

**ANALISIS VOLTAMMETRI SENYAWA
TRIFENILTIMAH(IV) BENZOAT**

(Skripsi)

Oleh

ULFATUN NURUN



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2017**

ABSTRAK
ANALISIS VOLTAMMETRI SENYAWA TRIFENILTIMAH(IV)
BENZOAT

Oleh
Ulfatun Nurun

Telah dilakukan analisis senyawa trifeniltimah(IV) benzoat dengan teknik voltammetri gelombang persegi dan voltammetri siklik. Senyawa trifeniltimah(IV) benzoat merupakan senyawa turunan dari trifeniltimah(IV) klorida yang telah disintesis dan diketahui memiliki aktivitas sebagai inhibitor korosi yang baik dibandingkan senyawa induknya. Analisis ini dilakukan untuk menyiapkan metode analisis kimia untuk senyawa trifeniltimah(IV) benzoat dengan metode voltammetri gombang persegi dan menghitung nilai konstanta laju raksi kimia maju (k_f) dengan metode voltammetri siklik menggunakan software Polar 5.8.3. Untuk memvalidasi metode tersebut, maka dilakukan dengan cara membuat larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat yang divariasikan konsentrasinya pada saat pengukuran 0,0 ; $0,64 \times 10^{-3}$; $1,2 \times 10^{-3}$; $1,92 \times 10^{-3}$; $2,56 \times 10^{-3}$; dan $3,2 \times 10^{-3}$ M; dalam sistim pelarut air-DMSO dan konsentrasi elektrolit pendukung NaCl 0,02 M, kemudian diamati secara voltammetri gelombang persegi pada jendela potensial 700-1400 V dengan laju selusur potensial 100 mV/s. Untuk menghitung nilai k_f , larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat dengan konsentrasi $3,2 \times 10^{-3}$ M diamati secara voltammetri siklik dengan variasi laju selusur potensial dan dianalisis menggunakan software Polar 5.8.3. Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode analisis dengan teknik voltammetri gelombang persegi memberikan persamaan regresi $i_p = 2,070 C + 9,180$; (r) = 0,99499; Sensitivitas = $2,070 \mu\text{A}/\text{mM}$; (L_D) = $4,090 \times 10^{-4}$ M; dan (RS_D) = 2,967 %. Hasil analisis menggunakan votammetri siklik menunjukkan bahwa nilai konstanta laju reaksi kimia maju (k_f) trifeniltimah(IV) benzoat yang diperoleh bervariasi menaik terhadap nilai laju selusur potensialnya dengan nilai gradiennya adalah 5,59 1/V dan jenis mekanisme reaksinya mengikuti EqCi.

Kata Kunci: trifeniltimah(IV) benzoat, voltammetri gelombang persegi, votammetri siklik, metode analisis kimia, konstanta laju reaksi kimia maju (k_f).

ABSTRACT
ANALYSIS VOLTAMMETRY OF TRIPHENYLTIN(IV) BENZOATE

By
UlfatunNurun

Triphenyltin(IV) benzoate was analysed by using square wave voltammetry and cyclic voltammetry. Triphenyltin(IV) benzoate is a derivate of triphenyltin(IV) chloride that have been synthesized. It has been known that Triphenyltin(IV) benzoate is tested to have activity as a corrosion inhibitor. This analysis is conducted to prepare the methods of chemical analysis triphenyltin(IV) benzoate with square wave voltammetry also to determine a value of chemical reaction rate constant forward (k_f) with cyclic voltammetry using software Polar 5.8.3. To validate the method, it is performed by making a standard solution of triphenyltin(IV) benzoate which varies in concentration at the measurement of 0.0; 0.64×10^{-3} ; 1.2×10^{-3} ; 1.92×10^{-3} ; 2.56×10^{-3} ; And 3.2×10^{-3} M; in a DMSO-solvent water system and 0.02 M NaCl as supporting electrolyte concentration, it has been tested by electrochemical method square wave voltammetry with the potential start from +700 mV to +1400 mV with scan rate 100 mV/s. While in order to determine a value of k_f on concentration 3.2×10^{-3} M, it used cyclic voltammetry method with the same potential and scan rate 100 – 1000 mV/s, then it was analyzed by using software Polar 5.8.3. The results showed that the analysis method with square wave voltammetry technique gave regression equation, $i_p = 2.070 C + 9,180$; (r) = 0.99499; Sensitivity = $2.070 \mu A / mM$; (LoD) = 4.090×10^{-4} M; and (RSD) = 2.967%, and it also showed that k_f value of triphenyltin(IV) benzoate by using software Polar 5.8.3 has variation up to potential scan rate value with the gradient value that is 5.59 1/V and the type of mechanism reaction following EqCi mechanism.

Keywords: triphenyltin(IV) benzoate, square wave voltammetry, cyclic voltammetry, methods of chemical analysis, chemical reaction rate constants forward (k_f)

**ANALISIS VOLTAMMETRI SENYAWA
TRIFENILTIMAH(IV) BENZOAT**

(Skripsi)

Oleh

ULFATUN NURUN

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2017**

Judul Skripsi : **ANALISIS VOLTAMMETRI SENYAWA
TRIFENILTIMAH(IV) BENZOAT**

Nama Mahasiswa : **Ulfatun Nurun**

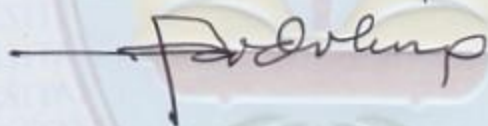
No. Pokok Mahasiswa : 1217011066

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing



Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.
NIP 19610203 198703 1 002

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA



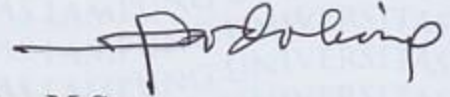
Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

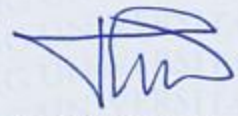
Ketua

: **Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Prof. Sutopo Hadi, Ph.D.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.**



2. **Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.

NIP 19710212 199512 1 001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **29 April 2017**

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Ulfatun Nurun. Putri kedua dari pasangan Drs. Suhariyono dan Siti Masruroh ini dilahirkan di Bangunrejo 14 April 1994. Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di SDN 1 Bangunrejo, Sekolah Menengah Pertama di SMPN 1 Bangunrejo Lampung Tengah, serta Sekolah Menengah Atas di MA Alfatah Natar, Lampung Selatan.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN Undangan tahun 2012 dan santri Mahasiswa Penghafal Quran (MPQ) Al-Wasi'i Unila 2016/2017. Selama menempuh pendidikan di kampus, penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar untuk Fakultas Pertanian Unila pada tahun 2014-2015, asisten praktikum Kimia Analitik 1 pada tahun 2015 dan asisten praktikum Kimia Analitik 2 pada tahun 2016. Penulis aktif di Lembaga Kemahasiswaan HIMAKI FMIPA Unila sebagai anggota Bidang Sosial dan Masyarakat periode 2013-2014, serta ROIS FMIPA Unila sebagai sekretaris Biro Kemuslimahan periode 2013-2014 dan sekretaris Bidang Kajian periode 2014-2015.

Penulis merupakan penerima hibah Program Kreativitas Mahasiswa Pengabdian Masyarakat (PKM-M) pada tahun 2015. Pada tahun 2017 penulis menyelesaikan pendidikan S1 dengan judul skripsi “Analisis Voltammetri Senyawa Trifenilmetil (IV) benzoat”.

PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmaanirrohiim...
Skripsi ini saya persembahkan kepada

Drs. Suhariyono dan Siti Masruroh
Orang tua terbaik pahlawan terhebat sepanjang hidup
Yang selalu memberikan cinta dan kasih sayang, semangat dan doanya serta pengajaran
dan pendidikan terbaik

Arina Khusnayain, M.Pd, M. Ulil Albab, Fadila Azahra dan Dewi Hajar Quro
Kakak dan adik tersayang, teman belajar dan bercanda.
Terima kasih selalu memberikan keceriaan dan kebahagiaan di rumah.

Seluruh keluarga dan sahabat
Yang selalu memberikan motivasi

Universitas Lampung
Almamater tercinta

MOTTO

Dream-Fight-Ikhlās

SANWACANA

Segala puji bagi Allah, Rabb semesta alam atas nikmat-Nya yang tak terhingga, kasih sayang-Nya yang tak terbilang serta Rahmat-Nya yang tak pernah putus sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada manusia teladan sepanjang masa, Rasulullah SAW, beserta sahabat, keluarga, dan para tabi'in yang menjadi jalan terbukanya ilmu pengetahuan. Dalam penyusunan skripsi ini penulis banyak mendapat bantuan dari segala pihak. Maka pada kesempatan kali ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. Hardoko Insan Qudus, M.S. selaku Pembimbing Utama penulis atas seluruh dedikasi yang beliau berikan selama menempuh pendidikan di kampus, atas semua kesabaran, keikhlasan, bimbingan dan nasihat yang diberikan hingga penelitian ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalas dengan berkah yang tak ternilai.
2. Bapak Prof. Sutopo Hadi, Ph.D. selaku Pembahas I dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, nasihat dan kesabaran beliau sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalas dengan kebaikan
3. Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si. selaku Pembahas II dalam penelitian penulis atas semua bimbingan, ilmu dan arahnya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalas dengan kebaikan.

4. Ibu Prof. Dr. Buhani, M.Si. selaku Pembimbing Akademik atas nasihat, bimbingan serta motivasi yang diberikan kepada penulis.
5. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila
6. Bapak Prof. Warsito, D.E.A., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung
7. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas seluruh dedikasi dan ilmunya selama penulis menempuh perkuliahan. Semoga Allah melimpahkan berkah kepada Bapak dan Ibu
8. Bapak Drs. Suhriyono dan Ibu Siti Masruroh. Jika ada ungkapan terimakasih yang paling indah, maka biarkan aku untai ia dalam berikat-ikat doa kebaikan untuk Bapak dan Ibuk. Semoga Allah membalas semua kebaikan dengan *jannah*-Nya. Aamiin.
9. Mbakku tersayang, terimakasih atas segala dukungannya, tetaplah menjadi Arina Khusnayain (penunjuk dua kebaikan) sejati, yang selalu menjadi tauladan bagi adik-adiknya.
10. Adik-adikku tersayang, Ulil, Dila dan Dewi terimakasih atas semua doa dan semangatnya. Kalian bisa membuat yang lebih baik dari ini.
11. Sahabat-sahabat seperjuanganku : Ajeng, Fenti, Murni, Dwi, Lita, Maul, Dedew, Intan, Imah, Ismi, Sofian, Hana dan Ernia. Terimakasih atas kegembiraan, kesedihan, kelelahan, kelucuan yang dilalui hampir setiap hari. Terutama semangat yang telah kalian bagi dalam hidup penulis.
12. Sahabat-sahabat terbaikku, Dwi Nashri Hasan, S. Pd., Ana Rianti, S. Pd., Setiana, S. T., Dyah Ayu Pitaloka, S. Psi., dan Dede Rahayu Pratiwi, S. Pd.,

tempat berbagi suka dan duka, terutama dorongan dan semangat yang diberikan. Bersama-sama berjuang dalam menyusun skripsi walau kita semua beda jurusan.

