potensial kerja analisis Ge(IV).



Gambar 14. Kurva hubungan konsentrasi Cu(II) 0–100 ng/ml terhadap tinggi puncak Ge(IV) 5 ng/ml.



Gambar 15. Kurva hubungan konsentrasi Cu(II) 100–6000 ng/ml terhadap tinggi puncak Ge(IV) 5 ng/ml.

Dari Gambar 14 dan 15 diatas dapat dilihat bahwa penambahan konsentrasi Cu(II) ke ke dalam sel voltametri sampai perbandingan 1000 kali konsentrasi Ge(IV) tidak berpengaruh terhadap tinggi puncak Ge(IV), sehingga walaupun dalam sampel ganoderma mengandung ion Cu(II), tetapi hal tersebut tidak mempengaruhi analisis Ge(IV) (Lampiran 6).

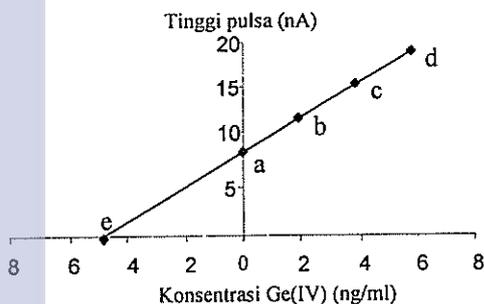
Penentuan Persen Perolehan Kembali Metode Penambahan Standar

Kadar Ge(IV) dalam sampel ditentukan dengan metode penambahan standar, karena dapat dilihat langsung ada atau tidaknya pengaruh pengganggu yang terdapat di dalam matriks jamur ganoderma itu sendiri.

Tabel 4. Hasil perolehan kembali

Isi sel	Konsentrasi Ge(IV) yang diperoleh (ng/ml)	Recovery (%)
Ge(IV) 4 ng/ml	3,9717 ± 0,0608	99,29
Ge(IV) 4 ng/ml + Cu(II) 500 ng/ml	4,0261 ± 0,0149	100,65

Dari data pada Tabel 4 di atas dapat dilihat bahwa metode penambahan standar menghasilkan hasil pengukuran yang baik dan mendekati nilai sebenarnya (Lampiran 6).



Gambar 16. Kurva hubungan konsentrasi Ge(IV) (ng/ml) terhadap tinggi pulsa (nA) pada metode penambahan standar.

Keterangan:

- Tinggi pulsa sampel
- Tinggi pulsa sampel ditambah Ge(IV) 2 ng/ml
- Tinggi pulsa sampel ditambah Ge(IV) 4 ng/ml
- Tinggi pulsa sampel ditambah Ge(IV) 6 ng/ml
- Konsentrasi Ge(IV) dalam sampel (ng/ml)

Penentuan Kadar Germanium dalam Sampel Ganoderma

Dengan menggunakan metode penambahan standar dilakukan pengukuran kadar Ge(IV) dalam jamur ganoderma sebanyak tiga kali pengulangan.

Tabel 5. Kadar Ge(IV) dalam ganoderma

Ulangan	Kadar Ge(IV) (%)	Regresi (%)
1	20,50.10 ⁻⁴	99,88
2	21,29.10 ⁻⁴	99,16
3	20,01.10 ⁻⁴	99,89
Rata-rata	(20,60 ± 0,65) .10 ⁻⁴	99,64 ± 0,42

Dari data pada Tabel 5 di atas dapat dilihat bahwa kadar Ge(IV) dalam jamur ganoderma adalah sebesar (20,60 ± 0,65) .10⁻⁴ % (Lampiran 8).

SIMPULAN

Metode voltametri adsorpsi pengupasan dapat digunakan untuk analisis logam Ge(IV) dengan pengkompleks pirogalol dan menghasilkan potensial puncak pada -0,43 Volt (vs Ag/AgCl). Kondisi operasi optimum dari polarografi yang digunakan adalah sebagai berikut: konsentrasi pirogalol 2.10⁻⁵ M , elektrolit pendukung V_{HCl 5 M} : V_{KCl 1 M} (1:2), potensial deposisi 0,00 Volt (vs Ag/AgCl), scan rate 2,0 mV/detik, waktu deposisi 240 detik, dan tinggi pulsa 0,06 Volt. Metode ini tidak dipengaruhi ion-ion pengganggu Zn(II), Mn(II) dan Cu(II) serta memiliki linearitas yang baik pada kisaran 0-12 ng/ml dengan limit deteksi 0,8292 ng/ml. Kadar Ge(IV) pada sampel jamur ganoderma sebesar (20,60 ± 0,65) .10⁻⁴ %.

SARAN

Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk pengujian validasi metode voltametri adsorpsi pengupasan ini sehingga hasilnya akan lebih valid. Serta perlu juga dilakukan penelitian penentuan kadar Ge(IV) dengan menggunakan pengkompleks lain seperti alizarin dan katekol karena keduanya memiliki kemiripan gugus fungsi dengan pirogalol.

