



UNIVERSITAS INDONESIA

**Modifikasi *Glassy Carbon* Dengan Nanopartikel Emas Sebagai
Sensor Oksigen Dan Studi Pendahuluan Untuk Pengukuran BOD**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**FAIZA MARYANI
0606069003**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Faiza Maryani

NPM : 0606069003

Tanda Tangan :

Tanggal :

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Faiza Maryani
NPM : 0606069003
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Modifikasi Elektroda *Glassy Carbon* Dengan Nanopartikel Emas Sebagai Sensor Oksigen Dan Studi Pendahuluan Untuk Pengukuran BOD

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Ivandini Tribidasari. A (.....)
Pembimbing II : Dr. Endang Saepudin (.....)
Penguji : Dr. Yoki Yulizar (.....)
Penguji : Dr. Widayanti Wibowo (.....)
Penguji : Dr. Riwandi Sihombing (.....)

Ditetapkan di :
Tanggal :

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi yang berjudul “Modifikasi *Glassy Carbon* Dengan Nanopartikel Emas Sebagai Sensor Oksigen Dan Studi Pendahuluan Untuk Pengukuran BOD” ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sience Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Dalam penulisan skripsi ini begitu banyak bantuan yang diberikan. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada ibu, ayah, dan kedua adikku yang selalu memberikan dukungan, perhatian, semangat, dan kesabaran kepadaku. Kalian semua sangat berharga dan berarti untukku.

Penulis pun ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Ivandini Tribidasari A. selaku pembimbing I dan Bapak Dr. Endang Saefudin selaku pembimbing II yang dengan sabar membimbing dan memberikan masukan, saran, arahan, serta diskusi yang sangat berarti bagi penulis selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini. Juga mohon dimaafkan bila selama ini ada yang tidak berkenan di hati.
2. Bapak Ismunaryo, M.phil selaku pembimbing akademis yang memberikan saran kepada penulis.
3. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku ketua Departemen Kimia.
4. Ibu Dr.rer.nat. Widajanti Wibowo selaku ketua KBI Kimia Fisik, Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si selaku koordinator penelitian, Ibu Dra. Susilawati Hs., M.Si selaku manajer laboratorium penelitian, Ibu Ir. Widyastuti Samadi, M.Si selaku koordinator pendidikan, dan Bapak Drs. Sunardi selaku manajer instrumentasi.
5. Bapak dan Ibu Dosen yang telah memberikan wawasan dan ilmu pengetahuan kepada penulis.

6. Bapak Hedi, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Emma dan Mba Tri yang telah membantu dalam peminjaman alat dan penyediaan bahan.
7. Bapak Marji, Mas Edi, Bapak Trisno, Bapak Amin, Bapak Kiri, serta seluruh karyawan dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI. Terima kasih atas bantuannya selama ini.
8. Teman-teman entisi: Annisa, Nissia, Novi, Feri, Putu, Ayu, Mima, Reka, Kartika, Raima, Narita, dkk. Terimakasih atas persahabatannya yang sangat menghibur. *Friends never end.*
9. Teman-teman seperjuangan lantai 3 dan 4, Kak Iren, Kak Golda, Kak Agung, Kak Trijan, Kak Alex, Kak Meta, Kak Geraldine, Kak Feri, Tantry, Indra, Hogan, Rindu, Winda, Stefani, Britsanti, Atyka, Vania Retnoningrum, Vania Viandra, serta teman-teman 2006 lainnya yang tidak dapat disebutkan satu persatu. Terima kasih atas kebersamaannya selama ini.
10. *And the last but not least for my old friends:* Dita, Berti, dan Sefti atas persahabatannya yang indah selama 8 tahun ini. Semoga persahabatan kita dapat bertahan selamanya.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2010

**LEMBAR PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Faiza Maryani
NPM : 0606069003
Program Studi : Kimia Fisik
Departemen : Kimia
Fakultas : MIPA
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :
Modifikasi *Glassy Carbon* Dengan Nanopartikel Emas Sebagai Sensor Oksigen Dan Studi Pendahuluan Untuk Pengukuran BOD

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juli 2010
Yang menyatakan

(.....)

ABSTRAK

Nama : Faiza Maryani
Program Studi : Kimia
Judul : Modifikasi Elektroda *Glassy Carbon* Dengan Nanopartikel Emas Sebagai Sensor Oksigen Dan Studi Pendahuluan Untuk Pengukuran BOD

Sensitivitas elektroda emas dan elektroda *glassy carbon* sebagai sensor oksigen dapat ditingkatkan melalui modifikasi nanopartikel emas pada permukaan elektroda *glassy carbon*. Modifikasi ini dapat dilakukan dengan menggunakan teknik *self assembly*. Deteksi oksigen dengan elektroda termodifikasi ini dapat digunakan untuk pengukuran nilai BOD. Sensor pengukuran BOD dianalisis sebagai sensor oksigen terlarut dalam air dengan memperhitungkan selisih dari kadar oksigen yang terlarut sebelum dikonsumsi oleh mikroorganisme, dan setelah dikonsumsi oleh mikroorganisme. Pengukuran sensor oksigen ini dilakukan dengan menggunakan *cyclic voltammetry* pada kisaran potensial -2000 mV hingga 2000 mV dan *scanrate* 100 mV/s. Puncak reduksi untuk pengukuran oksigen dengan menggunakan elektroda GC-NP Au berada pada potensial sekitar -0,538 V, sedangkan untuk elektroda GC dan Au masing-masing berada pada potensial -0,51 V dan -1,16 V. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa kemampuan pemisahan sinyal dari *background* pada elektroda GC-NP Au ($S/B=1,8994$) lebih baik dibandingkan pada elektroda GC ($S/B=1,53$) dan elektroda Au ($S/B=1,19$). Elektroda GC-NP Au sensitivitas yang lebih baik dibanding GC dan Au. Presisi pengukuran respon arus sebanyak 10 kali terhadap larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit diperoleh sebesar 19,44% (RSD) untuk Au, 11,84% untuk GC, dan 10,50% untuk GC-NP Au. Hasil pengujian elektroda GC-NP Au untuk pengukuran BOD menunjukkan perbedaan arus yang sangat signifikan pada saat adanya khamir dan saat tidak adanya khamir.

Kata Kunci : *cyclic voltammetry*, *glassy carbon*, BOD, emas, oksigen, nanopartikel emas

xii+64 halaman ; 30 gambar

Daftar Pustaka : 31 (1991-2009)

ABSTRACT

Name : Faiza Maryani
Program Study : Chemistry
Title : Modification Of Glassy Carbon Using Gold Nanoparticles And
The Preliminary Study For BOD Sensing

Sensitivity of gold electrodes and glassy carbon electrodes as oxygen sensors can be improved through modification of gold nanoparticles on glassy carbon electrode surface. This modification can be done using self assembly techniques. Detection of oxygen with this modified electrode can be used for the measurement of BOD value. Sensors that is used for the measurement of BOD value is sensor for measurement of dissolved oxygen in water by calculating the difference in the levels of dissolved oxygen before being consumed by microorganisms, and when consumed by microorganisms. Measurement of the oxygen sensor is performed using cyclic voltammetry at potential range of -2000 mV to 2000 mV and scanrate 100 mV/s. Reduction peak for oxygen measurement using GC-NP Au electrode at a potential of about -0.538 V, whereas for GC and Au electrodes each are at potential -0.51 V and -1.16 V. The measurement results show that the separation ability of the background signal on GC electrode Au-NP ($S / B = 1.8994$) better than the GC electrode ($S / B = 1.53$) and Au electrodes ($S / B = 1.19$). Sensitivity of GC-NP Au electrode is better than GC and Au. Precision measurement of the flow response to the phosphate buffer solution by flowing oxygen for two minutes was obtained for 19.44% (RSD) for Au, 11,84% for GC, and 10,50% for GC-NP Au. Test results-NP Au GC electrode for BOD measurement showed a highly significant difference in flow at the moment the absence of yeast and the present of yeast.

Key Words : cyclic voltammetry, glassy carbon, BOD, gold, oxygen, gold nanoparticles

xii+64 halaman ; 30 gambar

Daftar Pustaka : 31 (1991-2009)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN ...	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.3 Tujuan Penelitian	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Sensor kimia.....	4
2.2 Voltametri	4
2.2.1 Potensiostat.....	4
2.2.2 Siklik voltametri.....	6
2.3 Elektroda karbon.....	8
2.3.1 <i>Glassy carbon</i>	8
2.4. Emas.....	9
2.4.1 Nanopartikel emas.....	10
2.5 <i>Biological Oxygen Demand (BOD)</i>	10
2.5.1 Oksigen.....	11
2.5.2 Khamir.....	12
2.6 Instrumentasi.....	12
2.6.1 Spektrofotometer UV-Vis.....	13
2.6.2 <i>X-ray fluorescence (XRF)</i>	14
2.6.3 <i>Scanning electron microscopy (SEM)</i>	15
3. METODE PENELITIAN	17
3.1 Bahan dan peralatan.....	17
3.1.1 Bahan.....	17
3.1.2 Peralatan.....	17
3.2 Prosedur kerja.....	17
3.2.1 Pembuatan larutan.....	17
3.2.2 Pembuatan nanopartikel emas.....	18
3.2.3 Preparasi elektroda karbon.....	18
3.2.3.1 Pembersihan elektroda <i>glassy carbon</i>	18
3.2.3.2 Modifikasi elektroda <i>glassy carbon</i> dengan	

nanopartikel emas.....	18
3.2.3.2.1 Aktivasi permukaan elektroda.....	18
3.2.3.2.2 Modifikasi elektroda karbon.....	18
3.2.4 Karakterisasi elektroda modifikasi nanopartikel emas dengan SEM dan XRF.....	19
3.2.5 Aplikasi sebagai sensor oksigen.....	19
3.2.5.1 Penentuan <i>scan rate</i> optimum.....	19
3.2.5.2 Pengukuran variasi lamanya waktu aliran oksigen	19
3.2.5.3 Penentuan <i>reproducibility</i> elektroda kerja.....	20
3.2.5.4 Penentuan kestabilan elektroda <i>glassy carbon</i> termodifikasi.....	20
3.2.6 Studi pendahuluan untuk pengukuran BOD.....	20
3.2.6.1 Pengukuran oksigen terlarut tanpa adanya khamir	20
3.2.6.2 Pengukuran oksigen terlarut dengan adanya Khamir.....	20
4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1 Nanopartikel Emas.....	21
4.2 Karakterisasi larutan nanopartikel emas.....	22
4.2.1 Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible.....	22
4.3 Preparasi elektroda <i>glassy carbon</i> (GC).....	24
4.4 Modifikasi elektroda <i>glassy carbon</i> dengan nanopartikel emas..	25
4.5 Karakterisasi <i>glassy carbon</i> modifikasi emas dengan SEM dan XRF.....	26
4.5.1 Karakterisasi SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>).....	26
4.5.2 Karakterisasi X-ray <i>Flourosence</i> (XRF).....	26
4.6 Karakterisasi elektroda secara elektrokimia.....	26
4.7 Aplikasi sebagai sensor oksigen.....	32
4.7.1 Penentuan <i>scan rate</i> optimum.....	32
4.7.2 Penentuan respon arus terhadap variasi lamanya waktu aliran oksigen.....	38
4.7.3 Penentuan batas deteksi elektroda GC-NP Au, GC, dan Au.....	43
4.7.4 Penentuan <i>reproducibility</i> elektroda GC-NP Au, GC, dan Au.....	44
4.7.5 Pengujian kestabilan elektroda GC-NPAu.....	48
4.8 Studi pendahuluan BOD dengan menggunakan sel khamir.....	49
5. KESIMPULAN DAN SARAN	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	52
DAFTAR PUSTAKA	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Skema sensor kimia	4
Gambar 2.2.	Potensiostat dengan sistem tiga elektroda.....	5
Gambar 2.3.	Siklik voltamogram.....	7
Gambar 2.4.	<i>Glassy carbon</i>	8
Gambar 2.5.	Prinsip kerja XRF	14
Gambar 2.6.	Prinsip kerja SEM	16
Gambar 4.1.	Larutan HAuCl_4 dan larutan nanopartikel emas	22
Gambar 4.2.	Spektra serapan UV- <i>Vis</i> larutan nanopartikel emas pada waktu tertentu.....	23
Gambar 4.3.	Kurva kestabilan nanopartikel emas terhadap waktu.....	23
Gambar 4.4.	Kurva pergeseran panjang gelombang nanopartikel emas terhadap waktu.....	24
Gambar 4.5.	Ilustrasi proses modifikasi permukaan elektroda GC dengan nanopartikel emas.....	25
Gambar 4.6.	Ilustrasi reaksi reduksi yang terjadi pada permukaan katoda....	27
Gambar 4.7.	Siklik voltamogram GC-NP Au dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit.....	29
Gambar 4.8.	Siklik voltamogram GC dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit...	30
Gambar 4.9.	Siklik voltamogram Au dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit...	31
Gambar 4.10.	Siklik voltamogram GC-NP Au dalam buffer posfat yang dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi <i>scanrate</i>	34
Gambar 4.11.	Siklik voltamogram GC dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi <i>scanrate</i>	35
Gambar 4.12.	Siklik voltamogram Au dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi <i>scanrate</i>	36
Gambar 4.13.	Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi <i>scanrate</i> pada GC-NP Au.....	37
Gambar 4.14.	Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi <i>scanrate</i> pada GC.....	37
Gambar 4.15.	Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi <i>scanrate</i> pada Au.....	38
Gambar 4.16.	Siklik voltamogram GC-NP Au dalam berbagai variasi waktu aliran oksigen.....	39
Gambar 4.17.	Siklik voltamogram GC dalam berbagai waktu aliran oksigen.....	40
Gambar 4.18.	Siklik voltamogram Au dalam berbagai variasi waktu aliran oksigen.....	41
Gambar 4.19.	kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada	

	GC-NP Au.....	42
Gambar 4.20.	Kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada GC.....	42
Gambar 4.21.	Kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada Au.....	43
Gambar 4.22	Arus reduksi aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada GC-NP Au	45
Gambar 4.23.	Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada GC-NP Au.....	45
Gambar 4.24.	Arus reduksi aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada GC.....	46
Gambar 4.25.	Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada GC	46
Gambar 4.26.	Arus reduksi aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada Au	47
Gambar 4.27	Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada Au.....	47
Gambar 4.28	Siklik voltamogram kestabilan GC-NP Au dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit.....	48
Gambar 4.29	Plot respon arus larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit terhadap waktu pengukuran kestabilan pada Gc-NP Au.....	49
Gambar 4.30	Siklik voltamogram pada larutan uji yang menggunakan sel khamir dan tidak menggunakan sel khamir.....	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Skema kerja penelitian.....	56
Lampiran 2	Data karakterisasi larutan nanopartikel emas dengan spektrofotometer UV-Visible pada selang waktu tertentu.....	57
Lampiran 3	Data tinggi arus puncak reduksi terhadap variasi <i>scan rate</i>	57
Lampiran 4	Data tinggi arus penentuan <i>reproducibility</i> elektroda.....	58
Lampiran 5	Data tinggi arus pengujian kestabilan elektroda GC-NP Au...	59
Lampiran 6	Data tinggi arus penentuan kurva kalibrasi linier dan penentuan batas deteksi (LOD).....	60
Lampiran 7	Hasil foto SEM nanopartikel emas pada permukaan elektroda karbon.....	62
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi XRF (<i>X-ray Fluorecence</i>) nanopartikel emas pada permukaan elektroda karbon.....	63



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran air telah menjadi salah satu masalah lingkungan yang cukup mengkhawatirkan. Banyaknya bahan polutan (seperti : sampah dan limbah) yang dibuang ke badan air dapat mengganggu ekosistem air dan juga menurunkan kualitas air. Keberadaan bahan-bahan pencemar di dalam air dapat diketahui dari jumlah oksigen yang terkandung dalam badan air. Oksigen memegang peranan penting sebagai indikator kualitas perairan karena oksigen terlarut berperan dalam proses oksidasi dan reduksi bahan organik dan anorganik. Dalam kondisi aerobik, peranan oksigen adalah untuk mengoksidasi bahan organik dan anorganik menjadi nutrisi yang akan memberikan kesuburan perairan. Dalam kondisi anaerobik, oksigen yang dihasilkan akan mereduksi senyawa-senyawa kimia menjadi lebih sederhana dalam bentuk nutrisi dan gas. Oleh karena itu, peranan oksigen terlarut sangat penting untuk membantu mengurangi beban pencemaran pada perairan secara alami maupun secara perlakuan aerobik yang ditujukan untuk memurnikan air buangan industri dan rumah tangga (Salmin, 2005).

Salah satu parameter yang digunakan untuk pengukuran kualitas air, yaitu BOD (*Biological Oxygen Demand*). BOD sebagai suatu ukuran jumlah oksigen yang digunakan oleh populasi mikroba yang terkandung dalam perairan sebagai respon terhadap masuknya bahan organik yang dapat diurai (Mays, 2006). Pengukuran BOD memerlukan cukup waktu yang lama karena melibatkan mikroorganisme sebagai pengurai bahan organik dan oksidasi biokimia merupakan proses yang cukup lambat. Umumnya pengukuran BOD metode lama, menghabiskan waktu sekitar 3 sampai 5 hari. Pengukuran ini dapat dilakukan dengan lebih cepat menggunakan sensor kimia. Dalam aspek elektrokimia, sensor pengukuran BOD dapat dianalisis sebagai sensor oksigen terlarut dalam air dengan memperhitungkan selisih dari kadar oksigen yang terlarut sebelum dikonsumsi oleh bakteri, dan setelah dikonsumsi oleh bakteri.

Sensor oksigen merupakan sensor kimia yang berfungsi untuk mendeteksi jumlah oksigen yang dapat terukur dalam suatu analit. Suatu perangkat sensor mempunyai elektroda kerja yang berperan sebagai tempat terjadinya reaksi reduksi-oksidasi analit. Pada elektroda kerja ini, oksigen akan mengalami reaksi reduksi pada potensial yang negatif (Preidel, W, et al, 1994). Salah satu elektroda yang sering digunakan sebagai elektroda untuk sensor adalah elektroda karbon. Elektroda karbon mempunyai konduktivitas elektrik yang sangat baik, inert, harganya relatif murah, cukup stabil, memiliki arus background yang cukup rendah dan memiliki kisaran potensial yang lebar (Inezia, 2005). Akan tetapi, elektroda karbon mempunyai cukup keterbatasan dalam hal mendeteksi adanya oksigen. Oleh karena itu, untuk meningkatkan sensitivitas elektroda karbon diperlukan modifikasi permukaan.

Modifikasi permukaan elektroda karbon ini dapat dilakukan dengan menggunakan nanopartikel logam. Nanopartikel logam mempunyai sifat-sifat yang lebih unggul dari material bulknya, diantaranya memiliki luas permukaan yang baik dan mempunyai konduktivitas listrik yang baik. Modifikasi nanopartikel emas pada permukaan elektroda karbon dapat dilakukan dengan teknik *self assembly*. Melalui teknik ini, diharapkan afinitas permukaan elektroda karbon terhadap nanopartikel logam akan meningkat karena adanya ikatan kovalen antara nanopartikel logam dengan permukaan elektroda, dengan demikian kestabilannya pun akan ikut meningkat (Tribidasari A, 2008).

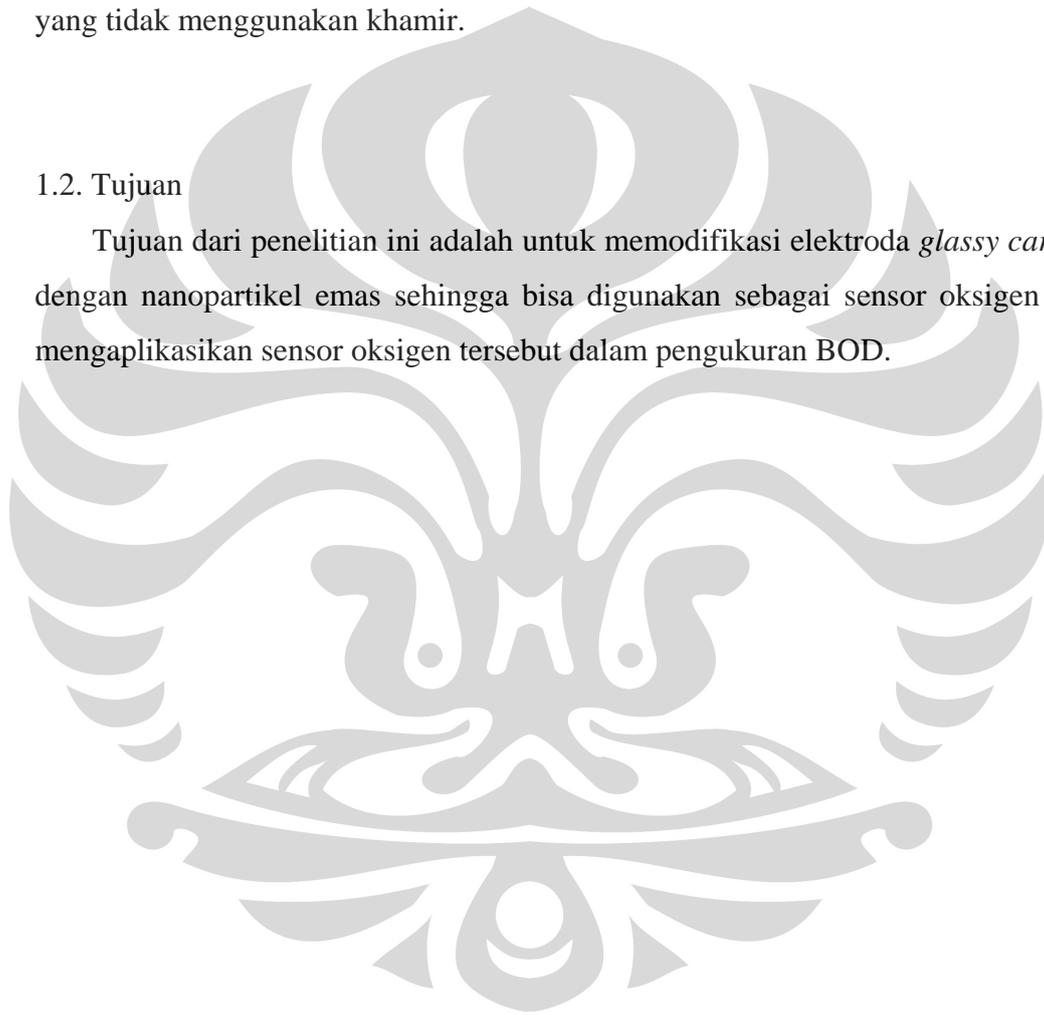
Elektroda karbon yang sudah termodifikasi dapat digunakan sebagai elektroda kerja dalam sel voltametri untuk mendeteksi analit tertentu. Pengukuran dengan menggunakan sel voltametri ini dapat dilakukan melalui metode voltametri, salah satunya siklik voltametri. Siklik voltametri sering digunakan dalam elektroanalisa karena dapat memberikan informasi penting dengan cepat pada termodinamika proses reduksi/oksidasi dan kinetik reaksi transfer elektron heterogen, serta pada reaksi-reaksi kimia berpasangan atau proses adsorpsi. Siklik voltametri dapat memberikan suatu lokasi potensial reduksi/oksidasi dari spesies elektroaktif dan pengujian yang tepat dari efek media terhadap proses reduksi/oksidasi (Harvey, 2000). Dalam siklik voltametri, arus dapat diukur

selama *scanning* (penyapuan) dari potensial awal ke potensial akhir dan kembali lagi ke potensial awal sehingga arus katodik dan arus katodik dapat terukur.

