Lampiran 1. Perhitungan pada pembuatan larutan buffer

a. Pembuatan larutan asam asetat 1 M

Mr CH_3COOH = 60 g/mol

Massa jenis = 1,049 g/cm^3

M = $\frac{m}{mrxV}$

m = M x Mr x V

m = 1 mol/L x 60 g/mol x 0,1 L

m = 6 gram

$\rho = \frac{m}{V}$

$V = \frac{6\ gr}{1{,}049\ gr/cm3}$

$V = 5{,}7\ mL$

b. Pembuatan larutan natrium asetat 1 M

Mr CH_3COONa = 82 g/mol

M = $\frac{m}{mrxV}$

m = M x Mr x V

m = 1 mol/L x 82 g/mol x 0,1 L

m = 8,20 gram

c. Pembuatan larutan natrium hidrogenfosfat 1 M

Mr $Na_2HPO_4.2H_2O$ = 178 g/mol

M = $\frac{m}{mrxV}$

m = M x Mr x V

m = 1 mol/L x 178 g/mol x 0,1 L

m = 17,8 gram

d. Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 1 M

Mr $NaH_2PO_4.2H_2O$ = 156 g/mol

M = $\frac{m}{mrxV}$

m = M x Mr x V

m = 1 mol/L x 156 g/mol x 0,1 L

m = 15,6 gram

e. Pembuatan larutan buffer asetat

CH_3COOH = VA

CH_3COONa = VBK

pH = pKa + log $\frac{[n/V]BK}{[n/V]\ A}$ = VBK = VA

pH = pKa + log $\frac{nBK}{nA}$

pH = pKa + log $\frac{(M.V)\ BK}{(M.V)\ A}$ = MBK = MA

pH = pKa + log $\frac{VBK}{VA}$ VBK = VA = 50 mL

pH = 3,5

3,5 = 4,76 + log $\frac{VBK}{VA}$

3,5 – 4,76 = log $\frac{VBK}{VA}$

-1,26 = $\frac{2,5}{47,5}$

pH = 4

4 = 4,76 + log $\frac{VBK}{VA}$

4 – 4,76 = log $\frac{VBK}{VA}$

-0,76 = log $\frac{VBK}{VA}$

0,17 = $\frac{7,3}{42,7}$

pH = 5

5 = 4,76 + log $\frac{VBK}{VA}$

5 – 4,76 = log $\frac{VBK}{VA}$

0,24 = log $\frac{VBK}{VA}$

1,74 = $\frac{31,8}{18,2}$

f. Pembuatan larutan buffer fosfat

NaH_2PO_4= VA

Na_2HPO_4 = VBK

pH = 6

pH = pKb + log $\frac{VBK}{V\ A}$

pH = 7,21 + log $\frac{VBK}{V\ A}$

6 - 7,21 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

-1,21 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

0,06 = $\frac{3}{47}$

pH = 7

pH = pKb + log $\frac{VBK}{V\ A}$

pH = 7,21 + log $\frac{VBK}{V\ A}$

7 - 7,21 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

-0,21 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

0,62 = $\frac{19,2}{30,8}$

pH = 8

pH = pKb + log $\frac{VBK}{V\ A}$

pH = 7,21 + log $\frac{VBK}{V\ A}$

8 - 7,21 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

0,79 = log $\frac{VBK}{V\ A}$

6,16 = $\frac{43,0}{7,0}$

Lampiran 2. Perhitungan pada pembuatan larutan profenofos

a. Pembuatan larutan induk profenofos 1000 ppm

Pembuatan larutan induk profenofos 1000 ppm dilakukan dengan melarutkan 250 mg dan ditambahkan 50 mL etanol dan memasukkannya ke dalam labu ukur 250 mL. Selanjutnya ditambah dengan air sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen.