DAFTAR PUSTAKA

- Alexopoulos CJ, CW Mims, M Blackwell. 1996. *Introductory Mycology*. Ed. ke-4 USA: John Wiley & Sons.
- Barbera R. 1994. A DPCSV Method for The Determination of Nickel in Infant Formulas. *Food Chem* 49:427-430.
- Bond AM. 1999. 200 Years of Practical Electroanalytical Chemistry: Past, Present and Future Directions Illustrated by Reference to The On-line, On-stream and Off-line Determination of Trace Metals in Zinc Plant Electrolyte by Voltametric and Potentiometric Techniques. *Anal Chim Acta* 400:333-379.
- Chang ST, John AB. 1999. Ganoderma lucidum: A Mushrooming Medicinal Mushroom. *Int J Med Mush* 1:139-146.
- Darusman LK. 1999. Pengembangan Ganoderma sp sebagai Biofarmaka (SPK No: 677/DIR/III/1999). Bogor: Kerjasama Pusat Studi Biofarmaka Lembaga Penelitian IPB dan PT Indofarma.
- Hidayatulah RPA. 1999. Pengujian Kandungan Beberapa Logam Berat di dalam Air Sungai Ciliwung dengan Metode Voltametri Pengupasan Anodik Gelombang Persegi. [Skripsi] Bogor: Jurusan Kimia, FMIPA IPB.
- Inam, Recai, Somer G. 1999. A Direct Method for The Determination of Selenium and Lead in Cow's Milk by Differential Pulse Stripping Voltametry. *Food Chem* 69:345-350.
- Inam, Recai, Somer G. 1999. Determination of Selenium in Garlic by Cathodic Stripping Voltammetry. *Food Chem* 66: 381-385.
- Kim, HW, Byong KK. 1999. Biomedical Triterpenoid of *Ganoderma lucidum*. *Int J Med Mush* 1:121-138.
- Mizuno T. 1997. Studies on Bioactive Substances and Medicinal Effect of Reishi (*Ganoderma lucidum*). <http://www.canicated.com/reishi.htm>. [24 Juli 2003].
- Mizuno T. 1997. Chapter VII Bioactive Substances and Medicinal Effects of The Reishi and Polyporaceae Fungi. <http://www.toireishi.com/substances/reishi.htm> [24 Juli 2003].
- Nur, M Anwar, H Adjuwana. 1989. Teknik Spektroskopi Dalam Analisis Biologis. Bogor: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi, PAU-IPB.
- Sancho D. 2000. Determination of Nickel and Cobalt in Refined Beet Sugar by Adsorptive Cathodic Stripping Voltametry Without Sample Pretreatment. *Food Chem* 71:139-145.
- Saryati. 2002. Metode Square Wave Stripping Voltametry untuk Pengujian Logam-Logam Berat dalam Sayuran. *Jurnal MIPA Edisi Khusus* 17-25.
- Shi J, Kui J. 1995. Adsorptive Complex Catalytic Polarography Determination of Germanium in Soils and Vegetables. *Anal Chim Acta* 309:103-109.
- Skoog DA, DM West, FJ Holler. 1996. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Ed. Ke-7. USA: Saunders College.
- Skoog DA, FJ Holler, TA Nieman. 1998. *Principles of Instrumental Analysis*. Ed. Ke-7. USA: Harcourt Brace.
- Sumarna V. 2002. Pertumbuhan *Ganoderma sp* pada Serbuk Gergaji *Paraserianthes falcataria* dan *Shorea sp*. serta Penetapan Kandungan Germanium Organik dan Asam *Ganoderat* Kasarnya. [Skripsi] Bogor: Jurusan Biologi, FMIPA, IPB.
- Sun C, Qian G, LiLing L. 1995. Adsorptive Stripping Measurements of Germanium(IV) in The Presence of Pirogalol. *Talanta* 42: 881-884.
- Susanto A. 1998. Sifat-Sifat Biokimiawi dan Fabrikasi *Ganoderma*, Jamur Patogen Pohonan. *Jurnal Perlindungan Tanaman Indonesia* 4:83-91.
- Wang J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. USA: VCH.

Wang J, Lu J. 1995. Adsorptive Stripping Voltametry of Trace Manganese in The Presence of 2-(5'-Bromo-2'-pyridylazo)-5-diethylaminophenol (5-Br-PADAP). *Talanta* 42:331-335.

Wang J. 1999. Stripping Analysis Into The 21st Century: Faster, Smaller, Cheaper, Simpler & Better. *Anal Chim Acta* 385:429-435.

Hubungan antara IPI dan IPI

IPB University



Hal Cipta (Hak Cipta) Unsur-unsur:

1. Diciptakan sebagai suatu jalinan karya seni berwujud dan terwujud
2. Berwujud sebagai suatu kesatuan seni, estetika, intelektual, perasaan karya ilmiah, keserasian huruf atau tulisan atau gambar
3. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
4. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
5. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
6. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
7. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
8. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
9. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University
10. Berwujud sebagai suatu kesatuan yang wajar IPB University

LAMPIRAN

Lampiran 1. Optimasi konsentrasi pirogalol dan optimasi potensial deposisi.