13. Partner penelitian terbaik, Eka Hurwaningsih atas semua diskusi, kerjasama dan bantuannya. Semoga Allah memberikan berkah atas semua perjuangan kita.
14. Laboran Kimia Analitik dan Instrumentasi: Mb Iin dan Mas Udin serta rekan-rekan *Analitical Chemistry Reaserch Group*: Yunsi, Riandra, Rio, Elsa, Febita, Dwi, Wiwin, Welda, Ubay, Deby, Dery, Adit, dan Atma atas segala bantuannya.
15. Rekan-rekan terajaib, Kimia 2012 : Adi Setiawan, Aditian Sulung S, Ajeng Wulandari, Ana Maria Kristiani, Apri Welda, Arif Nurhidayat, Arya Rifansyah, Atma Istanami, Ayu Imani, Ayu Setianingrum, Deborah Jovita, Derry Vardella, Dewi Aniatul Fatimah, Diani Iska Miranti, Dwi Anggraini, Edi Suryadi, Eka Hurwaningsih, Elsa Zulha, Erlita Aisyah, Feby Rinaldo Pratama Kusuma, Fenti Visiamah, Ferdinand Haryanto Simangunsong, Febita Glyssenda, Fifi Adriyanthi, Indah Wahyu Purnamasari, Indry Yani Saney, Intan Mailani, Ismi Khomsiah, Jean Pitaloka, Khoirul Anwar, Maria Ulfa, Meta Fosfi Berliyana, Muhamad Rizal R, Murni Fitria, Nila Amalin Nabilah, Putri Ramadhona, Radius Uly Artha, Riandra Pratama Usman, Rifki Husnul Khuluk, Rizal Rio Saputra, Rizki Putriyana, Ruliana Juni Anita, Ruwaidah Muliana, Siti Aisah, Siti Nur Halimah, Sofian Sumilat Rizki, Sukamto Susy, Isnaini Hasanah, Suwarda Dua Imatu Dela, Syathira Assegaf, Tazkiya Nurul,

Tiand Reno, Tiara Dewi Astuti, Tiurma Debora Simatupang, Tri Marital,
Wiwini Esty Sarwita, Yepi Triapriani, Yuni`U Nasy`Ah dan Zubaidi
Terimakasih untuk semua dukungan serta kenangan manis yang kalian
berikan dalam hidup penulis. Semoga kita dipertemukan kembali di puncak
kesuksesan.

16. Keluarga besar MPQ Al-Wasi'i Unila: Ustadz Hasan Basri, Lc., M.A.,
Ustadzah Masitoh, Lc. dan para Santri serta punggawa ROIS FMIPA Unila
atas segala doa dan dukungannya, kalian adalah katalisator yang sangat
ampuh dalam usaha *pengistiqomahan* diri ini.
17. Sahabat Ta'at: Ana, Kiki, Endah, Shofi dan Puput atas segala motivasi dan
dukungannya. Kita dipertemukan di dunia karena Al-quran, semoga kelak
karena Al-quran kita dipertemukan kembali di Syurga-Nya.
18. Keluarga Dj Dormitory: Mb Yuni, Mb Nika, Mb Sun, Laras, Devi, Intan dan
Maya yang selalu menyemangati dan mendoakan.
19. Seluruh Keluarga besar Jurusan Kimia 2010-2014
20. Almamater tercinta: Universitas Lampung

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan
dan kesalahan, untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun
 demi perbaikan penulisan di masa mendatang. Semoga bermanfaat.

Bandarlampung, April 2017

Penulis

Ulfatun Nurun

DAFTAR ISI

Halaman

ABSTRAK

LEMBAR PENGESAHAN

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL

DAFTAR GAMBAR

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang	1
B. Tujuan Penelitian.....	3
C. Manfaat Penelitian.....	4

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Senyawa Organotimah	5
B. Aplikasi Organotimah	6
C. Toksisitas Organotimah	7
D. Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat	7
E. Voltammetri	8
F. Voltammetri Siklik.....	12
G. Voltammetri Gelombang Persegi.....	14
H. Validasi Metode	16
1. Linieritas.....	16
2. Presisi.....	17
3. Limit Deteksi dan Kuantisasi	18
4. Sensitivitas.....	19
I. Perangkat Lunak Polar 5.8.3	19

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian	23
B. Alat dan Bahan	23
C. Prosedur Kerja	24
1. Pembuatan Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 4×10^{-3} M	24
2. Pembuatan Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat Dengan Variasi Konsentrasi	24
3. Pembuatan Larutan Elektrolit Pendukung NaCl 0,1 M	24
4. Pengukuran Blangko	24
5. Uji Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat	25
6. Analisis Data	25
a. Validasi Metode	25
1. Linieritas	26
2. Presisi (Ketelitian)	26
3. Limit Deteksi	26
4. Sensitivitas	27
b. Penentuan Konstanta Laju Reaksi Kimia Maju dengan Perangkat Lunak Polar 5.8.3	27

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Voltammogram Larutan Blangko dengan Menggunakan Metode Voltammetri Gelombang Persegi dan Voltammetri Siklik	33
B. Voltammogram Larutan Trifeniltimah(IV) Benzoat dengan Menggunakan Metode Voltammetri Gelombang Persegi dan Voltammetri Siklik	37
C. Analisis Data	41
1. Validasi Metode	41
a. Linieritas	41
b. Limit Deteksi	42
c. Presisi (Ketelitian)	43
c. Sensitivitas	43
2. Analisis Perangkat Lunak Polar 5.8.3	44
a. Penentuan Nilai Konstanta Laju Reaksi Kimia Maju (k_f) dengan Perangkat Lunak Polar 5.8.3	44
b. Mekanisme Reaksi (ExCx)	47

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	49
B. Saran	49

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi Oksidasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Klorida	7
2. Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat	8
3. Reaksi Pembentukan Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat	8
4. Serangkaian Alat Voltammetri.....	9
5. Skema Alat Voltammetri.....	11
6. Voltammetri Siklik (a) Arus Sebagai Potensial (b) Potensial Sebagai Fungsi Waktu	13
7. Cara Pemberian Pulsa pada Teknik VPG, 1 dan 2 Saat Pengukuran Arus	15
8. Voltammogram Gelombang Persegi Diperoleh dari Elektro Reduksi	15
9. Tampilan Awal Program Polar 5.8.3.....	27
10. Tampilan Submenu <i>Technique</i>	28
11. Tampilan Submenu <i>Mechanism</i>	28
12. Tampilan Submenu <i>Instrument</i>	29
13. Tampilan Submenu <i>Kinetics</i>	30
14. Tampilan Submenu <i>Concentrations</i>	30
15. Tampilan Submenu <i>Simulate</i>	31
16. Hasil Voltammogram Simulasi	31
17. Tampilan Submenu <i>Option</i>	32

18. Tampilan Submenu <i>Find Peak</i>	32
19. Voltammogram Gelombang Persegi Larutan Blangko dengan 5 Kali Pengulangan	35
20. Voltammogram Siklik Larutan Blangko pada Laju Selusur 100-1000 mV/s.....	35
21. Voltammogram Larutan Trifeniltilmah(IV) Benzoat Dengan Variasi Konsentrasi Menggunakan Teknik Gelombang Persegi	38
22. Voltammogram Blangko dan Larutan Trifeniltilmah(IV) Benzoat pada Konsentrasi 40×10^{-4} M dengan Variasi Laju Selusur Potensial Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik.....	38
23. Kurva Kalibrasi Pengukuran Trifeniltilmah(IV) Benzoat dengan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi	42
24. Voltammogram Siklik a. Simulasi Pada Laju Selusur 200 mV/s b. Eksperimen pada Laju Selusur 200 mV/s	45
25. Kurva Linier k_f Terhadap Laju Selusur Potensial (v)	46
26. Voltammogram Gelombang Persegi Blangko	71
27. Voltammogram Gelombang Persegi pada Konsentrasi 0,64 mM.....	71
28. Voltammogram Gelombang Persegi pada Konsentrasi 1,28 mM.....	72
29. Voltammogram Gelombang Persegi pada Konsentrasi 1,92 mM.....	72
30. Voltammogram Gelombang Persegi pada Konsentrasi 2,56 mM.....	73
31. Voltammogram Gelombang Persegi pada Konsentrasi 3,2 mM.....	73
32. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 100 mV/s ...	74
33. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 200 mV/s ...	74
34. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 300 mV/s ...	74
35. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 400 mV/s ...	75
36. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 500 mV/s ...	75
37. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 600 mV/s ...	75

38. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 700 mV/s ...	76
39. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 800 mV/s ...	76
40. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 900 mV/s ...	76
41. Voltammogram Siklik Blangko pada Laju Selusur Potensial 1000 mV/s .	77
42. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 100 mV/s	77
43. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 200 mV/s	77
44. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 300 mV/s	78
45. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 400 mV/s	78
46. Voltammogram siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 500 mV/s	78
47. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 600 mV/s	79
48. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 700 mV/s	79
49. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 800 mV/s	79
50. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 900 mV/s	80
51. Voltammogram Siklik Eksperimen Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 1000 mV/s	80
52. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 100 mV/s	80
53. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 200 mV/s	81
54. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 300 mV/s	81

55. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 400 mV/s	81
56. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 500 mV/s	82
57. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 600 mV/s	82
58. Voltammogram siklik simulasi senyawa trifeniltimah(IV) benzoat pada laju selusur 700 mV/s	82
59. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 800 mV/s	83
60. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 900 mV/s	83
61. Voltammogram Siklik Simulasi Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Laju Selusur 1000 mV/s	83

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi dengan 5 Kali Pengulangan	36
2. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik dengan Laju Selusur Potensial 100-1000 mV/s.....	36
3. Nilai i_p dan E_p Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Voltammetri Gelombang Persegi dengan Variasi Konsentrasi	39
4. Nilai i_p dan E_p Larutan Blangko Dan Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat $3,2 \times 10^{-3}M$ Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik dengan Variasi Laju Selusur Potensial	39
5. Nilai r , LoD , S_D dan $\% RS_D$ Trifeniltimah(IV) Benzoat dengan Metode Voltammetri Gelombang Persegi.....	43
6. Nilai k_s , D , α , E^0 dan k_f Hasil Simulasi (Voltammetri Siklik) Menggunakan Perangkat Lunak Polar 5.8.3.....	45
7. Hasil Pencocokan Nilai E_p dan i_p Eksperimen dengan Nilai E_p dan i_p Hasil Simulasi Parameter Polar 5.8.3 Menggunakan Elektroda Kerja Emas.....	46
8. Perhitungan Terhadap Nilai k_s Polar 5.8.3.....	48
9. Nilai i_p dan E_p Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 0,64 mM Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.	56
10. Nilai i_p dan E_p Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 1,28 mM Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.	56