Preparasi larutan stok profenofos 1000 mg/L

Mr $C_{11}H1_5BrClO_3PS$ = 373, 63 g/mol

1000 mg/L $C_{11}H1_5BrClO_3PS$ = mg/L jika volume 1L

1000 mg/L $C_{11}H1_5BrClO_3PS$ $= \frac{250\ mg}{x\ L}$

$$X = \frac{250\ mg}{1000\ {}^{mg}/_{L}}$$

X = 0,25 L = 250 mL

b. Pembuatan larutan kerja profenofos 100 ppm, 10 ppm, 0,5 ppm

- Pembuatan larutan kerja profenofos 100 ppm

  V1.N1 = V2.N2

  V1. 1000 ppm = 100 mL. 100 ppm

  V1 = 10,0 mL

- Pembuatan larutan kerja profenofos 10 ppm

  V1.N1 = V2.N2

  V1. 100 ppm = 100 mL. 10 ppm

  V1 = 10,0 mL

- Pembuatan larutan kerja profenofos 0,5 ppm

  V1.N1 = V2.N2

  V1. 10 ppm = 100 mL. 0,5 ppm

  V1 = 5,0 mL

Lampiran 3. Data hasil optimasi profenofos

a. Data optimasi potensial deposisi

Potensial deposisi (V)	Arus (µA)			Arus rata-rata (µA)	%KV
	Replikasi 1	Replikasi 2	Replikasi 3		
-0,4	11,74	12,01	12,21	35,96	1,97
-0,3	12,37	11,99	12,19	36,55	1,56
-0,2	12,51	12,57	12,64	37,72	0,52
-0,1	12,62	12,63	12,64	37,89	0,08
0	12,69	12,7	12,75	38,14	0,25
0,1	12,72	12,77	12,85	38,34	0,51
0,2	12,77	12,86	12,88	38,51	0,46
0,3	12,84	12,85	12,95	38,64	0,47
0,4	12,85	12,95	12,98	38,78	0,53

b. Data optimasi pH larutan

pH	Arus (µA)			Arus rata-rata (µA)	%KV
	Replikasi 1	Replikasi 2	Replikasi 3		
3,5	2,11	2,38	2,42	2,30	7,34
4	5,30	5,44	5,47	5,40	1,68
5	10,74	10,98	11,11	10,94	1,88
6	5,43	5,32	6,38	5,71	10,21
7	4,23	5,62	4,96	4,94	14,07
8	3,89	3,08	3,41	3,46	11,77

c. Data optimasi waktu deposisi

waktu deposisi (V)	Arus (µA)			Arus rata-rata (µA)	%KV
	Replikasi 1	Replikasi 2	Replikasi 3		
30	6,42	7,17	7,71	7,10	9,12
60	10,09	10,38	10,61	10,36	2,52
90	10,52	10,67	10,80	10,66	4,27
120	10,92	11,09	11,24	11,08	1,45
150	11,34	11,45	11,58	11,45	1,05
180	11,68	11,79	11,88	11,78	0,85
210	11,93	11,99	12,06	11,99	0,54

Lampiran 4 Analisis data dan validitas metode

A. Linieritas

Persamaan kurva standar asam urat : y = 2,46x + 2,056

r^2 = 0,9974

r = 0,9987

Nilai t_{tabel} = t (3;0,05) = 3,182

Nilai $t_{hitung} = \frac{|r|\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{1-r^2}}$

$= \frac{|0,9987|\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{1-0,9974}}$

$= \frac{2,9961}{0,0509}$

= 58,862

Karena t_{hitung} = 58,862 lebih besar dari t_{tabel} = 3,182 maka diperoleh kesimpulan bahwa terdapat hubungan linier antara konsentrasi dan arus profenofos.

B. Presisi (ketelitian)

- Perhitungan KV untuk larutan standar 0,1 ppb

Replikasi (n)	x (μA)	(x - $\bar{x}$)	(x - $\bar{x}$)^2
1	2,27	-0,04	0,0016
2	2,26	-0,04	0,0016
3	2,40	0,09	0,0081
$\bar{\bar{x}} = \frac{6,93}{3}$ = 2,31		$\sum$ (x - $\bar{x}$)^2 = 0,0113	

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0{,}0113}{2}}$$

$$= \sqrt{0{,}00565}$$

$$= 0{,}07516$$

$$\% \text{ KV} = \frac{SD}{\bar{X}} \text{ x } 100\ \%$$

$$= \frac{0{,}07516}{2{,}31} \text{ x } 100\ \%$$

$$= 3{,}26\ \%$$

Perhitungan KV untuk larutan standar 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ppb menggunakan perhitungan yang sama