Pada penelitian ini dilakukan modifikasi elektroda *glassy karbon* dengan nanopartikel emas menggunakan teknik *self assembly* untuk mendeteksi keberadaan oksigen dengan metode siklik voltametri. Selain itu, juga dilakukan studi pendahuluan untuk pengukuran BOD dengan memperhitungkan selisih pengukuran sensor oksigen yang menggunakan khamir dengan sensor oksigen yang tidak menggunakan khamir.

1.2. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memodifikasi elektroda *glassy carbon* dengan nanopartikel emas sehingga bisa digunakan sebagai sensor oksigen dan mengaplikasikan sensor oksigen tersebut dalam pengukuran BOD.

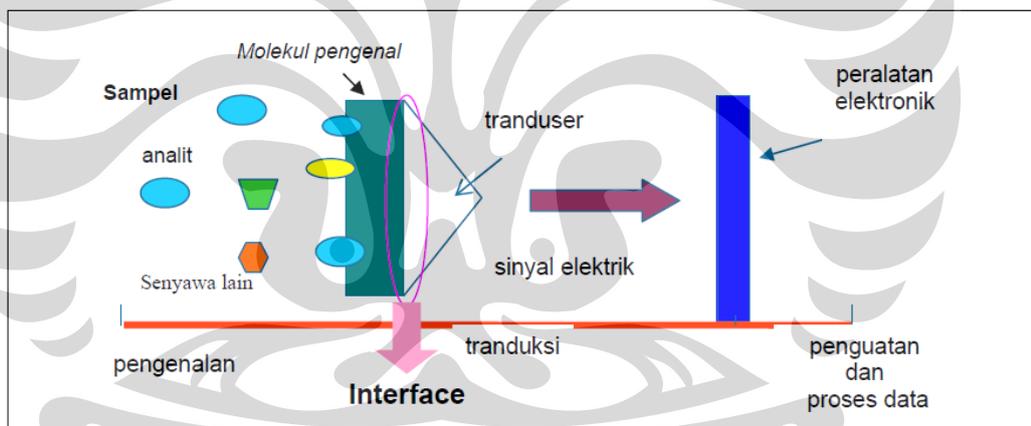


BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Sensor kimia

Sensor kimia adalah sebuah alat yang mengubah informasi kimia, mulai dari konsentrasi komponen sampel tertentu terhadap komposisi total analisis, menjadi sinyal analitik yang berguna (IUPAC, 1991). Di dalam sensor kimia terdapat *transducer* (pengubah sinyal) yang dapat mengubah suatu respon menjadi sinyal analitik sehingga dapat menghasilkan data untuk mengidentifikasi jenis dan jumlah analit yang ada. Secara umum, gambaran mengenai sensor kimia bisa dilihat pada gambar 2.1 berikut ini:



Gambar 2.1 Sensor Kimia

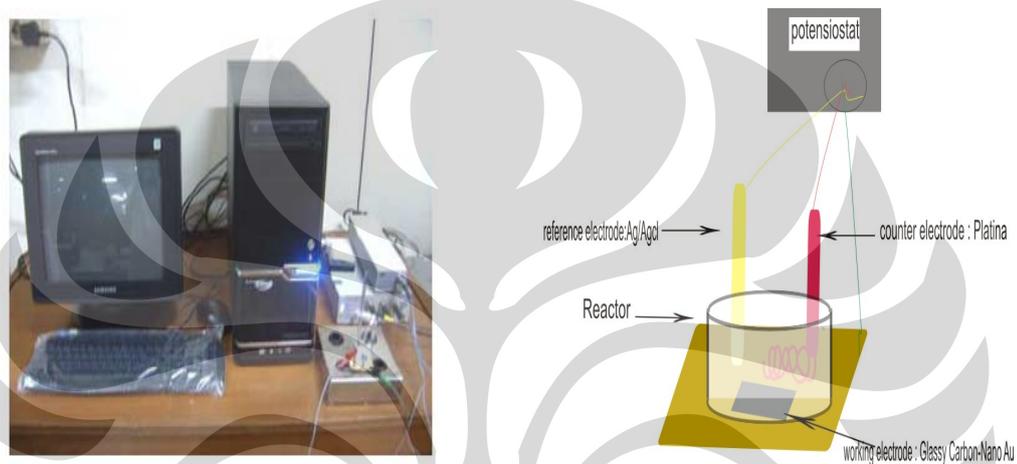
[Sumber: Wibowo, 2007]

2.2 Voltametri

2.2.1 Potensiostat

Pengukuran metode voltametri dilakukan dengan menggunakan potensiostat. Potensiostat ini mempunyai sistem tiga elektroda, yaitu elektroda

pembanding, elektroda pendukung, dan elektroda kerja. Masing-masing elektroda tersebut mempunyai fungsi yang berbeda sehingga dapat digunakan dalam pengukuran sampel. Ketiga jenis elektroda tersebut akan dihubungkan langsung dengan larutan sampel dan terhubung dengan potensiostat sehingga menghasilkan *out put* berupa data elektrik. Secara umum, gambaran rangkaian potensiostat dengan sistem tiga elektroda dapat dilihat pada gambar 2.2 berikut :



Gambar 2.2 Potensiostat (a) dengan sistem tiga elektroda (b)

Elektroda pembanding (*reference electrode*) merupakan elektroda yang mempunyai potensial tetap sehingga bisa digunakan sebagai titik referensi untuk pengukuran perbedaan potensial terhadap elektroda kerja. Elektroda pembanding yang ideal mempunyai karakteristik antara lain: reversible dan memenuhi persamaan Nernst, menunjukkan potensial yang tetap dari waktu ke waktu, besarnya potensial tidak berubah secara signifikan dengan adanya perubahan temperatur, mudah dibuat dan digunakan. Elektroda pembanding yang biasa digunakan adalah elektroda kalomel dan Ag/AgCl. Elektroda Ag/AgCl banyak digunakan karena mudah didapat, mempunyai kepekaan terhadap ion klorida.. Elektroda Ag/AgCl ini terdiri dari kawat Ag yang dilapisi dengan AgCl dan ditempatkan dalam larutan KCl (Bott, 1995).

Elektroda pendukung (*counter electrode*) adalah elektroda yang berperan sebagai sumber atau tempat masuknya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Elektroda pendukung yang biasa digunakan adalah platina (Pt) yang dapat berupa kawat lurus, kawat spiral, atau cakram (*disk*). Zat lain yang bersifat inert seperti karbon grafit pun dapat juga digunakan sebagai elektroda pendukung (Aurelia, 2005).

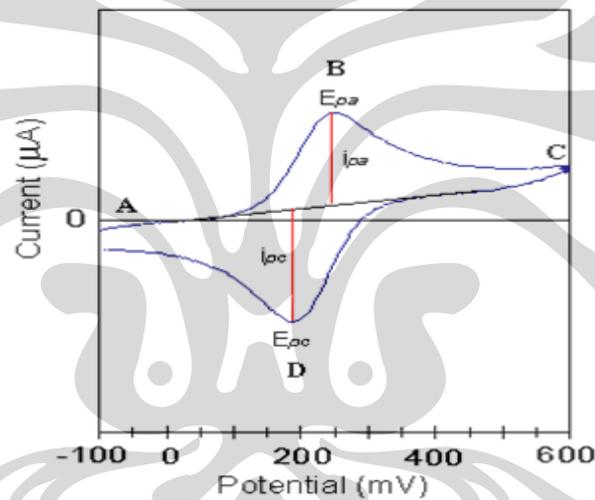
Elektroda kerja (*working electrode*) adalah elektroda tempat reaksi reduksi-oksidasi analit berlangsung. Elektroda kerja mempunyai potensial yang bervariasi terhadap konsentrasi (aktivitas) analit yang diukur. Elektroda kerja harus mempunyai sensitivitas yang baik terhadap konsentrasi analit. Elektroda ini umumnya terbuat dari logam, bahan semikonduktor, dan juga karbon. Elektroda logam yang sering digunakan adalah platina (Pt), emas (Au), dan perak (Ag). Sedangkan elektroda semikonduktor yang umum digunakan adalah Silikon (Si) dan Galium (Ga). Untuk elektroda karbon terdapat beberapa jenis, yaitu pasta, *glassy carbon*, dan juga *pyrolytic graphite* (Aurelia, 2005).

Selain elektroda, elektrolit juga mempunyai peran yang penting dalam sel elektrokimia. Pergerakan ion-ion elektrolit di dalam sel elektrokimia menyebabkan terjadinya transfer muatan. Oleh karena itu, larutan elektrolit dapat digunakan untuk menghantarkan arus listrik tanpa mengganggu reaksi kimia yang terjadi. Daya hantar (konduktivitas) dari elektrolit dapat ditingkatkan dengan menambahkan suatu elektrolit pendukung seperti larutan garam, asam, atau basa. Elektrolit dapat berupa larutan, garam, atau padatan konduktor seperti natrium- β -alumina yang memiliki ion natrium yang dapat bergerak (Pramasasti, 2007).

2.2.2 Siklik Voltametri

Voltametri siklik merupakan salah satu teknik voltametri yang paling banyak digunakan untuk memperoleh informasi kuantitatif tentang reaksi elektrokimia. Pada metode ini akan diamati perubahan arus dan

potensial. Potensial divariasikan secara sistematis sehingga zat kimia tersebut mengalami oksidasi dan reduksi di permukaan elektroda. Arus diukur selama *scanning* (penyapuan) dari potensial awal ke potensial akhir dan kemudian kembali ke potensial awal lagi. Dengan demikian, arus katodik dan arus anodik dapat terukur. Arus katodik terukur pada saat scanning dari potensial yang besar ke potensial yang kecil, dan sebaliknya. Pada katoda akan terjadi reaksi reduksi dan pada anoda terjadi reaksi oksidasi. Plot arus dan potensial yang dihasilkan dari hasil pengukuran tersebut disebut voltamogram siklik (*Experiment, n.d*). Contoh voltamogram siklik bisa dilihat pada gambar 2.3 berikut:



Gambar 2.3 Siklik voltamogram

[Sumber: http://www.basinc.com/mans/EC_epsilon/Techniques/CycVolt/cv.html]

Keterangan:

E_{pa} = Potensial pada saat terbentuknya *peak anodic*

E_{pc} = Potensial pada saat terbentuknya *peak cathodic*

I_{pa} = Arus pada saat terbentuknya *peak anodic*

I_{pc} = Arus pada saat terbentuknya *peak cathodic*

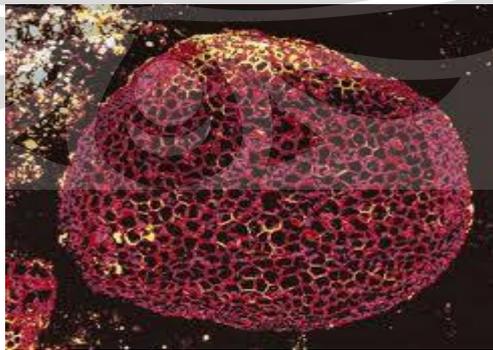
2.3 Elektroda karbon

Karbon merupakan salah satu material yang dapat digunakan sebagai elektroda kerja dalam bidang elektroanalisis. Hal ini dikarenakan elektroda karbon mempunyai kisaran potensial yang cukup lebar, konduktivitas listriknya baik, inert secara kimia, mudah diperoleh, harganya relatif murah, dan dapat digunakan sebagai aplikasi sensor (Tri A, 2006).

Di dalam penggunaannya sebagai elektroda kerja, elektroda karbon membutuhkan perlakuan awal tertentu untuk meningkatkan *reproducibility* dari permukaan elektrode sehingga dapat memberikan respon yang cukup baik terhadap analit yang akan diukur. Peningkatan *reproducibility* pada permukaan elektroda karbon dapat dilakukan secara mekanik (melalui polishing dengan bahan yang *abrasive*, seperti *alumina slurry* dan secara fisika (melalui sonikasi) (Wijaya, 2008).

2.3.1 Glassy carbon

Glassy carbon atau kaca karbon mempunyai bentuk fisik seperti kaca hitam yang mudah pecah. *Glassy carbon* mempunyai struktur *amorf*, mempunyai pori-pori yang berdekatan dalam ukuran yang kecil, bersifat inert, dan mempunyai kemurnian yang tinggi. Struktur *amorf glassy carbon* digambarkan dalam gambar 2.4 berikut:



Gambar 2.4 *Glassy carbon*

[sumber: www.sciencedaily.com/releases/2007/09/070924172959.htm]

Glassy carbon sangat populer digunakan sebagai elektroda kerja karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan konduktivitas termal yang sangat baik, memiliki kisaran potensial yang lebar, inert secara kimia (tahan terhadap pelarut), dan relatif mudah diperoleh. Sifat elektrik yang dimiliki oleh *glassy carbon* disebabkan oleh hibridisasinya yang sama dengan grafit (hibridisasi sp^2) sehingga dapat menghantarkan arus listrik (Tri A, 2006).

Sebelum digunakan sebagai elektroda kerja, perlu dilakukan *polishing* pada permukaan *glassy carbon*. *Polishing* ini dilakukan untuk membersihkan permukaan *glassy carbon* sehingga terlihat mirip seperti kaca. *Polishing* dapat dilakukan dengan menggunakan bahan yang bersifat *abrasive* (seperti alpha alumina). Setelah dibersihkan secara mekanik, kemudian *glassy carbon* dibersihkan secara fisika dengan sonikasi menggunakan propanol dan akuademin untuk membersihkan kotoran yang terperangkap pada pori-pori *glassy carbon*.

Permukaan elektroda *glassy carbon* mempunyai kemampuan untuk dimodifikasi baik secara biologis (elektroda dilapisi dengan membran yang mengandung molekul tertentu seperti enzim) dan secara kimia (seperti modifikasi permukaan *glassy carbon* dengan nanopartikel logam). Modifikasi secara kimia dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu modifikasi secara keseluruhan (*bulk modified electrode*) dan modifikasi pada permukaannya (*surface modified electrode*) (Tri A, 2006).

2.4 Emas

Emas merupakan sebuah logam transisi yang mengkilap, bersifat lunak, tidak bereaksi dengan sebagian besar zat kimia (kecuali klorin, fluorin, dan aqua regia), tahan terhadap oksidasi permukaan, dan mempunyai konduktivitas listrik yang baik. Emas melebur dalam bentuk cair pada suhu sekitar 1000°C . Dalam table periodik, emas memiliki nomor atom 79 dengan symbol Au (Aurum). Emas mempunyai konfigurasi electron: $[\text{Xe}]4f^{14}5d^{10}6s^1$. Dalam bentuk bulknya, emas memiliki karakteristik berwarna kuning. Warna yang timbul ini adalah hasil

frekuensi pita plasmon emas yang terletak di jangkauan daerah tampak (*visible*) yang memantulkan cahaya merah dan kuning, serta menyerap cahaya biru (Wolfbeis, 2008).

2.4.1 Nanopartikel emas

Nanopartikel merupakan partikel padat dalam daerah skala 1-100 nm yang dapat berupa nonkristal, agregat kristal, atau kristal tunggal. Ukuran nanopartikel yang lebih kecil dari material bulknya menyebabkan nanopartikel mempunyai luas permukaan yang lebih besar dibanding material bulknya. Selain itu, reduksi ukuran partikel emas juga dapat menyebabkan perbedaan titik leleh, sifat optis, warna, reaktifitas permukaan, sifat magnet, konduktivitas, dan panas spesifik dari material bulknya (Yulizar, 2004).

Pada proses pembuatannya, pengontrolan ukuran, bentuk, pertumbuhan, dan keseragaman dari nanopartikel perlu dilakukan. Dengan adanya pengontrolan tersebut, diharapkan nanopartikel yang terbentuk tidak mengalami aglomerasi, dan mempunyai ukuran serta bentuk yang seragam. Dalam sintesis nanopartikel, pengontrolan dapat dilakukan secara kimia yaitu dengan cara menambahkan zat penstabil yang dapat mencegah agregasi dan pertumbuhan partikel yang tidak terkontrol akibat energi permukaan dari nanopartikel yang besar. Adapun faktor-faktor yang mempengaruhi hasil sintesis nanopartikel yang diperoleh, diantaranya jenis zat penstabil yang digunakan, pH larutan, lamanya perlakuan panas, dan konsentrasi reaktan. Hasil sintesis nanopartikel emas mempunyai warna yang bervariasi dari merah ke ungu tergantung pada ukuran partikelnya. Warna-warna yang timbul merupakan hasil frekuensi pita plasmon yang berada pada daerah *visible* yang menyerap warna biru dan memantulkan warna merah (Winter, 2007).

2. 5 *Biochemical Oxygen Demand* (BOD)

Biochemical oxygen demand (BOD) atau kebutuhan oksigen biologi dapat digunakan sebagai parameter kualitas air. *Biochemical oxygen demand* (BOD) didefinisikan sebagai banyaknya oksigen yang diperlukan oleh organisme pada

Universitas Indonesia

saat pemecahan bahan organik, pada kondisi aerobik. Air yang tercemar akan mempunyai nilai BOD yang besar. Nilai BOD yang semakin besar menunjukkan semakin banyak oksigen yang diperlukan oleh mikroorganisme atau dengan kata lain zat organik yang terkandung dalam sampel semakin banyak jumlahnya (*Biological*, 2010).

Pengukuran nilai BOD secara konvensional dapat dilakukan dengan cara mengukur selisih oksigen yang terlarut dalam sampel sebelum diinkubasi dan setelah diinkubasi. Proses inkubasi ini dilakukan pada suhu 20°C selama 5 hari (pada saat pertumbuhan mikroorganisme di dalam air dianggap mencapai konstan). Selama pengukuran BOD, sampel yang diperiksa harus bebas dari udara luar untuk mencegah kontaminasi dari oksigen yang ada di udara bebas (Hariyadi, 2004).

2.5.1 Oksigen

Oksigen adalah unsur kimia dalam sistem tabel periodik yang menempati golongan VI A dan periode 2 serta mempunyai konfigurasi elektron $1s^2 2s^2 2p^4$. Oksigen mempunyai lambang O dan nomor atom 8. Oksigen merupakan unsur kimia paling melimpah ketiga di alam semesta, setelah hidrogen dan helium. Oksigen dapat dengan mudah bereaksi dengan hampir semua unsur lainnya (utamanya menjadi oksida). Pada tekanan dan temperatur standar, dua unsur oksigen berikatan membentuk senyawa gas diatomik O_2 yang tidak berasa, tidak berbau, dan tidak berwarna. Gas oksigen diatomik mengisi 20,9% volume atmosfer bumi (*Oxygen*, 2010). Adanya oksigen di atmosfer bumi merupakan akibat dari siklus oksigen. Faktor utama yang mendorong siklus oksigen ini adalah fotosintesis.

Oksigen mempunyai kemampuan larut dalam air. Seberapa banyak oksigen yang terlarut dalam air sangat tergantung pada tekanan yang terdapat pada air. Semakin besar tekanan gas oksigen terhadap permukaan air semakin besar oksigen dapat larut dalam air. Selain itu, jumlah mineral dan suhu yang terdapat dalam air turut menentukan jumlah oksigen yang dapat larut dalam air. Semakin besar jumlah mineral dalam air, semakin kecil oksigen yang dapat

larut kedalam air. Semakin meningkat suhu air maka semakin menurun kadar oksigen yang dapat larut ke dalam air (*Teknologi*, 2009).

2.5.2 Khamir

Khamir merupakan bentuk pertumbuhan dari mikroorganisme eukarotik yang berada dalam kingdom fungi. Khamir tergolong kelas ascomycetes karena membentuk askospora (spora bersel satu). Secara aseksual, genus khamir memperbanyak diri melalui pembelahan biner melintang dan bertunas. Khamir merupakan golongan fungi yang merupakan fakultatif anaerob atau dapat hidup dalam kondisi anaerob. Khamir ini bersel satu, kebanyakan berbentuk oval dan bereproduksi secara aseksual.

Khamir (*yeast*) dapat dibedakan atas dua kelompok berdasarkan sifat metabolismenya yaitu bersifat fermentatif dan oksidatif. Jenis fermentatif dapat melakukan fermentasi alkohol yaitu memecah gula (glukosa) menjadi alkohol dan gas contohnya pada produk roti. Sedangkan oksidatif (respirasi) maka akan menghasilkan karbon dioksida dan air. Khamir ada yang bersifat oksidatif, fermentatif ataupun keduanya. Khamir yang oksidatif dapat tumbuh dengan membentuk lapisan film pada permukaan medium cair sedangkan yang fermentatif biasanya tumbuh dalam cairan medium.

Candida fukuyamaensis merupakan salah satu jenis khamir yang mampu melakukan fermentasi menggunakan glukosa, galaktosa, dan sukrosa. Khamir ini tumbuh pada suhu ruang dalam medium YMA, koloninya berwarna putih agak krem, permukaan dan tekstur koloni licin. Khamir ini mampu tumbuh membentuk koloni pada suhu 37°C (Fitrianingsih, 2005).

2.6 Instrumen

2.6.1 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis biasanya beroperasi dari 190 sampai 1100 nm. Semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-Vis karena molekul mempunyai elektron yang dapat dieksitasikan ke tingkat energi yang lebih tinggi.

Panjang gelombang dimana absorpsi itu terjadi bergantung pada kekuatan elektron yang terikat dalam molekul tersebut (Yusri, 2006).

Elektron dalam ikatan tunggal terikat dengan kuat agar elektron dapat tereksitasi diperlukan radiasi yang besar yang memberikan panjang gelombang kecil. Elektron dalam ikatan tunggal tereksitasi dari σ ke σ^* . Jika suatu molekul mengandung sebuah atom yang mempunyai electron bebas, sebuah electron tidak terikat (*nonbonding*) dapat dieksitasikan ke tingkat energi yang lebih tinggi. Karena elektron *nonbonding* tidak terikat terlalu kuat seperti elektron *bonding* sigma, maka absorpsinya terjadi pada panjang gelombang yang lebih panjang. Transisi yang terjadi disini adalah $n-\sigma^*$ untuk menunjukkan bahwa sebuah electron nonbonding dinaikkan ke orbital antibonding σ^* . Pada ikatan rangkap baik rangkap dua maupun rangkap tiga mempunyai electron π , yang dapat dieksitasikan ke tingkat π^* . Dalam molekul terkonjugasi (molekul yang memiliki ikatan rangkap berselang-seling dengan ikatan tunggal) absorpsi bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang. Geseran ke panjang gelombang yang lebih panjang (batokromik) mencerminkan fakta bahwa electron dalam suatu system terkonjugasi kurang kuat terikat daripada system tak terkonjugasi, karena energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasikan electron dalam ikatan tersebut kecil, dengan kata lain panjang gelombang berbanding terbalik dengan energi eksitasi (Yusri, 2006).