11. Nilai i_p dan E_p Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 1,92 mM Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.	57
12. Nilai i_p dan E_p Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 2,56 mM Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.	57
13. Nilai i_p dan E_p Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 3,2 mM Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.	57
14. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 100 mV/s.....	58
15. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 200 mV/s.....	58
16. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 300 mV/S..	58
17. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 400 mV/s.....	59
18. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 500 mV/s.....	59
19. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 600 mV/s.....	59
20. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 700 mV/s.....	60
21. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 800 mV/s.....	60
22. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 900 mV/s.....	60
23. Nilai i_p dan E_p Blangko Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 1000 mV/s.....	61
24. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 100 mV/s	61
25. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 200 mV/s	61
26. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 300 mV/s	62

27. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 400 mV/s	62
28. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 500 mV/s	62
29. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 600 mV/s	63
30. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 700 mV/s	63
31. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 800 mV/s	63
32. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 900 mV/s	64
33. Nilai i_p dan E_p Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Siklik pada Laju Selusur 1000 mV/s	64
34. Data Perhitungan Kurva Kalibrasi Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat Menggunakan Teknik Voltammetri Gelombang Persegi.....	65
35. Data Potensial Puncak (E_p) Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat pada Variasi Konsentrasi	67
36. Data Potensial Puncak (E_p) <i>Mean</i> dan <i>Variance of Sample</i> (VoS) Larutan Trifeniltimah(IV) Benzoat dengan Variasi Konsentrasi	68
37. Data Nilai <i>Mean</i> Potensial Puncak (E_p) dan Selisih <i>Mean</i> Larutan Trifeniltimah(IV) Benzoat dengan Variasi Konsentrasi	69

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Senyawa organotimah merupakan senyawa yang sedikitnya memiliki satu ikatan kovalen C-Sn (Pellerito and Nagy, 2002). Perkembangan penelitian mengenai senyawa organotimah di berbagai negara sangat pesat karena senyawa tersebut memiliki beberapa aktivitas penting, diantaranya aktivitas biologis yang kuat sebagai antibakteri dengan adanya pengaruh ligan-ligan yang terikat pada atom pusatnya. Selain itu, senyawa organotimah dalam bentuk kompleksnya dapat dimanfaatkan sebagai penstabil dalam produksi plastik, pestisida dalam pertanian, katalis antioksidan, pelapis kaca, *stabilizer* dalam parfum dan peralatan medis, polivinilklorida, antikanker dan antitumor (Gielen, 2003), *antifouling agents* pada cat (Blunden and Hill, 1991), antimikroba dan antifungi (Bonire *et al.*, 1998), serta inhibitor korosi (Rastogi *et al.*, 2005; Singh *et al.*, 2010; Rastogi *et al.*, 2011; Hadi, *et al.*, 2015).

Telah diketahui bahwa senyawa trifeniltimah(IV) karboksilat memiliki aktivitas paling baik sebagai antikorosi dibandingkan beberapa senyawa organotimah lain dan turunannya, karena memiliki kerapatan arus korosi yang rendah. Kerapatan arus ini menyebabkan turunnya nilai arus korosi serta meningkatkan efisiensi

inhibisi korosi dari senyawa tersebut (Afriyani, 2014). Sebagai contohnya adalah senyawa trifeniltimah(IV) benzoat yang telah disintesis oleh Fitria (2016), yang diperoleh dengan mensintesis senyawa trifeniltimah(IV) hidroksi dengan asam benzoat, dan senyawa ini diketahui memiliki aktivitas sebagai inhibitor korosi yang baik dibandingkan senyawa induknya, trifeniltimah(IV) klorida serta difeniltimah(IV) diklorida. Fabrikasi terhadap senyawa trifeniltimah(IV) benzoat belum dilakukan, namun perlu disiapkan metode analisisnya dan informasi tentang reaktivitas kimia dari senyawa tersebut.

Dari beberapa penelitian terdahulu metode analisis kimia terhadap senyawa organotimah(IV) yang telah digunakan adalah metode voltammetri, karena metode ini memiliki sensitivitas yang tinggi serta pengoperasiannya yang mudah. Pada penelitian sebelumnya, Nainggolan (2015) menganalisis senyawa trifeniltimah(IV) klorida dengan metode voltammetri gelombang persegi. Berdasarkan penelitian Nainggolan (2015), validasi metode untuk senyawa tersebut, yang meliputi linieritas, limit deteksi, presisi dan akurasi menunjukkan hasil yang baik. Sementara itu, kajian mengenai reaktivitas kimia terhadap senyawa trifeniltimah(IV) benzoat belum dilakukan. Sejauh ini untuk mengetahui reaktivitas senyawa kimia dapat digunakan metode voltammetri siklik melalui perhitungan terhadap nilai konstanta laju kimia maju (k_f) menggunakan Metode Nicholson-Shain dan Metode Software Polar (Qudus, 2009). Qudus (2009) telah melakukan penelitian secara voltammetri siklik dengan menggunakan elektroda kerja emas untuk menghitung nilai konstanta laju kimia maju (k_f) terhadap senyawa difeniltimah(IV) diklorida. Pada penelitian ini, nilai k_f dapat dihitung

karena sewaktu senyawa trifeniltimah(IV) benzoat dioksidasi terjadi reaksi kimia susulan dengan nukleofil pelarut.

Berdasarkan uraian tersebut, maka pada penelitian ini akan dikembangkan metode analisis senyawa trifeniltimah(IV) benzoat yang diadaptasi dari penelitian Nainggolan (2015), menggunakan metode voltammetri gelombang persegi. Voltammetri gelombang persegi adalah tipe voltammetri pulsa yang memiliki kelebihan yaitu sensitivitas yang tinggi dan laju selusur yang cepat. Arus diukur dua kali setiap siklus gelombang persegi, yaitu pada akhir pulsa maju dan pada akhir pulsa balik (Skoog, 1998). Sedangkan untuk menghitung nilai konstanta laju kimia maju (k_f) dari senyawa yang diteliti digunakan metode voltammetri siklik dengan menggunakan elektroda kerja emas. Analisis terhadap voltammogram siklik yang dihasilkan pada penelitian untuk menentukan nilai konstanta laju reaksi kimia maju (k_f) dapat dilakukan dengan pendekatan menggunakan perangkat lunak Polar 5.8.3 (Huang, 2000).

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilaksanakannya penelitian ini adalah untuk:

1. Memvalidasi metode analisis kimia senyawa baru trifeniltimah(IV) benzoat dengan metode voltammetri gelombang persegi.
2. Menghitung nilai konstanta laju reaksi kimia maju (k_f) senyawa trifeniltimah(IV) benzoat dengan teknik voltammetri siklik menggunakan software Polar 5.8.3.

C. Manfaat Penelitian`

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai:

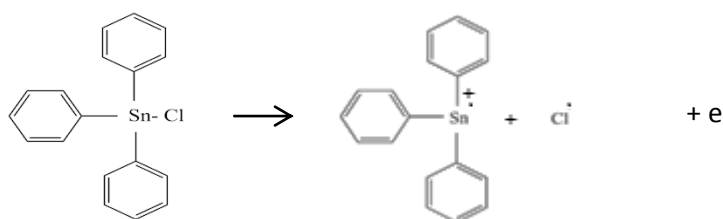
1. Metode untuk analisis kimia terhadap senyawa baru trifeniltimah(IV) benzoat secara voltammetri gelombang persegi.
2. Konstanta laju reaksi kimia maju (k_f) senyawa trifeniltimah(IV) benzoat secara voltammetri siklik yang dapat digunakan untuk menilai reaktivitasnya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Senyawa Organotimah.

Timah dalam bentuk senyawanya memiliki tingkat oksidasi +2 dan +4, tingkat oksidasi +4 lebih stabil dari +2. Pada tingkat oksidasi +4, timah menggunakan seluruh elektron valensinya, yaitu $5s^2 5p^2$ dalam ikatan sedangkan pada tingkat oksidasi +2, timah hanya menggunakan elektron valensi $5p^2$ saja. Tetapi perbedaan energi antara kedua tingkat ini rendah. Jika timah dalam bentuk kompleks, seperti organotimah, ternyata timah menjadi bermanfaat, karena diketahui organotimah, khususnya organotimah(IV) mempunyai berbagai macam aktivitas biologis, seperti anti mikroba (Bonire *et al.*,1998; Mahmod *et al.*,2003) antitumor (De Vos *et al.*, 1998; Hadi dan Rilyanti,2010; Gielen, 2003), dan antijamur (Ruzika *et al.*, 2002; Mahmood *et al.*, 2003; Hadi *et al.*,2007; Hadi *et al.*,2008). Senyawa organotimah adalah senyawa-senyawa yang mengandung sedikitnya satu ikatan kovalen C-Sn. Sebagian besar senyawa organotimah dapat dianggap sebagai turunan dari $R_nSn(IV)X_{4-n}$ ($n = 1-4$) dan diklasifikasikan sebagai mono-, di-, tri- dan tetra- organotimah(IV), tergantung pada jumlah gugus alkil (R) atau aril (Ar) yang terikat (Pellerito dan Nagy, 2002). Perkembangan penelitian mengenai senyawa organotimah di berbagai negara sangatlah pesat. Senyawa organotimah diketahui memiliki aktivitas sebagai penstabil dalam

produksi plastik, pestisida dalam pertanian, katalis, pelapis kaca, *stabilizer* polivinilklorida, antikanker dan antitumor (Gielen, 2003), *antifouling agents* pada cat (Blunden dan Hill, 1991), antimikroba dan antifungi (Bonire , 1998), serta inhibitor korosi (Rastogi *et al.*, 2005; Singh *et al.*, 2010; Rastogi *et al.*, 2011; Hadi, *et al.*, 2015). Reaksi oksidasi senyawa trifeniltimah(IV) klorida dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi Oksidasi pada Senyawa Trifeniltimah(IV) Klorida.