C. Sensitivitas

Persamaan kurva standar profenofos : $y = 2,46x + 2,056$

Sehingga diketahui nilai *slope* yaitu 2,056

Luas permukaan elektroda pasta karbon mempunyai lingkaran dengan diameter 2 mm, sehingga :

Luas permukaan elektroda = $^1/_4 \times \pi \times d^2$

$= ^1/_4 \times 3,14 \times 2^2$

$= 3,14\ mm^2 = 0,0314\ cm^2$

Jadi, sensitivitas yang diperoleh = slope / Luas permukaan elektroda

$= 2,056 / 0,0314$

$= 65,48\ \mu A/ppb.cm^2$

D. Limit deteksi

Persamaan kurva standar profenofos : y = 2,46x + 2,056

No.	Konsentrasi Standar Profenofos (ppb)	Arus rata-rata pengukuran (y_i)	($\hat{y}$ i)	(y_i - $\hat{y}$)	(y_i - $\hat{y}$)
1.	0,1	2,31	2,302	0,008	0,000064
2.	0,2	2,53	2,548	-0,018	0,000324
3.	0,3	2,79	2,794	-0,004	0,000016
4.	0,4	3,07	3,04	0,03	0,0009
5.	0,5	3,27	3,286	-0,016	0,000256
$\sum (y_i - \hat{y})^2 = 0,00156$					

Profenofos 0,1 ppb

$\hat{y}$ = a + bx

= 2,056 + 2,46x

= 2,056 + 2,46 (0,1)

= 2,302

Profenofos 0,2 ppb

$\hat{y}$ = a + bx

= 2,056 + 2,46x

= 2,056 + 2,46 (0,2)

= 2,548

Profenofos 0,3 ppb

$\hat{y}$ = a + bx

= 2,056 + 2,46x

= 2,056 + 2,46 (0,3)

= 2,794

Profenofos 0,4 ppb

$\hat{y}$ = a + bx

= 2,056 + 2,46x

= 2,056 + 2,46 (0,4)

= 3,04

Profenofos 0,5 ppb

$\hat{y}$ = a + bx

= 2,056 + 2,46x

= 2,056 + 2,46 (0,5)

= 3,286

$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma(y_i - \hat{y})^2}{n-2}}$

$= \sqrt{\frac{0,00156}{3}}$

= 0,0228

$Y_{LOD} = y_b + 3sb$

= 2,056 + 3 (0,0228)

= 2,1244

Y_{LOD} = 2,46x + 2,056

2,1244 = 2,46x + 2,056

2,46x = 2,1244 – 2,056

x = 0,028 ppb

LOD = 0,028 ppb

LOQ = $\frac{10}{3} x\ LOD$

= $\frac{10}{3} x\ 0{,}028$

= 0,093 ppb

Maka limit deteksi metode voltammetri lucutan dengan elektroda pasta karbon untuk mengukur profenofos adalah 0,028 ppb dan LOQ adalah 0,093 ppb.