Pengukuran larutan dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan pada nilai absorbansi. Absorbansi dengan simbol A dari larutan merupakan logaritma dari I_0/I atau logaritma I_0/I . Absorbansi yang diukur sesuai dengan hukum Lambert-Beer (Haqiki, 2007) :

$$A = \epsilon l c$$

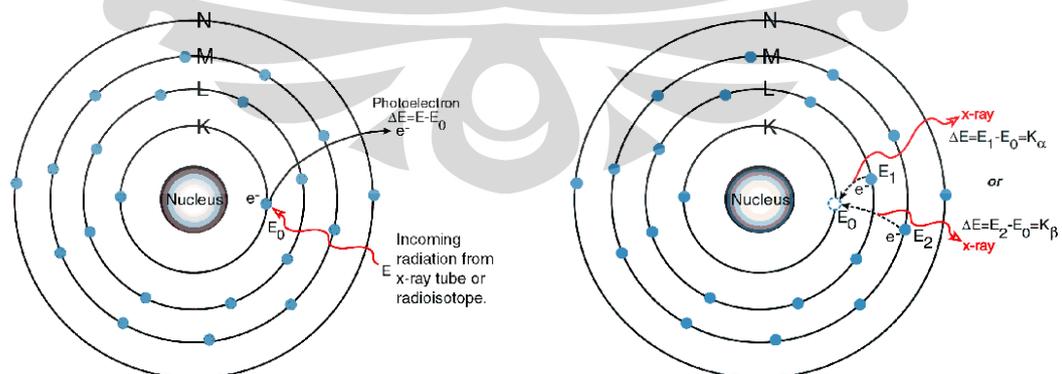
Keterangan: A= absorbansi
 l = tebal kuvet (cm)
 ϵ = absoetivitas molar ($M^{-1}cm^{-1}$)
 C= konsentrasi larutan (M)

2.6.2 X-ray fluorescence (XRF)

X-ray fluorescence adalah suatu metode analisis bahan yang sangat populer. Analisis ini digunakan untuk menentukan jenis unsur (analisis kualitatif) dan kadar unsur (analisis kuantitatif) yang dikandung dalam bahan. Keunggulan metode ini bila dibandingkan dengan metode yang lain adalah dapat menentukan jenis unsur secara mudah, cepat dan tepat.

Prinsip dasar metode ini adalah sifat unik dari spektrum energi radiasi yang dipancarkan oleh suatu bahan. Apabila bahan yang akan diteliti bukan merupakan pemancar radiasi (bukan bahan radioaktif) maka bahan tersebut harus dideteksi dengan pancaran radiasi, misalnya dengan radiasi gamma, sehingga bahan tersebut akan memancarkan sinar-X karakteristik atau *fluorescence*.

Pada saat radiasi ditembakkan ke bahan yang dianalisis, maka radiasi tersebut akan mengeksitasi elektron di dalam bahan tersebut ke orbit yang lebih tinggi. Ketika elektron tersebut kembali ke orbit semula akan dipancarkan radiasi sinar-x karakteristik, yang mempunyai tingkat energi tertentu tergantung pada jenis unsurnya dan jenis transisinya (orbit asal dan orbit tujuan). Intensitas sinar-X karakteristik yang dipancarkan dalam proses deeksitasi pada metode ini sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya intensitas radiasi pengekstiasi, kadar unsur, struktur matriks penyusun serta bentuk geometrinya (luas permukaan dan tebal) (*XRF Basic Principle*, n.d). Prinsip kerja XRF bisa dilihat pada gambar 2.5 di bawah ini:



Gambar 2.5

Prinsip kerja XRF

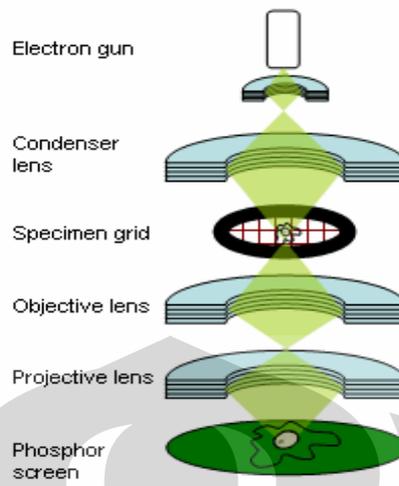
[Sumber: Gunlazuardi, 2009]

2.6.3 Scanning electron microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu teknik yang luas digunakan pada karakterisasi nanomaterial dan nanostruktur. SEM menggunakan prinsip difraksi elektron, dimana pengukurannya sama seperti mikroskopik optik. SEM mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. SEM tidak hanya memberikan informasi tentang topografi sebagaimana yang biasa dilakukan oleh mikroskop optik , tapi juga dapat memberikan informasi tentang komposisi zat kimia yang dekat dengan permukaan.

SEM menggunakan suatu sumber elektron berupa pemacu elektron (elektron gun) sebagai pengganti sumber cahaya. Elektron-elektron ini akan diemisikan secara termionik (emisi elektron dengan membutuhkan kalor, sehingga dilakukan pada temperature yang tinggi) dari sumber elektron. Elektron-elektron yang dihasilkan adalah elektron berenergi tinggi, yang biasanya memiliki energi berkisar 20 keV – 200 keV atau sampai 1 MeV. Dalam prinsip pengukuran ini dikenal dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder. Elektron primer adalah elektron berenergi tinggi yang dipancarkan dari katoda (PT, Ni, W) yang dipanaskan. Katoda yang biasa digunakan adalah tungsten (W) atau lanthanum hexaboride (LaB₆). Tungsten digunakan karena memiliki titik lebur yang paling tinggi dan tekanan uap yang paling rendah dari semua metal, sehingga memungkinkannya dipanaskan pada temperatur tinggi untuk emisi elektron sekunder adalah elektron berenergi rendah, yang dibebaskan oleh atom pada permukaan. Atom akan membebaskan elektron sekunder setelah ditembakkan oleh elektron primer. Elektron primer inilah yang akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi sinyal *image* (Haqiki, 2007).

Adapun proses pemindaian SEM secara singkat sebagai berikut. Sebuah *elektron gun* (pemacu elektron) memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda. Kemudian lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT) (Haqiki, 2007).



Gambar 2.6 Prinsip Kerja SEM
[Sumber: www.mos.org/sln/SEM]

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan alat percobaan

3.1.1. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , 1-propanol, Natrium Sitrat, NaBH_4 , HAuCl_4 , NH_4OH , alpha-alumina, glukosa, oksigen, *Candida Fukuyamaensis*, akuademin .

3.1.2 Peralatan

Pembuatan larutan dilakukan dengan menggunakan alat Alat-alat gelas laboratorium, seperti : botol timbang, labu ukur, pipet ukur, gelas kimia, pengaduk kaca, spatula. Pembersihan elektroda menggunakan sonikator dari Bronson seri 2510 dan untuk aktivasi permukaan elektroda digunakan sumber UV dengan panjang gelombang 254nm.

Pengukuran respon arus dengan metode *cyclic voltammetry* dikerjakan dengan potensiostat sistem tiga elektroda. Sistem tiga elektroda tersebut menggunakan elektroda pembanding Ag/AgCl, elektroda pendukung Pt, dan terdapat variasi 3 elektroda kerja yang digunakan, yaitu elektroda *glassy carbon*, elektroda *glassy carbon* modifikasi, dan elektroda emas.

3.2. Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan larutan

Tahap preparasi pada penelitian ini dilakukan dengan cara membuat beberapa jenis larutan dibutuhkan, diantaranya larutan buffer posfat pH 7.2, larutan glukosa 0,5mmol, larutan stok HAuCl_4 0,01M, larutan natrium sitrat 0,1M, dan larutan NaBH_4 0,1M.

3.2.2 Pembuatan nanopartikel emas

Menambahkan sebanyak 0.5 mL larutan HAuCl_4 0,01 M ke dalam 18,5 ml akuademin yang selanjutnya diaduk selama 5 menit. Setelah itu kedalam larutan tersebut ditambahkan sebanyak 0,5 mL natrium sitrat 0,1 M lalu diaduk kembali selama 5 menit dan terakhir ditambahkan NaBH_4 0,1 M sebanyak 0,5 mL. Nanopartikel yang telah dibuat ini kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible dengan mengamati serapannya setiap selang waktu tertentu.

3.2.3 Preparasi elektroda karbon

3.2.3.1 Pembersihan elektroda *glassy carbon*

Pembersihan secara mekanik dilakukan dengan mengamplas salah satu sisi permukaannya (permukaan yang akan dimodifikasi) dengan Alpha-alumina 0,5 mikrometer sampai permukaannya mengkilap seperti kaca. Setelah itu elektroda disonikasi dalam 1-propanol dan akuademin masing-masing selama 10 menit. Selanjutnya elektroda dikeringkan lalu diukur hambatannya dan elektroda ini siap untuk digunakan

3.2.3.2 Modifikasi elektroda karbon dengan nanopartikel emas

3.2.3.2.1 Aktivasi permukaan elektroda

Permukaan elektroda *glassy carbon* yang telah dibersihkan selanjutnya dicelupkan ke dalam larutan NH_4OH pekat, kemudian diiradiasi dibawah sumber UV selama 6 jam. Setelah itu, elektroda dibilas dengan akuademin dan dikeringkan. Elektroda siap dimodifikasi.

3.2.3.2.2 Modifikasi elektroda karbon

Mencelupkan elektroda *glassy carbon* yang telah diaktivasi permukaannya ke dalam larutan nanopartikel emas selama 20 menit. Setelah proses pencelupan selesai, elektroda dibilas dengan akuademin dan

Universitas Indonesia

dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 60°C. Elektroda yang telah dimodifikasi dengan nanopartikel emas ini selanjutnya dikarakterisasi secara elektrokimia.

3.2.4 Karakterisasi elektroda modifikasi nanopartikel emas dengan SEM dan XRF

Permukaan elektroda *glassy carbon* yang telah termodifikasi dikarakterisasi dengan X-ray Fluorescence untuk memastikan *self-assembly* logam Au pada permukaan elektroda *glassy carbon*. Selain itu, elektroda *glassy carbon* juga dikarakterisasi juga dengan menggunakan SEM.

3.2.5 Aplikasi sebagai sensor oksigen

3.2.5.1 Penentuan *scan rate* optimum

Elektroda *glassy carbon*, elektroda *glassy carbon* yang sudah dimodifikasi dengan nanopartikel emas, dan elektroda emas selanjutnya diaplikasikan untuk deteksi oksigen dengan memvariasikan *scan rate* 50, 80, 100, 200, 250 mV/s pada larutan uji buffer posfat pH 7.2 yang dibubbling oksigen selama dua menit. Pengukuran ini dilakukan pada rentang potensial 2000mV/s sampai 2000mV/s.

3.2.5.2 Pengukuran variasi lamanya waktu aliran oksigen

Elektroda *glassy carbon*, elektroda *glassy carbon* yang sudah dimodifikasi dengan nanopartikel emas, dan elektroda emas dikarakterisasi dengan memvariasikan lamanya waktu dialiri oksigen 0 menit, 2 menit, 4 menit, 6 menit, dan 8 menit ke dalam larutan buffer posfat pH 7.2. Karakterisasi ini dilakukan secara elektrokimia menggunakan teknik *cyclic voltammetry* dengan kisaran potensial -2000mV/s sampai 2000 mV/s terhadap Ag/AgCl dengan *scanrate* 100mV/s.

3.2.5.3 Penentuan *reproducibility* elektroda kerja

Elektroda *glassy carbon*, elektroda *glassy carbon* yang sudah di modifikasi dengan nanopartikel emas, dan elektroda emas diuji dalam larutan buffer posfat pH 7.2 yang dialiri oksigen selama 2 menit diukur sebanyak sepuluh kali dengan kisaran potensial -2000mV/s sampai 2000 mV/s dengan *scanrate* 100mV/s.

3.2.5.4 Penentuan kestabilan elektroda *glassy carbon* termodifikasi

Elektroda *glassy carbon* termodifikasi nanopartikel emas dalam larutan buffer posfat pH 7.2 yang dialiri oksigen selama dua menit diukur kestabilannya setiap hari selama lima hari. Pengukuran ini menggunakan kisaran potensial -2000mV/s sampai 2000 mV/s dengan *scanrate* 100mV/s.

3.2.6 Studi pendahuluan untuk pengukuran BOD

3.2.6.1 Pengukuran oksigen terlarut tanpa adanya khamir

Elektroda *glassy carbon* yang sudah di modifikasi dengan nanopartikel emas, dan elektroda emas diuji dalam larutan buffer posfat pH 7 dan larutan glukosa 0,1 mmol yang dialiri oksigen selama dua menit. Pengukuran ini dilakukan dengan teknik *cyclic voltammetry* pada *scan rate* 100mV/s.

3.2.6.2 Pengukuran oksigen terlarut dengan adanya khamir

Pengukuran dilakukan dengan mengambil sel khamir lalu menambahkan larutan buffer posfat pH 7 dan larutan glukosa 0,5 mmol yang kemudian dialiri oksigen selama dua menit. Kemudian didiamkan selama 30 menit (waktu optimum untuk pengukuran sel khamir). Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan teknik *cyclic voltammetry* pada *scanrate* 100mV/s.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Nanopartikel Emas

Pada penelitian ini, pembuatan nanopartikel emas dilakukan dengan cara penambahan larutan natrium sitrat dan NaBH_4 ke dalam larutan HAuCl_4 . HAuCl_4 merupakan larutan berwarna kuning yang digunakan sebagai *precursor* untuk pembuatan nanopartikel emas. Dalam larutannya, HAuCl_4 membentuk suatu sistem kesetimbangan terhadap AuCl_4^- dengan reaksi:



AuCl_4^- akan direduksi menjadi Au^0 . Zat pereduksi yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel emas ini adalah NaBH_4 . NaBH_4 mampu mereduksi Au^{3+} menjadi Au^0 . Selain NaBH_4 , digunakan juga natrium sitrat sebagai zat pereduksi sekaligus *capping agen* (zat penstabil). Natrium sitrat berperan sebagai zat penstabil untuk mencegah agregasi antar nanopartikel emas. Agregasi ini dapat dicegah karena ion sitrat yang bermuatan negatif akan teradsorpsi oleh permukaan nanopartikel emas sehingga akan terjadi tolak menolak antar nanopartikel emas yang di sekeliling permukaannya sudah bermuatan negatif.

Larutan HAuCl_4 merupakan larutan yang berwarna kuning yang akan berubah menjadi warna merah pada saat ditambahkan natrium sitrat dan NaBH_4 sebagai agen pereduksi. Terbentuknya warna merah tersebut dikarenakan adanya *surface plasmon resonance* (SPR) pada daerah *visible*. Nanopartikel yang berukuran kecil akan mengabsorpsi cahaya pada spektrum *blue-green* (~ 400-500nm) sementara spektrum merah (~ 700nm) merupakan komplemen dari spektrum yang terabsorpsi sehingga dapat terlihat oleh mata (Winter, 2007).

Warna merah yang terbentuk mengindikasikan telah terjadinya reduksi dari Au^{3+} menjadi Au^0 . Au^0 yang dihasilkan bermuatan netral sehingga memungkinkan antar atom Au saling mendekat. Semakin dekat jarak antar atom

Au maka semakin mudah terjadinya agregasi dalam larutan nanopartikel Au. Pembentukan nanopartikel emas dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 4.1 HAuCl_4 (kuning) dan nanopartikel emas (merah)

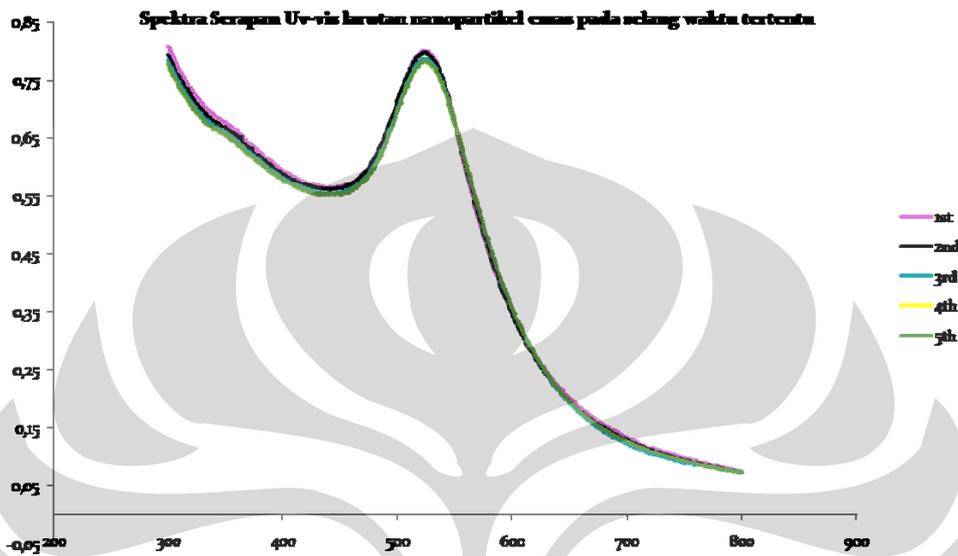
4.2. Karakterisasi larutan nanopartikel emas

4.2.1 Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible

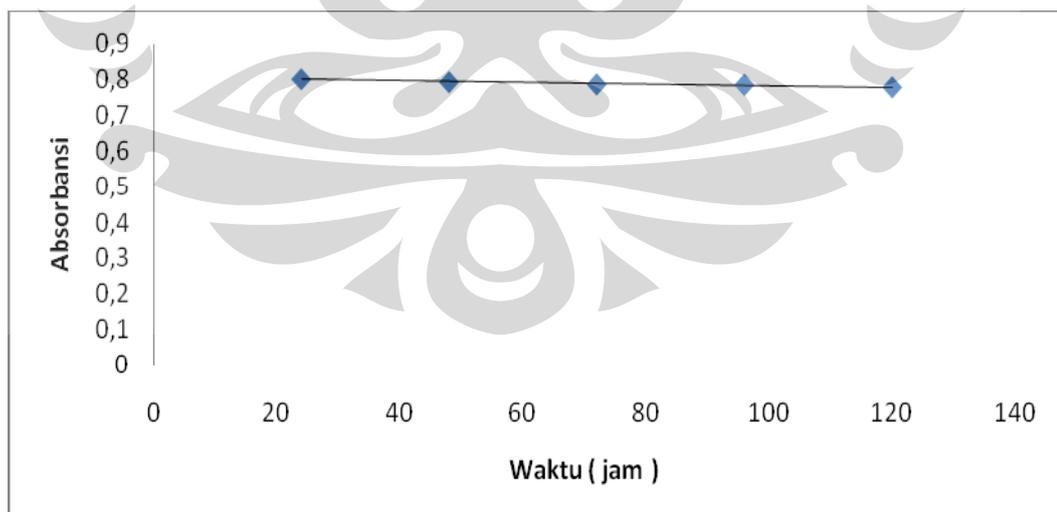
Larutan nanopartikel yang terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer *Uv-Visible* pada panjang gelombang 300-800nm. Spektra serapan yang diberikan oleh larutan nanopartikel emas tersebut diamati setiap harinya selama lima hari (Gambar 4.3). Pada hari pertama, nanopartikel emas memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang (λ) 521nm.

Hasil data pengukuran menunjukkan bahwa setiap harinya terjadi penurunan absorbansi (Gambar 4.4) dan pergeseran panjang gelombang (Gambar 4.5) yang tidak signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa pertumbuhan nanopartikel yang terjadi setiap harinya masih bisa terkontrol. Nanopartikel yang dibuat ternyata relatif stabil. Hal ini bisa disebabkan adanya natrium sitrat yang berperan sebagai *caping agen* (zat penstabil). Muatan negatif dari ion sitrat yang teradsorpsi pada permukaan nanopartikel

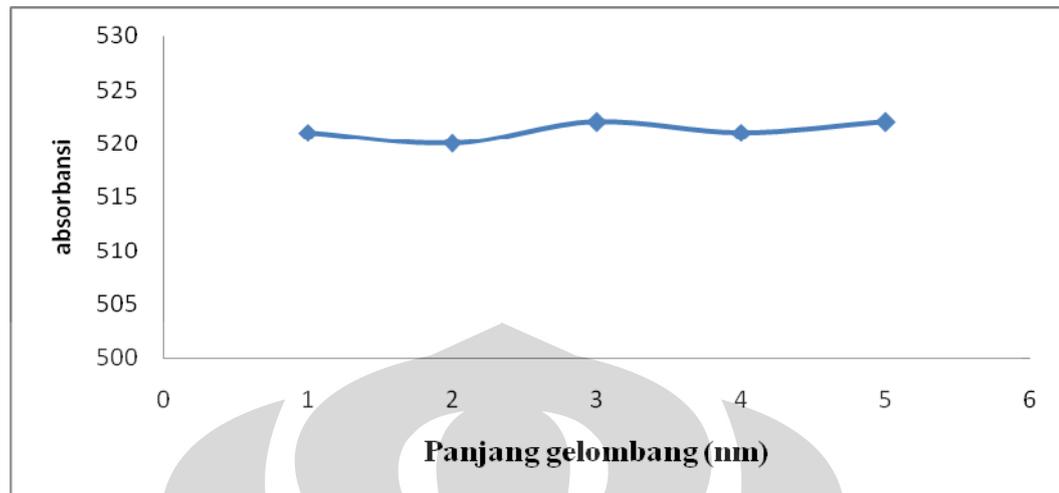
emas dapat menyebabkan terjadinya gaya tolakan antar muatan negatif pada permukaannya sehingga bisa mencegah terjadinya agregasi antar nanopartikel emas.



Gambar 4.2 Spektra serapan Uv-Vis larutan nanopartikel emas pada waktu tertentu



Gambar 4.3 Kurva kestabilan nanopartikel emas terhadap waktu



Gambar 4.4 Kurva pergeseran panjang gelombang nanopartikel emas terhadap waktu

4.3. Preparasi elektroda *glassy carbon* (GC)

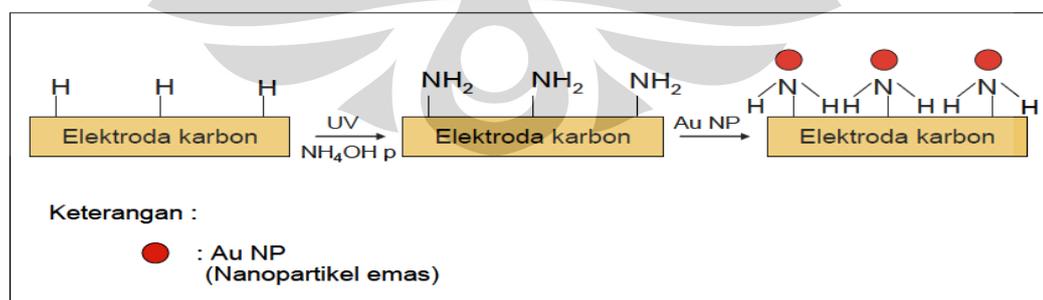
Sebelum digunakan dalam pengukuran elektroanalisis, perlu dilakukan preparasi awal pada permukaan elektroda *glassy carbon*. Preparasi awal ini dapat dilakukan dengan melakukan *polishing* (mengamplas) untuk memperhalus permukaan *glassy carbon* sehingga tampak seperti kaca dan sonikasi untuk membersihkan pengotor yang teradsorpsi pada permukaan *glassy carbon*.