B. Aplikasi Organotimah

Senyawa organotimah dapat dimanfaatkan sebagai PVC *stabilizer* (Pereyre *et al.*, 1987) katalis (Evans *et al.*, 1985), aktivitas biosidal, antigumpal cat, pengawet kayu, pertanian, kaca untuk membentuk pelapis timah oksida (Gitlitz *et al.*, 1992). Dalam beberapa penelitian, diketahui beberapa manfaat lain senyawa organotimah(IV) karboksilat diantaranya sebagai antifungi dan antimikroba (Bonire *et al.*, 1998). Diketahui pula bahwa kompleks di- dan tri- organotimah halida dengan berbagai ligan yang mengandung nitrogen, oksigen, dan sulfur memiliki aktivitas biologi dan farmakologi dan digunakan sebagai fungisida dalam pertanian, bakterisida, dan agen antitumor (Jain *et al.*, 2003). Selain itu, penelitian terbaru menyebutkan bahwa senyawa organotimah memiliki

kemampuan sebagai inhibitor korosi (Rastogi *et al.*, 2005; Singh *et al.*, 2010; Rastogi *et al.*, 2011; Hadi *et al.*, 2015).

C. Toksisitas Organotimah

Toksisitas senyawa timah sangat luas, pertama tergantung pada gugus organik yang terikat pada timah dan yang kedua bergantung pada gugus organik yang ada pada senyawa. Senyawa timah anorganik pada umumnya memiliki toksisitas yang rendah. Toksisitas tertinggi telah diketahui pada senyawa triorganotimah, sedangkan senyawa diorganotimah dan monoorganotimah diketahui memiliki toksisitas yang rendah. Toksisitas senyawa tetraorganotimah rendah. Akan tetapi, di bawah kondisi lingkungan akan terdekomposisi menjadi triorganotimah yang bersifat toksik. Gugus organik yang menempel pada timah juga menentukan toksisitas organotimah. Seperti trietiltimah bersifat lebih toksik, diikuti oleh metil, propil, dan butil. Senyawa trioktiltimah memiliki toksisitas rendah, sedangkan trifenil dan trisikloheksiltimah memiliki toksisitas yang cukup tinggi (Smith, 1977).

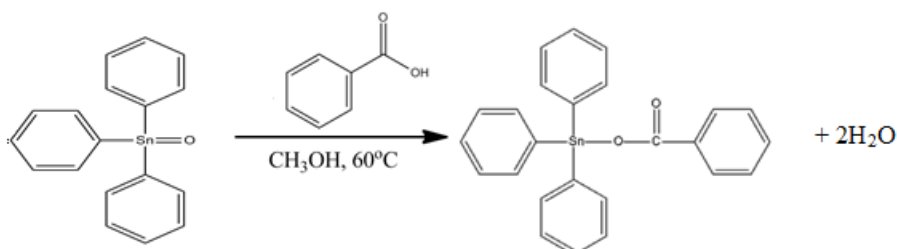
D. Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat

Senyawa trifeniltimah(IV) benzoat $[(C_6H_5)_3Sn(OCOC_6H_5)]$ diperoleh dari sintesis turunan senyawa organotimah(IV) benzoat. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan senyawa awal trifeniltimah(IV) oksida $[(C_6H_5)_3SnO]$ dengan asam benzoat (C_6H_5COOH) dengan perbandingan mol 1:2. Dan diketahui bahwa senyawa tersebut memiliki aktivitas yang baik sebagai antikorosi (Fitria, 2016).



Gambar 2. Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat (Fitria, 2016)

Reaksi sintesis yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 3.

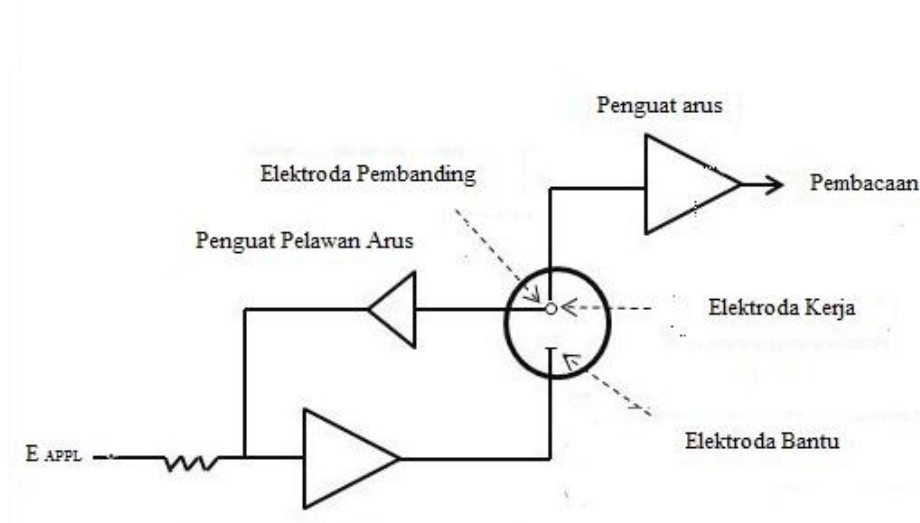


Gambar 3. Reaksi Pembentukan Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat

E. Voltammetri

Voltammetri merupakan suatu metode elektroanalitik dengan prinsip dasar elektrolisis (Gambar 5). Teknik voltammetri dapat digunakan untuk menganalisis senyawa-senyawa kimia yang bersifat elektroaktif, mempelajari proses reduksi dan oksidasi dibagian medium, proses adsorpsi pada permukaan, dan mempelajari jalur transfer elektron dipermukaan elektroda. Hasil analisis dengan menggunakan teknik voltammetri ini dapat diketahui dari voltammogram yang terbentuk. Analisis lebih lanjut berkaitan dengan hubungan arus sebagai fungsi

dari konsentrasi analit pada potensial tertentu sehingga dapat digunakan untuk analisis kuantitatif (Wang, 2000).



Gambar 4. Serangkaian Alat Voltammetri (Bardet *al.*, 2001).

Ion-ion analit dalam larutan akan bergerak menuju permukaan elektroda ketika potensial diterapkan. Mekanisme gerakan transport massa/migrasi ion dari larutan menuju permukaan elektroda melalui 3 cara yaitu:

1. Difusi, adalah migrasi yang dikarenakan adanya suatu gradient konsentrasi.

Arus ini disebabkan migrasi spontan analit dari konsentrasi tinggi ke konsentrasi rendah.

2. Elektromigrasi, adalah migrasi yang disebabkan kation berpindah menuju katoda dan anion menuju anoda. Arus ini disebabkan oleh muatan yang dibawa oleh ion-ion melalui larutan berdasarkan bilangan transfernya.

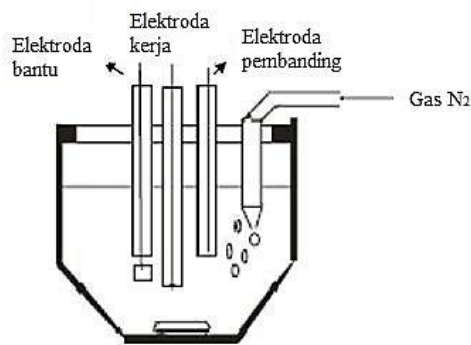
3. Konveksi, adalah migrasi yang disebabkan oleh pengadukan, perbedaan densitas, atau perbedaan temperatur. Konveksi terjadi ketika alat mekanik digunakan untuk membawa reaktan menuju elektroda dan memindahkan

produk dari permukaan elektroda. Alat yang paling umum digunakan untuk pengadukan adalah pengaduk magnetik.

Volume larutan di tempat terjadinya gradien konsentrasi disebut sebagai lapisan difusi. Tanpa transformasi yang lain, ketebalan lapisan difusi meningkat seiring dengan waktu karena terjadi penurunan konsentrasi reaktan pada permukaan elektroda. Seluruh mekanisme migrasi ion akan menimbulkan arus yang sangat kompleks dan menyebabkan hubungan antara arus dan konsentrasi tidak sebanding. Arus dari migrasi ion secara difusi saja yang sebanding dengan konsentrasi. Untuk mendapatkan hubungan yang sebanding maka migrasi ion secara konveksi dan elektromigrasi harus diminimalkan. Konveksi dapat diminimalkan dengan tidak melakukan pengadukan dan penggunaan konsentrasi rendah. Elektromigrasi diminimalkan dengan menambah elektrolit pendukung dalam larutan dengan konsentrasi 50 sampai 100 kali dari konsentrasi analit (Wang, 1994).

Voltammetri mempelajari hubungan voltase arus-waktu selama elektrolisis dilakukan dalam suatu sel, dengan elektroda yang mempunyai luas permukaan yang relatif besar, dan elektroda kerja mempunyai luas permukaan yang sangat kecil dan seringkali dirujuk sebagai mikroelektroda: lazimnya teknik ini mencakup pengkajian pengaruh perubahan voltase pada arus yang mengalir di dalam sel. Mikroelektroda ini biasanya dibuat dari bahan tak reaktif yang menghantar listrik seperti emas, platinum atau karbon, dan dalam beberapa keadaan dapat digunakan suatu elektroda merkuri tetes, untuk kasus istimewa ini teknik itu dirujuk sebagai polarografi (Bowser, 1993).

Sel voltammetri terdiri dari elektroda kerja, elektroda bantu, dan elektroda pembanding. Ketiga elektroda tersebut tercelup dalam sel voltammetri yang berisi larutan sampel seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5.Skema Sel Voltammetri.

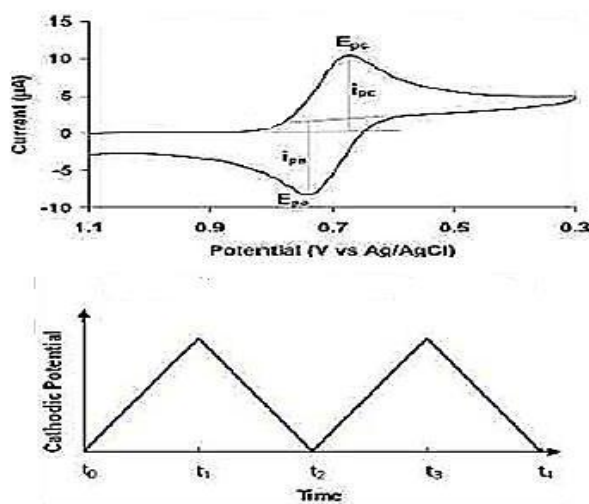
Potensial luar diberikan antara elektroda kerja dan elektroda pembanding. Bila ada reaksi oksidasi maupun reduksi pada elektroda kerja, arus yang dihasilkan dilewatkan ke elektroda bantu, sehingga reaksi yang terjadi pada elektroda bantu akan berlawanan dengan reaksi yang terjadi pada elektroda kerja. Untuk mengukur arus yang timbul digunakan amperemeter (A). Antara elektroda kerja dan elektroda pembanding diberikan tahanan (R) yang cukup tinggi agar arus tidak melewati elektroda kerja dan elektroda pembanding, karena bila terjadi reaksi pada elektroda pembanding, potensial elektroda pembanding akan berubah atau elektroda rusak (Harvey, 2000).