E. Akurasi

R = $\frac{C_{sp}}{K_s}$ x 100%

Profenofos 0,1 ppb

Arus rata-rata = 2,31

y = 2,46x + 2,056

2,31 = 2,46x + 2,056

2,46x = 2,31 – 2,056

x = 0,1032

R = $\frac{C_{sp}}{K_s}$ x 100%

R = $\frac{0{,}1032}{0{,}1} x\ 100\ \%$

R = 103,25 %

Profenofos 0,2 ppb

Arus rata-rata = 2,53

y = 2,46x + 2,056

2,53 = 2,46x + 2,056

2,46x = 2,53 – 2,056

x = 0,1927

$R = \frac{C_{sp}}{K_s} \times 100\%$

$R = \frac{0,1927}{0,2} \; x \; 100\ \%$

R = 96,34 %

Profenofos 0,3 ppb

Arus rata-rata = 2,79

y = 2,46x + 2,056

2,79 = 2,46x + 2,056

2,46x = 2,79 – 2,056

x = 0,2984

$R = \frac{C_{sp}}{K_s} \times 100\%$

$R = \frac{0,2984}{0,3} \; x \; 100\ \%$

R = 99,46 %

Profenofos 0,4 ppb

Arus rata-rata = 3,07

y = 2,46x + 2,056

3,07 = 2,46x + 2,056

2,46x = 3,07 – 2,056

x = 0,4122

$R = \frac{C_{sp}}{K_s} \times 100\%$

$R = \frac{0,4122}{0,4} \times 100\ \%$

R = 103,05 %

Profenofos 0,5 ppb

Arus rata-rata = 3,27

y = 2,46x + 2,056

3,27 = 2,46x + 2,056

2,46x = 3,27 – 2,056

x = 0,4935

$R = \frac{C_{sp}}{K_s} \times 100\%$

$R = \frac{0,4935}{0,5} \times 100\ \%$

R = 98,67 %

F. Recovery

Konsentrasi profenofos 0,1 ppb	**Konsentrasi profenofos 0,3 ppb**	**Konsentrasi profenofos 0,5 ppb**
Y = 2,46x + 2,056 2,25 = 2,46x +2,056 x = 0,0788 ppb	Y = 2,46x + 2,056 2,70 = 2,46x +2,056 x = 0,2618 ppb	Y = 2,46x + 2,056 3,21 = 2,46x +2,056 x = 0,4691 ppb
$R = \frac{C_{sp}}{K_s}$ x 100% $x = \frac{0,0788}{0,1}$ x 100% = 78,86%	$R = \frac{C_{sp}}{K_s}$ x 100% $x = \frac{0,2618}{0,3}$ x 100% = 87,26%	$R = \frac{C_{sp}}{K_s}$ x 100% $x = \frac{0,4691}{0,5}$ x 100% = 93,82%

- **Perhitungan konsentrasi dengan teknik kurva baku**

  Y = 2,46x + 2,056

  2,15 = 2,46x + 2,056

  $x = \frac{0,094}{2,46}$ = 0,0382 ppb

Jadi konsentarsi profenofos dalam sampel tanah dengan menggunakan teknik kurva standar adalah 0,0382 ppb.

- **Perhitungan konsentrasi dalam sampel (1 gram)**

  Sampel yang digunakan 1 gram, perhitungan konsentrasi yang diperoleh pada kurva baku adalah 0,0382 ppb. Maka 0,0382 ppb = 0,0382 µg/L karena dilarutkan dalam 100 mL, 0,00038/100 mL = 0,00038 µg/g.

Sedangkan *recovery* yang didapat adalah sebagai berikut : R = $\frac{100}{78,86} X\ 0,00038 \mu g/g = 0,00048$ µg/g = 0,048 ppb.

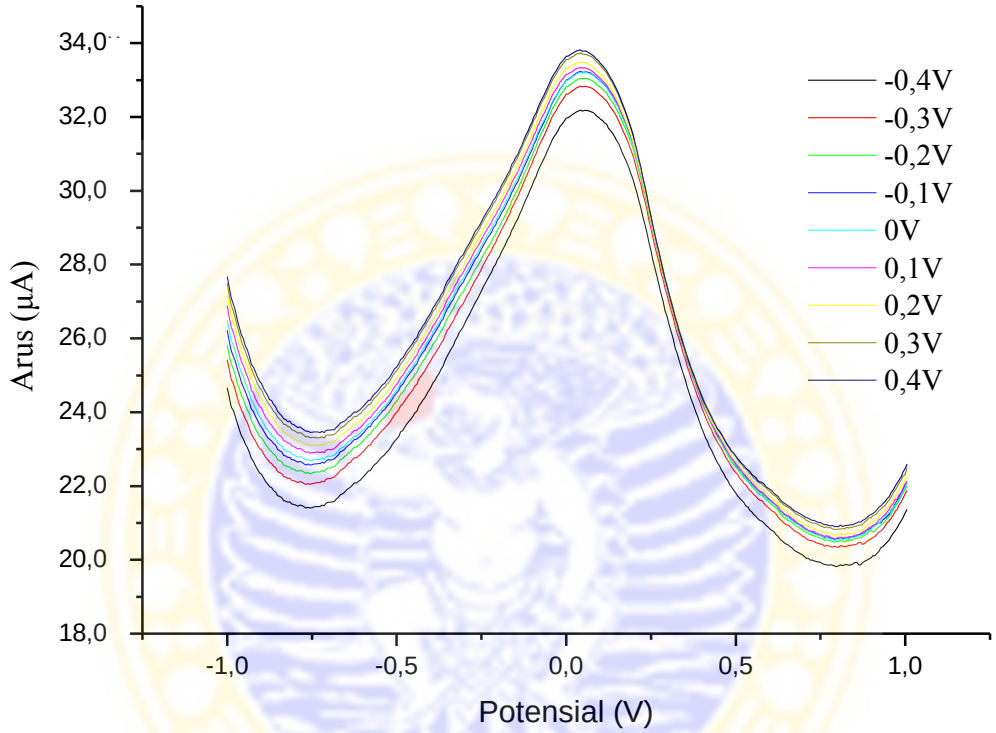
- **Perhitungan konsentrasi dengan teknik adisi standar**
- Y = 2,4x + 2

