



UNIVERSITAS INDONESIA

JUDUL

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL *CU-CYSTEINE* UNTUK
DETEKSI CEPAT 3-MONOCHLOROPROPANEDIOL BERBASIS ANALISIS
KOLORIMETRI**

SKRIPSI

AGAN AULIYA RAHMAN

1806201661

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL

JULI 2022



UNIVERSITAS INDONESIA

JUDUL

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL *CU-CYSTEINE*
UNTUK DETEKSI CEPAT 3-MONOCHLOROPROPANEDIOL BERBASIS
ANALISIS KOLORIMETRI**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik

AGAN AULIYA RAHMAN

1806201661

FAKULTAS TEKNIK

PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL

JULI 2022

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Agan Auliya Rahman

NPM : 1806201661

Tanda Tangan : 

Tanggal : 5 Juli 2022

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh:

Nama : Agan Auliya Rahman
NPM : 1806201661
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Cu-Cysteine untuk Deteksi Cepat 3-Monochloropropanediol Berbasis Analisis Kolorimetri

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bahan persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Adam Febriyanto Nugraha, S.T., Ph.D (.....)

Penguji I : Dr. -Ing. Alfian Ferdiansyah, S.T., M.T. (.....)

Penguji II : Yora Faramitha, S.T., M.Sc. (.....)

Disetujui di : **Depok**

Tanggal : **5 Juli 2022**

KATA PENGANTAR

Tiada kata yang paling indah selain Alhamdulillah serta puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkah dan rahmat-Nya, Tugas Akhir Skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Cu-Cysteine untuk Deteksi Cepat 3-Monochloropropanediol Berbasis Kolorimetri” dapat diselesaikan dengan baik. Skripsi ini merupakan syarat menempuh gelar Sarjana Teknik dari Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia. Untuk menyelesaikan skripsi ini, dibutuhkan usaha, kegigihan dan kesabaran yang besar selain itu terdapat dukungan dan bantuan orang-orang disekitar. Sehingga terima kasih yang sebesar-besarnya, kepada:

1. Adam Febriyanto Nugraha, S.T., Ph.D., selaku dosen pembimbing skripsi, yang telah membantu dan mengarahkan terkait penelitian dan penulisan untuk menyelesaikan skripsi ini.
2. Dr. Ir. Rini Riastuti, M.Sc., selaku dosen pembimbing seminar, yang telah membantu dan mengarahkan untuk mempersiapkan skripsi ini.
3. Dr. -Ing. Alfian Ferdiansyah, S.T., M.T., selaku dosen pembimbing penelitian, yang telah membantu dan mengarahkan terkait penelitian untuk menyelesaikan skripsi ini.
4. Dr. Ir. Myrna Ariarti Mochtar, M.S., selaku dosen pembimbing akademis, yang telah mengarahkan terkait perkuliahan sejak semester satu hingga semester delapan.
5. Orang tua, adik dan keluarga besar yang senantiasa memberikan doa dan dukungannya sehingga penelitian dan penulisan berjalan lancar.
6. Ibu Yora Faramitha, M.Sc, selaku peneliti di Pusat Penelitian Bioteknologi dan Bioindustri Indonesia, yang telah membantu baik secara waktu, pemikiran serta material untuk lancarnya penelitian.
7. Rekan tim skripsi deteksi 3-MCPD berbasis kolorimetri menggunakan nanopartikel, yaitu Lisa Hasnalma Zahra, Aqshal Subakti dan Rafi Barori, yang telah menjadi teman diskusi, sintesis dan tempat berkeluh kesah saat melakukan penelitian di Kota Bogor.
8. Tim Pusat Penelitian Bioteknologi dan Bioindustri Indonesia, yang telah membantu secara teknis berjalannya penelitian.

9. Angkatan 2018 Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia, yang telah menemani dari semester satu hingga semester delapan.
10. Iffat, Bagas Wibisono, Zahwa, yang telah menemani selama berorganisasi di Ikatan Mahasiswa Teknik Metalurgi dan Material 2020.
11. Faridz, Danis, Zahra, Arei, Rad, Angel, yang telah menemani selama berorganisasi di Badan Eksekutif Mahasiswa FTUI 2021.
12. Badan Pengurus Kemahasiswaan Ikatan Mahasiswa Teknik Metalurgi dan Material 2020 dan Badan Eksekutif Mahasiswa FTUI 2021.
13. Octa dan Dzaki, sebagai teman di Universitas Negeri Sebelas Maret yang telah menemani selama satu tahun berkeliah di Universitas Negeri Sebelas Maret.
14. Ainun Maharani, sebagai teman yang menemani dan membantu penulis menyusun skripsi.
15. Tanpa mengurangi rasa hormat, seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan dukungan dan bantuan selama perkuliahan hingga skripsi ini selesai.

Penyusunan skripsi ini dengan disadari masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, mohon maaf atas kekurangan, sehingga penulis terbuka atas masukan dan kritikan untuk perbaikan nantinya. Akhir kata, besar harapan, kebaikan seluruh pihak yang telah membantu dapat berbalik baik di kemudian hari, dan skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi banyak orang.

Jakarta, 5 Juli 2022

Penulis

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK
KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

Nama : Agan Auliya Rahman
NPM : 1806201661
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
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:

Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Cu-Cysteine untuk Deteksi Cepat 3-Monochloropropanediol Berbasis Analisis Kolorimetri

Beserta perangkatan yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini, Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan studi literatur saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya:

Disetujui di : Depok
Pada tanggal : 5 Juli 2022

Yang menyatakan



(Agan Auliya Rahman)

ABSTRAK

Nama : Agan Auliya Rahman
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Cu-Cysteine untuk Deteksi Cepat 3-Monochloropropanediol Berbasis Analisis Kolorimetri
Pembimbing : Adam Febriyanto Nugraha, S.T., Ph.D

Senyawa 3-monochloropropanediol atau 3-MCPD merupakan senyawa kontaminan pada minyak goreng, yang menyebabkan resiko pada kesehatan manusia, karena bersifat karsinogenik. *EU regulation* telah membuat aturan maksimal 3-MCPD pada makanan yaitu 2,5ppm. Pengujian kandungan 3-MCPD yang telah ada saat ini, berbasis kromatografi gas, namun mahal, kompleks, dan membutuhkan operator yang berkualifikasi. Pendeteksian senyawa 3-MCPD menggunakan nanopartikel berbasis kolorimetri mendapat perhatian, salah satunya nanopartikel logam yang memiliki sifat sensitif terhadap senyawa yang dideteksi. Pada penelitian ini, deteksi dilakukan dengan nanopartikel tembaga dengan L-sistein sebagai *capping agent*. Sintesis nanopartikel tembaga dilakukan dengan berbagai variasi untuk mendapatkan hasil yang optimal seperti stokiometri, atmosfer, dan pengenceran. Pita LSPR nanopartikel tembaga dengan ligan L-sistein (Cys-CuNPs) diamati menggunakan UV-visible (UV-Vis). Selanjutnya karakterisasi *Fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR) dan *dynamic light scattering* (DLS) dilakukan untuk mengamati interaksi antara nanopartikel tembaga dengan L-sistein serta ukuran partikel Cys-CuNPs. Selanjutnya penelitian ini, dilakukan evaluasi sensitivitas nanopartikel Cys-CuNPs terhadap 3-MCPD.

Kata Kunci: 3-MCPD, Nanopartikel Tembaga, Kolorimetri, UV-Visible, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Dyanamic Light Scattering* (DLS)

ABSTRACT

Name : Agan Auliya Rahman
Study Program : Metallurgical and Materials Engineering
Thesis Title : Synthesis and Characterization of Cu-Cysteine Nanoparticles for Rapid Detection of 3-Monochloropropanediol Based on Colorimetric Analysis
Advisor : Adam Febriyanto Nugraha, S.T., Ph.D

3-Monochloropropanediol (3-MCPD) is a contaminant in edible oil that can pose a risk to human health, because it is carcinogenic. EC regulations have set a maximum limit of 2,5ppm of 3-MCPD on food. The current assay of three-MCPD, based on gas chromatography, is expensive, complex, and requires a qualified operator. The detection of 3-MCPD compound using nanoparticles with colorimetric based has received attention, one of which is metal nanoparticles with sensitive to the detected compounds. In this research, detection was carried out with copper nanoparticles with L-cysteine as a capping agent. The synthesis of copper nanoparticles has been tried with various variations to obtain optimal results such as stoichiometry, atmosphere, and dilution. LSPR bands of copper nanoparticles with L-Cysteine (Cys-CuNPs) were observed using UV-Visible (UV-Vis). In addition, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and dynamic light scattering (DLS) were employed to study the interactions between copper nanoparticles and L-cysteine, as well as the particle size of Cys-CuNPs. Furthermore, the sensitivity of Cys-CuNPs to 3-MCPD was evaluated.

Keywords: *3-MCPD, Copper Nanoparticles, Colorimetry, UV-Visible, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Dynamic Light Scattering (DLS)*

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR GRAFIK	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Ruang Lingkup Penelitian	3
1.5 Sistematika Penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kelapa Sawit dan Produk Turunannya	5
2.2 3-MCPD	9
2.3 Deteksi 3-MCPD	11
2.4 Nanopartikel dan Sifatnya	13
2.4.1. Nanopartikel Logam	13

2.4.2. Localized Surface Plasmon Resonance	14
2.4.3. Nanopartikel Tembaga	15
2.4.4. Sintesis Nanopartikel.....	16
2.5. Ligan.....	18
2.5.1. L-Sistein	19
2.5.2. Ikatan L-Sistein dengan Nanopartikel	19
2.5.3 Interaksi Cys-CuNPs dengan 3-MCPD.....	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	21
3.1. Diagram Alir.....	21
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	22
3.2.1. Bahan	22
3.2.2. Alat	22
3.3. Prosedur.....	22
3.3.1. Sintesis.....	22
3.3.2. Karakterisasi	23
3.3.2.1. UV-Vis Spectroscopy	23
3.3.2.2. Fourier Transform Infrared Spectroscopy	23
3.3.2.3. Dynamic Light Scattering.....	24
3.3.3. Deteksi Kolorimetri	24
BAB IV PEMBAHASAN	25
4.1. Sintesis Nanopartikel Cys-CuNPs	25
4.1.1. Pengaruh Stokiometri Komposisi.....	27
4.1.1.1. Variasi Volume CuCl ₂	27
4.1.1.2. Variasi Ligan	31