F. Voltammetri Siklik

Voltammetri siklik merupakan teknik voltammetry dengan arus yang diukur selama penyapuan potensial dari potensial awal ke potensial akhir dan kembali lagi ke potensial awal atau disebut juga penyapuan (*scanning*) dapat dibalik kembali setelah reaksi berlangsung. Dengan demikian arus katodik maupun anodik dapat terukur. Arus katodik adalah arus yang digunakan pada saat penyapuan dari potensial yang paling besar menuju potensial yang paling kecil dan arus anodik adalah sebaliknya yaitu penyapuan dari potensial yang paling kecil menuju potensial yang paling besar.

Voltammetri siklik merupakan metode yang umum digunakan dalam teknik elektroanalisis dan merupakan metode yang bagus, dapat memungkinkan melakukan karakterisasi pada sistem elektrokimia, digunakan untuk mempelajari proses reduksi dan oksidasi (redoks), dan untuk memahami intermediat reaksi dan untuk mendapatkan stabilitas dari produk reaksi (Kounaves, 1999). Voltammetri siklik didasarkan pada variasi potensial yang digunakan pada elektroda kerja (Wang, 1994). Pengukuran menggunakan voltammetri siklik, potensiostat mengontrol potensial yang melewati elektroda kerja untuk mengubah potensial secara perlahan kembali ke potensial awal. Potensial awal bergerak ke arah negatif menuju ke potensial akhir yang dicapai dan terbentuk $\frac{1}{2}$ siklus yang menyatakan sebagai O direduksi menjadi R. Arus yang dihasilkan pada proses ini disebut arus katodik, kemudian scan akan kembali berbalik ke arah positif dan R akan dioksidasi kembali menjadi O. Arus yang dihasilkan disebut arus anodik (Rieger, 1994). Aliran potensial yang dialirkan menuju elektroda, selanjutnya

respon arus dapat diamati. Analisis dari respon arus dapat memberikan informasi mengenai termodinamika dan kinetika dari transfer elektron pada permukaan elektroda-larutan, kinetika dan mekanisme reaksi dari berbagai transfer elektron (Gosser, 1993).



Gambar 6. Voltammetri Siklik (a) Arus Sebagai Potensial (b) Potensial Sebagai Fungsi Waktu.

Bentuk dari gelombang ini adalah triangular yang menyatakan potensial sebagai fungsi waktu. Larutan yang digunakan tidak perlu dilakukan pengadukan, sehingga transport massa yang dikontrol adalah proses secara difusi (Fifield dan Haines, 1995).

Parameter yang penting dalam voltammetri siklik adalah arus puncak dan potensial puncak yaitu keduanya berasal dari puncak katoda dan anoda. Menurut Settle (1997) untuk reaksi redoks reversibel pada suhu 25°C dengan n jumlah electron, E_p harus mempunyai nilai sebesar $0,0592/n$ V atau sekitar 60 mV untuk satu elektron. Pada kenyataannya nilai ini sulit dicapai karena beberapa faktor

seperti resistensi sel. Potensial reduksi (E^o) untuk sistem reversibel dihitung dalam Persamaan 1.

$$E^o = \frac{E_{pc} + E_{pa}}{2} \quad (1)$$

Keterangan:

E^o : potensial reduksi standar (volt)
 E_{pc} : potensial puncak katodik (volt)
 E_{pa} : potensial puncak anodik (volt)

Hubungan antara konsentrasi dengan arus puncak memenuhi persamaan Randles-Sevcik (pada suhu 25°C):

$$i_p = 2,68 \times 10^5 \times n^{3/2} \times A \times C \times D^{1/2} \times v^{1/2} \quad (2)$$

Keterangan:

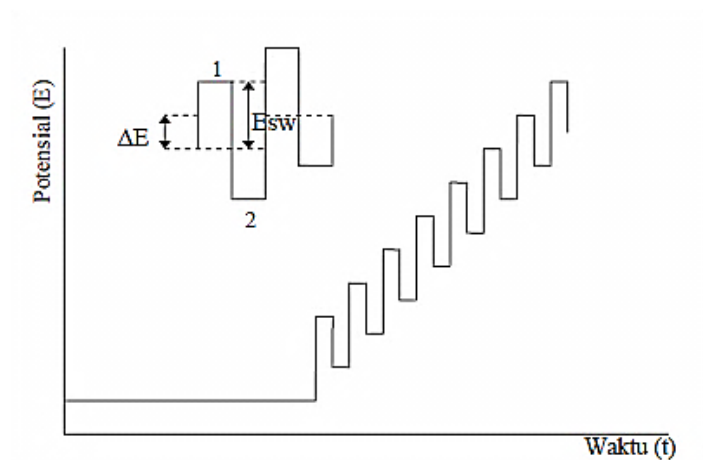
i_p : arus puncak (A)
 A : luas permukaan elektroda (cm²)
 D : koefisien difusi (cm²/s)
 C : konsentrasi (mol/cm³)
 v : kecepatan scan (V/s)

(Kounaves, 1999).

G. Voltammetri Gelombang Persegi

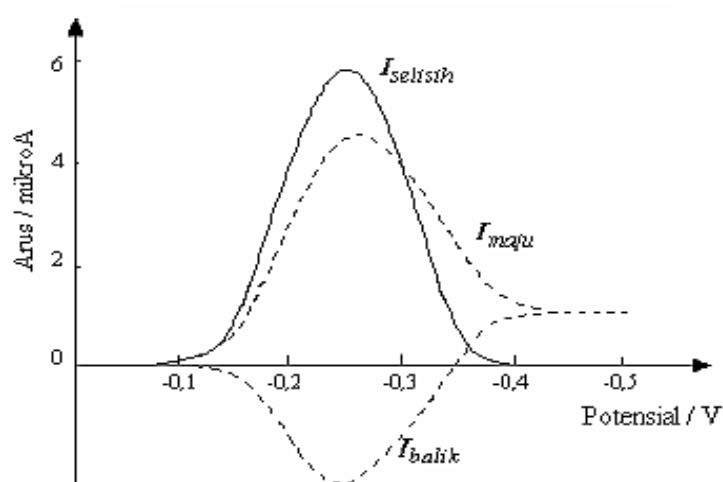
Teknik voltammetri gelombang persegi (VGP), pulsa diberikan pada elektroda kerja dalam bentuk gelombang persegi simetris pada potensial dasar yang menyerupai anak tangga, voltametri gelombang persegi adalah tipe voltammetri pulsa yang mempunyai kelebihan yaitu sensitivitas yang tinggi dan laju selusur yang cepat. Arus diukur dua kali setiap satu siklus gelombang persegi, yaitu pada akhir pulsa maju dan pada akhir pulsa balik. Amplitude modulasi gelombang

persegi pada teknik ini sangat besar sehingga pada saat pulsa balik dapat terjadi reaksi balik produk kembali menjadi analit.



Gambar 7. Cara Pemberian Pulsa pada Teknik VPG, 1 dan 2 Saat Pengukuran Arus.

Voltammogram hasil pengukuran arus terhadap potensial dapat dilihat pada Gambar 8, puncak yang didapat cukup tajam dan simetris di sekitar potensial tengah gelombangnya dan besar arus puncak sebanding dengan besarnya konsentrasi analit di dalam larutan (Skoog,1998).



Gambar 8. Voltammogram Gelombang Persegi Diperoleh dari Elektro Reduksi.

H. Validasi Metode

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi merupakan suatu proses evaluasi kecermatan dan keseksamaan yang dihasilkan oleh suatu prosedur dengan nilai yang dapat diterima (Harvey, 2000). Sebagai tambahan, validasi memastikan bahwa suatu prosedur tertulis memiliki detail yang cukup jelas sehingga dapat dilaksanakan oleh analis atau laboratorium yang berbeda dengan hasil yang sebanding. Verifikasi metode adalah suatu tindakan validasi metode tetapi hanya pada beberapa karakteristik performa saja. Laboratorium harus menentukan karakteristik performa yang dibutuhkan. Spesifikasi analisis dapat menjadi acuan untuk merancang proses verifikasi. Adapun beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam verifikasi metode analisis adalah

1. Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Pada linieritas diukur respon paling sedikit 3 kali, ada beberapa parameter statistik yaitu koefisien korelasi, residual plot dan residual standar deviasi. Sebagai adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = ax + b$. Hubungan linier yang ideal pada Persamaan 3 dicapai jika nilai $a = 0$ dan $r = +1$ atau $r = -1$ bergantung pada arah garis.

$$r = \frac{n \sum xy - (\sum x)(\sum y)}{\{(n \sum x^2) - (\sum x)^2\} \{n \sum y^2 - (\sum y)^2\}}^{1/2} \quad (3)$$

Keterangan:

x: konsentrasi larutan
y : nilai arus puncak yang didapat
n: jumlah pengulangan

Nilai b menunjukkan kepekaan analisis terutama instrument yang digunakan.

Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan adalah sebesar $\geq 0,9970$

(ICH, 1995), $\geq 0,97$ (SNI) atau $\geq 0,9980$ (AOAC). Parameter residual plot adalah selisih masing-masing titik dengan nilai rata-rata dari larutan standar, pada parameter ini dapat menunjukan regresi yang bagus jika pola residualnya acak atau simetris (Miller dan Miller, 1991).

2. Presisi (ketelitian)

Presisi menggambarkan tingkat kedekatan antara hasil uji independen yang diperoleh dibawah kondisi yang ditentukan (*repeatability* atau *reproducibility*).

Presisi dinyatakan sebagai *Relative Standar Deviation* (RSD) dan *Standar Deviation* (S_D). RSD ditentukan dari hasil replikasi pengujian dibawah kondisi yang ditentukan, nilai %RSD yang baik adalah dibawah 5% (Harmita, 2004). S_D dan RSD dinyatakan melalui Persamaan 4 dan Persamaan 5.

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n-1}} \quad (4)$$

Keterangan :

S_B : Simpangan baku.
y : nilai arus puncak larutan ke-i.
 $\bar{y}$: nilai arus puncak rata-rata.
n-1 : derajat kebebasan (dengan n : banyaknya pengulangan)

$$\% RSD = \frac{S_D}{x} \times 100\% \quad (5)$$

Keterangan:

S_D : Simpangan baku.

RSD : Simpangan baku relatif.

x : Arus rata – rata analisis.

3. Limit Deteksi Dan Limit Kuantasi

Limit deteksi atau *Limit of Detection* (LOD) suatu metode analisis adalah jumlah terkecil dari analit yang dapat dideteksi namun jumlah ini belum tentu dapat dikuantisasi dengan presisi yang baik oleh metode tersebut.