OPTIMASI KONSENTRASI PIROGALOL

No	Konsentrasi pirogalol (M)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	1.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	2,974	3,615	3,570	(3,386 ± 0,358)	(6,650 ± 0,226)	(6,473 ± 0,599)
3	2.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	6,620	6,890	6,440	(6,650 ± 0,226)	(6,473 ± 0,599)	(5,953 ± 0,535)
4	3.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	6,670	6,950	5,800	(6,473 ± 0,599)	(5,953 ± 0,535)	(5,050 ± 0,665)
5	4.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	6,140	6,370	5,350	(5,953 ± 0,535)	(5,050 ± 0,665)	(4,765 ± 1,068)
6	5.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	5,040	5,720	4,390	(5,050 ± 0,665)	(4,765 ± 1,068)	(4,295 ± 0,715)
7	6.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	5,610	5,120	3,564	(4,765 ± 1,068)	(4,295 ± 0,715)	(3,825 ± 1,000)
8	7.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	4,790	4,620	3,476	(4,295 ± 0,715)	(3,825 ± 1,000)	
9	8.10 ⁻⁵	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	3,995	4,730	2,750	(3,825 ± 1,000)		

Konsentrasi Optimum Pirogalol 2.10⁻⁵ M

OPTIMASI POTENSIAL DEPOSISI

No	Potensial Deposisi (Volt)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0,00	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	5,260	5,980	6,250	(5,830 ± 0,512)	(5,527 ± 0,587)	(5,227 ± 0,532)
2	-0,05	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	5,120	5,260	6,200	(5,527 ± 0,587)	(5,227 ± 0,532)	(5,073 ± 0,227)
3	-0,10	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	4,750	5,130	5,800	(5,073 ± 0,227)	(4,623 ± 0,309)	(4,304 ± 0,424)
4	-0,15	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	4,830	5,110	5,280	(4,623 ± 0,309)	(4,304 ± 0,424)	(4,098 ± 0,155)
5	-0,20	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	4,290	4,680	4,900	(4,304 ± 0,424)	(4,098 ± 0,155)	(3,541 ± 0,196)
6	-0,25	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	3,873	4,320	4,720	(4,098 ± 0,155)	(3,541 ± 0,196)	
7	-0,30	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	4,055	3,968	4,270	(3,541 ± 0,196)		
8	-0,35	-0,44	-0,44	-0,44	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	-(0,44 ± 0,00)	3,358	3,518	3,748			

Potensial Deposisi Optimum = 0,00 Volt



Lampiran 2. Optimasi elektrolit pendukung dan optimasi waktu deposisi.

OPTIMASI ELEKTROLIT PENDUKUNG

No	V _{HCl5M} : V _{KCl1M} (ml : ml)	pH			Rataan pH			Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0:1	5,21	5,21	5,21	(5,21 ± 0,00)	-	-	-	-	-	-	-	4,810	5,030	5,330	-	-	-	(5,057 ± 0,261)
2	1:4	1,03	1,03	1,03	(1,03 ± 0,00)	-0,50	-0,50	-0,50	-0,50 ± 0,00	-0,50 ± 0,00	-0,50 ± 0,00	-0,50 ± 0,00	6,650	7,370	7,310	6,650	7,370	7,310	(7,110 ± 0,399)
3	1:2	0,78	0,78	0,78	(0,78 ± 0,00)	-0,49	-0,49	-0,49	-0,49 ± 0,00	-0,49 ± 0,00	-0,49 ± 0,00	-0,49 ± 0,00	5,700	6,170	6,210	5,700	6,170	6,210	(6,027 ± 0,284)
4	1:1	0,55	0,55	0,54	(0,55 ± 0,00)	-0,48	-0,48	-0,47	-0,48 ± 0,00	-0,48 ± 0,00	-0,47 ± 0,00	-0,48 ± 0,00	5,630	5,240	5,050	5,630	5,240	5,050	(5,307 ± 0,296)
5	2:1	0,55	0,55	0,54	(0,55 ± 0,00)	-0,35	-0,34	-0,34	-0,35 ± 0,00	-0,34 ± 0,00	-0,34 ± 0,00	-0,34 ± 0,00	5,730	5,870	5,800	5,730	5,870	5,800	(5,800 ± 0,070)
6	4:1	0,56	0,56	0,56	(0,56 ± 0,00)	-0,33	-0,33	-0,33	-0,33 ± 0,00	-0,33 ± 0,00	-0,33 ± 0,00	-0,33 ± 0,00	6,280	6,710	6,710	6,280	6,710	6,710	(6,567 ± 0,248)
7	1:0	0,53	0,53	0,54	(0,53 ± 0,00)	-0,34	-0,34	-0,34	-0,34 ± 0,00	-0,34 ± 0,00	-0,34 ± 0,00	-0,34 ± 0,00							