4.1.1.2.1. Variasi Konsentrasi.....	32
4.1.1.2.2. Variasi Volume.....	35
4.1.1.3. Variasi Volume Hidrazin Monohidrat.....	37
4.1.2. Pengaruh Lingkungan.....	40
4.1.2.1. Pengaruh Scale Up.....	40
4.1.2.2. Pengaruh Atmosfer.....	44
4.1.2.3. Pengaruh Pengenceran.....	45
4.1.3. Pengujian Nanopartikel Hasil Sintesis.....	50
4.1.3.1. Pengujian UV-Vis.....	51
4.1.3.2. Pengujian FTIR.....	52
4.1.3.3. Pengujian PSA.....	53
4.2. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri.....	55
4.2.1. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri Tanpa Pemanasan.....	56
4.2.2. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri Dengan Pemanasan.....	58
BAB V KESIMPULAN.....	61
5.1. Kesimpulan.....	61
5.2. Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA.....	63
LAMPIRAN.....	73

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Pasokan minyak sawit Indonesia [24]	7
Tabel 2.2 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Minyak Kelapa Sawit [30]	9
Tabel 2.3 Nanopartikel Logam dan Sifatnya [46]	13
Tabel 2.4 Kategori Nanopartikel dan Sintesisnya [46]	18
Tabel 4.1 Variasi Volume CuCl_2	28
Tabel 4.2 Variasi Volume CuCl_2	29
Tabel 4.3 Variasi Konsentrasi L-Sistein	34
Tabel 4.4 Komposisi Variasi Volume L-Sistein	36
Tabel 4.5 Variasi Volume Hidrazin	37
Tabel 4.6 Variasi Scale Up	41
Tabel 4.7 Variasi Pengenceran	47
Tabel 4.8 Variasi Pengenceran	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.3 Diagram proses Pemurnian Fisika [28].....	8
Gambar 2.5 Struktur kimia 3-MCPD dan Esternya [36]	11
Gambar 2.6 Ilustrasi LSPR dalam Nanopartikel Logam [44].....	15
Gambar 2.7 Klasifikasi metode sintesis nanopartikel [52]	17
Gambar 2.8 Pendekatan metode sintesis nanopartikel [46]	17
Gambar 2.9 Senyawa L-Sistein [55].....	19
Gambar 2.10 Cys-Cu NPs [13]	20
Gambar 2.11 Interaksi Cys-CuNPs-3-MCPD [12]	20
Gambar 3.1 Diagram Alir Pengujian	21
Gambar 4.1 Pengamatan Visual Sintesis Berdasarkan metode Soomro pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1) dan Dua Hari (H+2)	25
Gambar 4.2 Pengamatan Visual Variasi Volume CuCl ₂ : (a) 600μL; (b) 1000μL; (c) 1500μL; (d) 1800 μL; (e) 3600 μL.....	28
Gambar 4.3 Pengamatan Visual Variasi Volume CuCl ₂ : (a) 3600μL; (b) 4000μL; (c) 4500μL	29
Gambar 4.4 Pengamatan Sampel L-Sistein 0,001M.....	32
Gambar 4.5 Pengamatan Visual Sintesis L-Sistein 0,01M Pada Hari Sintesis (H+0), Lima Hari (H+5) dan Enam Hari (H+6).....	33
Gambar 4.6 Pengamatan Visual Sintesis L-Sistein 0,02M Pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Tiga Hari (H+3) dan Empat Belas Hari (H+14)	33
Gambar 4.7 Pengamatan Visual Variasi Volume L-Sistein: (a) 15μL; (b) 20μL; (c) 25μL; (d) 30 μL.....	35
Gambar 4.8 Pengamatan Visual Variasi Volume Hidrazin: (a) 100μL; (b) 150μL; (c) 200μL; (d) 250μL.....	37
Gambar 4.11 Pengamatan Visual Variasi <i>Scale Up</i> : (a) 1,5 Kali; (b) 2 Kali; (c) 2,5 Kali; (d) 3 Kali.....	40
Gambar 4.10 Pengamatan Visual Sintesis <i>Scale Up</i> 3,5 Kali Pada Hari Sintesis; Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Sembilan Hari (H+9), Sepuluh Hari (H+10), Tiga Belas	

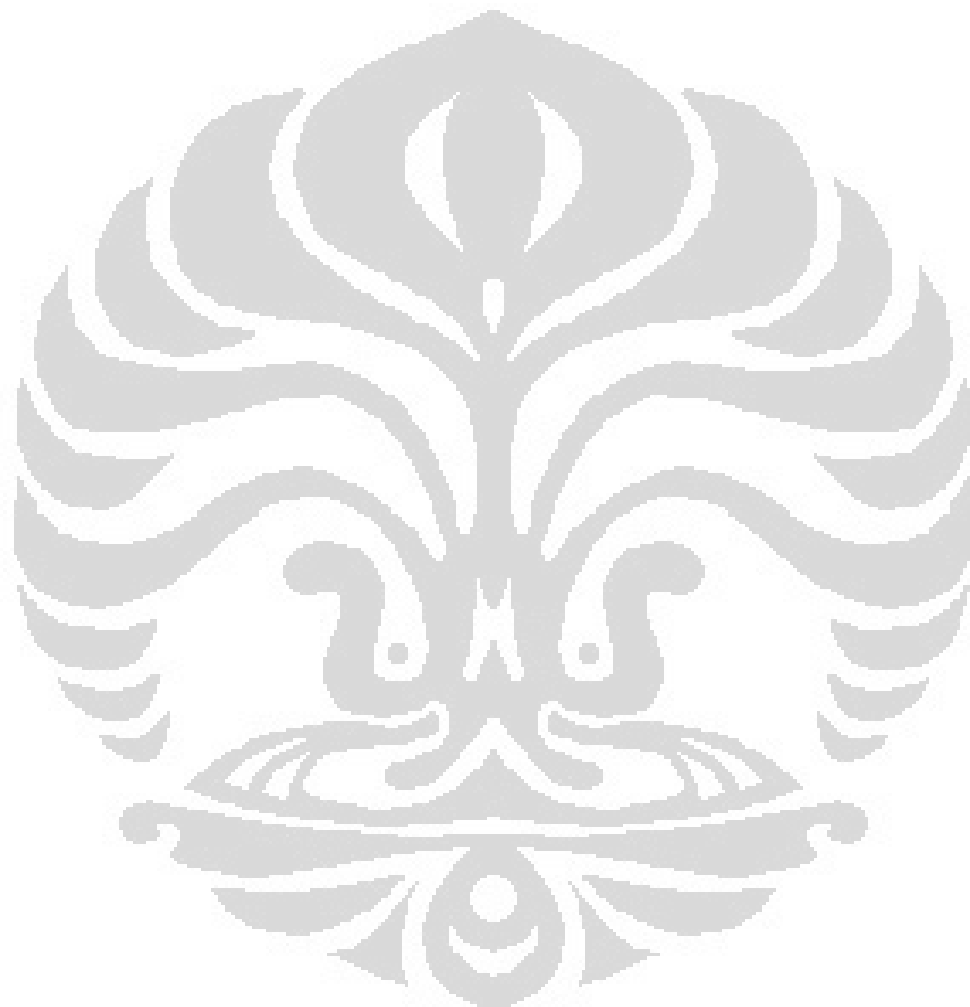
Hari (H+13), Empat Belas Hari (H+14), Lima Belas Hari (H+15), Enam Belas Hari (H+16) dan Tujuh Belas Hari (H+17)	43
Gambar 4.11 Pengamatan Visual Sintesis Atmosfer Inert Pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Tiga Hari (H+3), Empat Hari (H+4) dan Dua Puluh Lima Hari (H+25)	44
Gambar 4.12 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran: (a) Kontrol; (b) 1:1; (c) 1:2; (d) 1:3	45
Gambar 4.13 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran Pada Hari Sintesis: (a) Kontrol; (b) 1:1; (c) 1:2; (d) 1:3	46
Gambar 4.14 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran: (a) Kontrol; (b) 1:0,75; (c) 1:0,5; (d) 1:0,25	47
Gambar 4.15 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran Pada Hari Sintesis: (a) Kontrol; (b) 1:0,75; (c) 1:0,5; (d) 1:0,25	48
Gambar 4.16 Sampel Nanopartikel Deteksi 3-MCPD	55
Gambar 4.17 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm	56
Gambar 4.18 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah 1 Jam: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm	57
Gambar 4.19 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan 50°C: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm; (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm	58
Gambar 4.20 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan 80°C: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm; (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm	59

DAFTAR GRAFIK

Grafik 4.1 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis CuNPs dengan Metode Soomro.....	26
Grafik 4.2 Spektrum UV-Vis Variasi Volume CuCl ₂ : 3600μL; 4000μL; 4500μL.....	29
Grafik 4.3 Absorbansi UV-Vis Variasi Volume CuCl ₂ : 3600μL; 4000μL; 4500μL.....	30
Grafik 4.4 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,001M	32
Grafik 4.5 Spektrum Absorpsi UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,01M.....	33
Grafik 4.6 Spektrum Absorpsi UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,02M.....	34
Grafik 4.7 Spektrum UV-Vis Variasi Volume L-Sistein: 15μL; 20μL; 25μL; 30μL...	36
Grafik 4.8 Spektrum UV-Vis Variasi Volume Hidrazin: 100μL; 150μL; 200μL; 250μL	38
Grafik 4.9 Absorbansi UV-Vis Variasi Volume Hidrazin: 100μL; 150μL; 200μL; 250μL	38
Grafik 4.10 Spektrum Absorpsi Uv-Vis Sampel Hidrazin 200μL dan 250 μL.....	40
Grafik 4.11 Spektrum UV-Vis Variasi <i>Scale Up</i> : 1,5 Kali; 2 Kali; 2,5 Kali; 3 Kali	41
Grafik 4.12 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis <i>Scale Up</i> 3 Kali	42
Grafik 4.13 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis <i>Scale Up</i> 3,5 Kali	43
Grafik 4.14 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Atmosfer Inert.....	44
Grafik 4.15 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Dengan Pengenceran Pada Hari Sintesis: Kontrol; 1:1; 1:2; 1:3.....	46
Grafik 4.16 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Sampel Pengenceran Satu Hari (H+1): Kontrol, 1:1, 1:2, 1:3	46
Grafik 4.17 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Dengan Pengenceran Pada Hari Sintesis: Kontrol; 1:0,75; 1:0,5; 1:0,25	48
Grafik 4.18 Spektrum UV-Vis Hasil Sinetsis Dengan Pengenceran Satu Hari (H+1): Kontrol; 1:0,75; 1:0,5; 1:0,25	49
Grafik 4.19 Spektrum UV-Vis Nanopartikel Cys-CuNPs.....	51
Grafik 4.20 Spektrum FTIR Nanopartikel Cys-CuNPs.....	52
Grafik 4.21 Distribusi Ukuran Nanopartikel Cys-CuNPs H+0.....	54
Grafik 4.22 Distribusi Ukuran Nanopartikel Cys-CuNPs H+1	54
Grafik 4.23 Spektrum UV-Vis Sampel Nanopartikel Deteksi 3-MCPD.....	56