Limitkuantitasi atau *Limit of Quantitation* (LOQ) yang disebut juga limit determinasi adalah konsentrasi terendah dari analat yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima. Giese dengan menentukan kurva kalibrasi menggunakan sepuluh level konsentrasi, atau melakukan analisis blangko berulang. Limit deteksi dan kuantitasi seringkali bergantung pada kemampuan instrumen (AOAC, 2002). Pada analisis instrumen, maka batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon larutan standar beberapa kali lalu dihitung simpangan bakunya. Limit deteksi dapat ditentukan dengan Persamaan 6.

$$L_D = \frac{3 \times S_D}{b} \quad (6)$$

Keterangan:

L_D : Limit deteksi.

S_D : Simpangan baku respon analitik dari blangko.

b : *slope* pada persamaan garis $y = a + bx$.

4.Sensitivitas

Pada alat ukur yang linier, sensitivitas adalah tetap. Dalam beberapa hal harga sensitivitas yang besar menyatakan pula keunggulan dari alat ukur yang bersangkutan. Kepekaan (sensitivitas) menyatakan berapa besarnya harga pengukuran untuk setiap satuan harga sinyal input. Sinyal input yang paling kecil yang memberikan sinyal output dan dapat diukur dinamakan sensitivitas alat ukur. Sensitivitas adalah perubahan signal per perubahan jumlah analit per unit, setara dengan proposionalitas konstan (k) pada Persamaan 7 dan Persamaan 8. Jika ΔS_A adalah kenaikan terkecil dalam signal yang dapat diukur, maka perbedaan terkecil dalam jumlah analit yang dapat dideteksi adalah:

$$\text{Cara analisis total: } \Delta n_A = \frac{\Delta S_A}{k} \quad (7)$$

$$\text{Cara analisis konsentrasi: } \Delta C_A = \frac{\Delta S_A}{k} \quad (8)$$

(Harvey, 1956).

I. Perangkat Lunak Polar 5.8.3

Polar berasal dari kata polarography yang merupakan salah satu perangkat lunak elektrokimia. Secara analitik dan digital program Polar 5.8.3 dapat digunakan untuk mensimulasikan voltammogram dari sekitar 20 jenis mekanisme reaksi pada berbagai jenis elektroda geometri (planar, spiral, semi spiral, silinder, semi silinder, dan elektroda putar) dalam beberapa teknik (selusur lurus dan voltammogram siklik, arus langsung, getaran normal, getaran yang dibedakan, gelombang persegi, gelombang persegi tambahan, voltammetri tangga). Program

Polar 5.8.3 juga dapat digunakan untuk simulasi arus resistensi, getaran, elektrolit, waktu, potensial, pH, jumlah reaktan dan produk (Huang, 2000).

Metode Polar 5.8.3 dapat digunakan untuk menentukan nilai konstanta k_f , k_s , i_{pa} , i_{pc} dan parameter lainnya. Sebagai acuan digunakan voltammogram siklik eksperimen dengan zat yang konsentrasinya (C) diketahui dengan laju selusur potensial tertentu (v), yang menghasilkan parameter arus puncak anodik (i_{pa}), arus puncak katodik (i_{pc}), potensial puncak katodik (E_{pc}), dan potensial puncak anodik (E_{pa}), dan potensial elektroda acuan (E^0) pada jendela awal potensial awal (E_s) dan potensial akhir (E_f) eksperimen. Pada parameter E_s , E_f , dan C tetap, maka dialurkan voltammogram siklik Polar 5.8.3 berulang ulang, sehingga diperoleh nilai i_{pa} , i_{pc} , E_{pa} , dan E_{pc} sama atau mendekati eksperimen. Nilai yang diperoleh digunakan untuk perhitungan nilai konstanta laju reaksi kimia maju (k_f) dari voltammogram hasil simulasi.

Perangkat lunak Polar 5.8.3 memiliki 6 menu dengan rincian sebagai berikut:

1. Menu *file*
 - *Save*
 - *Import data*
 - *Export data*
 - *Copy*
 - *Print*
 - *Exit*
2. Menu *input*
 - *Technique*
 - *Mechanism*
 - *Instrument*
 - *Chemicals*
3. Menu *run*
 - *Simulate*

- *Manual fit*
 - *Auto fit*
 - *Manual separate*
 - *Auto separate*
4. Menu *display*
- *Option*
 - *Plot*
 - *Next*
 - *Time*
 - *Clear*
5. Menu *analyze*
- *Find peak*
 - *Find halfwave E*
 - *Teoritical Peak*
 - *Semi-differentiate*
 - *Semi integrate*
 - *Differentiate*
 - *Integrate*
 - *X data*
 - *Y data*
6. Menu *help*
- *Logon*
 - *Manual*

Langkah-langkah yang dilakukan untuk mendapatkan voltammogram siklik simulasi dengan menggunakan program Polar 5.8.3 adalah sebagai berikut:

1. Diaktifkan program Polar 5.8.3 pada komputer.
2. Dipilih menu *input*, dipilih submenu *technique*, dipilih nomor 1 *linier sweep* dan *cyclic voltammetry*, dan di klik ok.
3. Dipilih menu *input*, dipilih submenu *mechanism*, diisi kotak kosong di bawah *chemical reaction* dengan RCl, dan di klik ok.

4. Dipilih menu *input*, dipilih submenu *instrument* dan pengisian data dalam submenu ini disesuaikan dengan data pada kondisi eksperimen voltammogram siklik yang diperoleh, dan di klik ok.
5. Dipilih menu *input*, dipilih submenu *chemical* dan pengisian data dalam submenu ini disesuaikan sampai diperoleh nilai i_{pc}/i_{pa} yang sesuai dengan data eksperimen, dan di klik ok
6. Dipilih *menurun*, dipilih submenu *simulate*, ditunggu beberapa saat hingga muncul voltammogram siklik
7. Dipilih menu *analyze*. Dipilih submenu *find peak*, diperoleh nilai i_{pa} , i_{pc} , E_{pa} dan E_{pc} dari voltammogram siklik (Huang, 2000).

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2016 sampai Maret 2017 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumen FMIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Adapun alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, *magnetic stirrer*, labu ukur, pipet ukur, spatula, kabel shrinkage, potensiostat eDAQ system tiga elektroda, yaitu : elektroda emas sebagai elektroda kerja (*working electrode*), kawat Ag sebagai elektroda pembanding (*reference electrode*), dan Pt sebagai elektroda bantu (*counter electrode*).

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan adalah senyawa trifeniltimah(IV) benzoat, akuabides, dimetil sulfoksida (DMSO) sebagai pelarut, dan natrium klorida (NaCl) sebagai elektrolit pendukung.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat 4×10^{-3} M

Untuk membuat larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat 4×10^{-3} M, diambil sebanyak 0,0974 g trifeniltimah(IV) benzoat dilarutkan dengan 16 mL DMSO selanjutnya *distirer* agar larut sempurna dan ditambahkan akuabides ke dalam labu takar 50 mL sampai tanda batas.

2. Pembuatan Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Benzoat dengan Variasi Konsentrasi

Metode pembuatan larutan ini didasarkan pada penelitian Nainggolan (2015) yang sudah dimodifikasi. Dibuat larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat sebanyak 10 mL dengan konsentrasi $0,8 \times 10^{-3}$; $1,6 \times 10^{-3}$; $2,4 \times 10^{-3}$; dan $3,2 \times 10^{-3}$ M dengan cara mengencerkan larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat $4,0 \times 10^{-3}$ M dengan akuabides ke dalam labu takar 10 mL.

3. Pembuatan Larutan Elektrolit Pendukung Natrium Klorida 0,1 M

Sebanyak 0,057 g NaCl ditimbang kemudian dilarutkan dengan akuabides dalam labu takar 10 mL sampai tanda batas.

4. Pengukuran Blangko

Pada penelitian ini, larutan blangko dibuat dengan mencampurkan 2,5 mL DMSO dengan 7,5 mL akuades dalam labu takar 10 mL sampai homogen. Pengukuran larutan blangko dilakukan dengan cara memasukkan larutan blangko sebanyak

2 mL ke dalam gelas elektrokimia 2,5 mL. Kemudian ditambahkan 0,5 mL larutan elektrolit pendukung NaCl 0,1 M. Selanjutnya larutan blangko diukur pada jendela potensial + 700 mV hingga + 1400 mV.

5. Uji Senyawa Trifeniltimah(IV) Benzoat

Pada uji ini dilakukan 2 metode elektrokimia voltammetri yaitu voltammetri gelombang persegi dan voltammetri siklik. Larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat yang telah dibuat dengan variasi konsentrasi $0,8 \times 10^{-3}$; $1,6 \times 10^{-3}$; $2,4 \times 10^{-3}$; $3,2 \times 10^{-3}$ dan 4×10^{-3} M diuji dengan metode elektrokimia voltammetri gelombang persegi dengan jendela potensial +700 mV hingga +1400 mV pada laju selusur 100 mV/s dan larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat $4,0 \times 10^{-3}$ M diuji dengan metode elektrokimia voltammetri siklik pada laju selusur potensial 100 – 1000 mV/s. Pengukuran larutan standar dilakukan dengan cara memasukkan larutan standar sebanyak 2 mL ke dalam gelas elektrokimia 2,5 mL, kemudian ditambahkan 0,5 mL larutan elektrolit pendukung NaCl 0,1 M sehingga terjadi pengenceran. Adanya pengaruh pencenceran, maka konsentrasi larutan standar menjadi $0,64 \times 10^{-3}$; $1,20 \times 10^{-3}$; $1,92 \times 10^{-3}$; $2,56 \times 10^{-3}$ dan $3,20 \times 10^{-3}$ M serta konsentrasi NaCl menjadi 0,02 M dalam larutan standar pada saat pembuatan voltammogramnya (Lampiran 1 Halaman 52).

6. Analisis Data

a. Validasi Metode

Beberapa validasi metode yang digunakan dalam penelitian ini antara lain linieritas, presisi, limit deteksi, akurasi.

1. Linieritas

Dalam penelitian ini, penentuan linieritas dilakukan dengan mengukur larutan standar trifeniltimah(IV) benzoat dengan konsentrasi $0,64 \times 10^{-3}$; $1,20 \times 10^{-3}$; $1,92 \times 10^{-3}$; $2,56 \times 10^{-3}$ dan $3,20 \times 10^{-3}$ M dengan voltammetri gelombang persegi. Masing-masing larutan standar dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 10 kali. Kurva kalibrasi diperoleh dengan mengukur arus puncak dari larutan kerja trifeniltimah(IV) benzoat. Respon arus dari voltammogram yang dihasilkan dari analisis larutan trifeniltimah(IV) benzoat dialurkan terhadap konsentrasi dan ditentukan daerah linier dari kurva kalibrasi tersebut. Kurva kalibrasi yang terbentuk memenuhi persamaan kurva kalibrasi atau persamaan regresi linier. Hubungan yang linier dinyatakan dengan koefisien korelasi (r) yang mengikuti Persamaan 3 (Halaman 17) (Miller dan Miller, 1991).