  Diumpamakan y = 0

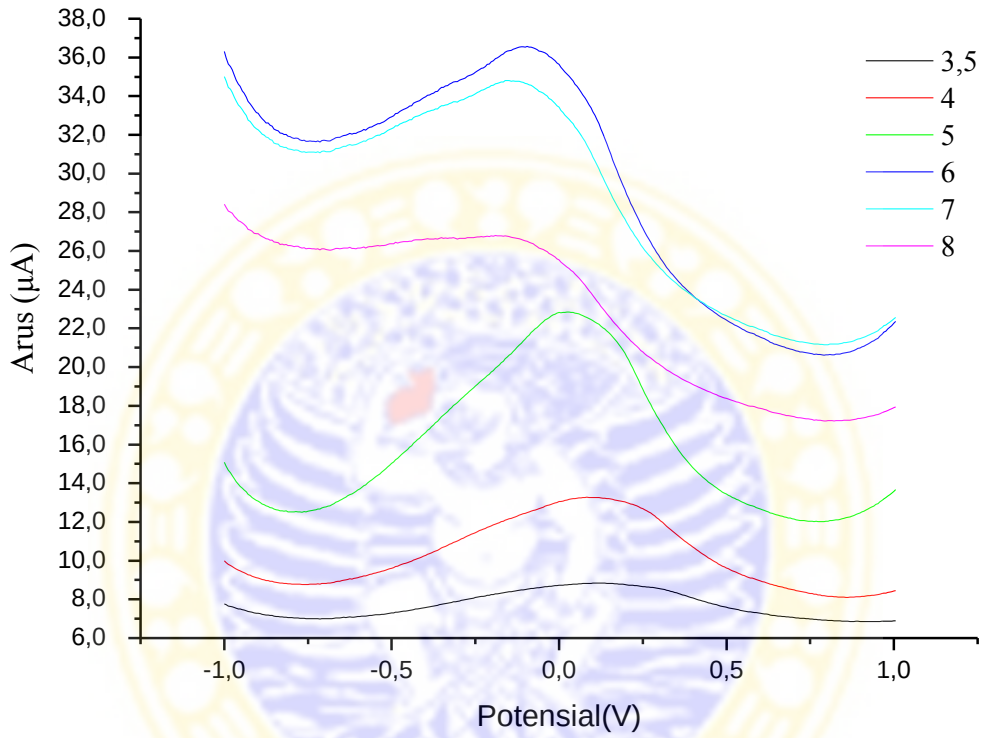
  0 = 2,4x +2

  $x = \frac{2}{2,4}$ = 0,83 ppb

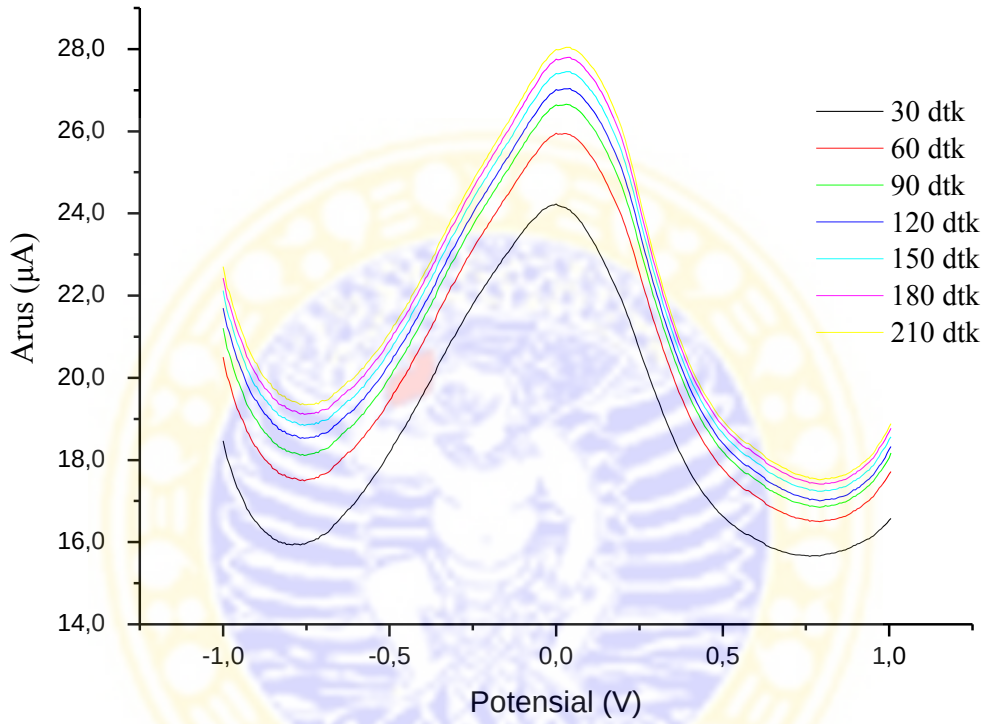
Lampiran 5. Voltamogram hasil optimasi potensial deposisi profenofos 10 ppb.



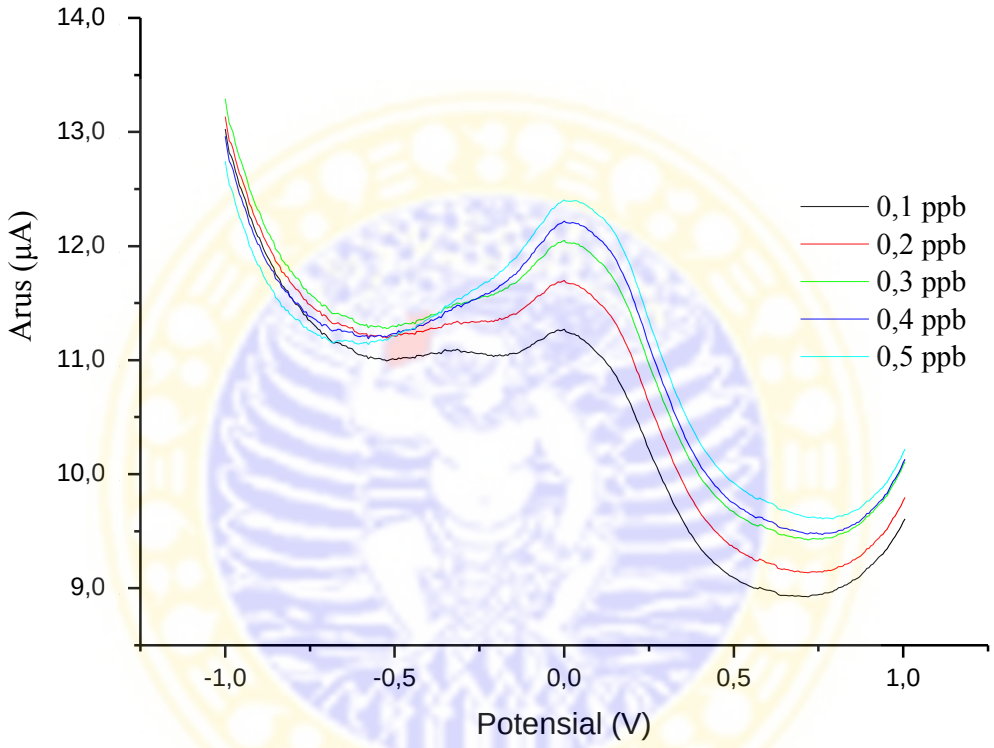
Lampiran 6. Voltamogram hasil optimasi pH larutan profenofos 10 ppb.



Lampiran 7. Voltamogram hasil optimasi waktu deposisi propenofos 10 ppb.



Lampiran 8. Voltamogram hasil analisis kurva standar profenofos



Lampiran 9. Voltamogram hasil analisis sampel secara kurva standar dan adisi standar