Pengamplasan dapat dilakukan dengan menggunakan alpha-alumina yang bersifat *abrasive*. Pada saat pengamplasan, terjadi proses pembersihan secara mekanik sehingga permukaan elektroda *glassy carbon* terlihat seperti kaca. Setelah dilakukan pengamplasan, *glassy carbon* di sonikasi dengan menggunakan propanol dan akuademin. Efek getaran pada sonikasi diharapkan bisa membersihkan kotoran-kotoran yang terjebak pada pori-pori *glassy carbon*. Elektroda yang sudah dibersihkan ini selanjutnya dikeringkan, dan siap untuk digunakan.

4.4 Modifikasi elektroda *glassy carbon* dengan nanopartikel emas (GC-NP Au)

Elektroda *glassy carbon* yang sudah dibersihkan kemudian dimodifikasi dengan nanopartikel emas pada permukaannya. Sebelum dimodifikasi, elektroda *glassy carbon* perlu diaktivasi terlebih dahulu. Hal ini disebabkan oleh sifat dari ujung *glassy carbon* yang berupa gugus hidrogen tidak reaktif terhadap nanopartikel emas sehingga nanopartikel emas tidak dapat menempel dengan baik pada permukaan elektroda GC tanpa adanya aktivasi permukaannya terlebih dahulu.

Pada penelitian ini, aktivasi permukaan GC dilakukan dengan reaksi fotokimia. Elektroda GC yang sudah dibersihkan lalu direndam dalam larutan NH_4OH pekat yang kemudian diiradiasi dengan menggunakan sinar UV selama 6 jam. Proses ini menghasilkan GC yang permukaannya terdapat gugus amin ($-\text{NH}_2$). Gugus amin ini menggantikan gugus hidrogen yang sebelumnya terdapat pada ujung elektroda GC. Nitrogen pada gugus amin mempunyai pasangan elektron bebas yang bisa didonorkan pada orbital kosong yang dimiliki nanopartikel emas sehingga memungkinkan nanopartikel emas menempel dengan baik pada permukaan elektroda GC. Ikatan kovalen koordinasi yang dibentuk antara nanopartikel emas dengan gugus amina dapat meningkatkan kestabilan nanopartikel emas pada permukaan elektroda GC. Proses modifikasi permukaan elektroda GC dengan nanopartikel emas digambarkan seperti pada Gambar 4.5:



Gambar 4.5 Ilustrasi proses modifikasi permukaan elektroda GC dengan nanopartikel emas

4.5 Karakterisasi *glassy carbon* modifikasi emas dengan SEM dan XRF

4.5.1 Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Pemeriksaan karakterisasi permukaan elektroda bertujuan untuk melihat perbandingan antara elektroda GC dengan GC-NP Au. Pada hasil pemeriksaan dengan SEM menunjukkan bahwa pada permukaan elektroda terdapat goresan-goresan yang merupakan hasil dari *polish* pada saat menggunakan alpha alumina. Foto SEM elektroda GC dapat dilihat pada Lampiran 3a.

Sedangkan pada elektroda GC-NP Au seperti dalam Lampiran 3b terlihat banyak titik putih yang mengindikasikan adanya nanopartikel emas. Bentuk nanopartikel emas yang menempel pada permukaan elektroda tampak terlihat beragam (bukan *monodisperse*) dan ukuran dari nanopartikel emas yang terbentuk di permukaan elektroda cenderung besar.

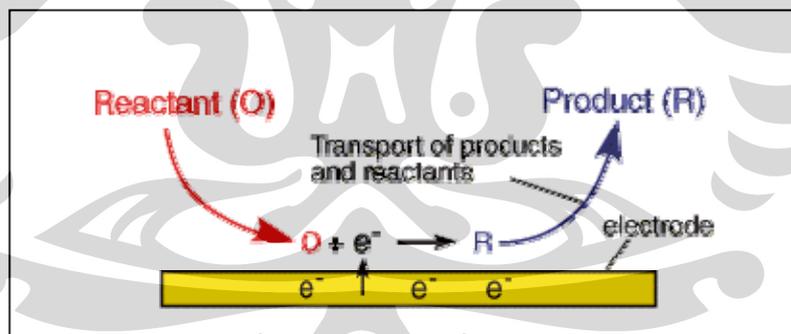
4.5.2 Karakterisasi *X-ray Fluorescence* (XRF)

Karakterisasi dengan XRF dapat memberikan informasi mengenai keberadaan nanopartikel emas pada permukaan elektroda. Namun karena keterbatasan alat dan resolusi alat yang kurang baik, karakterisasi dengan XRF tidak memberikan hasil yang memuaskan.

4.6 Karakterisasi elektroda secara elektrokimia

Karakterisasi secara elektrokimia dilakukan terhadap elektroda GC-NPAu, elektroda GC, dan elektroda emas dalam larutan buffer posfat pH 7.2 yang mengandung oksigen dan tanpa oksigen. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan metode *cyclic voltammetry* pada kisaran potensial -2000 mV sampai 2000 mV (vs Ag/AgCl) dengan *scanrate* 100mV/s. Elektroda GC-NP Au, elektroda GC, dan elektroda Au dalam larutan buffer posfat pH 7.2 dengan dan tanpa adanya oksigen akan menghasilkan perbedaan respon arus pada siklus voltamogram (Gambar 4.7, Gambar 4.8, dan Gambar 4.9).

Hasil pengukuran menunjukkan adanya puncak arus reduksi dan arus oksidasi (Gambar 4.7, Gambar 4.8, dan Gambar 4.9). Pada saat terjadinya *scanning* dari potensial kecil ke potensial besar, akan terjadi arus anodik (arus oksidasi). Setelah itu, *scanning* potensial berbalik arah (dari potensial yang besar ke potensial kecil) menyebabkan terjadinya arus katodik. Arus katodik yang terbentuk merupakan arus dari proses reduksi oksigen yang terjadi pada elektroda kerja. Reaksi yang terjadi pada permukaan elektroda kerja ini dapat disebabkan oleh transfer massa yang terjadi secara difusi karena adanya perbedaan potensial dan perbedaan konsentrasi larutan *bulk* dengan konsentrasi di sekitar permukaan elektroda. Transfer masa dari larutan *bulk* ke permukaan elektroda ini akan menyebabkan terjadinya proses adsorpsi antara analit dengan permukaan elektroda yang kaya elektron. Pada proses ini, spesi (O) yang berada pada permukaan akan mendapatkan elektron dari elektroda sehingga terjadilah proses reduksi yang menghasilkan spesi (R). Setelah spesi (R) dihasilkan, maka akan terjadi proses desorpsi spesi (R) dari permukaan elektroda. Kemudian spesi (R) menuju larutan *bulk*. Ilustrasi dari reaksi reduksi ini bisa dilihat digambar 4.6 berikut ini:

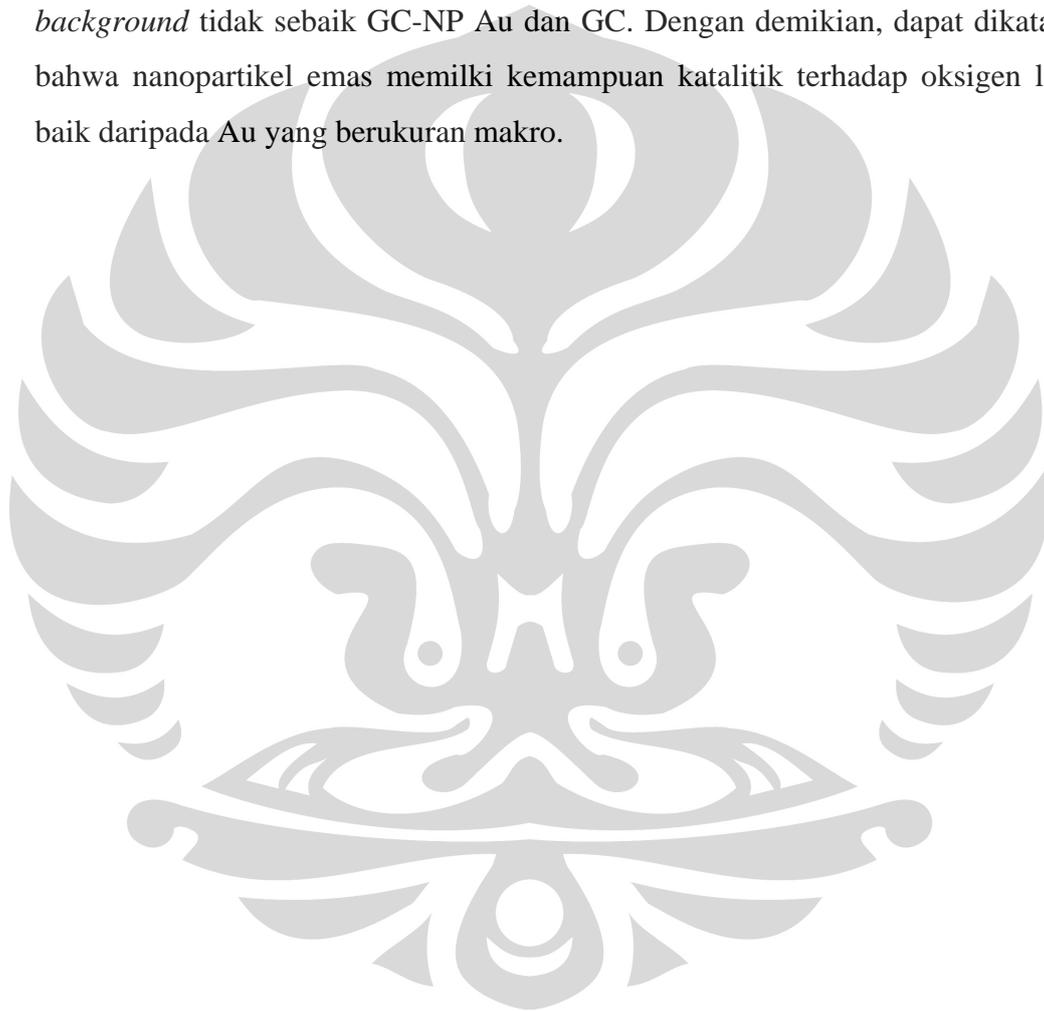


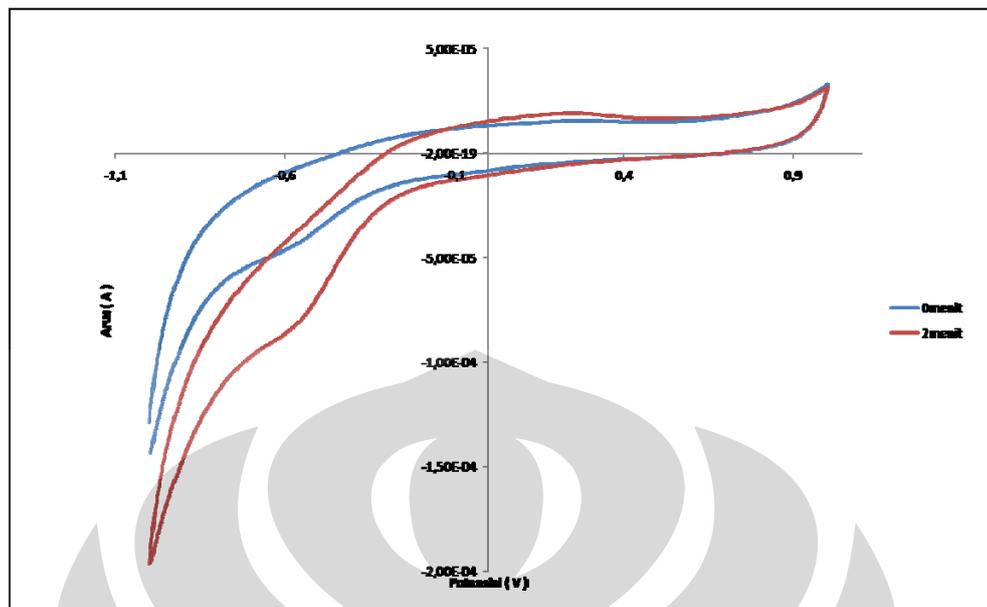
Gambar 4.6 Ilustrasi reaksi reduksi yang terjadi pada permukaan katoda

[Sumber: <http://www.cheng.cam.ac.uk/research/groups/electrochem/JAVA/electrochemistry/ELEC/12html/12mt.html>]

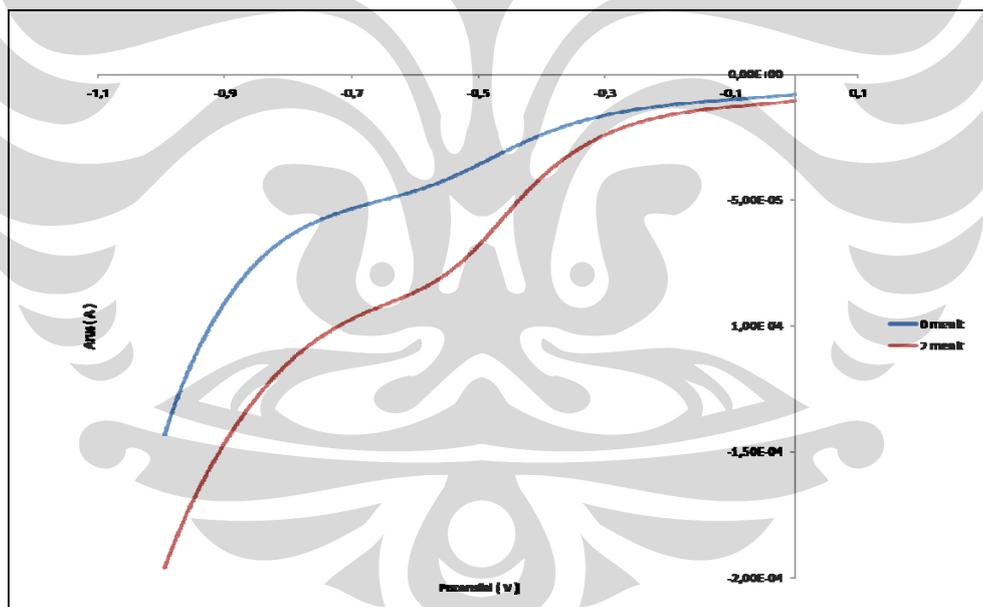
Respon arus katodik dari ketiga jenis elektroda kerja berada pada potensial negatif. Dari hasil voltamogram terlihat perbandingan sinyal arus yang diberikan pada saat adanya oksigen terhadap sinyal arus tanpa adanya oksigen (S/ B) pada

GC-NP Au, GC, dan Au. Adapun nilai S/B yang didapatkan pada elektroda GC-NP Au adalah 1,89. Sedangkan S/B untuk GC adalah 1,45 dan S/B untuk Au adalah 1,19. Nilai S/B pada Au lebih kecil dibanding pada GC-NP Au dan GC. Hal ini bisa terjadi karena arus *background* (B) pada Au lebih besar dibandingkan pada GC-NP Au dan GC sehingga dengan sinyal arus yang sama akan memberikan nilai S/B yang lebih kecil pada Au dibandingkan GC-NP Au dan GC. Ini menunjukkan bahwa kemampuan Au memisahkan sinyal dari *background* tidak sebaik GC-NP Au dan GC. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa nanopartikel emas memiliki kemampuan katalitik terhadap oksigen lebih baik daripada Au yang berukuran makro.



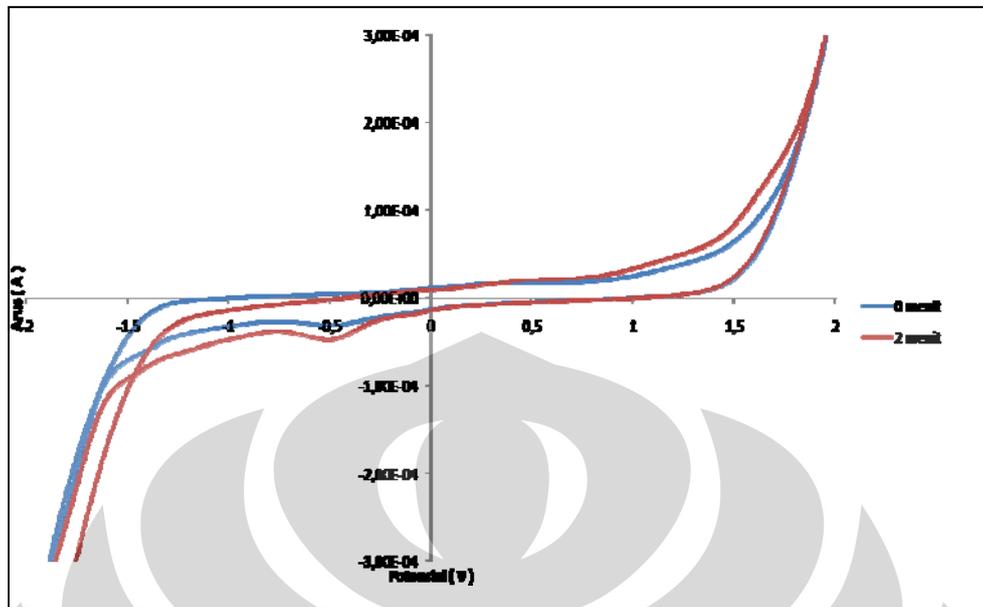


(a)

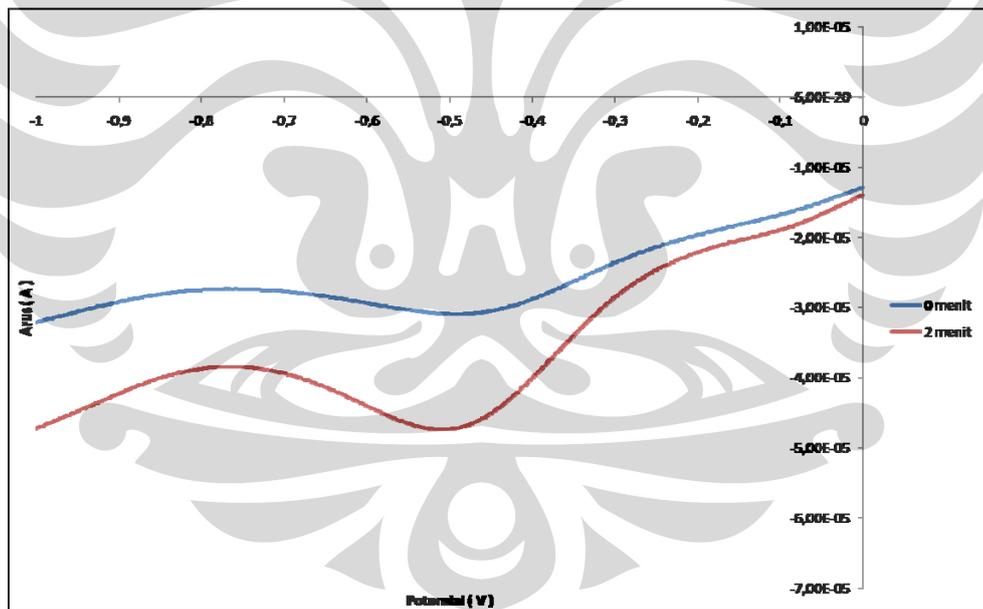


(b)

Gambar 4.7 Siklik voltamogram GC-NP Au dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit

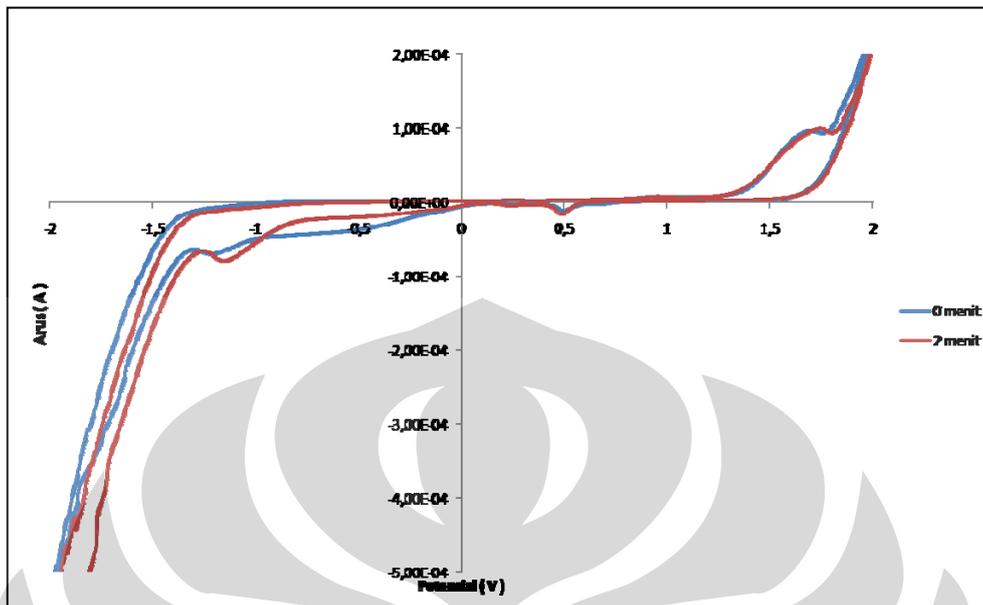


(a)

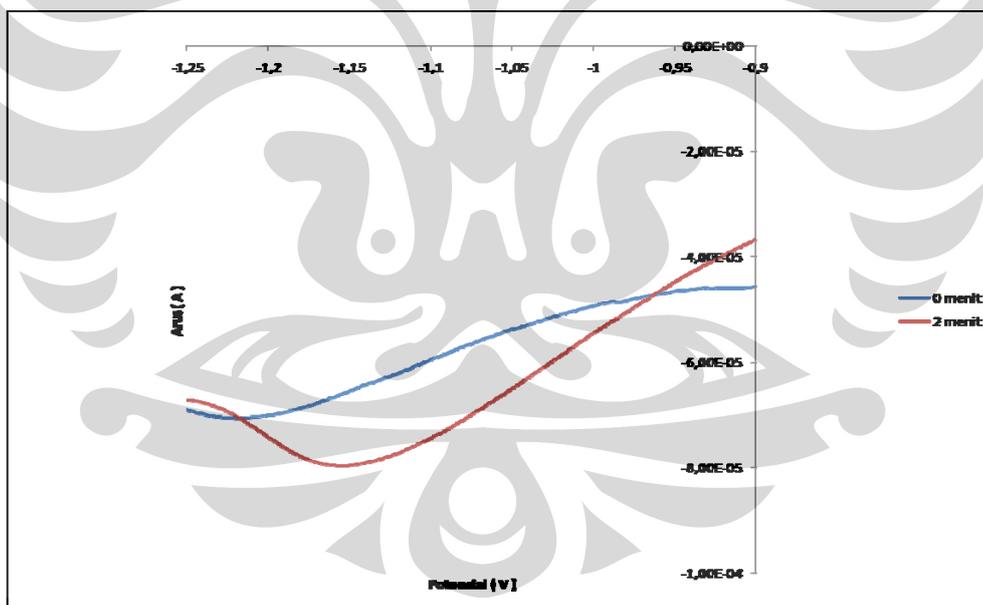


(b)

Gambar 4.8 Siklik voltamogram GC dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit



(a)



(b)

Gambar 4.9 Siklik voltamogram Au dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam buffer posfat tanpa adanya oksigen dan dengan adanya aliran oksigen selama dua menit

4.7 Aplikasi sebagai sensor oksigen

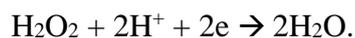
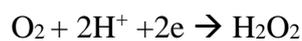
4.7.1 Penentuan *scanrate* optimum

Penentuan *scanrate* optimum dilakukan dengan memvariasikan *scanrate* 50mV/s, 80mV/s, 100mV/s, 200mV/s, dan 250mV/s. Pengukuran dilakukan pada rentang potensial -2000mV hingga 200mV (Vs Ag/AgCl). Gambar 4.6.1, gambar 4.6.2, dan gambar 4.6.3 masing-masing menunjukkan siklik voltamogram GC-NP AU, GC, dan Au dalam larutan buffer posfat pH 7.2 dengan waktu dialiri oksigen selama dua menit.