2. Presisi (Ketelitian)

Pengukuran konsentrasi dengan memplot intensitas hasil pengukuran ke kurva kalibrasi. Kemudian ditentukan rata-rata (*mean*), standar deviasi (SD) dan persen relatif standar deviasi (% RSD) hasil pengukuran tersebut dengan Persamaan 4 (Halaman 17) dan Persamaan 5 (Halaman 18) (Miller dan Miller, 1991).

3. Limit Deteksi

Penentuan Limit deteksi dipelajari dengan interpolasi terhadap kurva kalibrasi. Limit deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah yang masih dapat terdeteksi oleh suatu alat. Besar limit deteksi biasanya dinyatakan dengan nilai rata-rata blangko

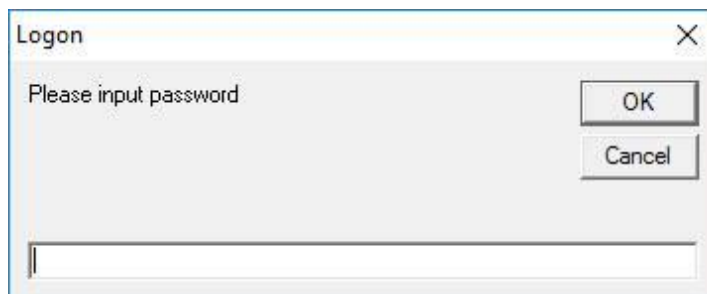
+ 3 S, dengan S adalah standar deviasi (simpangan baku) dari blangko. Batas deteksi dapat ditentukan dengan Persamaan 6 (Halaman 18).

4. Sensitivitas

Sensitivitas adalah kemampuan prosedur analisis untuk menunjukkan perbedaan kecil dalam konsentrasi dan merupakan rasio kenaikan potensial untuk setiap kenaikan konsentrasi analit. Sensitivitas dapat dilihat dari slop kurva kalibrasi.

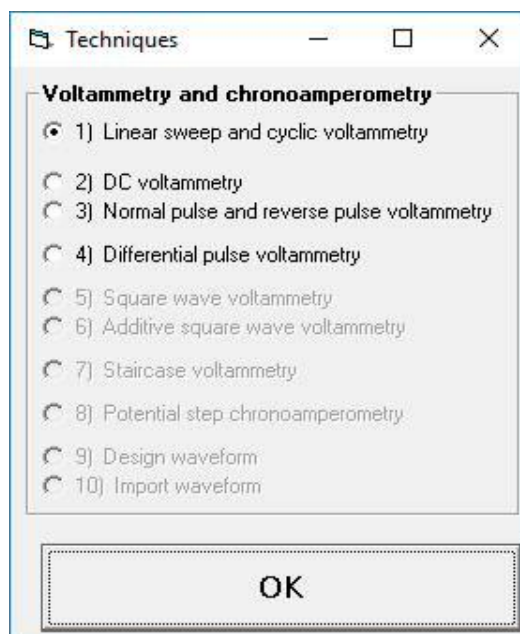
b Penentuan Nilai Konstanta Laju Reaksi Kimia Maju (k_f) dengan Perangkat Lunak Polar 5.8.3

1. Diaktifkan program Polar 5.8.3 pada komputer, dipilih menu *Help*, dipilih submenu *Logon*, lalu dimasukkan *password* dan klik *Ok*



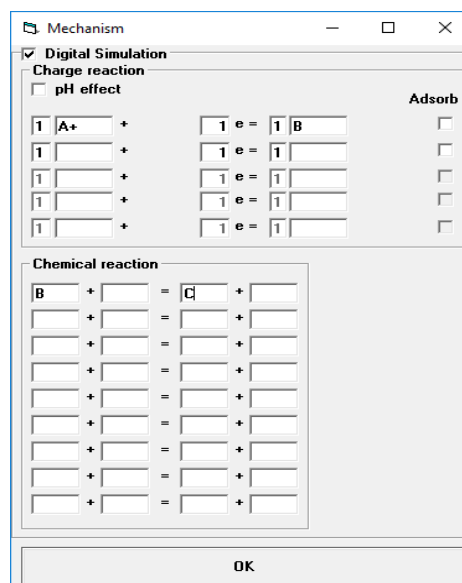
Gambar 9. Tampilan Awal Program Polar 5.8.3

2. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Technique*, dipilih nomor 1 *Linier sweep and cyclic voltammetry*, diklik *Ok*.



Gambar 10. Tampilan Submenu *Technique*

3. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Mechanism*, dipilih *Analytical Simulation*, pada menu *Analytical Simulation* dipilih No. 7, lalu klik *Ok*.
Kemudian kembali ke tampilan *Digital Simulation* dan pada *Chemical Reaction* diisi B dan C, lalu klik *Ok*.



Gambar 11. Tampilan Submenu *Mechanism*.

4. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Instrument* dan pengisian data dalam submenu ini disesuaikan data pada kondisi eksperimen voltammogram siklik yang diperoleh, dan diklik *Ok*.

The screenshot shows a software window titled "Instrument" with several sections for parameter input:

- Instrumental Parameters:**
 - E start (V): 0.7
 - E end (V): 1.4
 - E step (V): 0.005
 - v (V/s): 0.1
 - t drop (s): 0.05
 - Scan: cycle (dropdown)
 - t exp (s): 14
 - f (Hz): (empty)
 - t pulse (s): (empty)
 - E pulse (V): (empty)
 - t s1: 1
 - t s2: 1
 - Noise (A): 0
 - T (C): 25
- Electrode:**
 - 1) Planar disk (selected): Area (cm²): 0.00785
 - 2) (Micro) Spherical: Radius (cm): 5.e-2
 - 3) (Micro) Hemispherical: Length (cm): (empty)
 - 4) Microdisk: Ring radius (cm): (empty)
 - 5) Cylindrical: Ring radius (cm): (empty)
 - 6) Hemicylindrical: Ring radius (cm): (empty)
 - 7) DME: Ring radius (cm): (empty)
 - 8) Ring-Disk: Ring outer radius (cm): (empty)
 - 9) Thin film: Thickness (cm): (empty)
 - 10) Band: Thickness (cm): (empty)
 - 11) Ring: Rotation (rpm): 0
- Preconcentration:** (checkbox, unchecked)
- Baseline:**
 - I start (A): 0
 - I end (A): 0
 - C d (F): 0
 - R u (Ω): 0
- Auto digital model:** (checkbox, checked)
 - Space grid factor: 0.5
 - Time grid (s): 0.05
- Buttons:** Reset, OK

Gambar 12. Tampilan Submenu *Instrument*.

5. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Kinetics* dan pengisian data dalam submenu ini disesuaikan dengan data pada kondisi eksperimen voltammogram siklik yang telah diperoleh. Nilai k_s , α , E^0 , dan k_f diisi dengan mengubah-ubah nilainya sampai diperoleh data nilai i_{pa} , i_{pc} , E_{pa} , dan E_{pc} yang sesuai dengan data eksperimen, dan diklik *Ok*.

Kinetic Parameters

Charge Reaction
 $A^+ + 1e^- = B$
 k_s (cm/s): k_s fitted: k_s min: k_s max:
 α : α fitted: α min: α max:
 E' (V): E' fitted (V): E' min: E' max:

Homogeneous Reaction
 $B + C +$
 k_f (/s, /sM): k_f fitted: k_f min: k_f max:
 k_b (/s, /sM): k_b fitted: k_b min: k_b max:
 K_{eq} :

Solution
 Electrolyte:
 C (M):
 pH:
 Vis (cm/s):
 Vol s (ml):

OK

Gambar 13. Tampilan Submenu *Chemicals*.

6. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Concentrations*, pengisian data dalam submenu ini disesuaikan dengan data pada kondisi eksperimen voltammogram siklik yang diperoleh. Nilai D (koefisien senyawa difusi) diisi dengan mengubah-ubah nilainya, dan diklik *Ok*.

Species Parameters

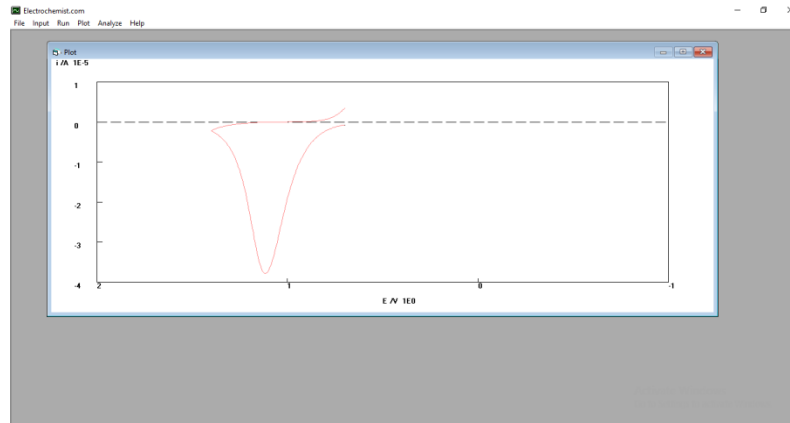
Species	C anal (M)	C init (M)	C fitted (M)	C min	C max	D (cm ² /s)	D fitted (cm ² /s)	D min	D max	β (/M)	γ m
A+	0	3.8521e-8				0.12265				1e4	1e-8
B	4e-3	5.3333e-4				0.12265				1e4	1e-8
C	4e-3	7.4666e-3				0.12265				0	1e-8

☒ Chemical pre-equilibration ☒ Electrode pre-equilibration

OK

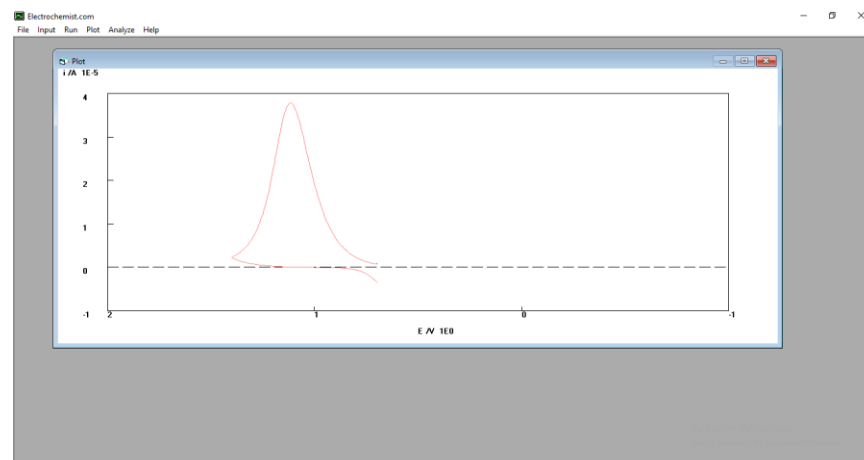
Gambar 14. Tampilan Submenu *Concentrations*

7. Dipilih menu *Run*, dipilih submenu *Simulate*, ditunggu beberapa saat hingga muncul voltammogram siklik.



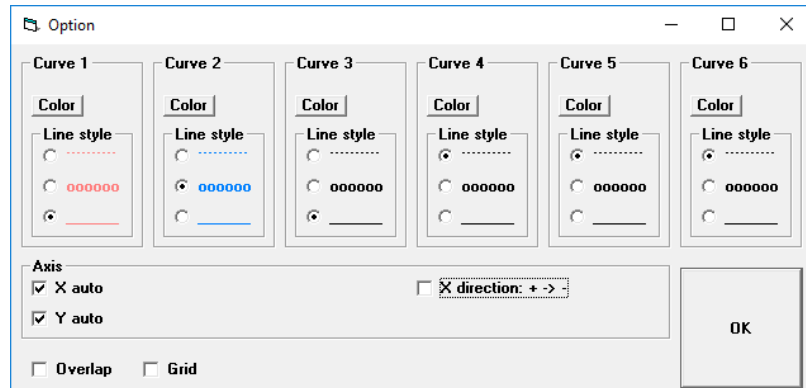
Gambar 15. Hasil Voltammogram Simulasi.