Elektrolit Pendukung Optimum = V_{HCl5M} : V_{KCl1M} (1:2)

OPTIMASI WAKTU DEPOSISI

No	Waktu Deposisi (detik)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0	-0,48	-0,46	-0,46	- (0,47 ± 0,01)	6,890	7,030	7,000	6,890	7,030	7,000	(6,973 ± 0,074)	
2	60	-0,47	-0,47	-0,47	- (0,47 ± 0,00)	11,070	10,780	10,690	11,070	10,780	10,690	(10,847 ± 0,199)	
3	120	-0,47	-0,47	-0,47	- (0,47 ± 0,00)	14,030	14,260	14,340	14,030	14,260	14,340	(14,210 ± 0,161)	
4	180	-0,47	-0,47	-0,47	- (0,47 ± 0,00)	17,440	17,500	17,540	17,440	17,500	17,540	(17,493 ± 0,050)	
5	240	-0,47	-0,47	-0,47	- (0,47 ± 0,00)	19,610	19,280	19,730	19,610	19,280	19,730	(19,540 ± 0,233)	
6	300	-0,47	-0,47	-0,47	- (0,47 ± 0,00)	17,910	18,440	18,420	17,910	18,440	18,420	(18,257 ± 0,300)	
7	360	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	16,340	16,130	15,640	16,340	16,130	15,640	(16,037 ± 0,359)	

Waktu Deposisi Optimum = 240 detik

Lampiran 3. Optimasi scan rate dan optimasi tinggi pulsa.

OPTIMASI SCAN RATE

No	Scan Rate (mV/s)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0,0	-0,29	-0,29	-0,29	- (0,29 ± 0,00)	4,250	4,460	3,724	(4,145 ± 0,379)				
2	1,0	-0,31	-0,31	-0,31	- (0,31 ± 0,00)	4,910	4,850	4,750	(4,837 ± 0,081)				
3	2,0	-0,32	-0,32	-0,32	- (0,32 ± 0,00)	4,740	4,970	5,060	(4,923 ± 0,165)				
4	3,0	-0,31	-0,31	-0,31	- (0,31 ± 0,00)	2,809	2,916	2,905	(2,877 ± 0,059)				
5	4,0	-0,32	-0,32	-0,31	- (0,32 ± 0,00)	2,915	2,846	2,794	(2,852 ± 0,061)				
6	6,0	-0,31	-0,31	-0,31	- (0,31 ± 0,00)	1,943	1,929	1,952	(1,941 ± 0,012)				
7	8,0	-0,31	-0,30	-0,30	- (0,30 ± 0,00)	1,478	1,433	1,441	(1,451 ± 0,024)				

Scan Rate Optimum = 2,0 mV/s

OPTIMASI TINGGI PULSA

No	Tinggi Pulsa (Volt)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0,00	-	-	-	-	2,447	2,492	2,488	(2,476 ± 0,025)				
2	0,01	-0,33	-0,33	-0,33	- (0,33 ± 0,00)	4,550	4,940	5,110	(4,867 ± 0,287)				
3	0,02	-0,33	-0,33	-0,31	- (0,31 ± 0,00)	10,010	9,930	9,810	(9,917 ± 0,101)				
4	0,04	-0,31	-0,31	-0,29	- (0,29 ± 0,00)	11,160	11,080	10,920	(11,053 ± 0,122)				
5	0,06	-0,29	-0,29	-0,27	- (0,27 ± 0,00)	10,490	10,350	10,460	(10,433 ± 0,074)				
6	0,08	-0,27	-0,27	-0,25	- (0,25 ± 0,00)	9,690	9,410	9,460	(9,520 ± 0,149)				
7	0,10	-0,25	-0,25	-0,25	- (0,25 ± 0,00)	-	-	-	-				

Tinggi Pulsa Optimum = 0,06 Volt

KURVA STANDAR

a. Waktu Deposisi = 60 detik

No	Konsentrasi Ge(IV) (ng/ml)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	2	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	3,560	3,460	3,770	(3,597 ± 0,158)		
3	4	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	7,530	7,780	7,760	(7,690 ± 0,139)		
4	6	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	11,510	11,440	11,280	(11,410 ± 0,118)		
5	8	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	14,770	14,470	13,940	(14,393 ± 0,420)		
6	10	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	18,070	17,010	18,350	(17,810 ± 0,707)		
7	12	-0,44	-0,44	-0,44	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	- (0,44 ± 0,00)	19,140	19,140	20,490	(19,590 ± 0,779)		