Grafik 4.24 Spektrum UV-Vis Deteksi 3-MCPD Setelah 1 Jam: Kontrol; 5ppm; 10ppm; 25ppm; 50ppm; 100ppm..... 57

Grafik 4.25 Spektrum UV-Vis Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan: Kontrol; 5ppm; 10ppm; 25ppm; 50ppm; 100ppm 59



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kelapa sawit merupakan tanaman yang banyak ditemukan di Indonesia dan Malaysia. Kelapa sawit merupakan komoditas dengan pertumbuhan yang pesat pada dua dekade terakhir [1]. Industri kelapa sawit menjadi bagian penting dari produk makanan seperti biskuit, cokelat, es krim, roti, yang membutuhkan standar keamanan yang tinggi [2]. Minyak sawit telah digunakan selama kurang lebih 5000 tahun dalam produk makanan dan merupakan minyak nabati dengan kandungan nutrisi dan kesehatannya telah memiliki dokumentasi yang baik [3]. Minyak sawit mentah atau *Crude Palm Oil* (CPO) didapatkan dari kelapa sawit dengan rangkaian proses seperti pemasakan, penekanan dan klarifikasi [4]. Minyak sawit dapat dikatakan berkualitas baik jika *free fatty acid* (FFA) dan kadar air rendah, tingkat pengotor yang sangat rendah dan indeks pemutihan yang baik [5]. Faktor keamanan makanan pada saat ini menjadi perhatian utama dari konsumen, dikarenakan masyarakat saat ini lebih mementingkan keamanan dan kesehatan dari makanan yang dikonsumsi [2]. Pemurnian merupakan hal penting dari proses minyak sawit, dengan tujuan menghilangkan konstituen kecil yang tidak diinginkan tanpa mengalami kerusakan dan kerugian [4].

Pemurnian kelapa sawit pada umumnya dilakukan dengan proses fisika yang lebih disukai daripada proses kimia, karena keasaman yang tinggi, menyebabkan hilangnya minyak netral yang berlebih setelah netralisasi alkali [4]. Dalam proses pemurnian minyak sawit, yaitu selama proses deodorisasi dengan suhu yang digunakan cukup tinggi, berpotensi terbentuk senyawa 3-MCPD. Secara umum minyak sawit diketahui mengandung 3-MCPD yang lebih tinggi dibandingkan dengan jenis minyak nabati lainnya [6]. Senyawa 3-MCPD merupakan senyawa kontaminan pada makanan yang diinduksikan panas dan bersifat karsinogenik [7]. Senyawa 3-MCPD yang terkandung dalam makanan dapat berbentuk mono ataupun diester dengan asam lemak tidak hanya dalam bentuk bebas [8]. Pada tahun 2016, *European Food Safety Authority* (EFSA) menerbitkan tentang resiko 3-MCPD ester pada kesehatan manusia yang dapat menyebabkan gagal ginjal [9]. Penggunaan makanan dengan bahan dasar 3-MCPD, akan

meningkatkan potensi 3-MCPD terpapar dalam tubuh secara tidak langsung [10]. *EU regulation* pada tahun 2021 membuat aturan maksimal 3-MCPD pada minyak goreng sawit yaitu 2,5 ppm [11].

Metode untuk menganalisa atau mendeteksi 3-MCPD yang diterapkan saat ini didasarkan pada gas kromatografi dengan detektor yang berbeda seperti detektor pembakaran ionisasi, elektroforesis kapiler dengan deteksi elektrokimia dan spektrometri massa atau *liquid chromatography mass spectrometry* (LCMS-MS), *attenuated total reflection Fourier transform infrared spectroscopy* (ATR-FTIR) dan *high performance liquid chromatography* (HPCL) deteksi ultraviolet [12]. Metode deteksi tersebut dianggap memberikan hasil yang efisien dan akurat, namun memiliki kekurangan dalam hal memakan waktu, mahal, kompleks dan instrumen yang digunakan dalam pengujian canggih dan membutuhkan operator yang memiliki ahli dalam pengoperasiannya [12]. Pendeteksian 3-MCPD yang saat ini mendapatkan perhatian dalam ketahanan pangan adalah deteksi kolorimetri menggunakan nanopartikel [13].

Mekanisme dan desain sistem pendeteksian menggunakan nanopartikel, bervariasi, tetapi dengan tujuan yang sama, yaitu deteksi *pathogen* atau senyawa kimia yang cepat dan akurat salah satunya dengan berbasis kolorimetri [14]. Nanopartikel logam seperti, emas (Au), perak (Ag) dan tembaga (Cu) banyak digunakan karena memiliki sifat unik dan menarik yang dikenal dengan *Localized Surface Plasmon Resonance* (LSPR) [15]. Perbedaan antara pita UV-vis dan LSPR nanopartikel logam adalah LSPR nanopartikel logam memiliki karakteristik ukuran nano dan memiliki sensitivitas yang tinggi terhadap bentuk, ukuran dan komposisi logam yang dideteksi [13]. Nanopartikel logam bergantung dari jarak antar partikel antara nanopartikel agregat, yang memungkinkan penyarapan logam dengan berbasis LSPR dapat digunakan sebagai analitik untuk pendeteksian optik dan kalorimetri senyawa kimia yang memiliki kelebihan biaya rendah, sederhana dan sensitivitas yang baik [16].

Keragaman nanopartikel logam dalam bentuk dan ukuran memungkinkan peneliti untuk mengeksplorasinya [17]. Biaya yang rendah dan ketersediaan yang mudah dibandingkan logam mulia Au, Ag, dan Pt membuat Cu menjadi kandidat yang cocok. Permasalahan utama dari pemanfaatan nanopartikel tembaga pada aplikasi sensor adalah

kerentanan terhadap oksidasi saat terkena udara [17]. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, berbagai metode dapat ditetapkan untuk mensintesis nanopartikel tembaga dengan mengganti parameter yang sesuai dan dibawah lingkungan atmosfer inert [17]. Senyawa 3-MCPD memang dapat dengan mudah bereaksi dengan gugus fungsi asam amino dengan substitusi atom klorin 3-MCPD dalam larutan basa [12]. Untuk meningkatkan sensitifitas pendeteksi terhadap 3-MCPD, nanopartikel tembaga dilapisi dengan sistein oleh kelompok tiolnya (Cys-CuNPs) [12]. Pada pengujian ini, akan mendeteksi senyawa 3-MCPD dengan nanopartikel Cys-CuNPs dengan berbasis kalorimetri.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana metode sintesis nanopartikel *Cu-Cysteine* sebagai pendeteksi 3-MCPD berbasis kalorimetri?
2. Berapa ukuran nanopartikel *Cu-Cysteine* yang dihasilkan pada metode sintesis?
3. Bagaimana durabilitas nanopartikel *Cu-Cysteine* sebagai pendeteksi 3-MCPD berbasis kolorimetri?
4. Bagaimana sensitifitas nanopartikel *Cu-Cysteine* terhadap senyawa 3-MCPD?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui metode sintesis nanopartikel *Cu-Cysteine* sebagai pendeteksi 3-MCPD berbasis kalorimetri
2. Mengetahui ukuran nanopartikel *Cu-Cysteine* yang dihasilkan pada metode sintesis
3. Mengetahui durabilitas nanopartikel *Cu-Cysteine* sebagai pendeteksi 3-MCPD berbasis kolorimetri
4. Mengetahui sensitifitas nanopartikel *Cu-Cysteine* terhadap senyawa 3-MCPD

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

1. Material yang digunakan sebagai pendeteksi yaitu nanopartikel tembaga (Cu)
2. Ligan yang digunakan sebagai penstabil adalah *Cysteine*
3. Konsentrasi dan volume yang digunakan untuk sintesis nanopartikel tembaga

4. Senyawa yang dideteksi adalah senyawa 3-MCPD
5. Metode karakterisasi yang digunakan UV-Visible (UV-Vis), *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR), *Dynamic Light Scattering* (DLS).
6. Penelitian dilakukan di Pusat Penelitian Bioteknologi dan Bioindustri Indonesia (PBBI) Bogor

1.5 Sistematika Penulisan

- Bab I Pendahuluan

Bab ini berisi latar belakang, rumusan masalah, tujuan, ruang lingkup, dan sistematika penulisan dari studi literatur

- Bab II Landasan Teori

Bab ini berisi teori dasar yang menunjang dalam penelitian ini

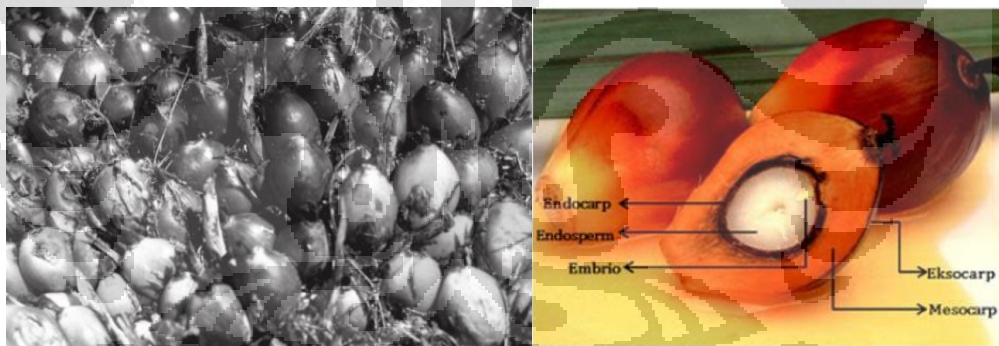
- Bab III Metodologi Penelitian

Bab ini berisi alur dalam berjalannya penelitian ini, penjelasan terkait bahan penelitian yang digunakan dan parameter yang digunakan dalam penelitian

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kelapa Sawit dan Produk Turunannya