Reduksi oksigen dapat terjadi secara *reversible* dan *irreversible*. Reaksi *reversible* dari oksigen akan menghasilkan O_2^- . Reaksi ini terjadi bila tidak tersedianya sumber proton dan hasil voltamogram menunjukkan variasi *scan rate* dengan nilai potensial puncak (Ep) yang konstan. Jika nilai Ep bergeser maka hal ini mengindikasikan adanya karakter *irreversibel*. Hasil pengukuran siklik voltamogram dengan variasi *scanrate* menunjukkan bahwa semakin besar nilai *scanrate* yang digunakan maka semakin negatif nilai potensial puncak (EP). Reaksi reduksi yang terjadi merupakan reaksi *irreversible*. Untuk reaksi *irreversible*, oksigen yang direduksi akan menghasilkan H₂O. Reaksi *irreversible* ini mempunyai dua jalur. Jalur yang pertama, oksigen akan langsung direduksi menjadi H₂O dengan reaksi:



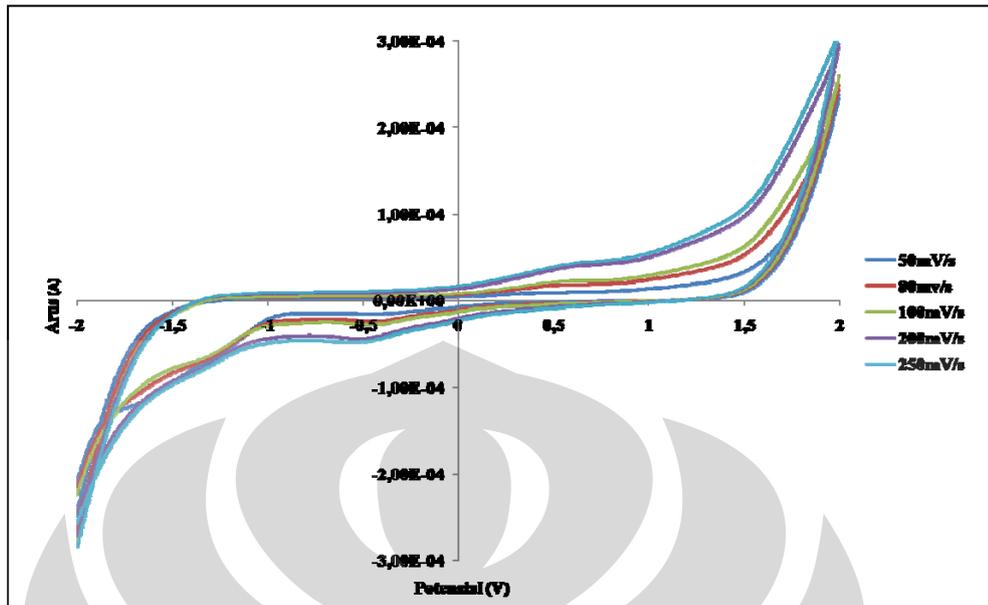
Jalur ini akan menghasilkan satu puncak reduksi (seperti yang terlihat dari hasil pengukuran). Sedangkan untuk jalur kedua, oksigen direduksi menjadi H₂O melalui pembentukan *intermediate* H₂O₂ sehingga akan dihasilkan dua puncak arus reduksi pada siklik voltamogram dengan reaksi:



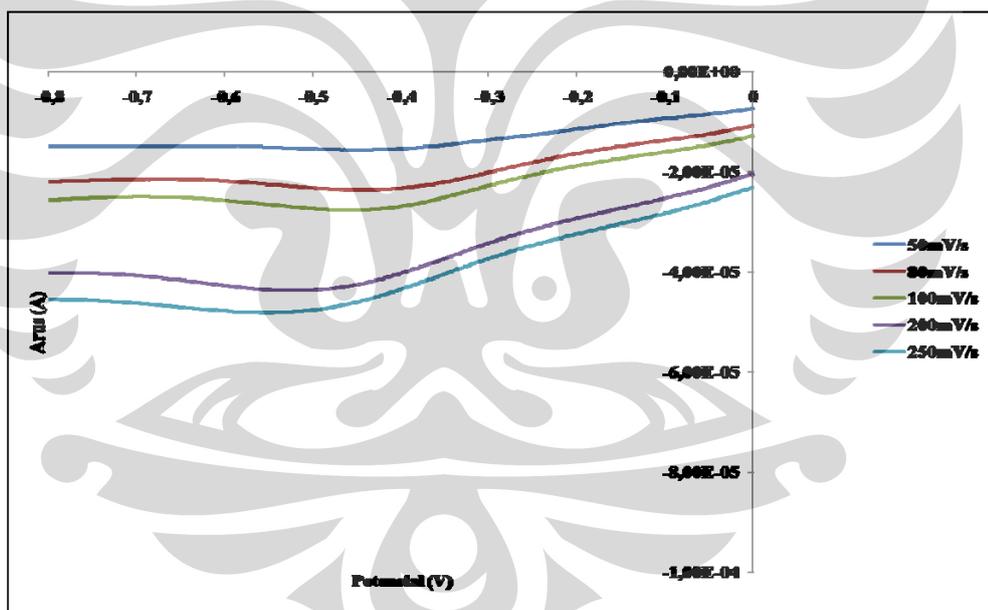
Hasil pengukuran menunjukkan bahwa semakin kecil *scanrate* yang digunakan maka semakin kecil arus yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan

scanrate dapat mempengaruhi ketebalan lapisan difusi. Lapisan difusi terbentuk karena adanya gradien konsentrasi antara larutan induk dan permukaan elektroda. *Scanrate* yang kecil menyebabkan lapisan difusinya tebal (lapisan difusi tumbuh lebih jauh dari permukaan elektroda) sehingga transfer elektron ke permukaan elektroda menjadi terhambat, akibatnya arus yang dihasilkan semakin kecil. Sebaliknya, *scanrate* yang besar akan menyebabkan lapisan difusi akan tumbuh lebih dekat dengan permukaan elektroda sehingga transfer elektron menjadi lebih mudah, akibatnya arus yang dihasilkan semakin besar.

Scanrate yang terlalu cepat dapat menyebabkan reaksi yang terjadi kurang sempurna karena waktu kontak dengan analitnya terlalu cepat. Sebaliknya, *scanrate* yang terlalu lambat dapat menyebabkan reaksi lain di dalam matriks sehingga akan mengganggu proses reduksi analit. Oleh karena itu, *scanrate* yang digunakan adalah *scanrate* yang tidak memerlukan potensial yang terlalu negatif untuk terjadinya reaksi reduksi tetapi cukup untuk meminimalisasi gangguan dalam matriks, yaitu 100mV/s.

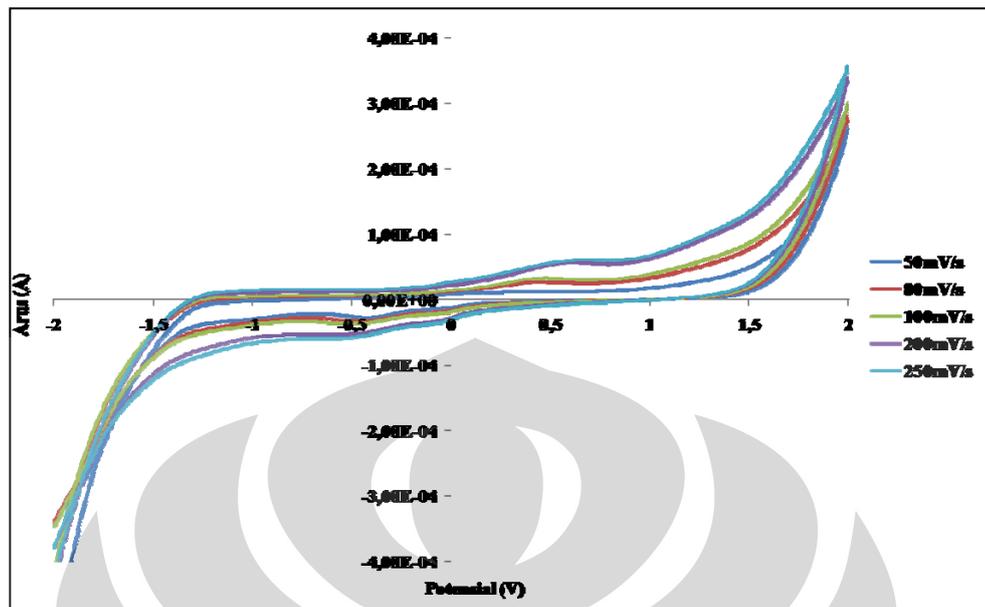


(a)

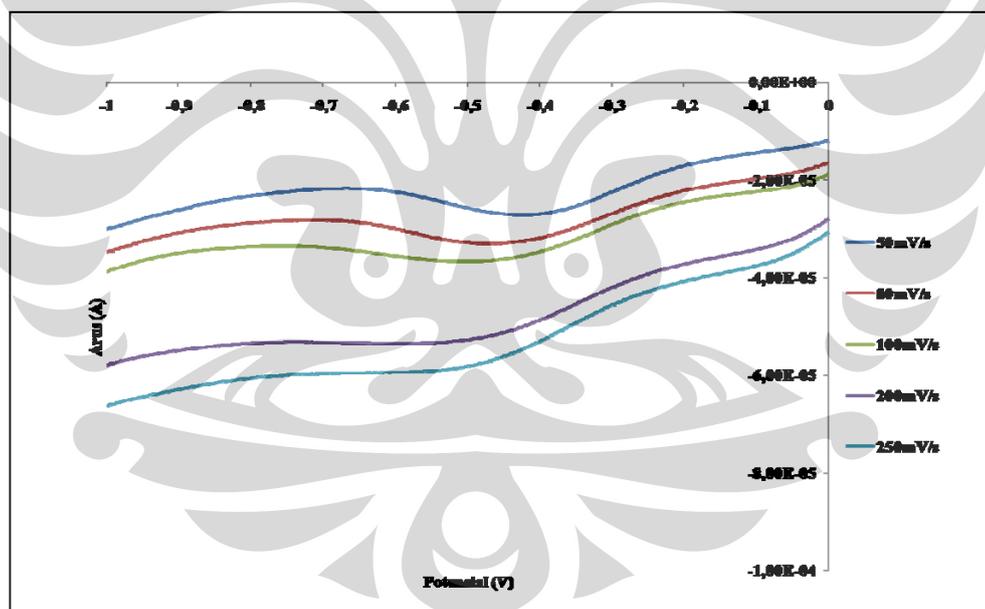


(b)

Gambar 4.10 Siklik voltamogram GC-NP Au dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi *scanrate*.

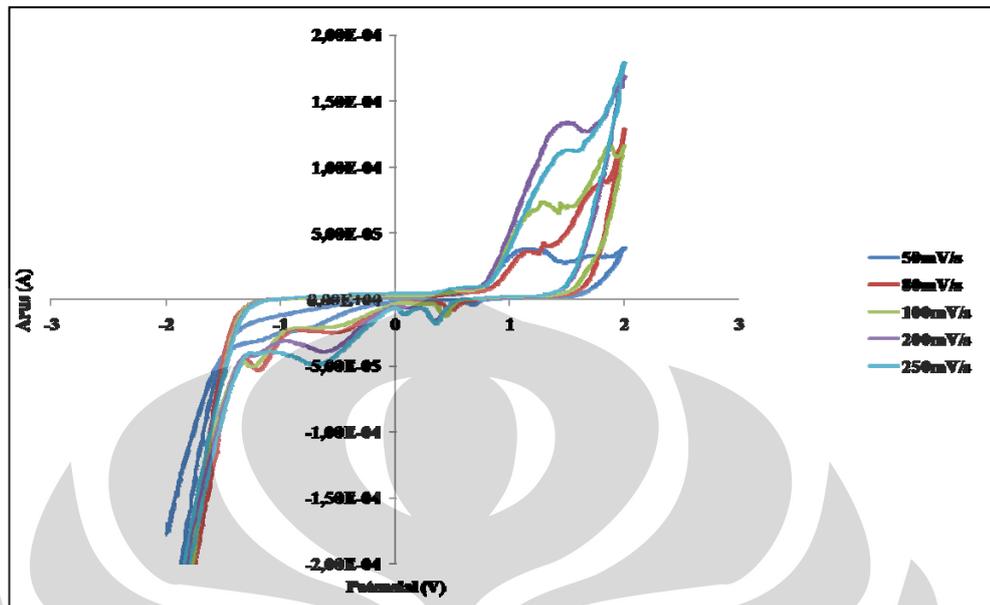


(a)

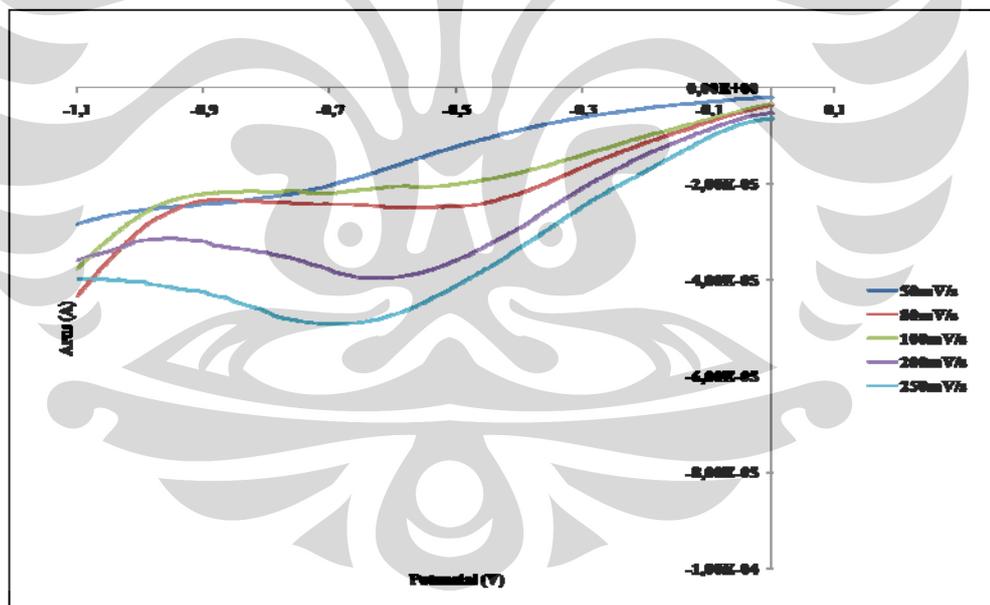


(b)

Gambar 4.11 Siklik voltamogram GC dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam larutan buffer posfat dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi *scanrate*

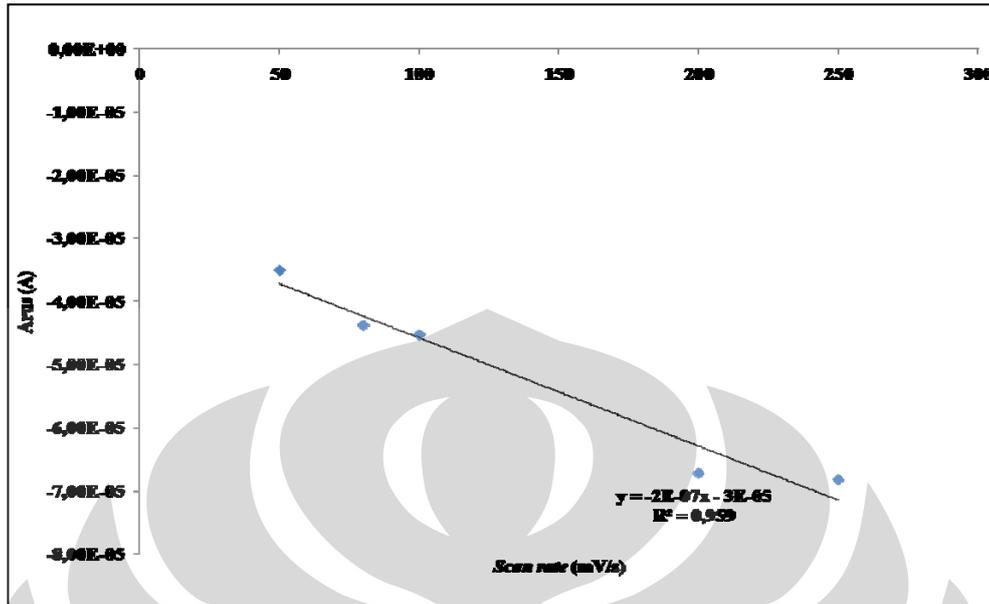


(a)

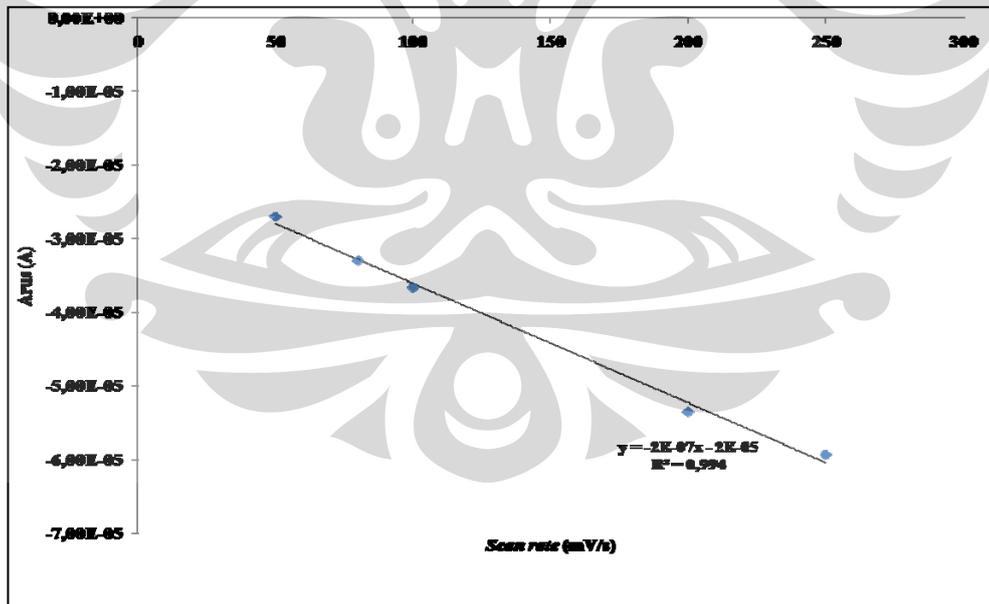


(b)

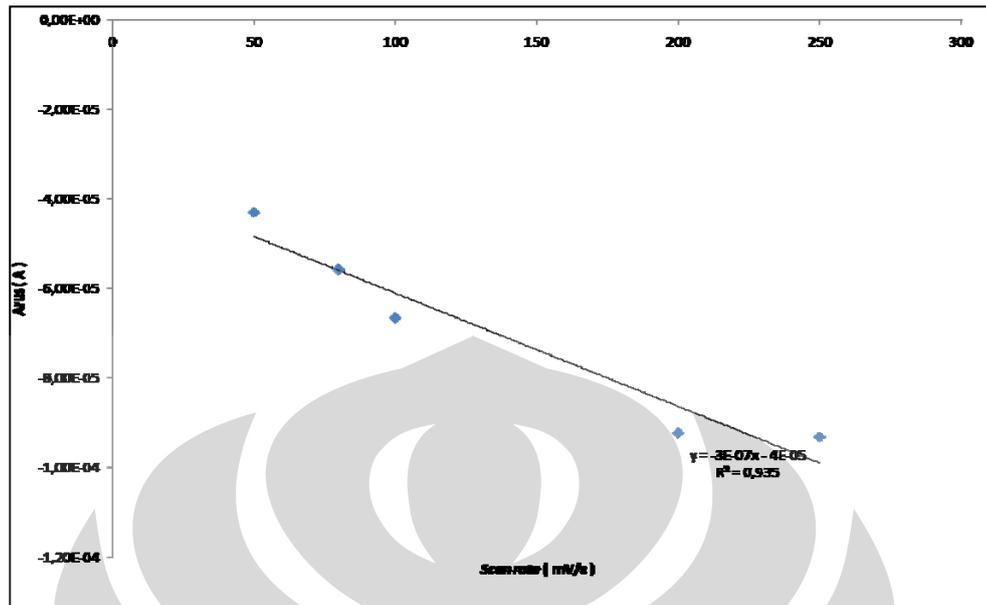
Gambar 4.12 Siklik voltamogram Au dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama satu menit dengan variasi *scanrate*



Gambar 4.13 Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi *scanrate* pada GC-NP Au



Gambar 4.14 Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi *scanrate* pada GC

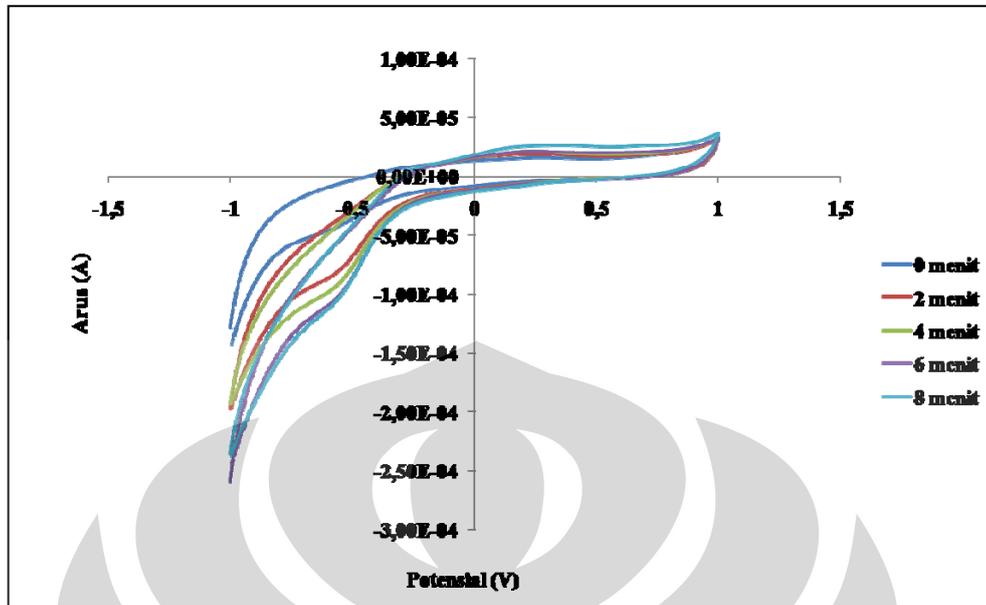


Gambar 4.15 Plot respon arus oksigen yang dialiri selama satu menit terhadap variasi *scanrate* pada Au

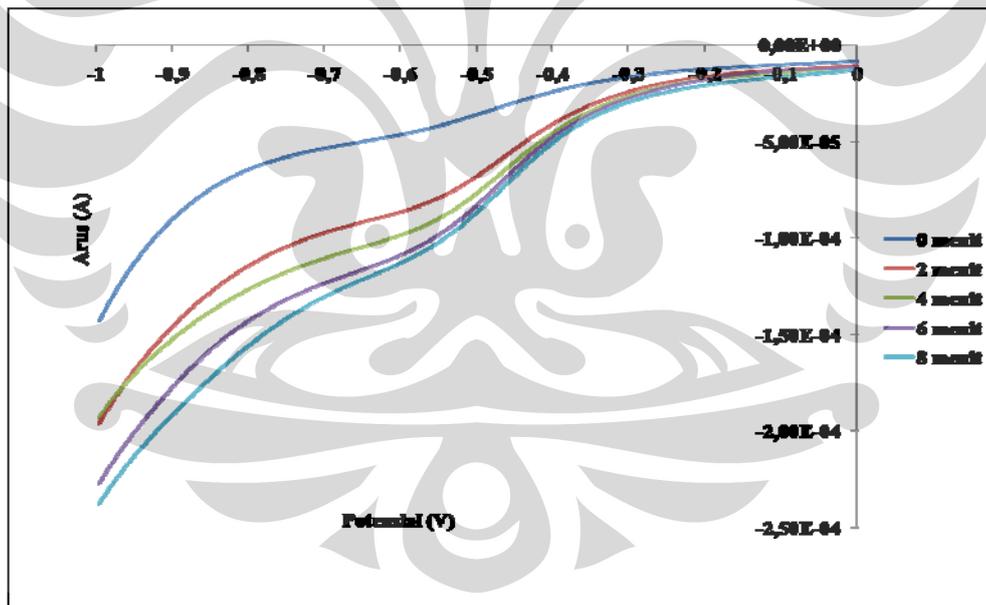
4.7.2 Penentuan respon arus terhadap variasi lamanya waktu aliran oksigen

Penentuan respon arus dilakukan terhadap variasi waktu *bubbling* oksigen, yaitu 0 menit, 2 menit, 4 menit, 6 menit, dan 8 menit. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -2000mV sampai 2000mV (Vs Ag/AgCl) dengan *scanrate* 100mV/s. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing waktu aliran oksigen.