Persamaan Regresi Linear :

$$Y = 1,6309X + 1,0274$$

$$R = 99,00 \%$$

b. Waktu Deposisi = 90 detik

No	Konsentrasi Ge(IV) (ng/ml)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	2	-0,36	-0,35	-0,35	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	3,900	3,840	3,920	(3,887 ± 0,042)		
3	4	-0,35	-0,35	-0,35	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	7,710	7,730	7,740	(7,727 ± 0,015)		
4	6	-0,35	-0,35	-0,35	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	11,770	11,240	11,690	(11,567 ± 0,286)		
5	8	-0,35	-0,35	-0,35	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	- (0,35 ± 0,00)	15,270	15,120	15,060	(15,150 ± 0,108)		
6	10	-0,35	-0,36	-0,39	- (0,37 ± 0,02)	- (0,37 ± 0,02)	- (0,37 ± 0,02)	17,960	18,080	17,860	(17,967 ± 0,110)		
7	12	-0,40	-0,42	-0,42	- (0,41 ± 0,01)	- (0,41 ± 0,01)	- (0,41 ± 0,01)	21,100	21,800	20,700	(21,200 ± 0,557)		

Persamaan Regresi Linear :

$$Y = 1,7267X + 0,8292$$

$$R = 99,67 \%$$

c. Waktu Deposisi = 180 detik

No	Konsentrasi Ge(IV) (ng/ml)	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I			Ulangan II			Ulangan III			Ulangan III		
1	0	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	4,710	4,820	4,580	(4,703 ± 0,120)		
2	2	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	7,610	7,460	7,320	(7,463 ± 0,145)		
3	4	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	10,120	9,650	9,660	(9,810 ± 0,268)		
4	6	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	12,140	12,090	12,010	(12,080 ± 0,066)		
5	8	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	14,540	14,560	14,340	(14,480 ± 0,122)		
6	10	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	16,970	16,910	16,920	(16,933 ± 0,032)		
7	12	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45	-0,45						

Persamaan Regresi Linear :

$$Y = 1,2067X + 2,4646$$

$$R = 99,93 \%$$

8. PENGARUH ION-ION PENGANGGU

a. Ion Pengganggu = Zn (II)

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Blanko	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	Blanko + Zn (II) 50 µg/ml	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	Blanko + Zn (II) 50 µg/ml + Ge (IV) 50 ng/ml	-0,42	-0,41	-0,41	- (0,41 ± 0,00)	-	-	47,50	45,40	48,20	(47,03 ± 1,457)

Hasil = Ion Zn (II) tidak memiliki puncak pada kondisi operasi Ge (IV), sehingga Zn (II) tidak mempengaruhi analisis Ge(IV)

b. Ion Pengganggu = Mn (II)

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Blanko	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	Blanko + Mn (II) 50 µg/ml	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	Blanko + Mn (II) 50 µg/ml + Ge (IV) 50 ng/ml	-0,51	-0,51	-0,51	- (0,51 ± 0,00)	-	-	50,600	50,400	49,600	(50,200 ± 0,529)

Hasil = Ion Mn (II) tidak memiliki puncak pada kondisi operasi Ge (IV), sehingga Mn (II) tidak mempengaruhi analisis Ge(IV)



Lampiran 5. Lanjutan.

c. Ion Pengganggu = Cu (II)

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak	Tinggi Puncak (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Blanko +	-0,14	-0,14	-0,14	- (0,14 ± 0,00)	34,28	35,76	39,56	(36,533 ± 2,724)
2	Blanko + Cu (II) 50 µg/ml	-0,14	-0,14	-0,14	- (0,14 ± 0,00)	37,19	35,28	36,11	(36,193 ± 0,958)
3	Blanko + Cu (II) 50 µg/ml + Ge (IV) 50 ng/ml	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	35,24	32,43	31,70	(33,123 ± 1,869)

Hasil = Ion Cu (II) memiliki puncak pada kondisi operasi Ge (IV) sehingga keberadaan ion Cu (II) perlu dianalisis lebih lanjut

Lampiran 6. Pengaruh konsentrasi ion pengganggu Cu(II) terhadap tinggi puncak Ge(IV) dan penentuan persen perolehan kembali metode penambahan standar tanpa ion pengganggu

PENGARUH KONSENTRASI ION PENGANGGU Cu (II) TERHADAP TINGGI PUNCAK Ge(IV)

Konsentrasi Ge (IV) = 5 ng/ml

No	Konsentrasi Cu (II) (ng/ml)	Potensial puncak Ge (IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	0	-0,49	-0,49	-0,49	-(0,49 ± 0,00)	7,260	7,780	7,420	(7,820 ± 0,421)		
2	10	-0,49	-0,49	-0,49	-(0,49 ± 0,00)	7,850	7,260	7,540	(7,550 ± 0,295)		
3	50	-0,50	-0,50	-0,50	-(0,50 ± 0,00)	7,100	8,190	8,080	(7,790 ± 0,600)		
4	100	-0,50	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	7,510	7,850	7,640	(7,667 ± 0,171)		
5	500	-0,51	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	7,460	8,350	8,490	(8,100 ± 0,559)		
6	1000	-0,51	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	8,060	8,380	8,970	(8,470 ± 0,462)		
7	5000	-0,50	-0,51	-0,50	-(0,50 ± 0,00)	7,070	8,840	8,550	(8,153 ± 0,949)		