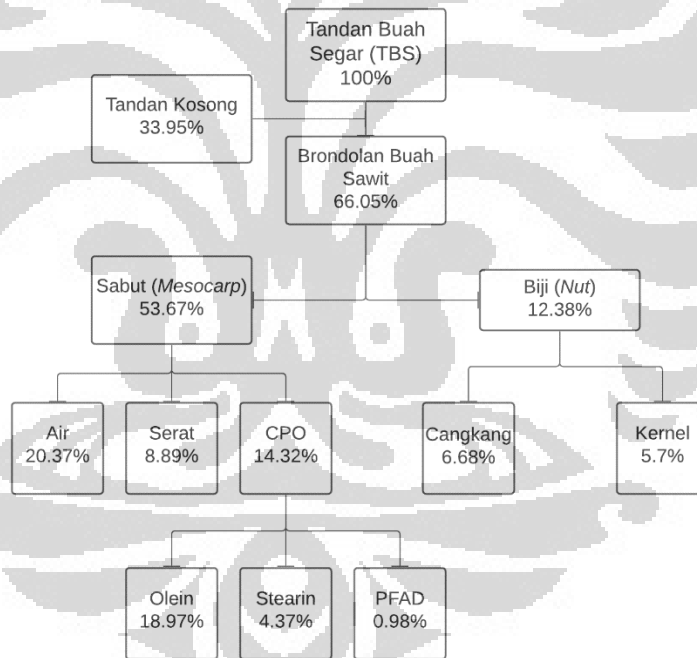
Kelapa sawit (*Elaeis Guineensis Jack.*) merupakan tanaman berasal dari Nigeria, Afrika Barat [18]. Sebagian pendapat, menyatakan kelapa sawit merupakan tanaman yang berasal dari kawasan Amerika Selatan yaitu Brazil, kearena banyak ditemukan spesies kelapa sawit pada hutan di Brazil [18]. Kelapa sawit juga dapat tumbuh subur di luar negara asalnya, seperti di Indonesia, Malaysia, Thailand serta Papua Nugini, yang dapat memberikan hasil produksi per hektar yang cukup tinggi [18]. Kelapa sawit terdapat dalam tiga varietas dengan perbedaan ketebalan tempurung dan kandungan minyaknya, yaitu *Tenera*, *Pisifera* dan *Dura* [19]. Buah kelapa sawit memiliki bagian *eksokrap* yang merupakan bagian kulit berwarna kemerahan dan licin, lalu *mesokrap* yang merupakan bagian serat buah yang mengandung banyak minyak dan *endoskrap* yang merupakan bagian cangkang sebagai pelindung dari inti sawit [19].



Gambar 2.1 Buah Kelapa Sawit [19, 20]

Minyak kelapa sawit merupakan minyak nabati yang dihasilkan dari buah kelapa sawit [20]. Satu tandan kelapa sawit memiliki berat hingga 50 kg dan dapat dijumpai hingga 1.500 buah sawit [21]. Buah sawit diproses untuk menghasilkan dua jenis minyak sawit yaitu CPO yang diekstraksi dari mesokarp buah yang dapat mengandung 45-55% minyak sawit [20]. Minyak yang kedua adalah *Crude Palm Kernel Oil* (CPKO) yang berasal dari kernel pada bagian tengah buah [21]. Meskipun keduanya merupakan hasil dari buah kelapa sawit, namun keduanya memiliki kandungan nutrisi dan kimiawi yang

berbeda [21]. Keduanya baik CPO maupun CPKO merupakan minyak yang penting dalam perdangan dunia [22]. Keduanya penting dan merupakan minyak serbaguna yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam industry makanan dan non-makanan [20]. Sebagian besar dari minyak sawit digunakan dalam aplikasi makanan seperti memasak, margarin, selai, lemak manisan, es krim, pengemulsi dan vanaspati [20]. Kelapa sawit di Indonesia, sebagian kecil menjadi bahan mentah dalam pembuatan minyak goreng, sabun, margarin, *oleochemical* dan sebagian lainnya dalam bentuk CPO dan CPKO [23]. Produksi dari minyak sawit di Indonesia merupakan hal yang penting, pada bulan Januari hingga Juni 2020 produksi rata-rata CPO dan CPKO adalah 3.917 ribu ton dan meningkat menjadi 3.680 ribu ton pada Juli hingga Desember 2020, dengan total konsumsi minyak sawit dalam negeri 17,35 juta ton [24].

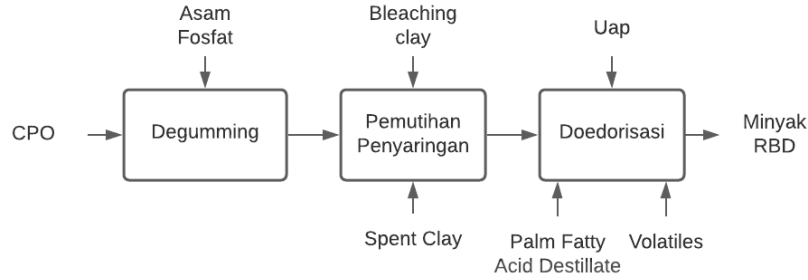


Gambar 2.2 Neraca pengolahan minyak kelapa sawit [25]

Tabel 2.1 Pasokan minyak sawit Indonesia [24]

Uraian (/1000)	Total 2019	Total 2020	Proyeksi 2021
Stok Awal	4,597	4,596	4,867
Produksi CPO	47,180	47,034	49,000
Produksi CPKO	4,648	4,549	4,932
Import	356	44	
Subtotal Produksi	52,184	51,672	53,932

Agar dapat dikonsumsi oleh manusia, sebagian besar minyak sawit harus dimurnikan, terutama, warna, rasa dan stabilitas oksidatif yang baik [4]. Tujuan dari pemurnian adalah untuk menyiapkan minyak yang dapat dikonsumsi, komponen yang tidak diinginkan seperti produk oksidasi, *free fatty acid*, fosfolipid, logam, sisa pestisida dan pengotor lainnya dikurangi atau dihilangkan [26]. Efisiensi dari proses pemurnian serta kualitas minyak hasil pemurnian berkaitan dengan parameter kualitas minyak mentah [4]. Secara umum pemurnian minyak sawit dapat dilakukan melalui dua metode pemurnian, yaitu proses pemurnian kimia yang terdapat empat langkah yaitu *degumming*, netralisasi, *bleaching* dan deodorisasi atau dengan proses fisika yang hanya terdiri dari tiga langkah yaitu *degumming*, *bleaching* dan deodorisasi [27]. Proses pemurnian fisika lebih disukai, dikarenakan keasaman yang tinggi pada proses kimia dapat menyebabkan hilangnya minyak netral setelah proses netralisasi alkali [4]. Pemurnian fisika juga memiliki keuntungan yang penting seperti hasil minyak yang lebih tinggi, pengurangan penggunaan bahan kimia, pengurangan limbah dan air, yang menyebabkan dampak lingkungan yang lebih baik [4]. Proses pemurnian fisika dimulai dari proses *degumming*, yaitu minyak sawit ditambahkan *phosphoric acid* dengan konsentrasi 80-85% dengan kadar 0,05-0,2% dari minyak masuk [28]. Kemudian dilakukan proses *bleaching* yang dilakukan dengan tekanan vakum (20-25 mmHg) dengan temperature 95-110°C dengan waktu 30-45 menit [28]. Kemudian proses terakhir adalah deodorisasi, yaitu proses daerasi yang diikuti dengan pemanasan pada temperatur 240-270°C menggunakan *heat exchanger*, kondisi dibawah vakum (2-5 mmHg) [28]. Temperatur tidak lebih dari 270°C untuk menghindari kehilangan minyak netral, *tocopherols/tocotrienols*, dan isomerisasi reaksi [28].



Gambar 2.3 Diagram proses Pemurnian Fisika [28]

Minyak sawit merupakan minyak nabati sehingga bebas kolesterol [20]. Minyak sawit memiliki karakteristik asam lemak dan *triacylglycerol* (TAG) yang unik [20]. Minyak sawit kaya akan *karotenoid* dan *tokoferol*, yang dapat menyebabkan stabilitas terhadap kerusakan oksidatif secara alami. Minyak sawit mentah, mengandung TAG (>95%), *diacylglycerol* (DAG), *free fatty acid* dan komponen minor lainnya sekitar 1% [20]. Kandungan TAG jenuh 7-10%, sementara yang tidak jenuh sebanyak 6-12% [20]. CPO memiliki kandungan asam lemak jenuh sebanyak 50% dan asam lemak tidak jenuh sebanyak 50% [29]. Kandungan asam lemak jenuh sebagian besar adalah asam palmitat 45% dan asam stearat 3,5% [29]. Sedangkan asam lemak tidak jenuh terdiri dari asam oleat >59% dan asam linoleat >18% [29]. Komponen minor yang terdapat dalam CPO adalah karotenoid, *squalene*, vitamin E, alkohol triterpenik, sterol, metilsterol, dolichol dan poliprenol, ubiquinon, fosfolipid dan glikolipid [29]. Kandung berbeda dimiliki oleh CPKO, dimana mengandung sekitar 0,4% - 6,8% asam lemak [29]. CPKO memiliki kekayaan dalam asam lemak rantai panjang, dimana terkandung 83% lemak jenuh tinggi asam laurat, asam miristat dan asam oleat [29]. Sedangkan asam lemak tak jenuh, terdiri dari 15% asam lemak tidak jenuh tunggal dan 3% asam lemak tidak jenuh ganda [29]. Pada CPKO karoten memiliki tingkat kadar hanya beberapa ppm, dan kandungan tokoferol dan tokotrienol sekitar 30 – 100ppm [29]. Sifat fisika dan kimia dari minyak kelapa sawit dapat dilihat pada tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Minyak Kelapa Sawit [30]

Titik Leleh*	27°C - 42,5°C
Titik Beku*	31°C - 41°C
Titik Didih	308°C - 306°C
Titik Nyala	289°C
Berat Jenis**	0,87 – 0,93

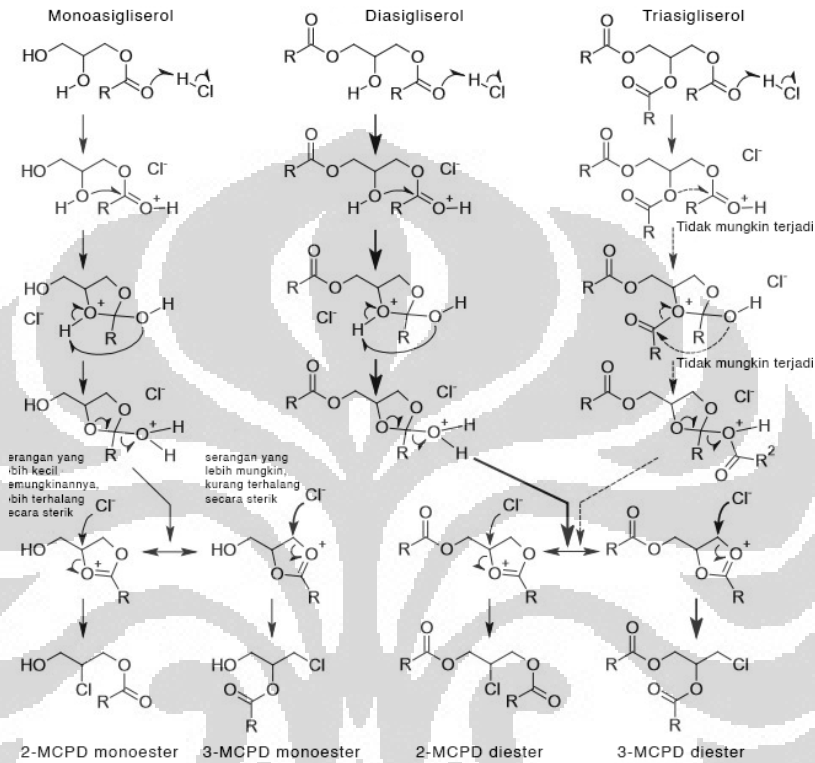
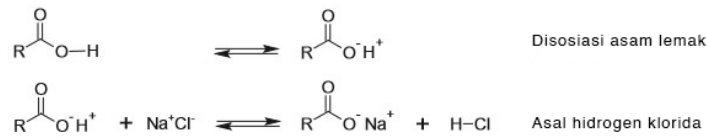
*Tergantung kandungan asam lemak dari minyak kelapa sawit