8. Dipilih menu *Plot*, lalu pilih submenu *Y Data*, dan dipilih $-Y$.



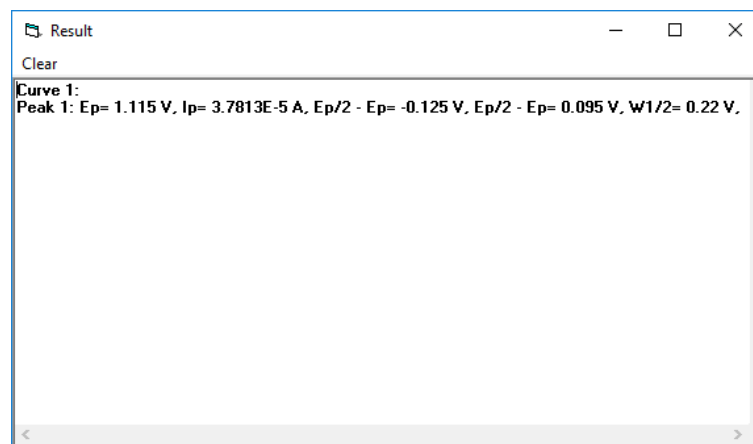
Gambar 16. Hasil Voltammogram Simulasi

9. Dipilih menu *Plot*, dipilih submenu *Option*, tanda *ceklis* pada *X direction* dihilangkan dengan memilihnya, dan diklik *Ok*.



Gambar 17. Tampilan Submenu *Option*

10. Dipilih menu *Analyze*, dipilih submenu *Find Peak*, diperoleh data nilai i_{pa} , i_{pc} , E_{pa} dan E_{pc} dari voltammogram siklik.



Gambar 18. Tampilan Submenu *Find Peak*

Simulasi dilakukan berulang-ulang, sehingga didapatkan nilai arus puncak (i_p) dan potensial puncak (E_p) sama atau mendekati eksperimen dengan diatur nilai k_s , α , E^0 dan k_f .

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Metode voltammetri gelombang persegi dapat digunakan untuk menganalisis senyawa trifeniltimah(IV) benzoat dengan hasil yang baik.
2. Validasi metode dengan teknik voltammetri gelombang persegi menunjukkan nilai koefisien korelasi (r) = 0,9956, limit deteksi (LoD) = $4,090 \times 10^{-4}$ M, standar deviasi (SD) = 0,282 dan % RSD = 2,967 serta sensitivitas 2,07 μ A.
3. Nilai konstanta laju reaksi kimia maju (k_f), pada voltammetri siklik senyawa trifeniltimah(IV) benzoat yang diperoleh bervariasi menaik terhadap nilai laju selusur potensianya dengan nilai gradiennya adalah 5,59 1/V dan mekanisme reaksinya mengikuti EqCi.

B. SARAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka agar dilakukan penelitian lebih lanjut tentang analisis data dengan validasi metode akurasi serta menghitung nilai k_f senyawa turunan senyawa trifeniltimah(IV) benzoat menggunakan perangkat lunak Polar 5.8.3 untuk menghitung nilai k_f nya sehingga dapat dibandingkan nilai dengan senyawa trifeniltimah(IV) benzoat.

DAFTAR PUSTAKA

- Afriyani, H. dan S Hadi. 2014. *Kajian Aktivitas Antikorosi Beberapa Senyawa Turunan Organotin(IV) 3-Nitrobenzoat pada Baja Lunak dalam Medium Korosif DMSO-HCl*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- AOAC. 2002. *Peer verified methods program, manual on policies and procedures*. Arlington. VA.
- Bard, A. W and L. R. Faulker. 1980. *Electrochemical Methods Fundamentals and Applications*. John Wiley and Sons. Inc. Singapore.
- Bonire, J.J., G. A. Ayoko., P. F. Olurinola., J. O. Ehinmidu., N. S. N. Jalil. 1988. Synthesis and antifungal activity of some organotin(IV) carboxylates. *Metal-Based Drugs*. 5 (4): 233-236.
- Bowser, J. R. 1993. *Inorganic chemistry*. Brooks/Cole Publishing Company. California.
- Burgess, C. 2000. *Valid analytical methods and procedures*. The Royal Society of Chemistry. Cambridge, UK.
- de Vost, D., R. Willem., M. Gielen., K. E. Van Wingerden and K. Nooter. 1998. The development of novel organotin anti-tumor drugs: structure and activity. *Metal-Based Drugs*. 5 (4): 179-188.
- Fifield, F. W and P. J. Haines. 1995. *Environmental analytical chemistry, 2nd edition*. Blackie Academic and Professional, Glasgow.
- Fitria, M. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Serta Uji Aktivitas Antikorosi Senyawa Turunan Organotin(IV) Benzoat Terhadap Baja Lunak Dalam Medium Korosif DMSO-HCl*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Gielen, M. 2003. An overview of forty years organotin chemistry developed at the Free Universities of Brussels ULB and VUB. *J. Braz. Chem. Soc*. 14 (6): 870-877.

- Gitlitz, M. H., R. Dirkx and D. A. Russo. 1992. Organotin application. *Chemtech*. 11: 167-175.
- Gosser, K. 1993. *Cyclic voltammetry simulation and analysis of reaction mechanism*. VCH Publisher. USA.
- Hadi, S dan A. N. Aini. 2015. *Sintesis, dan Karakterisasi, Serta Uji Aktivitas Antikorosi Senyawa Turunan Organotin(IV) 3-nitrobenzoat pada Baja Lunak dalam Medium Korosif*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Hadi, S., M. Rilyanti and Suharso. 2008. *In Vitro* activity and comparative studies of some organotin(iv) benzoate derivatives against leukemia cancer cell, L-1210. *Indonesian Journal of Chemistry*. 12 (1):172-177.
- Hadi, S and M. Rilyanti. 2010. Synthesis and in vitro anticancer activity of some organotin(IV) benzoate compounds. *Oriental Journal of Chemistry*. 26 (3): 775-779.
- Hadi, S., M. Rilyanti., and Nurhasanah. 2007. Comparative study on the antifungal activity of some di- and tributyltin(iv) carboxylate compounds. *Modern Applied Science*. 3 (2): 12-17.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah ilmu kefarmasian*. 1. Pp. 117-135.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. The McGraw-hill Companies, Inc. North America. P. 38-39.
- Heinemann, W. R. 1984. *Voltammetry : Basic Concepts and Hydrodynamic Technique, in laboratory technique in electroanalytical chemistry*. Dekker. New York. 1055-1081.
- Huang, W. 2000. *Polar 4.2 for Windows, electrochemical simulation and data analysis*. Eastern Avenue. Sydney.
- Jain, M. G., K. Agarwal and R. V. Singh. 2003. Study on nematocidal, fungicidal and bacterial activity of organotin(IV) complexes with heterocyclic sulphonamide azomethine. *Chemistry: An Indian Journal*. 1 : 378-391.
- Kounaves, S. P. 1997. Voltammetric Techniques. *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*. Frank A. Settle (Ed). Prentice Hall, Inc. New Jersey.

- Mahmood, S., S. Ali., M. H. Bhatti., M. Mazhar and R. Iqbal. 2003. Synthesis, characterization, and biological applications of organotin(IV) derivatives of 2-(2-fluoro-4-biphenyl) propanoic acid. *Turkish Journal of Chemistry*. 27: 657-666.
- Miller, J. C dan J. N. Miller. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik* Diterjemahkan Suroso. ITB. Bandung.
- Nainggolan, T. 2015. *Analisis senyawa trifeniltimah(IV) klorida menggunakan variasi elektroda kerja emas dengan teknik voltametri siklik dan voltametri gelombang persegi*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Pellerito, L and L. Nagy. 2002. Organotin(IV)ⁿ⁺ complexes formed with biologically active ligands: equilibrium and structural studies, and some biological aspects. *Coord. Chem. Rev.* 224: 111-150.
- Qudus, H. I. 2009. *Kajian reaktivitas kimia zat antikanker difeniltimah(IV) diklorida secara voltametri siklik*. Laporan Hasil Penelitian. LPPM Unila. Bandar Lampung.
- Rastogi, R. B., M. M. Singh., K. Singh and M. Yadav. 2005. Organotin dithiohydrazodicarbonamides as corrosion inhibitors for mild steel dimethyl sulfoxide containing HCl. *Port. Electrochim. Acta*. 22: 315-332.
- Rastogi, R. B., M. M. Singh., K. Singh and M. Yadav. 2011. Organotin dithiobiurets as corrosion inhibitors for mild steel-dimethyl sulfoxide containing HCl. *Afr. J. of Pure Appl. Chem*. 5(2): 19-33.
- Rieger, P. H. 1994. *Electrochemistry*. Second Edition. Chapman & Hall.
- Scholz, D. A. 2010. *Principles of Instrumental Analysis*. 6th Edition. Thompson Learning Inc. USA.
- Singh, R., P. Chaudary and N. K. Khausik. 2010. A review: organotin compounds in corrosion inhibition. *Rev. Inorg. Chem.* 30 (4): 275 – 294.
- Skoog, D. A., F. J. Holler and T. A. Neiman. 1998. *Principles of instrumental analysis* 5th ed. Harcourt Brace College Publishers. USA. 563-598.
- Smith, P. J. 1997. Toxicological data on organotin compounds. *ITRI Publication* 538. *International Research Institute*. Parivale. UK.
- Wang, J. 1994. *Analytical Electrochemistry*. VCH Publisher. New York.

Wang, J. 2000. *Analytical Electrochemistry*. 3rd Edition. VCH Publisher. New York