Hasil = Konsentrasi Cu(II) sampai 5000 kali Ge(IV) tidak mempengaruhi analisis Ge(IV) tersebut

PENENTUAN PERSEN PEROLEHAN KEMBALI METODE PENAMBAHAN STANDAR TANPA ION PENGANGGU

Sampel = Ge (IV) 4 ng/ml

a. Ulangan I

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak Ge (IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Sampel	-0,51	-0,50	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	7,730	6,910	8,030	(7,557 ± 0,579)		
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,51	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	12,980	13,150	12,690	(12,940 ± 0,232)		
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,51	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	16,590	16,040	17,270	(16,633 ± 0,616)		
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,51	-0,51	-0,51	-(0,51 ± 0,00)	20,530	19,700	19,810	(20,013 ± 0,451)		

Persamaan Regresi Linier :

$$Y = 2,0531X + 8,1264$$

$$R = 99,35\%$$

Kadar Ge (IV) Hasil Perhitungan : 3,9579 ng/ml

Persen Perolehan Kembali : $\frac{3,9579}{4} \times 100 \% = 98,95 \%$

b. Ulangan 2

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak Ge (IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)	Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Sampel	-0,48	-0,48	-0,48	$-(0,48 \pm 0,00)$	8,680	9,240	8,830	$(8,917 \pm 0,289)$
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,48	-0,48	-0,47	$-(0,48 \pm 0,00)$	13,690	14,390	13,850	$(13,977 \pm 0,367)$
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,47	-0,47	-0,47	$-(0,47 \pm 0,00)$	18,030	17,870	18,290	$(18,063 \pm 0,212)$
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,47	-0,47	-0,48	$-(0,47 \pm 0,00)$	22,200	23,520	23,100	$(22,940 \pm 0,674)$

Persamaan Regresi Linier :

$$Y = 2,3083X + 9,0467$$

$$R = 99,92\%$$

Kadar Ge (IV) Hasil Perhitungan : 3,9191 ng/ml

Persen Perolehan Kembali : $\frac{3,9191}{4,0000} \times 100\% = 97,98\%$

c. Ulangan 3

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak Ge (IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)	Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Sampel	-0,54	-0,54	-0,54	$-(0,54 \pm 0,00)$	7,360	6,690	6,740	$(6,930 \pm 0,373)$
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,54	-0,54	-0,54	$-(0,54 \pm 0,00)$	9,850	10,210	9,790	$(9,950 \pm 0,227)$
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,55	-0,55	-0,55	$-(0,55 \pm 0,00)$	13,590	13,910	13,610	$(13,703 \pm 0,179)$
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,55	-0,56	-0,57	$-(0,56 \pm 0,00)$	17,060	17,180	16,550	$(16,930 \pm 0,334)$

Persamaan Regresi Linier :

$$Y = 1,6877X + 6,8153$$

$$R = 99,92\%$$

Kadar Ge (IV) Hasil Perhitungan : 4,0383 ng/ml

Persen Perolehan Kembali : $\frac{4,0383}{4,0000} \times 100\% = 100,96\%$

Lampiran 7. Penentuan persen perolehan kembali metode penambahan standar dengan ion pengganggu Cu(II)

PENENTUAN PERSEN PEROLEHAN KEMBALI METODE STANDARD ADDITION DENGAN PENGGANGGU Cu(II)

Sampel = Ge (IV) 4 ng/ml + Cu (II) 500 ng/ml

a. Ulangan 1

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak Ge(IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)	Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Sampel	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	7,570	7,890	7,590	(7,683 ± 0,179)
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	12,180	13,730	12,460	(12,790 ± 0,826)
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	17,850	16,100	16,150	(16,700 ± 0,996)
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,48	-0,48	-0,48	- (0,48 ± 0,00)	19,300	19,470	20,810	(19,860 ± 0,827)

Persamaan Regresi Linier :

$$Y = 2,0220X + 8,1923$$

$$R = 99,42\%$$

Kadar Ge (IV) Hasil Perhitungan : 4,0516 ng/ml

Persen Perolehan Kembali : 4,0516 x 100 % = 101,29 %
4,0000

b. Ulangan 2

No	Isi Sel Polarografi	Potensial puncak Ge(IV) (Volt vs Ag/AgCl)			Rataan Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)	Tinggi Puncak Ge(IV) (nA)			Rataan Tinggi Puncak (nA)
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	
1	Sampel	-0,49	-0,49	-0,49	- (0,49 ± 0,00)	9,520	10,020	10,140	(9,893 ± 0,329)
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,50	-0,50	-0,50	- (0,50 ± 0,00)	15,710	15,620	15,750	(15,693 ± 0,066)
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,50	-0,50	-0,50	- (0,50 ± 0,00)	20,790	21,290	21,560	(21,213 ± 0,391)
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,50	-0,50	-0,50	- (0,50 ± 0,00)	24,800	25,570	25,430	(25,267 ± 0,410)