**Tergantung temperatur lingkungan yang ada di sekitar minyak kelapa sawit

2.2 3-MCPD

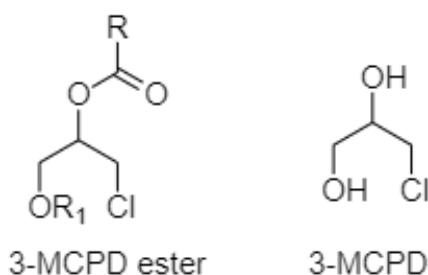
MCPD atau *3-monochloropropane-1,2-diol* merupakan suatu kontaminan dalam makanan yang terbentuk ketika minyak dan lemak melalui proses pemurnian dengan suhu tinggi [31]. 3-MCPD dikenal sebagai kontaminan dalam pengolahan makanan sejak tahun 1978 [2]. 3-MCPD merupakan kontaminan yang terkenal memiliki jumlah yang banyak dalam minyak sawit [32]. Secara umum senyawa 3-MCPD pada minyak sawit dan lemak diketahui lebih banyak dibandingkan dengan jenis minyak nabati olahan lainnya [6]. Senyawa 3-MCPD terbentuk selama proses pemurnian minyak sawit, terutama dalam proses deodorisasi [27]. Secara alami akan terdapat klorida anorganik yang terdapat dalam ekstrak buah sawit seperti, magnesium klorida, kalsium klorida, dan besi [II] klorida [27]. Senyawa 3-MCPD akan terbentuk ketika minyak sawit mengalami reaksi yang diinduksi panas pada proses deodorisasi pada suhu (180 - 260°C) [27]. Faktor yang mempengaruhi pembentukan 3-MCPD pada minyak sawit adalah kadar klorida, kadar gliserol (mono, di, tri- asilgliserol), pH, suhu dan waktu. Suhu yang tinggi menjadi penyebab utama terbentuknya 3-MCPD [2].

Dugaan alur pembentukan hidrogen klorida



Gambar 2.4 Pembentukan 3-MCPD serta Esternya [33]

Senyawa 3-MCPD terbentuk dari sisa proses *acid-hydrolysed vegetable protein* (A-HVP) yang merupakan asam klorida dan minyak [34]. Senyawa 3-MCPD merupakan senyawa yang terdiri atas atom klorin, 3 atom karbon serta gugus hidroksi[34]. Senyawa 3-MCPD terdiri dari 3-MCPD monoester dan 3-MCPD diester yang dapat dihidrolisis oleh enzim lipase [34]. Dalam pembentukan 3-MCPD terdapat prekursor yaitu kandungan asam lemak bebas, yang bereaksi dengan kandungan DAG [35]. Pada pembentukan 3-MCPD terdapat keterlibatan ion asiloxonium dari TAG, DAG dan *monoacylglycerol* (MAG), yang kemudian bereaksi dengan ion klorida membentuk 3-MCPD [35].



Gambar 2.5 Struktur kimia 3-MCPD dan Esternya [36]

Pengkonsumsi minyak yang mengandung 3-MCPD akan meningkatkan kemungkinan senyawa ini menyebar dalam tubuh [10]. EFSA pada tahun 2016 telah menerbitkan sebuah laporan yang menjelaskan resiko dari 3-MCPD dimana ketika terjadi ikatan antara asam lemak bebas dengan 3-MCPD akan menyebabkan resiko pada kesehatan manusia [9]. *EU regulation* pada tahun 2021 membuat aturan maksimal 3-MCPD pada minyak goreng sawit yaitu 2,5 ppm [11]. Saat ini, belum terdapat pengujian pengaruh 3-MCPD pada manusia secara klinis. Pengujian yang telah dilakukan adalah terhadap hewan mamalia yaitu tikus [34]. Efek yang terjadi pada tikus setelah diberikan 3-MCPD adalah sperma pada tikus yang mengalami immobilitas yang menyebabkan menjadi steril, jaringan tubuh menjadi luka dan kerusakan pada kelenjar susu, jaringan leydig dan kelenjar pankreas [34].

2.3 Deteksi 3-MCPD

Sensor merupakan sebuah rangkaian perangkat, untuk mendapatkan informasi analisis kualitatif maupun kuantitatif secara spesifik, dengan pengenalan terhadap elemen biologis maupun kimia, yang mengalami kontak dengan analit [37]. Sensor kimia merupakan alat analisa dengan reagen kimia yang bereaksi dengan analit tertentu dengan wujud larutan atau gas, sehingga menghasilkan perubahan baik fisika maupun kimia yang dapat berubah menjadi sinyal elektrik proporsional dengan konsentrasi analit tertentu [37]. Entitas kimia dapat dideteksi dengan sensor kimia menggunakan reaksi dan reagen kimia yang sesuai [37].

Teknologi sensor kimia dengan analit tertentu untuk deteksi cepat dengan sensitivitas dan selektivitas yang tinggi memiliki beberapa tantangan [38]. Metode analisis sensor

yang telah ada saat ini berbasis pada kromatografi gas dengan berbagai detektor, seperti detektor ionisasi nyala, elektroforesis kapiler dengan deteksi elektrokimia, dan spektrometri massa [12]. Metode lainnya yaitu LCMS-MS, ATR-FTIR dan HPLC. Metode tersebut telah memberikan hasil yang efisien dan akurat, namun memiliki kekurangan yaitu memakan waktu, mahal, kompleks dan membutuhkan instrumen yang canggih serta operator yang berkualifikasi [12]. Selain itu Se

Terlepas dari itu, sensor kolorimetri telah digunakan secara luas karena respon yang sensitif dan selektif terhadap beberapa analit [38]. Kolorimetri merupakan analisis pengukuran warna, sehingga pada kolorimetri sinar yang digunakan merupakan sinar daerah tampak [39]. Perubahan warna dalam suatu sistem, berubah seiring perubahan konsentrasi komponen, yang menjadi dasar analisis kolorimetri [39]. Kolorimetri berkaitan dengan penetapan konsentrasi zat dengan pengukuran adsorpsi relatif cahaya, yang berhubungan dengan konsentrasi zat *sample* [39]. Warna yang dihasilkan disebabkan pembentukan senyawa yang memiliki warna yang ditambahkan reagensia yang sesuai atau warna melekat didalam penyusunan yang diinginkan [39]. Untuk meningkatkan sensitivitas dan memperkuat analisis data dari sensor kolorimetri, digunakan beberapa instrument seperti pemindai, komputer, ponsel, mikroskop dan lainnya [40]. Pada analisis kolorimetri terjadi beberapa faktor yang dapat mempengaruhi kestabilan dari sistem yaitu konsentrasi zat, konsentrasi pereaksi, tingkat keasaman, waktu, urutan pereaksi, sifat pelarut, dan temperatur [41].

Kolorimetri dibandingkan dengan metode deteksi lainnya, memiliki sifat lebih intuitif, beberapa hasil bahkan dapat langsung dilakukan pengamatan dengan mata telanjang dan *sample* dapat diamati tanpa bantuan instrument yang canggih [42]. Metode kolorimetri memiliki potensi besar dalam mendeteksi kation logam, anion, pewarna organik, obat-obatan, pestisida, dan polutan beracun lainnya, dengan pembuatan yang mudah, deteksi yang cepat, sensitivitas dan selektivitas yang tinggi serta analisis yang mudah dengan mata telanjang [40]. Nanopartikel menjadi hal penting dalam teknologi sensor saat ini, seperti Au, Ag, Cu yang banyak digunakan karena memiliki sifat optik yang unik [38]. Kolorimetri berbasis nanopartikel logam menjadi topik yang hangat.

Penggabungan nanopartikel dengan kolorimetri menghasilkan vitalitas yang baru, yang membuat kolorimetri memiliki batas deteksi yang relatif rendah dan sensitivitas yang tinggi dan menghasilkan analisis yang akurat [42].

2.4 Nanopartikel dan Sifatnya

Nanopartikel merupakan partikel dengan ukuran tidak lebih dari 100nm [43]. Nanopartikel berdasarkan dimensinya, memiliki klasifikasi menjadi material dengan dimensi nol, dimensi satu, dimensi dua dan dimensi tiga [43]. Nanomaterial yang memiliki struktur dengan dimensi nol merupakan material nanopartikel [43].

2.4.1. Nanopartikel Logam

Nanopartikel logam saat ini sedang menjadi perhatian peneliti, karena memiliki kemampuan yang istimewa dalam berbagai bidang seperti katalisis, elektronik, sensor, perangkat optik serta bioteknologi [13]. Nanopartikel logam merupakan suatu entitas yang memiliki skala *submicron*, yang terbuat dari logam murni ataupun senyawanya [44]. Nanopartikel logam terdiri dari inti logam yang berasal dari logam anorganik atau oksida logam, serta penutup atau cangkang yang berasal dari bahan organik atau anorganik [44]. Nanopartikel logam, memiliki kemampuan sensor berbagai analit yang istimewa [45]. Hal ini dikarenakan nanopartikel logam memiliki sifat yang unik, yang disebut *surface plasmon resonance* [45]. Sifat tersebut dimiliki nanopartikel logam mulia karena memiliki ukuran yang kecil dengan luas permukaan yang besar [45]. Kelebihan lainnya dari nanopartikel logam yaitu prosedur kerja yang mudah, pembuatan yang ekonomis, sifat selektif dan sensitive [45].