Hasil pengukuran menunjukkan arus meningkat seiring dengan lamanya waktu aliran oksigen. Hal ini dikarenakan dengan bertambahnya waktu lamanya oksigen yang dialirkan maka konsentrasi oksigen yang terlarut semakin besar sehingga akan semakin banyak oksigen yang dapat direduksi dan jumlah arus pun meningkat. Jumlah zat yang terdeteksi oleh elektroda akan sebanding dengan jumlah arus yang dihasilkan.

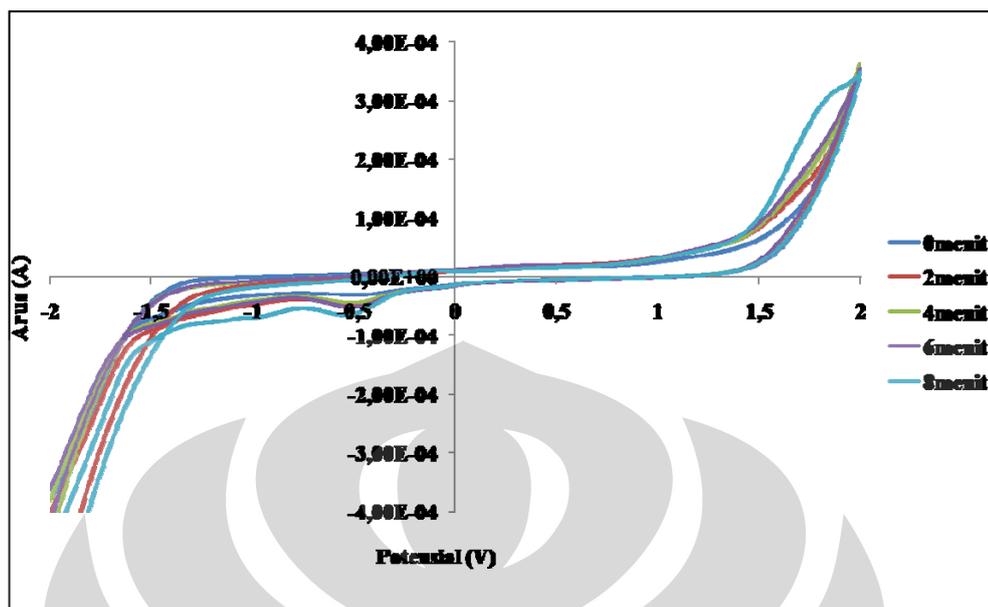


(a)

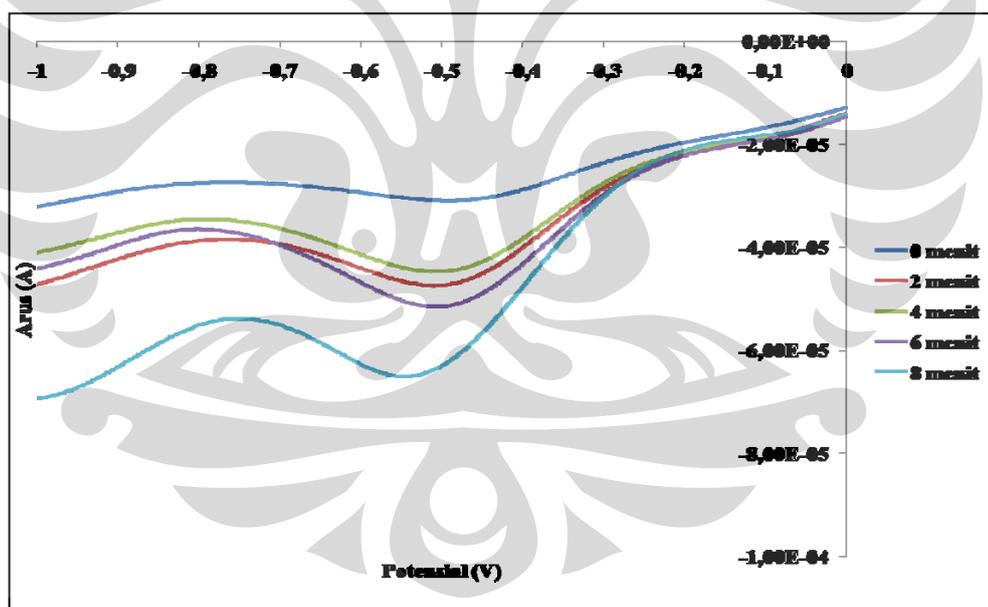


(b)

Gambar 4.16 Siklik voltamogram GC-NP Au dengan arus oksidasi (a) dan arus reduksi (b) dalam berbagai variasi waktu aliran oksigen

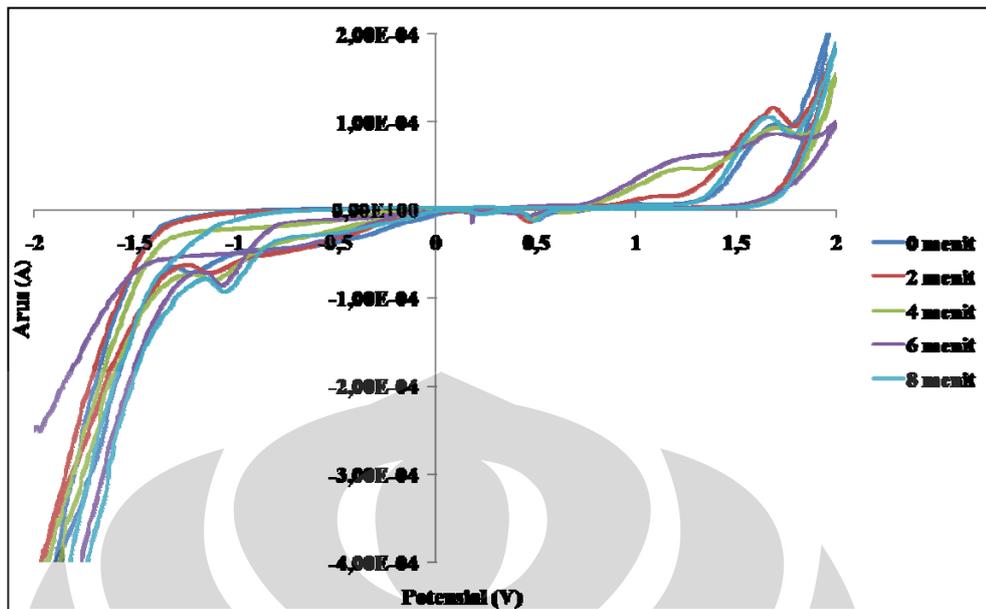


(a)

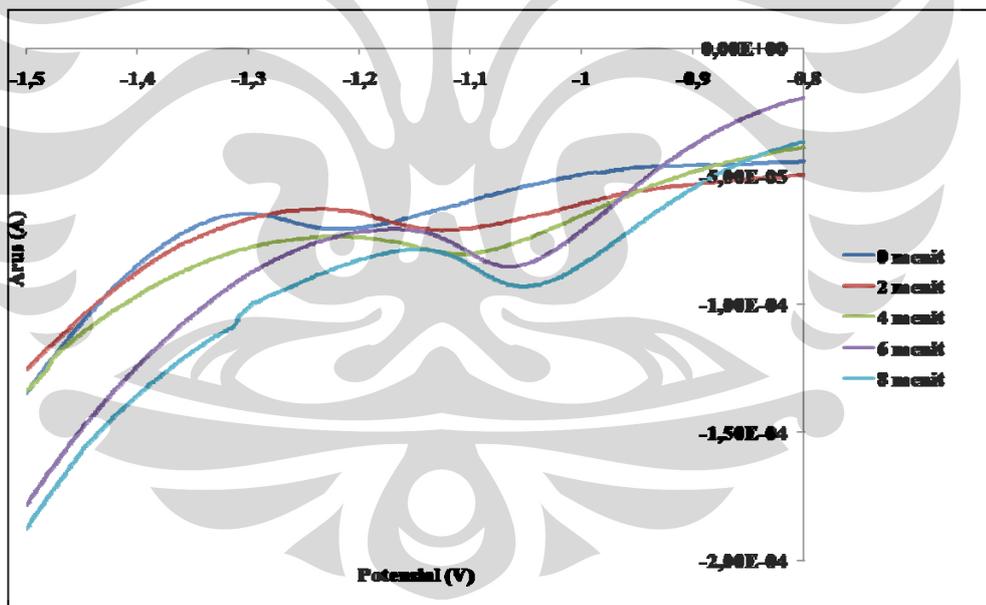


(b)

Gambar 4.17 Siklik voltamogram GC dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam berbagai variasi waktu aliran oksigen

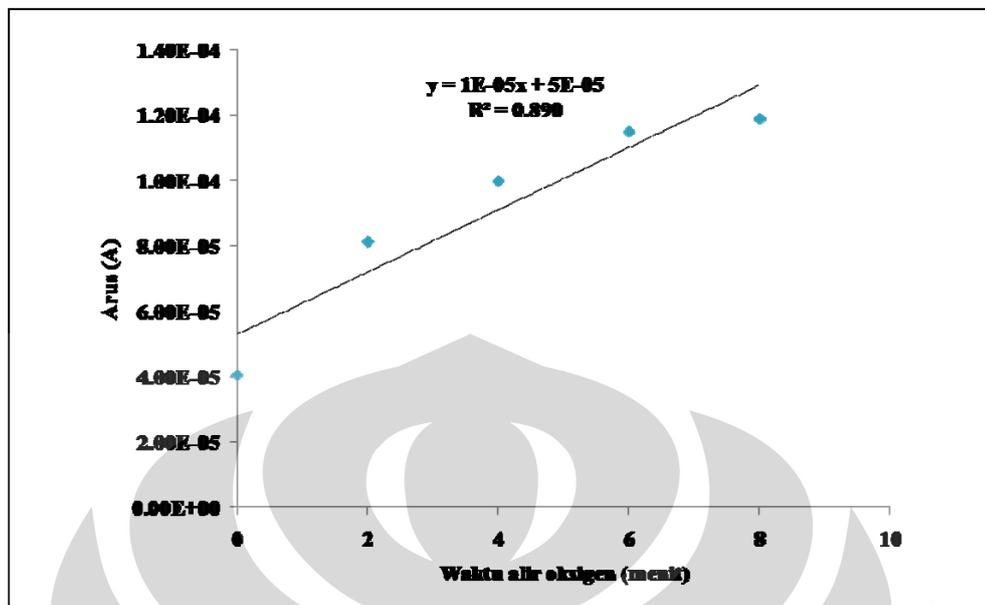


(a)

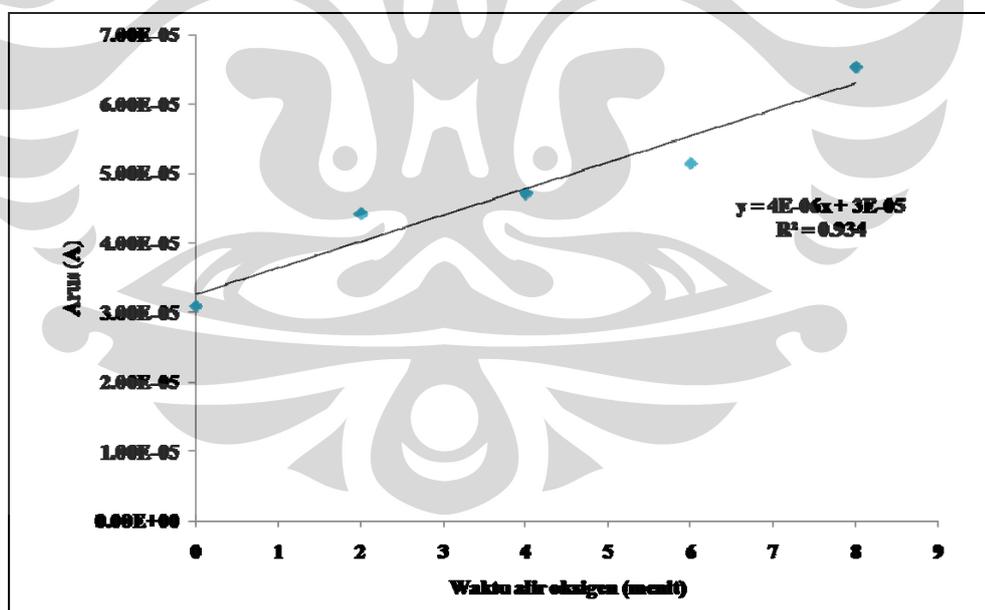


(b)

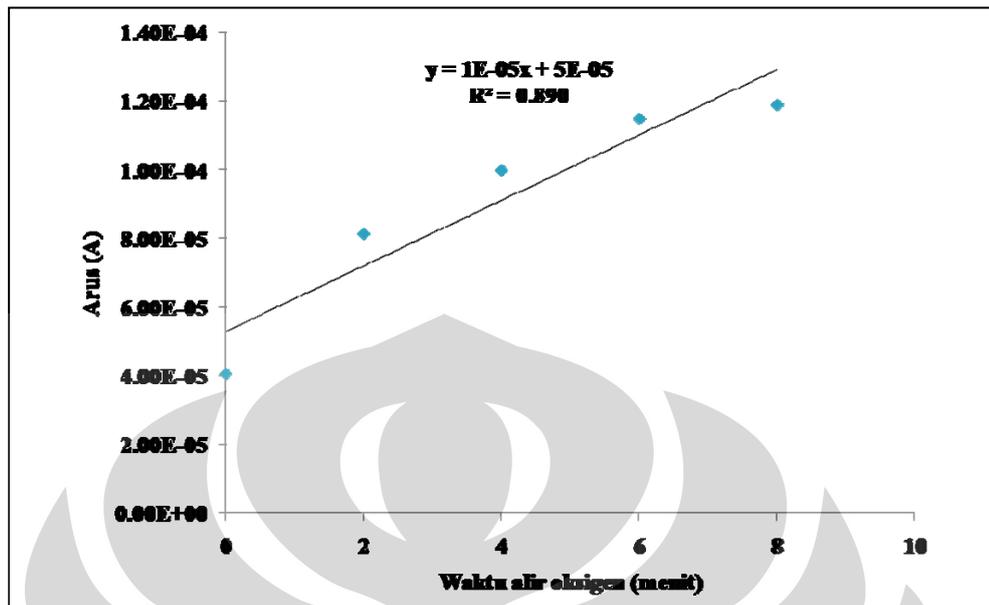
Gambar 4.18 Siklik voltamogram Au dengan arus oksidasi-reduksi (a) dan arus reduksi (b) dalam variasi waktu aliran oksigen



Gambar 4.19 Kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada GC- NP Au



Gambar 4.20 Kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada GC



Gambar 4.21 Kurva kalibrasi arus terhadap variasi waktu aliran oksigen pada Au

4.7.3 Penentuan batas deteksi elektroda GC-NP Au, GC, dan Au

Batas deteksi atau yang biasa disebut LOD (*limit of Detection*) ditentukan untuk mengetahui minimal lamanya waktu aliran oksigen yang dapat terdeteksi oleh elektroda GC-AuNP, GC, dan Au. Perhitungan batas deteksi terdapat pada Lampiran 6.

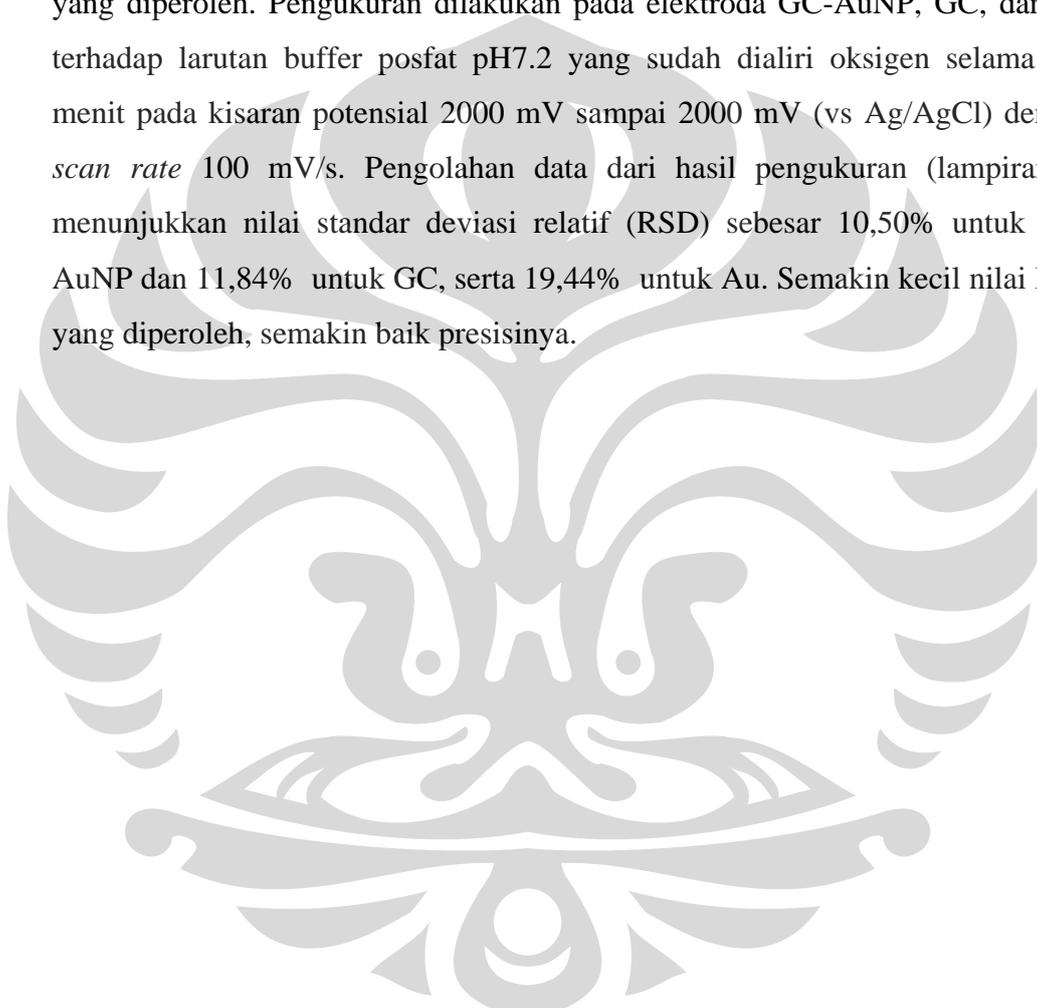
Pengukuran respon arus dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -2000 mV sampai 2000 mV (vs Ag/AgCl) dan *scanrate* 100 mV/s. LOD ditentukan dari nilai respon arus rata-rata yang dihasilkan elektroda GC-AuNP, GC, dan Au terhadap lamanya waktu aliran oksigen.

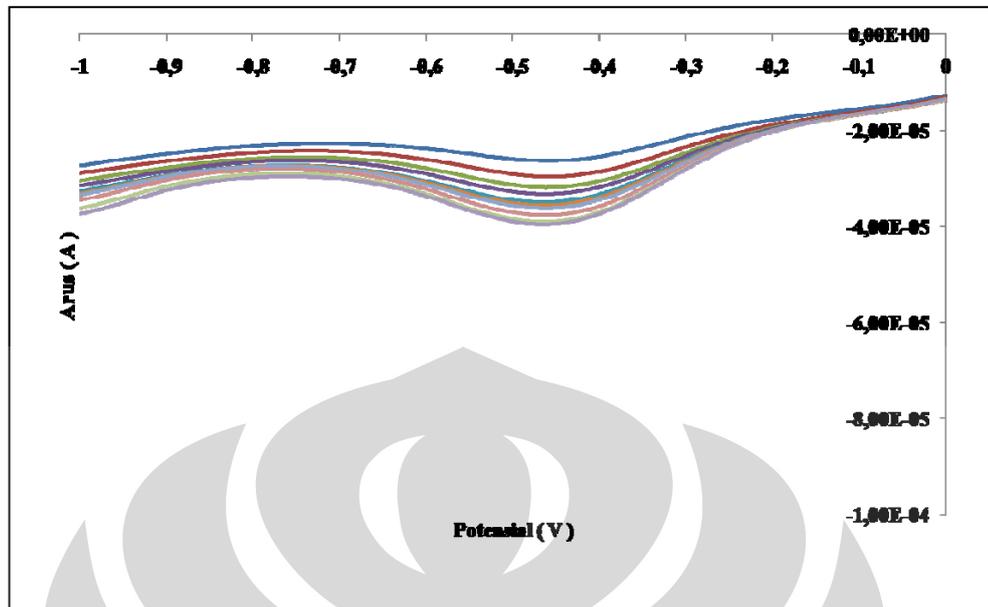
Berdasarkan perhitungan pada lampiran 6 didapatkan nilai limit deteksi pada GC-NP Au adalah 0,16 menit. Hal ini menunjukkan bahwa pada GC-NP Au dapat mendeteksi oksigen dengan waktu aliran oksigen minimal 0,16 menit.