Persamaan Regresi Linier :

$$Y = 2,5820X + 10,2706$$

$$R = 99,69\%$$

Kadar Ge (IV) Hasil Perhitungan : 3,9777 ng/ml

Persen Perolehan Kembali : 3,9777 x 100 % = 99,44 %
4,0000

Lampiran 8. Analisis Germanium (Ge(IV)) dalam sampel ganoderma

© Hak cipta milik IPB University

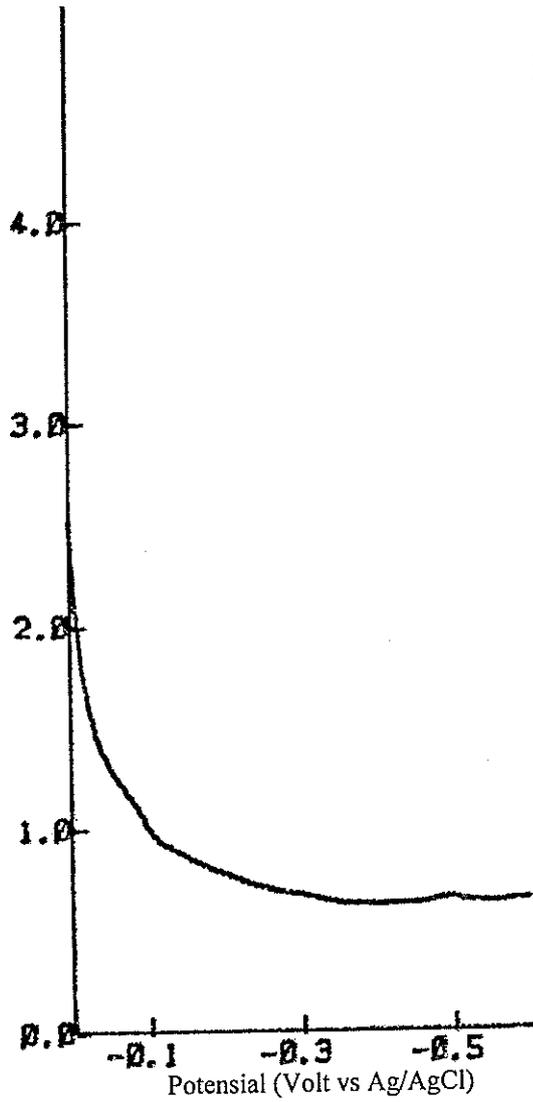
ANALISIS Ge(IV) DALAM SAMPEL GANODERMA

Volume Sampel = 20 µl

No	Isi Sel Polarografi	Potensial Puncak (Volt vs Ag/AgCl)			Tinggi Puncak (nA)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	Sampel	-0,44	-0,44	-0,43	1,760	1,630	1,830
2	Sampel + Ge (IV) 2 ng/ml	-0,43	-0,43	-0,43	5,110	5,900	5,200
3	Sampel + Ge (IV) 4 ng/ml	-0,42	-0,42	-0,42	7,910	7,930	8,680
4	Sampel + Ge (IV) 6 ng/ml	-0,42	-0,41	-0,42	11,422	12,090	12,070
Persamaan Regresi Linier					$Y = 1,6115X + 1,753$		
Nilai R					99,88 %		
Kadar Ge (IV) dalam sel					$Y = 1,6660X + 1,8820$		
Kadar Ge (IV) dalam Ganoderma					99,16 %		
					1,0878 ng/ml		
					21,29.10 ⁻⁴ %		
					1,0614 ng/ml		
					20,01.10 ⁻⁴ %		

Lampiran 10. Voltamogram blanko [(V_{HCl} 5 M : V_{KCl} 1 M (1:2)) + pirogalol 2.10⁻⁵ M]