Tabel 2.3 Nanopartikel Logam dan Sifatnya [46]

Nanopartikel	Sifat
Aluminium	Reaktivitas tinggi, sensitive terhadap kelembaban, panas dan sinar matahari, luas permukaan yang besar
Iron	Reaktif dan tidak stabil, sensitif terhadap udara (oksigen) dan air
Silver	Menyerap dan menyebarkan cahaya, stabil, anti bakteri, desinfektan
Gold	Interaktif dengan cahaya tampak, reaktif
Cobalt	Tidak stabil, magentis, beracun, menyerap gelombang mikro, magnetis

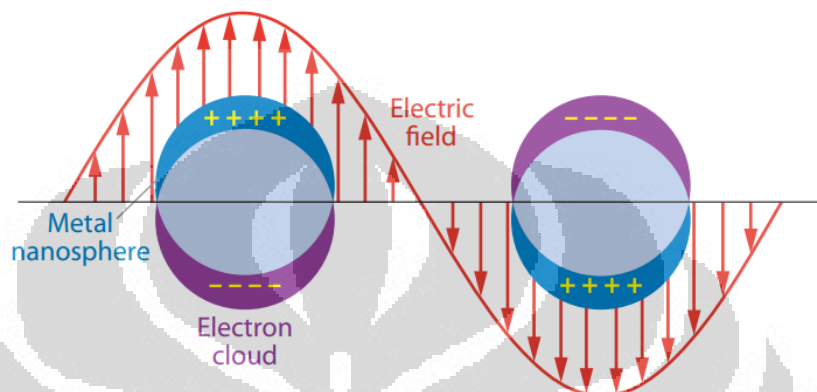
Copper	Ulet, konduktivitas termal dan listrik yang tinggi, mudah terbakar
Cadmium	Semikonduktor listrik dan tidak larut
Lead	Toksistas tinggi, reaktif, sangat stabil
Zinc	Antibakteri, anti-korosif, antijamur, penyaringan UV

2.4.2. Localized Surface Plasmon Resonance

Surface plasmon resonance (SPR) merupakan fenomena yang diakibatkan hubungan gelombang elektromagnetik dan elektron konduksi di permukaan dari material logam-dielektrik, dimana terus menerus dengan arah tegak lurus dan membangkitkan gelombang permukaan yang disebut *surface plasmon polaritons* (SPPs) [44]. SPR akan terbentuk ketika terjadi kesamaan vektor propagasi gelombang elektromagnetik pada permukaan bidang batas dengan vektor propagasi plasmon permukaan logam [47]. Fenomena dapat diamati dari intensitas cahaya reflektansi yang berkurang, disebabkan perubahan penyerapan energi gelombang cahaya datang menjadi gelombang plasmon permukaan [47]. Resonansi awan elektron dengan gelombang datang pada nonpartikel berfrekuensi khusus akan menghasilkan efek hamburan [47]. Gerakan awan elektron merupakan gabungan dari individu elektron yang bergerak, yang memberikan efek untuk peristiwa resonansi plasmon [47]. Ukuran nanopartikel yang sangat kecil dibandingkan dengan panjang gelombang menyebabkan hal yang bisa dipertimbangkan bahwa elektron terikat pada nanopartikel setiap waktu melihat medan yang sama [47].

Dalam nanopartikel logam, fenomena yang terjadi sama, yaitu pada permukaan antara inti logam dengan bahan dielektrik yang disebut LSPR [44]. Eksitasi gabungan elektron konduksi logam dengan gelombang elektromagnetik, terperangkap dalam bahan konduktif, dimana dimesininya lebih kecil dari panjang gelombang cahaya datang, sehingga mengakibatkan terjadinya osilasi kolektif elektron di pita konduksi [44]. Hubungan antara elektron konduksi dengan gelombang elektromagnetik menghasilkan osilasi plasmon lokal yang koheren yang memiliki frekuensi bergantung pada komposisi material, geometri, lingkungan dielektrik dan jarak partikel [44]. LSPR nanopartikel logam, berbeda dengan pita UV-vis biasa dikarenakan memiliki karakteristik ukuran skala nano dan sangat sensitif terhadap bentuk, ukuran dan komposisi logam yang diteliti [13]. LSPR memungkinkan untuk digunakan sebagai bahan analitik untuk

penginderaan optik dan kolometri dengan basis kimia namun dengan biaya rendah, kesederhanaan dan sensitifitas [13]. Sifat LSPR, dimana dapat mengeksitasi gelombang elektromagnetik secara langsung dari cahaya yang menyinari, membuat nanopartikel logam lebih unggul [44].



Gambar 2.6 Ilustrasi LSPR dalam Nanopartikel Logam [44]

2.4.3. Nanopartikel Tembaga

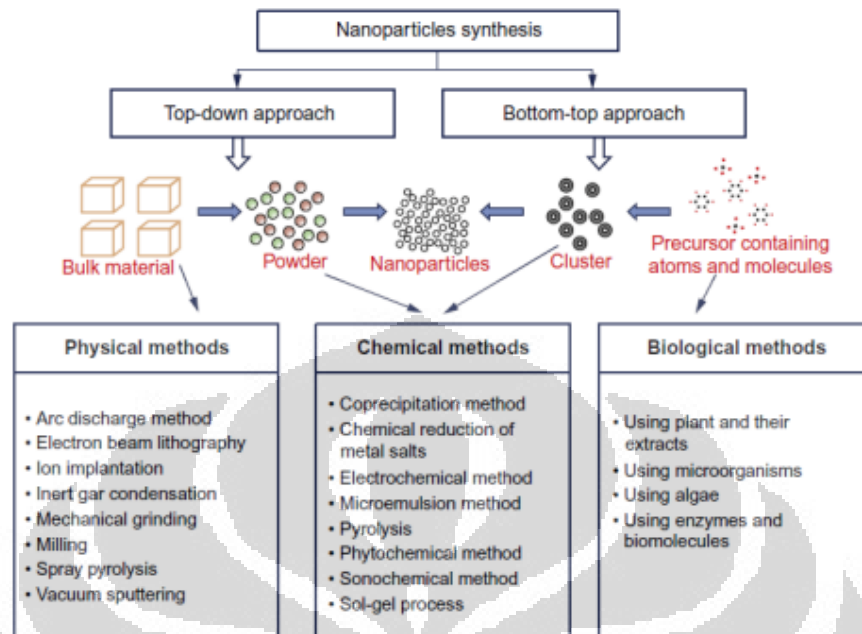
Nanopartikel logam Cu adalah salah satu nanopartikel yang potensial, dalam bidang Teknik kimia, dikarenakan dapat digunakan dalam proses katalitik dan sensor gas [48]. Saat ini logam Cu, banyak di gunakan dalam bidang obat-obatan, optic, elektronik, antimikroba, nanofluid, katalis dan yang efisien dalam produksi pelumas dan konduktif film [17]. Namun penggunaan nanopartikel Cu dalam aplikasi kolorimetri masih jarang ditemukan [17]. Namun nanopartikel Cu menjadi kandidat yang cocok dikarenakan biaya rendah dan ketersediaan tembaga yang mudah dibandingkan logam mulia Au, Ag, Pt [17].

Meskipun nanopartikel Cu dapat digunakan dalam berbagai aplikasi, nanosintesis nanopartikel Cu membutuhkan perhatian khusus, dikarenakan daya tahannya yang tinggi terhadap terbentuknya karat [49]. Jika dibandingkan dengan Au dan Ag, Cu sangat sensitif dengan udara, dan memiliki fasa oksida secara termodinamika yang lebih stabil [49]. Akan terbentuk lapisan oksida pada nanopartikel Cu di bagian permukaan yang akan menurunkan sifatnya [49]. Faktor ini juga akan membentuk nanopartikel tembaga

oksida menjadi zat selain nanopartikel tembaga metalik [50]. Antisipasi dari teroksidasinya tembaga ke udara serta mengalami aglomerasi adalah dengan mensintesis dengan atmosfer gas inert [50]. Nanopartikel Cu dalam kisaran ukuran 10 – 60nm menunjukkan pita LSPR sekitar 570nm dengan warna merah yang luar biasa [13]. Nanopartikel Cu dengan pita LSPR pada wilayah spektrum elektromagnetik yang terlihat, namun dengan biaya yang rendah dan ketersediaan yang banyak menjadi alternatif [13]. Penelitian terbaru melaporkan penggunaan LSPR nanopartikel Cu dalam mendeteksi ion sulfida hingga konsentrasi mikromolar dengan deteksi kolorimetri [13].

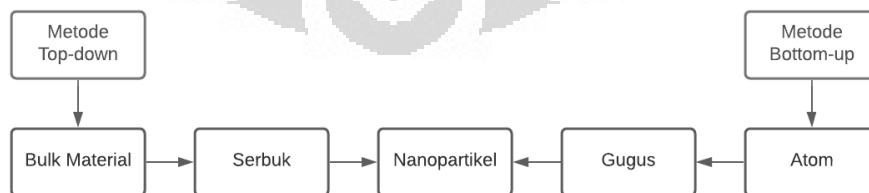
2.4.4. Sintesis Nanopartikel

Sintesis nanopartikel merupakan suatu hal yang mengacu pada metode dalam pembuatan nanopartikel [51]. Sintesis nanopartikel dengan hasil tinggi serta biaya yang rendah menjadi tantangan yang terus dikembangkan peneliti [51]. Terdapat dua metode umum dalam sintesis nanopartikel yaitu dengan metode fisika dan kimia [47]. Metode fisika merupakan penguapan *bulk material* yang dialiri dengan gas inert di lingkungan vakum [47]. Metode fisika akan menghasilkan nanopartikel yang berkualitas baik, namun membutuhkan peralatan yang kompleks untuk pengontrolan parameter, seperti reduksi, pelarut, agen protektif, konsentrasi prekursor serta suhu [47]. Sedangkan metode kimia merupakan penambahan agen pereduksi ke dalam larutan prekursor, dimana metode ini merupakan metode yang paling umum dilakukan [47]. Metode kimia dibagi menjadi tiga kategori yaitu reduksi kimia, elektrokimia atau elektrolisis dan radiokimia [47]. Dalam perkembangan saat ini, sintesis nanopartikel mengikuti prinsip *green synthesis* sehingga nanopartikel juga disintesis dengan metode biologi [52].



Gambar 2.7 Klasifikasi metode sintesis nanopartikel [52]

Secara pendekatan, sintesis nanopartikel terdapat dua pendekatan, yaitu pendekatan *top-down* yang merupakan proses pemecahan material dari berukuran besar menjadi nanometer, serta pendekatan *bottom-up* yang merupakan proses penggambungan atau penyusunan dari atom ataupun molekul menjadi berukuran nanometer [46]. Metode yang umum digunakan dengan pendekatan *top-down* adalah *milling*, nanolitografi, ablasi laser, *sputtering* dan *thermal decomposition* [46]. Sedangkan metode yang umum digunakan dengan pendekatan *bottom-up* adalah *sol-gel*, *spinning*, *chemical vapor deposition* (CVD), pirolisis dan biosintesis [46].