Nilai limit deteksi pada GC-NP Au lebih rendah dari GC (0,3 menit) dan Au (0,18 menit). Dengan demikian dapat dikatakan bahwa sensitifitas elektroda GC-NP Au terhadap oksigen lebih baik dibandingkan elektroda GC dan Au.

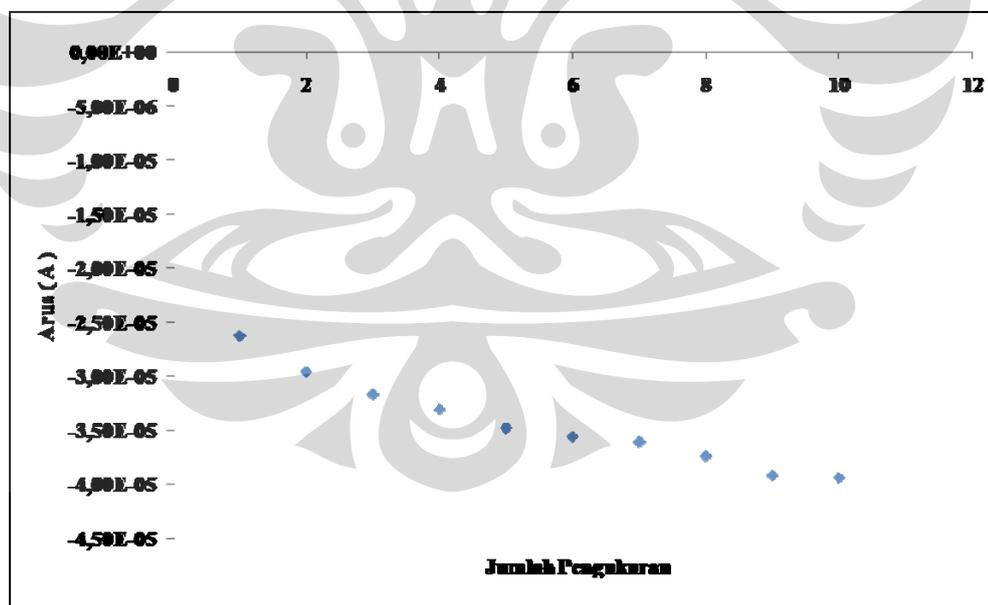
4.7.4 Penentuan *reproducibility* elektroda GC-NP Au, GC, dan Au

Penentuan *reproducibility* dilakukan untuk mengetahui presisi dari data yang diperoleh. Pengukuran dilakukan pada elektroda GC-AuNP, GC, dan Au terhadap larutan buffer posfat pH7.2 yang sudah dialiri oksigen selama dua menit pada kisaran potensial 2000 mV sampai 2000 mV (vs Ag/AgCl) dengan *scan rate* 100 mV/s. Pengolahan data dari hasil pengukuran (lampiran 4) menunjukkan nilai standar deviasi relatif (RSD) sebesar 10,50% untuk GC-AuNP dan 11,84% untuk GC, serta 19,44% untuk Au. Semakin kecil nilai RSD yang diperoleh, semakin baik presisinya.

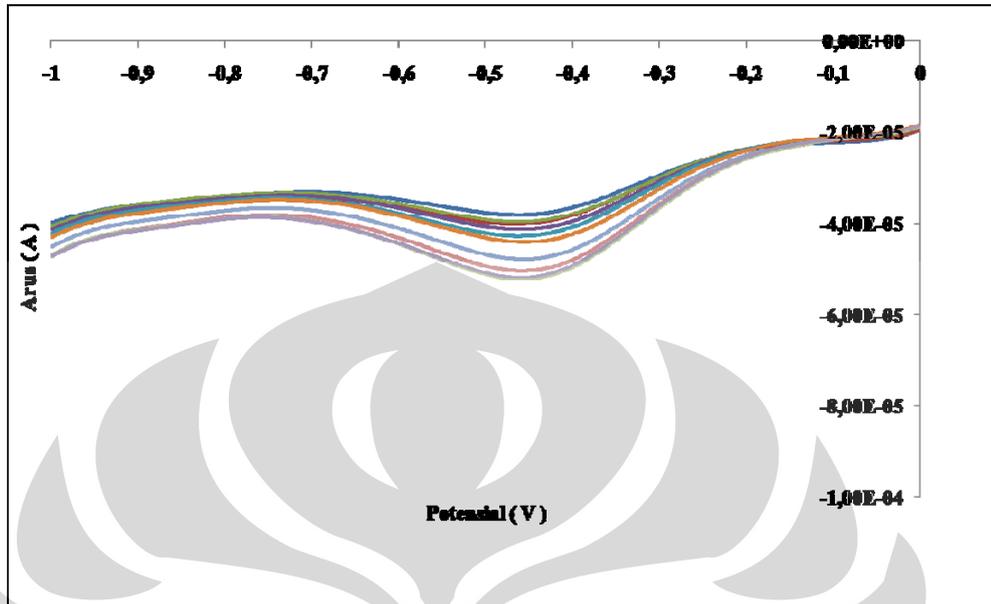




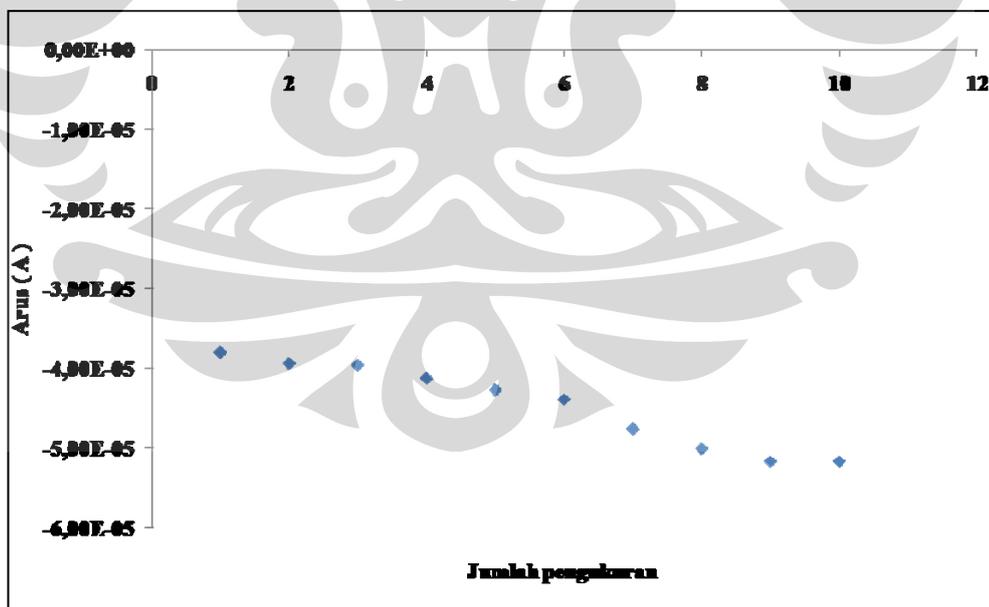
Gambar 4.22 Arus reduksi pada siklik voltamogram aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada GC-NP Au



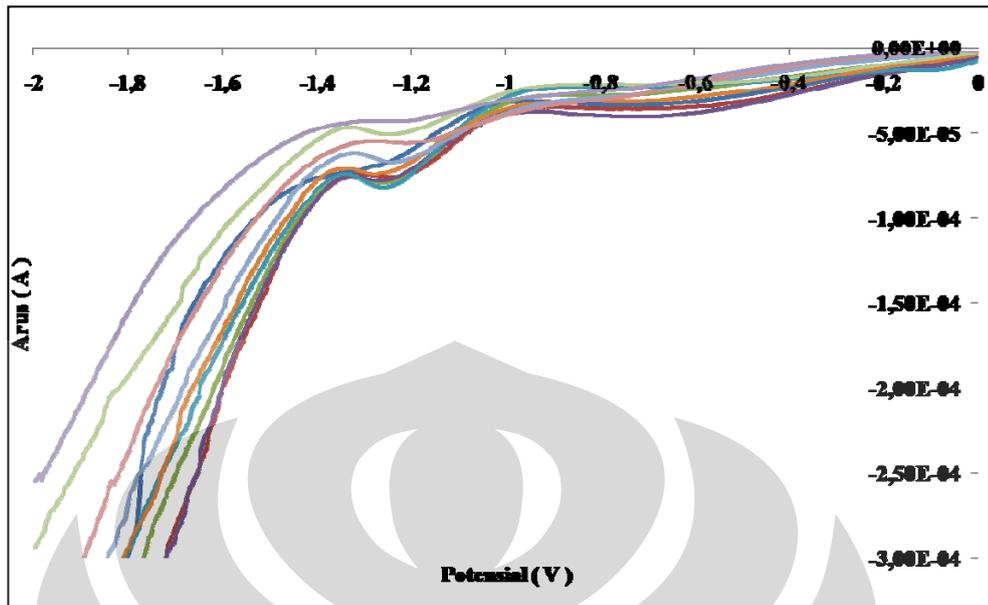
Gambar 4.23 Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada GC-NP Au



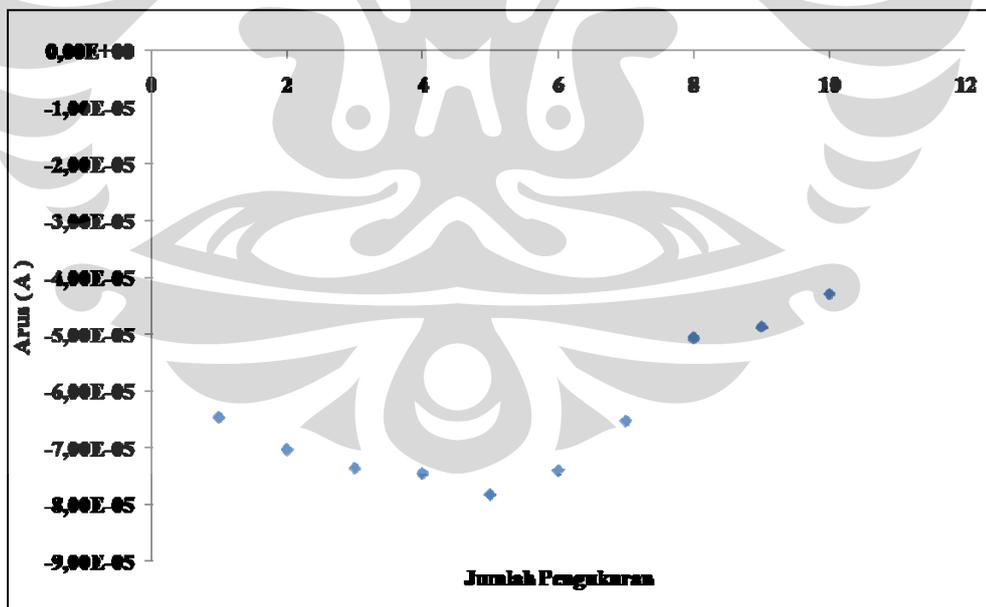
Gambar 4.24 Arus reduksi pada siklik voltamogram aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada GC



Gambar 4.25 Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada GC



Gambar 4.26 Arus reduksi pada siklik voltamogram aliran oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengukuran pada Au

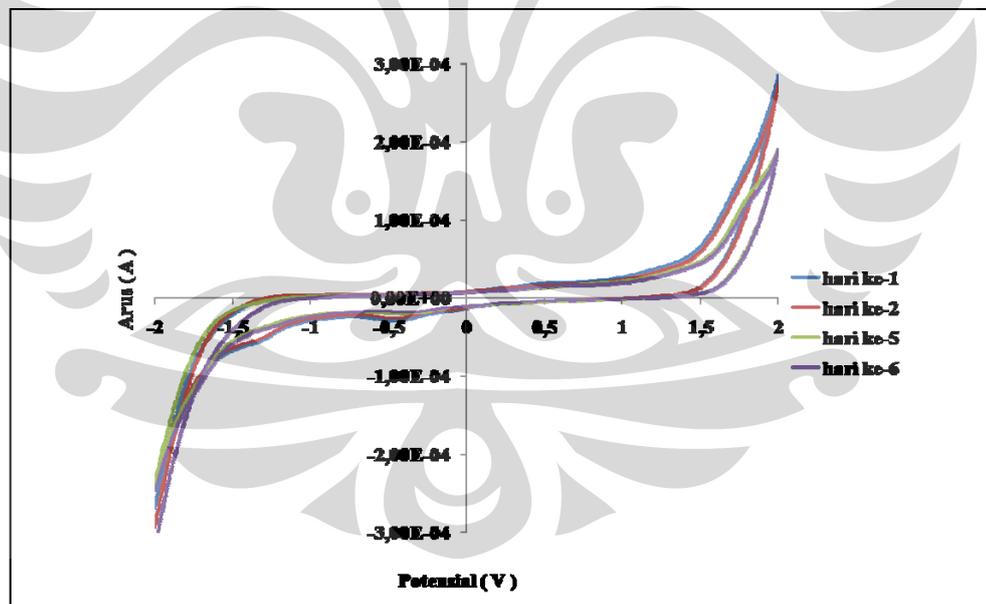


Gambar 4.27 Plot respon arus aliran oksigen selama dua menit terhadap jumlah pengukuran pada Au

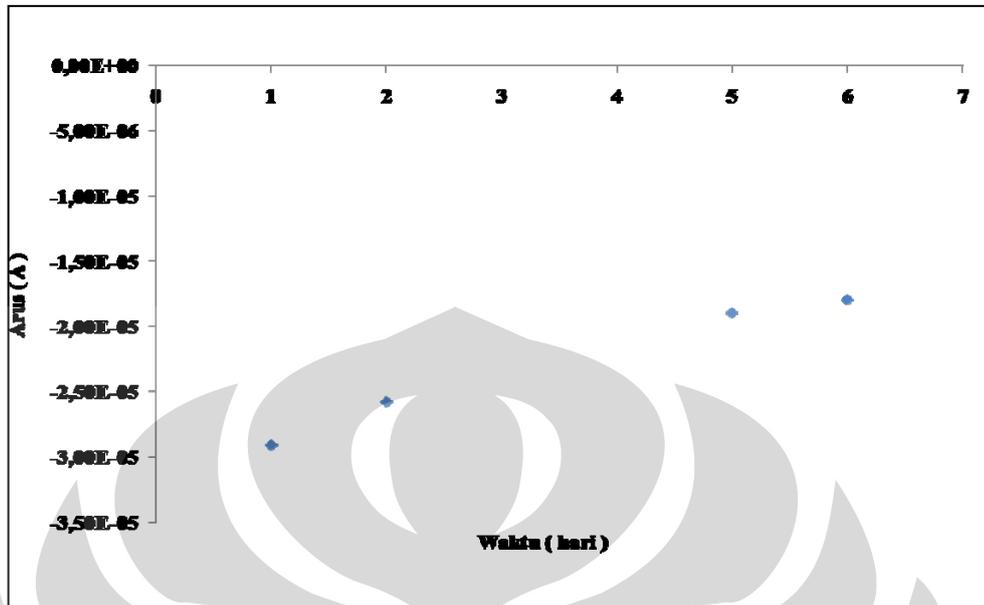
4.7.5 Pengujian kestabilan elektroda GC-NPAu

Pengujian kestabilan elektroda bisa dilakukan dengan cara mengamati respon arus selama lima hari. Respon arus tersebut didapat dari hasil pengukuran larutan buffer posfat yang sudah dialiri oksigen selama dua menit. Pengukuran dilakukan pada *scanrate* 100mV/s dengan kisaran potensial -2000mV hingga 2000mV. Selama tidak digunakan, elektroda GC-NP au disimpan dalam akuademin.

Dari Gambar 4.28 dapat diketahui bahwa GC-NP Au cukup stabil karena penurunan respon arus katodik pada GC-NP Au kurang signifikan. Penurunan arus katodik ini menunjukkan kemampuan GC-NP Au dalam mereduksi oksigen semakin menurun. Hal ini dapat terjadi karena kemungkinan pelepasan nanopartikel emas dari permukaan selama penyimpanan dalam akuademin.



Gambar 4.28 Siklik voltamogram kestabilan GC NP au dalam larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit



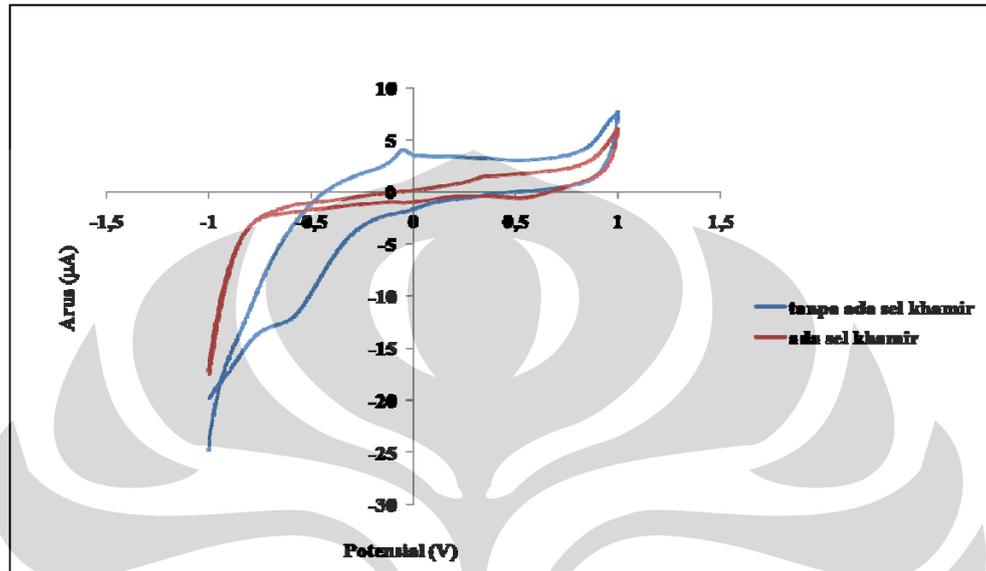
Gambar 4.29 Plot respon arus larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit terhadap waktu pengukuran kestabilan pada GC-NP Au

4.8 Studi pendahuluan BOD dengan menggunakan sel khamir

Studi pendahuluan BOD dilakukan secara elektrokimia melalui metode siklik voltametri dengan membandingkan arus yang dihasilkan pada saat adanya khamir dan saat tidak adanya khamir. Pengukuran dilakukan pada scanrate 100 mV/s dan kisaran potensial -1000mV hingga 1000mV dengan menggunakan elektroda glassy carbon yang sudah termodifikasi dengan nanopartikel emas.

Pada gambar dapat terlihat adanya perbedaan yang signifikan dari arus yang dihasilkan pada saat adanya sel khamir dan tidak adanya sel khamir. Pada saat tidak adanya sel khamir, arus reduksi oksigen terlihat cukup besar. Hal ini dikarenakan kandungan oksigen yang terlarut masih cukup besar sehingga arus reduksi oksigen yang terukur cukup besar. Akan tetapi, pada saat ditambahkan sel khamir, maka arus reduksi oksigen mengalami penurunan yang cukup signifikan. Penurunan arus ini mengindikasikan bahwa kadar oksigen yang terlarut semakin

sedikit karena adanya aktivitas khamir mengkonsumsi oksigen untuk memecah bahan organik. Semakin banyak oksigen yang dikonsumsi khamir maka semakin besar nilai BOD yang dihasilkan. Berikut siklus voltamogram dari hasil pengukuran tanpa adanya sel dan dengan adanya sel.



Gambar 4.30 Siklik voltamogram pada larutan uji yang menggunakan sel khamir dan tidak menggunakan sel khamir

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini, telah berhasil mensintesis nanopartikel emas untuk modifikasi permukaan elektroda *glassy carbon*. Modifikasi ini dilakukan dengan teknik *self assembly*. Karakterisasi nanopartikel emas yang termodifikasi pada permukaan *glassy carbon* dilakukan secara elektrokimia dengan menggunakan *cyclic voltammetry*. Pengukuran dilakukan pada kisaran potensial -2000mV hingga 2000mV dan *scanrate* optimum yang diperoleh sebesar 100mV/s. Arus yang terukur merupakan arus reduksi dari oksigen. Semakin lama waktu aliran oksigen ke dalam sampel maka semakin besar arus yang terukur.

Siklik voltamogram menunjukkan bahwa emas mempunyai arus background yang lebih besar dibandingkan dengan GC NP Au dan GC. GC-NP Au memiliki kemampuan pemisahan sinyal arus terhadap *background* yang lebih baik. Hal ini bisa dilihat dari perbandingan sinyal arus terhadap *background* yang dimiliki oleh GC-NP Au (S/B= 1,89) lebih besar dibandingkan dengan Au (S/B= 1,19) dan GC (S/B=1,534).

Presisi pengukuran respon arus terhadap larutan buffer posfat yang dialiri oksigen selama dua menit sebanyak 10 kali pengulangan diperoleh sebesar 10,50 % (RSD) untuk GC-AuNP, 11,84 % (RSD) untuk GC, dan 19,44% untuk Au. Hasil pengujian kestabilan elektroda GC-AuNP dan BDD-AuNP selama satu minggu menunjukkan penurunan arus yang kurang signifikan.

GC-NP Au mempunyai nilai batas deteksi yang lebih kecil (0,16 menit) dan kemampuan pemisahan sinyal dari *background* yang lebih baik sebagai sensor oksigen dibanding GC dan Au. Oleh karena itu, GC-NP Au digunakan sebagai sensor oksigen untuk studi pendahuluan BOD. Dari hasil pengukuran menggunakan sel khamir dan tanpa adanya sel khamir terlihat perbedaan arus

yang sangat signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa oksigen terlarut yang ada dalam sampel telah berkurang secara signifikan akibat adanya sel khamir.

5.2 Saran

Sensitivitas dari elektroda yang termodifikasi sangat dipengaruhi oleh proses pembentukan nanopartikel emas. Oleh karena itu, sebaiknya dilakukan optimasi pada proses sintesis nanopartikel emas sehingga dapat dihasilkan nanopartikel emas dengan ukuran yang tidak terlalu besar dan mempunyai distribusi nanopartikel yang seragam. Optimasi ini dapat dilakukan dengan cara memvariasikan konsentrasi HAuCl_4 yang digunakan, pH larutan, dan pengadukan.