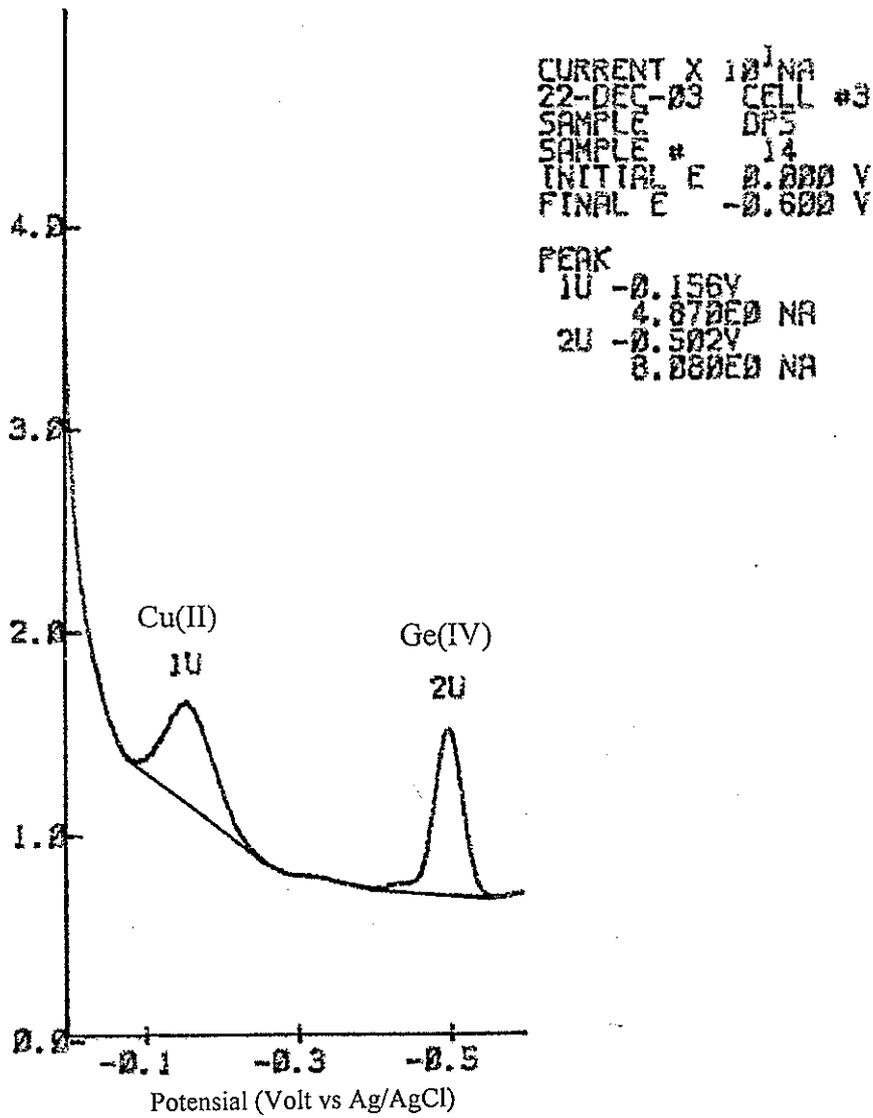
Tinggi Puncak (nA)



CURRENT X 10¹ NA
2-JAN-04 CELL #3
BLANK DPS
SAMPLE # 1
INITIAL E 0.000 V
FINAL E -0.600 V

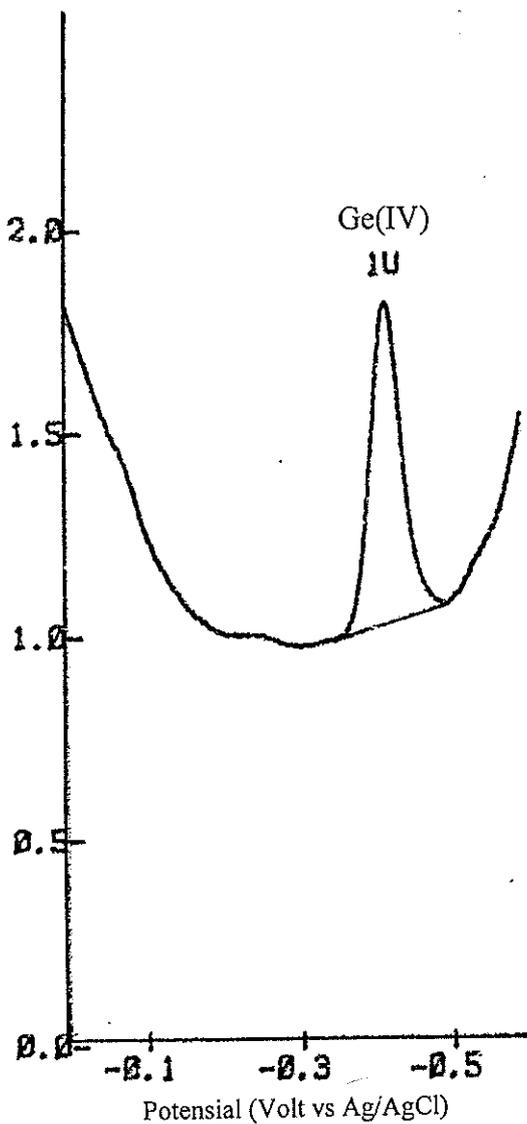
Lampiran II. Voltamogram blanko + Ge(IV) 5 ng/ml + Cu(II) 10 ng/ml

Tinggi Puncak (nA)



Lampiran 13. Voltamogram sampel ganoderma

Tinggi Puncak (nA)



CURRENT X 10¹ NA
 26-FEB-84 CELL #3
 SAMPLE DPS
 SAMPLE # 7
 INITIAL E 0.000 V
 FINAL E -0.600 V
 PEAK
 1U -0.420V
 7.910E0 NA