Gambar 2.8 Pendekatan metode sintesis nanopartikel [46]

Tabel 2.4 Kategori Nanopartikel dan Sintesisnya [46]

Kategori	Metode	Nanopartikel
Botom-Up	Sol-gel	Berbasis karbon, logam dan oksida logam
	Spinning	Polimer organik
	Chemical Vapour Deposition (CVD)	Berbasis karbon dan logam
	Pirolisis	Berbasis karbon dan oksida logam
	Biosintesis	Berbasis polimer organik dan logam
Top-Down	Mechanical milling	Berbasis logam, oksida, dan polimer
	Nanolitografi	Berbasis logam
	Laser ablation	Berbasis karbon dan oksida logam
	Sputtering	Berbasis logam
	Thermal Decomposition	Berbasis karbon dan oksida logam

Sintesis nanopartikel Cys-CuNPs dilakukan dengan mereduksi ion Cu^{2+} yang berasal dari larutan CuCl_2 dengan reduktor hidrazin monohidrat ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Larutan CuCl_2 didapatkan dari padatan CuCl_2 yang dilarutkan dengan air deionisasi. Reaksi oksidasi dan reduksi yang terjadi yaitu:



Hidrazin merupakan reduktor yang kuat, dengan potensial reduksi standar +1.16V. Perbedaan potensial reduksi antara hidrazin dan Cu^{2+} , menyebabkan hidrazin dapat mereduksi Cu^{2+} menjadi Cu^0 [53]. Penambahan kedua larutan akan menyebabkan perubahan warna dari biru menjadi kuning dan setelah dilakukan pengadukan akan berubah menjadi merah tua[54].

2.5. Ligan

Perlindungan nanopartikel logam yang efektif melalui stabilitas nanopartikel terhadap oksidasi merupakan perhatian, guna mendapatkan produk dengan biaya rendah namun efisien dalam berbagai aktifitas [13]. Sebagai contoh yang merupakan agen pelindung dan sebagai katalisis yaitu L-teronin dan L-sistein [13]. Sebuah agen pelindung memiliki persyaratan yang harus dipenuhi, yaitu [55]:

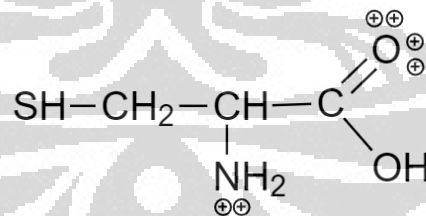
1. Agen pelindung harus secara selektif mudah dipecah dengan cepat
2. Kondisi *inert* terhadap reaksi yang diinginkan atau memiliki fungsi minimum untuk menghindari reaksi lanjutan.

Dalam pemilihan agen pelindung yang tepat harus diketahui reaktan, kondisi reaksi serta gugus fungsi dan yang terpenting skema sintesis yang digunakan [55]. Ligan sebagai modifikator nanopartikel dapat merupakan anion ataupun polimer yang terabsorpsi [56].

2.5.1. L-Sistein

L-Sisten adalah salah satu asam amino yang dapat menjadi modifikator nanopartikel logam. L-sistein juga dapat menjadi agen pereduksi serta penstabil [56]. Penggunaan L-sisten merupakan pendekatan yang lebih ramah lingkungan dalam sintesis nanopartikel logam [13].

L-sisten merupakan asam amino yang tidak esensial dan memiliki gugus tiol, yang dapat digunakan dalam pembuatan vitamin maupun obat-obatan [53]. L-sistein memiliki sifat mudah teroksidasi dengan oksigen dan terbentuk sistina, senyawa yang terbentuk dari reaksi dua molekul L-sisten dengan sulfur [53]. Reaksi ini akan melepas satu molekul air [53]. Sifat yang menonjol dari senyawa ini adalah gugus samping sistein terdapat atom sulfur, yang memiliki sifat hampir sama dengan oksigen [55].

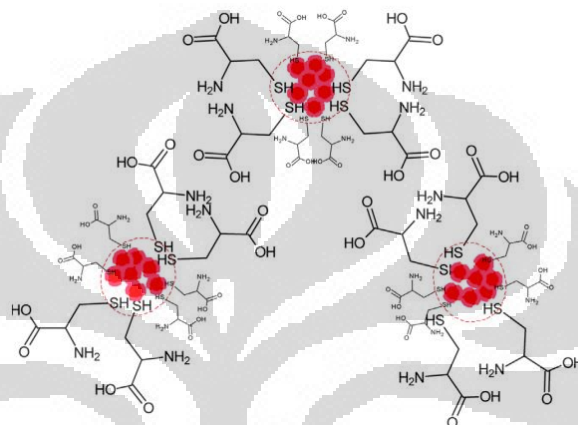


Gambar 2.9 Senyawa L-Sistein [55]

2.5.2. Ikatan L-Sistein dengan Nanopartikel

Agen pelindung secara umum berbasis tiol, dikarenakan gugus tiol memiliki afinitas terhadap permukaan logam dan dapat membentuk logam tiolat yang kompleks [57]. Anion organothiolate (RS^-) seperti sistein telah banyak digunakan dalam memfungsikan nanopartikel logam [57]. Molekul L-sistein memiliki rumus molekul sebagai $\text{H}_2\text{N}-$

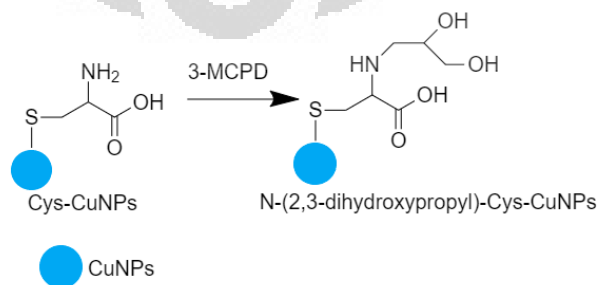
CH(CH₂SH)-COOH [13]. L-sistein memiliki gugus aktif seperti -NH₃⁺ dan -COO⁻, karena memiliki gugus tiol, menjadikan sistein menjadi kandidat yang baik untuk pelindung dan ligan nanopartikel [57]. Interaksi permukaan logam dalam hal ini tembaga, dengan L-sistein diamati dengan FTIR. Hilangnya pita vibrasi (-SH) menunjukkan telah berinteraksinya L-sistein dengan Cu, melalui ikatan Cu-S [13].



Gambar 2.10 Cys-Cu NPs [13]

2.5.3 Interaksi Cys-CuNPs dengan 3-MCPD

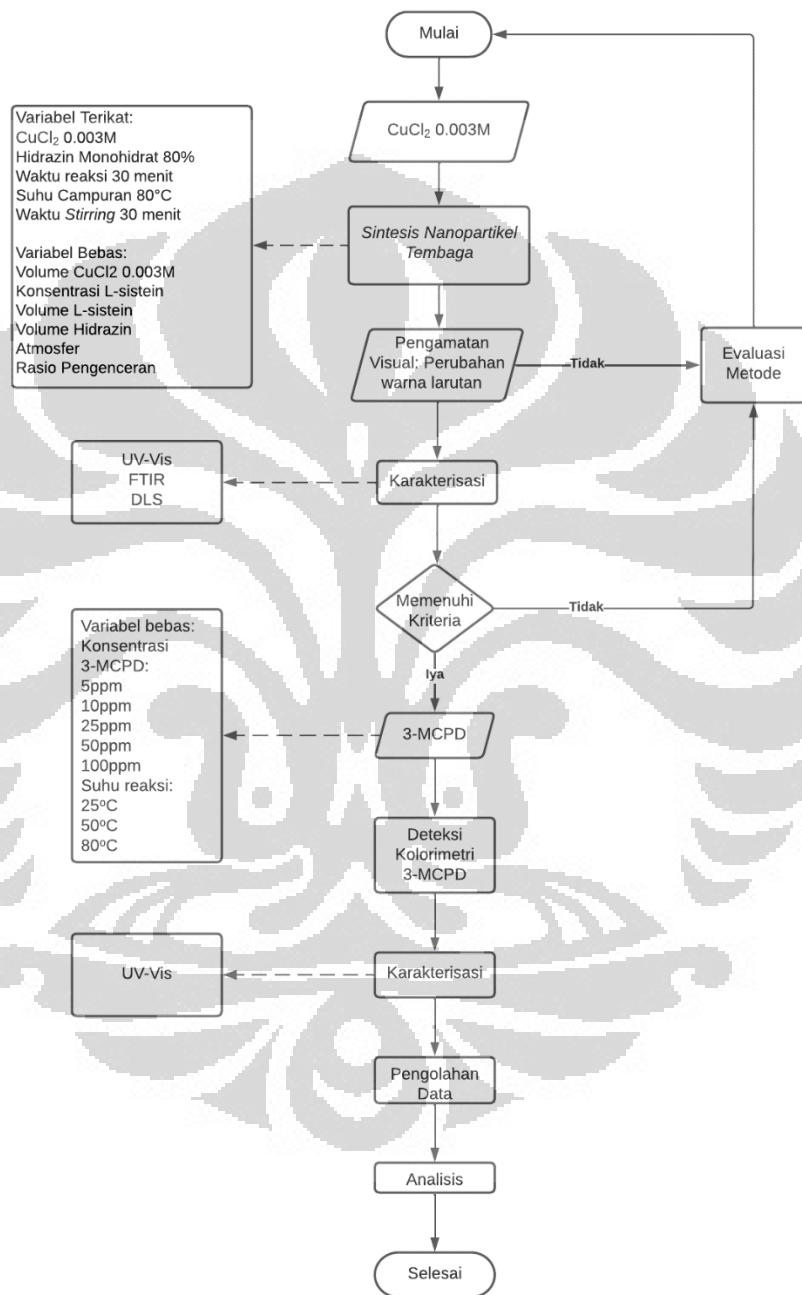
Penggunaan Cys-CuNPs dalam pendeteksian 3-MCPD menjadi salah satu metode yang sangat ekonomis. Nanopartikel tembaga yang stabil dapat digunakan sebagai sensor kolorimetri yang sensitive dan selektif untuk senyawa 3-MCPD [13]. Interaksi antara Cys-CuNPs dengan 3-MCPD terjadi pada gugus amino sistein. Gugus amino sistein dalam interaksi ini adalah -NH₂. Hal ini ditandai dengan gelombang -NH₂ yang turun pada pengujian FTIR [12].



Gambar 2.11 Interaksi Cys-CuNPs-3-MCPD [12]

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir



Gambar 3.1 Diagram Alir Pengujian

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah tembaga klorida dihidrat ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), hidrazin monohidrat ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), L-sistein, air suling dan 3-MCPD.

3.2.2. Alat

Timbangan untuk menimbang zat padat, spatula untuk wadah zat padat, *magnetic stirrer* dan *hotplate magnetic stirrer* untuk pengadukan serta pemanasan, pipet volumetrik untuk memindahkan larutan cair, tabung vial sebagai wadah sintesis serta sampel, UV-Vis spektrofotometer digunakan dalam melacak LSPR dari Cys-Cu NPs dan pengukuran uji kolorimetri. *Fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) digunakan untuk mengetahui kandungan kimia sampel. *Dynamic Light Scattering* (DLS) untuk mengetahui ukuran butir rata-rata. Kamera digital untuk melakukan perekaman data hasil pengujian.