Pada saat mengukur respon arus terhadap reduksi oksigen yang terlarut, sebaiknya perlu memperhatikan suhu ruangan pada saat pengukuran. Suhu ruangan yang cukup panas dapat menghambat larutnya oksigen dalam air sehingga mempengaruhi hasil pengukuran. Suhu 20°C cukup baik digunakan pada saat pengukuran dengan menggunakan potensiostat.

DAFTAR PUSTAKA

- Aurelia, Inezia. (2005). *Studi modifikasi glassy carbon dengan teknik elektrodeposisi iridium oksida untuk aplikasi sebagai elektroda sensor arsen (III)*. Karya Utama Sarjana Kima. Departemen Kimia. FMIPA UI.
- Biological Oxygen Demand*. (n.d). 15 Mei 2010.
<http://www.k12science.org/curriculum/diproj2/en/fieldbook/bod.shtml>
- Bott, Andrian W. *Practical problems in voltammetry 3: Reference electrodes for voltammetry*.(n.d). <http://www.currentseparations.com/issues/14-2/cs14-2d.pdf>
- Experiment 5: Cyclic voltammetry*.(n.d). 10 Mei 2010
www2.chemistry.msu.edu/courses/.../cem372cyclicvoltammetry.pdf
- Fitrianiingsih. (2005). *Inventaris dan identifikasi khamir dari serasah di taman nasional gunung halimun*. Karya utama sarjana biologi FMIPA UI. Depok.
- Gold*. (n.d). 15 Mei 2010. www.webexhibits.org/causesofcolor/9.html
- Gunlazuardi, Jarnuzi. (2009). Power point sinar X. Departemen Kimia. FMIPA UI.
- Hariyadi, Sigid. (2004). *BOD dan COD sebagai parameter pencemaran air dan baku mutu air limbah*. 15 mei 2010. http://www.rudyc.com/PPS702-ipb/09145/sigid_hariyadi.pdf
- Harvey, D. (2000). *Modern analytical chemistry*, Int. edition. McGraw-Hill. United State. Page 508 - 509.
- IUPAC. (1991). *Chemical sensors: definitions and classification*. 10 mei 2010.
<http://www.iupac.org/publications/pac/1991/pdf/6309x1247.pdf>
- Linear sweep voltammetry/cyclic voltammetry*.(n.d).15 mei 2010.
http://www.basinc.com/mans/EC_epsilon/Techniques/CycVolt/cv.html
- Mays, L.W. (1996). *Water resources handbook*. New York. p: 8.27-8.28.

Mass transport. (n.d). 10 Mei 2010.
<http://www.cheng.cam.ac.uk/research/groups/electrochem/JAVA/electrochemistry/ELEC/12html/12mt.html>

Nanopartikel. (n.d). 15 mei 2010. [http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-\(1\).shtml](http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-(1).shtml).

Oksigen. (n.d).15 Mei 2010. <http://www.gas-plants.com/oxygen-properties.html>

Properties of gold. (n.d). 15Mei 2010
[http://www.gold.org/?phpsessid=433fcc66c588300963b770885f617336/discover/scienceand industry/properties of gold.](http://www.gold.org/?phpsessid=433fcc66c588300963b770885f617336/discover/scienceand%20industry/properties%20of%20gold)

Salmin. (2005). *Oksigen terlarut (DO) dan kebutuhan oksigen biologi (BOD) sebagai salah satu indikator untuk menentukan kualitas perairan.* 15 Mei 2010. <http://www.oseanografi.lipi.go.id/en/publikasi/majalah-oseana/320-Oksigen%20Terlarut%20%28DO%29%20Dan%20Kebutuhan%20Oksigen%20Biologi%20%28BOD%29%20Sebagai%20Salah%20Satu%20Indikator%20Untuk%20Menentukan%20Kualitas%20Perairan.html>

Scanning electron microscopy. (n.d). 15 Mei 2010. www.mos.org/sln/SEM.

Structure of glassy carbon. (n.d). 20 mei 2010.
<http://www.sciencedaily.com/releases/2007/09/070924172959.htm>

Tribidasari A., Ivandini., et.al. *Construction of Gold Nanoparticles Array at Carbon Substrate by Self-Assembly Method for Sensor and Biosensor Applications (Research Proposal for Bangkok Meeting).* 2008.

Pramasasti, Sisma. (2007). *Modifikasi elektroda emas dengan EDTA untuk mengidentifikasi ion Hg²⁺.* Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA-UI.

Preidel, W, et al. (1994). *A new principle for an electrochemical oxygen sensor*. Corporate Research and Development, Siemens AG, Department ZFE T EP 1, PO Box 3220, D-91050 Erlangen, Germany. 1 Maret 2010.
<http://www.linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/092540059401533N>

Ryoo, Hyunwoo, et al. (2006). *Immobilization of horseradish peroxidase to electrochemically deposited gold-nanoparticles on glassy carbon electrode for determination of H₂O₂*. 10 Mei 2010.
http://www.newjournal.kcsnet.or.kr/main/j_search/j_download.htm?code=B060511

Scanning electron microscopy. (n.d).10 Mei 2010. www.mos.org/sln/SEM.

Teknologi pengelolaan kualitas air. (2009). 10 mei 2010.
http://www.sith.itb.ac.id/d4_akuakultur_kultur_jaringan/bahan-kuliah/1_Teknologi_Pengelolaan_Kualitas_Air_KUALITAS_AIR_DAN_PENGUKURANNYA.pdf

Tri A., Maria. (2006). *Modifikasi glassy carbon dan grafit dengan teknik elektrodeposisi iridium oksida untuk aplikasi sebagai elektroda sensor merkuri*. Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA-UI

Wibowo, Rahmat. (2001). *Power Point Biosensor*. Departemen Kimia. FMIPA UI.

Wijaya, Lany. (2008). *Modifikasi elektroda karbon dengan nanopartikel emas dan aplikasinya sebagai sensor arsen*. Departemen Kimia. FMIPA-UI.

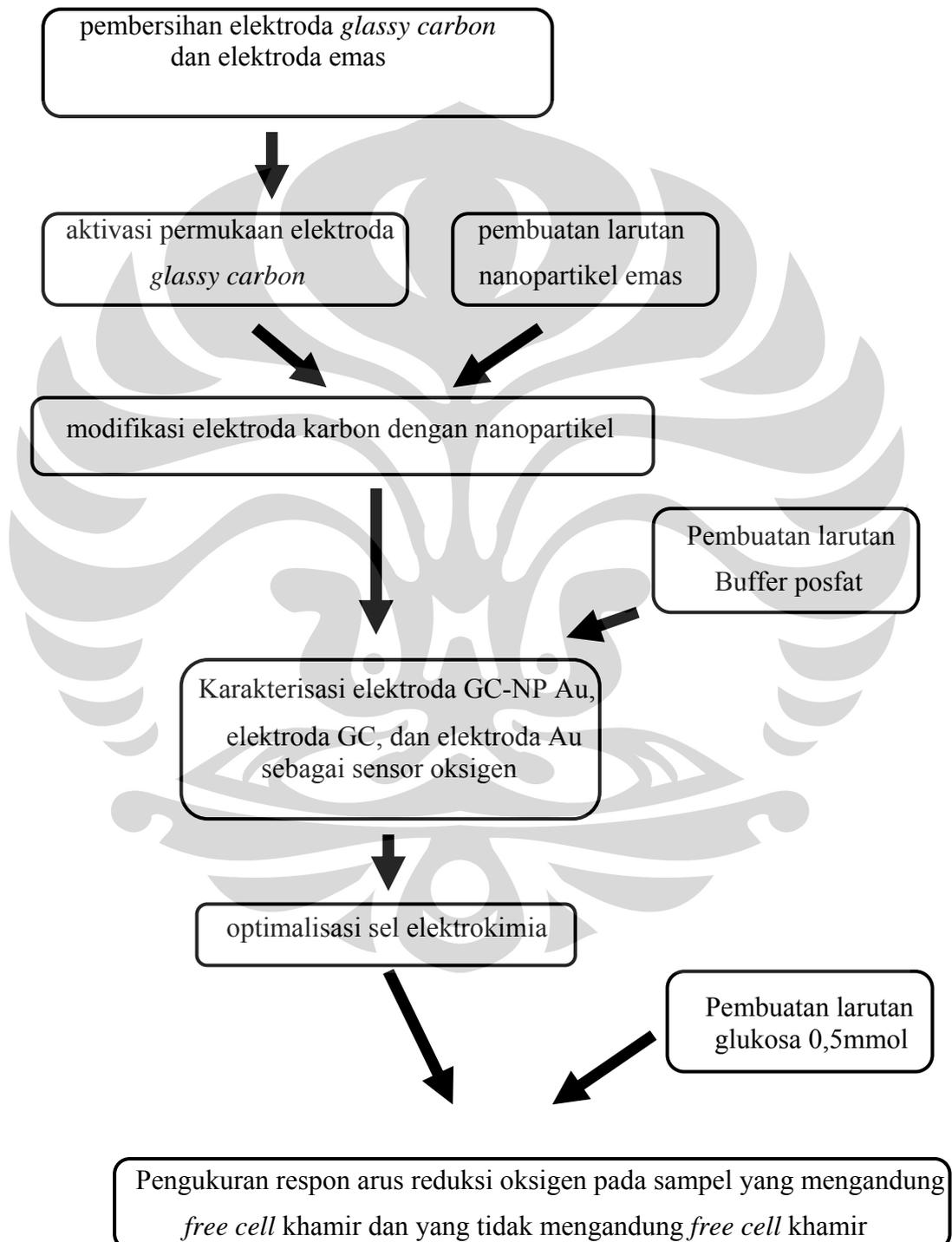
Winter, Jessica. (2007). *Gold nanoparticle biosensors*. 15 Mei 2010.
www.nsec.ohio-state.edu/teacher_workshop/Gold_Nanoparticles.pdf

XRF Basic Principle. (n.d). 15Mei 2010. <http://stephenson-associates-inc.com/XRF%20Basic%20Principles.pdf>

Yulizar, Yoki. (2004). *KSK Fisik IV : Kimia Nanopartikel Logam*. Departemen Kimia. FMIPA UI.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema kerja penelitian



Lampiran 2. Data karakterisasi larutan nanopartikel emas dengan spektrofotometer UV-Visible pada selang waktu tertentu

a. Data kestabilan nanopartikel emas terhadap waktu

Waktu(jam)	Absorbansi
24	0,8
48	0,792
72	0,786
96	0,785
120	0,778

b. Data pergeseran λ maksimum nanopartikel emas terhadap waktu

Waktu (jam)	λ_{maks} (nm)
24	521
48	518
72	522
96	521
120	519

Lampiran 3. Data tinggi arus puncak reduksi terhadap variasi *scan rate*

a. Elektroda GC-NP Au

<i>Scan rate</i> (mV/s)	Arus (A)
50	-3,51E-05
80	-4,38E-05
100	-4,53E-05
200	-6,72E-05
250	-6,82E-05

b. Elektroda GC

<i>Scan rate</i> (mV/s)	Arus (A)
50	-2,70E-05
80	-3,30E-05
100	-3,66E-05
200	-5,35E-05
250	-5,93E-05

c. Elektroda Au

Scan rate (mV/s)	Arus (A)
50	-4,31E-05
80	-5,58E-05
100	-6,66E-05
200	-9,23E-05
250	-9,32E-05

Lampiran 4. Data tinggi arus penentuan *reproducibility* elektroda

a. Data elektroda GC-NP Au

Jumlah pengukuran	Arus (A)
1	-2,63E-05
2	-2,96E-05
3	-3,17E-05
4	-3,31E-05
5	-3,48E-05
6	-3,56E-05
7	-3,61E-05
8	-3,74E-05
9	-3,92E-05
10	-3,94E-05

% RSD dihitung dengan cara:

$$\% \text{ RSD} = (\text{Standar Deviasi} / \text{Arus rata-rata}) \times 100 \%$$

Untuk GC-AuNP:

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= (4,2 \times 10^{-6} / -3,43 \times 10^{-5}) \times 100 \% \\ &= 12,24 \% \end{aligned}$$

b. Data elektroda GC

Jumlah pengukuran	Arus (A)
1	-3,80E-05
2	-3,94E-05
3	-3,96E-05
4	-4,12E-05

5	-4,27E-05
6	-4,39E-05
7	-4,76E-05
8	-5,01E-05
9	-5,17E-05
10	-5,17E-05

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= (5,28 \times 10^{-6} / -4,46 \times 10^{-5}) \times 100 \% \\ &= 11,84 \% \end{aligned}$$

c. Data elektroda Au

Jumlah Pengukuran	Arus (A)
1	-6,47E-05
2	-7,04E-05
3	-7,36E-05
4	-7,45E-05
5	-7,83E-05
6	-7,40E-05
7	-6,53E-05
8	-5,07E-05
9	-4,87E-05
10	-4,29E-05

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= (1,25 \times 10^{-5} / -6,43 \times 10^{-5}) \times 100 \% \\ &= 19,44 \% \end{aligned}$$

Lampiran 5. Data tinggi arus pengujian kestabilan elektroda GC-NP Au

Hari ke-	Arus (A)	% Penurunan arus
1	-2,91E-05	0%
2	-2,58E-05	11,34%
5	-1,90E-05	34,70%
6	-1,80E-05	38,14%

Lampiran 6. Data tinggi arus penentuan kurva kalibrasi linier dan penentuan batas deteksi (LOD)

- a. Data tinggi arus puncak reduksi terhadap variasi lamanya waktu aliran oksigen pada GC-AuNP

Waktu	Arus 1	Arus 2	Arus 3	Arus rata-rata	Standar deviasi
0 menit	4,00E-05	4,10E-05	4,02E-05	4,04E-05	5,29E-07
2 menit	8,13E-05	8,10E-05	8,17E-05	8,13E-05	3,51E-07
4 menit	1,01E-04	9,96E-05	9,92E-05	9,99E-05	9,45E-07
6 menit	1,10E-04	1,16E-04	1,20E-04	1,15E-04	5,03E-06
8 menit	1,22E-04	1,15E-04	1,19E-04	1,19E-04	3,51E-06

Daerah kelinieran respon arus diplot terhadap waktu aliran oksigen, maka didapatkan persamaan garis :

$$Y=1.10^{-5}X+5.10^{-5}$$

Batas deteksi / Limit deteksi (LOD) ditentukan dengan:

$$LOD = a + 3 S_0$$

dengan S_0 adalah standar deviasi untuk larutan uji tanpa oksigen

$$LOD = 5.10^{-5} + 3 (5,29.10^{-7})$$

$$LOD = 5,16.10^{-5}$$

LOD yang didapatkan ini kemudian di substitusikan sebagai nilai Y pada persamaan: $Y=1.10^{-5}X+5.10^{-5}$

Sehingga didapatkan nilai limit deteksi pada 0,16 menit

- b. Data tinggi arus puncak reduksi terhadap variasi lamanya waktu aliran oksigen pada GC

Waktu	Arus 1	Arus 2	Arus 3	Arus rata-rata	Standar deviasi
0 menit	3,12E-05	3,04E-05	3,10E-05	3,09E-05	4,16E-07
2 menit	4,40E-05	4,38E-05	4,48E-05	4,42E-05	5,29E-07
4 menit	4,68E-05	4,74E-05	4,70E-05	4,71E-05	3,06E-07
6 menit	5,10E-05	5,20E-05	5,12E-05	5,14E-05	5,29E-07
8 menit	6,48E-05	6,54E-05	6,58E-05	6,53E-05	5,03E-07

Daerah kelinieran respon arus diplot terhadap waktu aliran oksigen, maka didapatkan persamaan garis :

$$Y=4.10^{-6}X+3.10^{-5}$$

Batas deteksi / Limit deteksi (LOD) ditentukan dengan:

$$\text{LOD} = a + 3 S_0$$

dengan S_0 adalah standar deviasi untuk larutan uji tanpa oksigen

$$\text{LOD} = 3 \cdot 10^{-5} + 3 (4,16 \cdot 10^{-7})$$

$$\text{LOD} = 3,12 \cdot 10^{-5}$$

LOD yang didapatkan ini kemudian di substitusikan sebagai nilai Y pada persamaan: $Y = 4 \cdot 10^{-6}X + 3 \cdot 10^{-5}$

Sehingga didapatkan nilai limit deteksi pada 0,3 menit

c. Data tinggi arus puncak reduksi terhadap variasi lamanya waktu aliran oksigen pada Au

Waktu	Arus 1	Arus 2	Arus 3	Arus rata-rata	Standar deviasi
0 menit	5,30E-05	5,28E-05	5,34E-05	5,31E-05	3,06E-07
2 menit	7,30E-05	7,38E-05	7,42E-05	7,37E-05	6,11E-07
4 menit	7,90E-05	7,98E-05	8,00E-05	7,96E-05	5,29E-07
6 menit	8,50E-05	8,56E-05	8,48E-05	8,51E-05	4,16E-07
8 menit	9,20E-05	9,35E-05	9,38E-05	9,31E-05	9,64E-07

Daerah kelinieran respon arus diplot terhadap waktu aliran oksigen, maka didapatkan persamaan garis :

$$Y = 5 \cdot 10^{-6}X + 6 \cdot 10^{-5}$$

Batas deteksi / Limit deteksi (LOD) ditentukan dengan:

$$\text{LOD} = a + 3 S_0$$

dengan S_0 adalah standar deviasi untuk larutan uji tanpa oksigen

$$\text{LOD} = 6 \cdot 10^{-5} + 3 (3,06 \cdot 10^{-7})$$

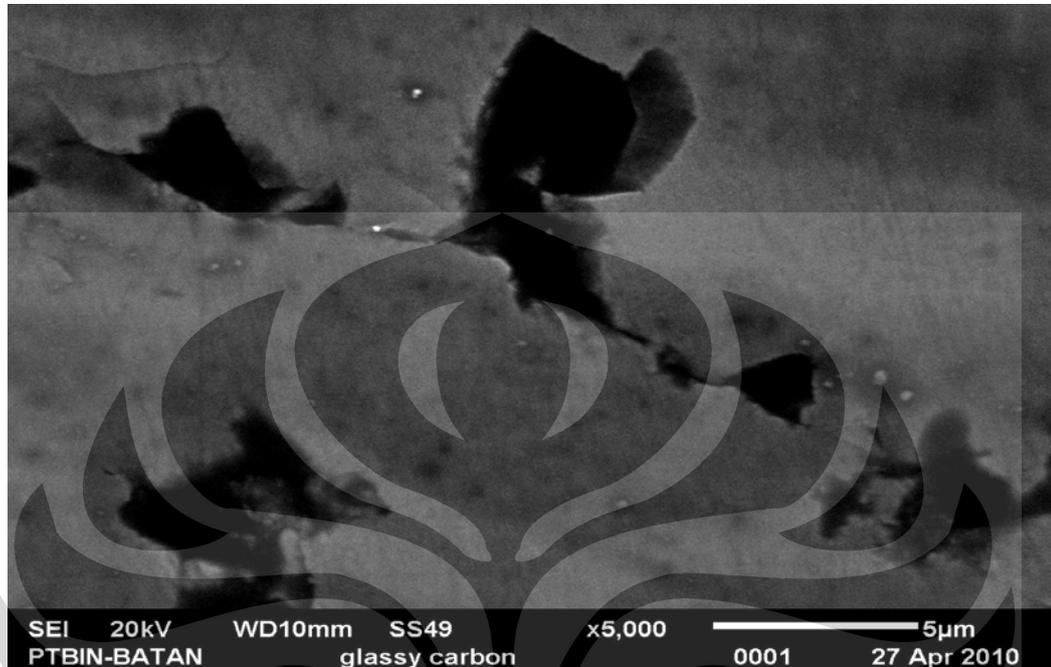
$$\text{LOD} = 6,09 \cdot 10^{-5}$$

LOD yang didapatkan ini kemudian di substitusikan sebagai nilai Y pada persamaan: $Y = 5 \cdot 10^{-6}X + 6 \cdot 10^{-5}$

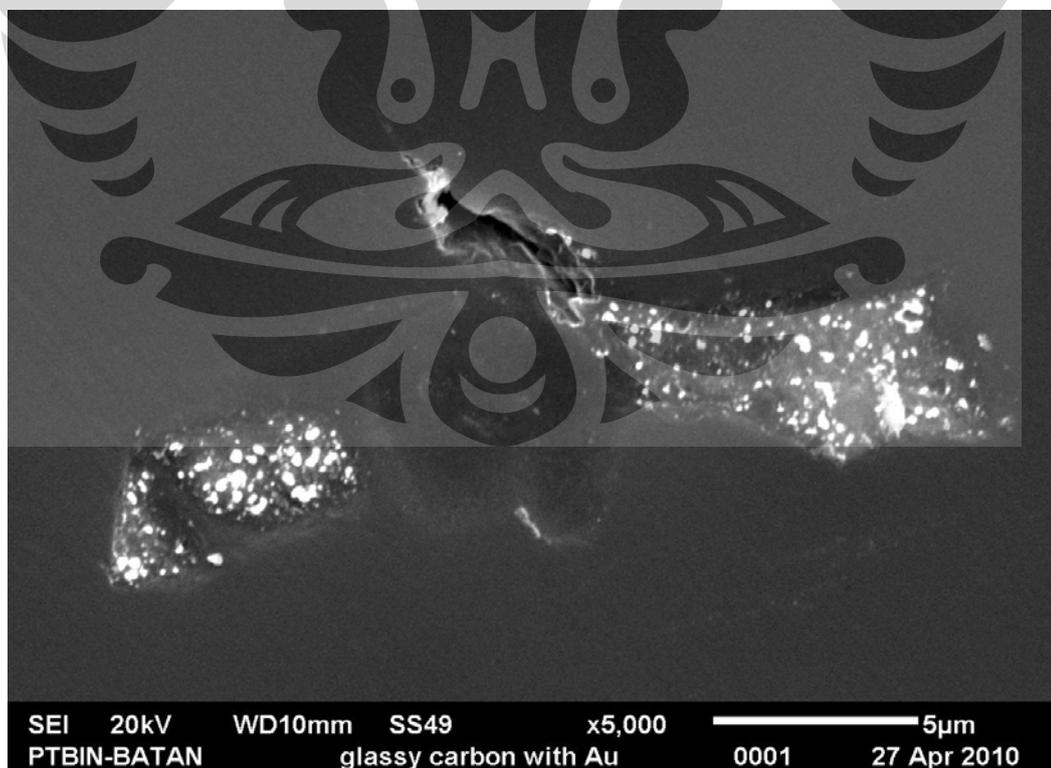
Sehingga didapatkan nilai limit deteksi pada 0,18 menit

Lampiran 7. Hasil foto SEM nanopartikel emas pada permukaan elektroda *glassy carbon*

a. GC



b. GC-NP Au



Lampiran 8 Hasil Karakterisasi XRF (*X-ray Fluorecence*) nanopartikel emas pada permukaan elektroda *glassy carbon*