3.3. Prosedur

3.3.1. Sintesis

Sintesis Cys-CuNPs dilakukan dalam tabung reaksi tertutup. Dalam prosedur sintesis yang umum, 300 μL larutan 0,003M $\text{CuCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilakukan pengenceran dengan air deionisasi sebanyak 7,7mL. Lakukan penambahan 20 μl larutan 0,01M L-sistein yang akan mengubah warna campuran dari biru muda menjadi tidak berwarna. Hal ini diikuti dengan penambahan 1mL hidrazin monohidrat ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (64 – 65% reagen grade, 98%) untuk reduksi ion logam selama campuran larutan berubah dari tidak berwarna menjadi merah dengan waktu reaksi 60 menit. Suhu reaksi dipertahankan hingga 80°C, perubahan warna menunjukkan pembentukan nanopartikel Cu dan produk yang dihasilkan dapat digunakan untuk uji kolorimteri. Campuran larutan diaduk selama 30 menit untuk memastikan reduksi selesai dan suhu dipertahankan pada 80°C. Penggunaan hidrazin monohidrat sebagai agen pereduksi memungkinkan menjaga homogenitas nanopartikel yang disintesis dengan pembentukan atmosfer inert, membuat ini independen dari penggunaan gas pelindung, yang merupakan strategi menghindari

oksidasi. Selanjutnya dilakukan karakterisasi untuk mengetahui apakah nanopartikel Cys-Cu NPs telah terbentuk dan memiliki sifat yang sesuai.

3.3.2. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan menggunakan UV-VIS spektrofotometer untuk mengetahui gelombang spektrum adsorpsi dari sampel Cys-Cu NPs dan 3-MCPD-Cys-Cu NPs dengan range 550-600 nm. Karakterisasi *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) dilakukan untuk melakukan analisa komposisi kimia dari sampel Cys-Cu. Karakterisasi ukuran partikel rata-rata Cys-Cu NPs dilakukan dengan *Dynamic Light Scattering* (DLS).

3.3.2.1. UV-Vis Spectroscopy

Spektroskopi merupakan sebuah pengujian yang tidak merusak dari emisi dan penyerapan cahaya serta radiasi lain oleh zat, sebagai fungsi panjang gelombang radiasi elektromagnetik. Penggunaan spektroskopi UV-Vis berkaitan dengan sinar UV (185 – 400nm) dan sinar tampak (400 – 700nm). UV-Vis menggunakan hukum Beers-Lambert, sehingga konsentrasi berbagai larutan dapat dihitung dengan mengukur cahaya yang diserap. Umumnya nanopartikel logam memiliki ciri oleh spektroskopi setelah dilakukan sintesis, dimana warna campuran reaksi akan berubah. Ketika adsorpsi nanopartikel logam meningkat, akan menjadi warna intensif sesuai oleh resonansi plasmonnya, sehingga setiap logam menghasilkan larutan berwarna yang berbeda [58]. Dari hasil spektrofotometer, dapat memprediksi nanopartikel yang terbentuk dari nilai absorbansi. Sedangkan spektrum panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) digunakan untuk memprediksi sebaran ukuran dari nanopartikel yang dihasilkan [59].

3.3.2.2. Fourier Transform Infrared Spectroscopy

Metode spektroskopi FTIR dapat digunakan dalam merekam spektrum IR serapan atau emisi. Cahaya yang menutupi seluruh rentang frekuensi ($5000 - 400\text{cm}^{-1}$) dapat digunakan dalam meneliti getaran gugus fungsi nanopartikel dan mengukur gugus fungsi nanopartikel. Nanopartikel dari berbagai sifat, dapat dicirikan dengan menentukan melalui teknik spektriskopi yang berbeda dalam rentang inframerah. Nanopartikel

dengan sifat serapa inframerah atau kelompok fungsional berada di permukaan, dapat secara langsung dicirikan oleh spektroskopi IR. FTIR memungkinkan untuk menentukan senyawa ligan yang melekat pada nanopartikel tergantung pada tanda vibrasinya [58].

3.3.2.3. Dynamic Light Scattering

DLS merupakan metode hamburan cahaya yang memiliki fungsi untuk menganalisis distribusi ukuran partikel berukuran kecil, bahkan molekul dalam skala submikron hingga satu nanometer, dalam bentuk larutan ataupun suspensi dengan menggunakan sumber cahaya monokromatik [58]. Prinsip kerja dari DLS adalah pengukuran gerak brown partikel dari sampel nanopartikel, yang kemudian diinterpretasikan dengan perangkat lunak. Gerak brown adalah Gerakan acak dari partikel di dalam cairan yang disebabkan tumbukan dari antar molekul di sekitarnya. Pengukuran ukuran partikel berdasarkan kecepatan dair pergerakan, dimana partikel berukuran kecil akan bergerak lebih cepat dibandingkan dengan yang berukuran besar. Alat yang digunakan dalam metode DLS memiliki komponen pokok yaitu laser, sel, detektor, atenantor, kolektor dan komputer [59].

3.3.3. Deteksi Kolorimetri

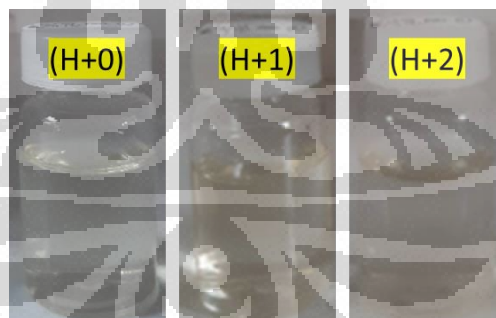
Deteksi kolorimteri dilakukan untuk 8mL larutan standar (atau sampel yang telah diekstraksi), dilakukan penambahan 2mL Cys-CuNPs, lalu dilakukan pengamatan tanpa pemanasan. Campuran setelah itu dipanaskan dengan suhu sebesar 50°C dan 80°C dengan waktu 5 menit untuk meningkatkan kecepatan reaksi. Delapan mililiter sampel larutan standar 3-MCPD dapat dilakukan variasi konsentrasi (0, 5, 10, 25, 50, 100 $\mu\text{g}.\text{mL}^{-1}$.) Setelahnya spektrum adsorbansi Cys-Cu NPs diukur dan dicatat. Kurva kalibrasi dibuat antara perbedaan adsorbansi maksimum standar dan adsorbansi maksimum dengan adanya 3-MCPD di antara 550 – 600 nm versus konsentrasi 3-MCPD. LSPR digunakan sebagai sinyal analitik perubahan warna dari merah mudah menjadi ungu sebagai respons kolorimetri dengan penglihatan mata telanjang. Selanjutnya dilakukan karakterisasi kembali, untuk mengetahui apakah nanopartikel Cys-Cu NPs telah berikatan dengan 3-MCPD.

BAB IV PEMBAHASAN

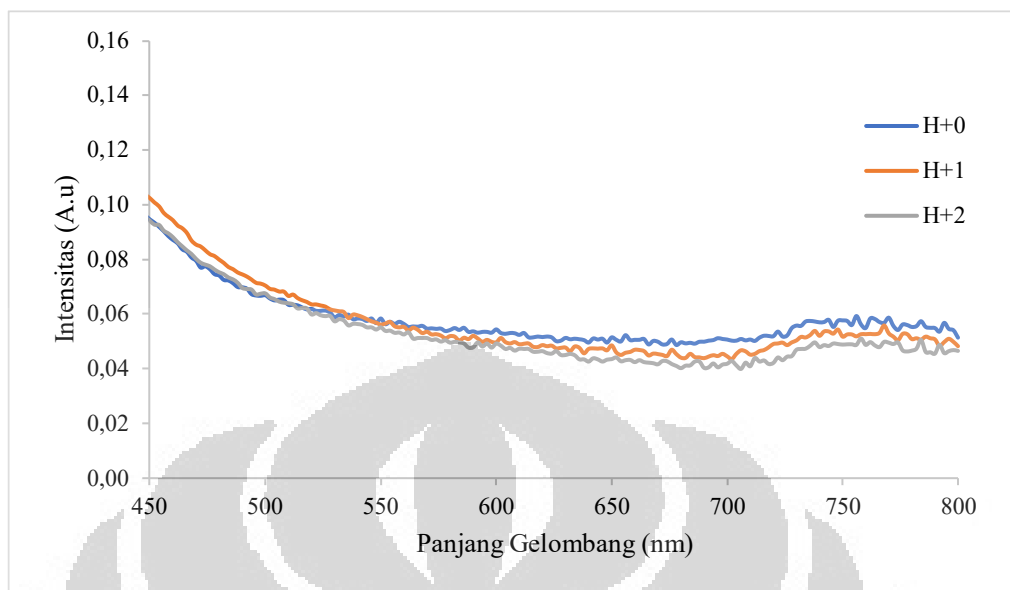
Pada penelitian sintesis dan karakterisasi nanopartikel *Cu-Cysteine* untuk deteksi cepat *3-monochloropropanediol* dengan berbasis analisis kolorimetri dibagi dalam dua tahap pengujian, yaitu proses sintesis nanopartikel Cys-CuNPs dengan proses fisika dan proses kimia. Proses sintesis dilakukan hingga mendapatkan nanopartikel yang stabil dan sesuai kriteria dengan beberapa proses karakterisasi. Nanopartikel yang telah sesuai, selanjutnya digunakan untuk mendeteksi 3-MCPD, dengan basis kolorimetri.

4.1. Sintesis Nanopartikel Cys-CuNPs

Sintesis nanopartikel Cys-CuNPs pertama-tama dilakukan berdasarkan laporan yang dipublikasikan oleh Soomro *et al.* (2014)[13] Sintesis dilakukan dengan mengencerkan $300\mu\text{L}$ $0,003\text{M}$ CuCl_2 dengan air deionisasi hingga volume akhir 8ml . Lalu dilakukan penambahan $20\mu\text{L}$ larutan $0,01\text{M}$ L-Cystein yang akan merubah warna campuran dari biru muda menjadi tidak berwarna yang selanjutnya ditambahkan $1000\mu\text{L}$ hidrazin monohidrat $0,1\text{M}$. Sintesis dilakukan pada sistem tertutup (inert) dengan kapasitas tabung 10ml dan dilakukan selama 60 menit.



Gambar 4.1 Pengamatan Visual Sintesis Berdasarkan metode Soomro pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1) dan Dua Hari (H+2)



Grafik 4.1 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis CuNPs dengan Metode Soomro

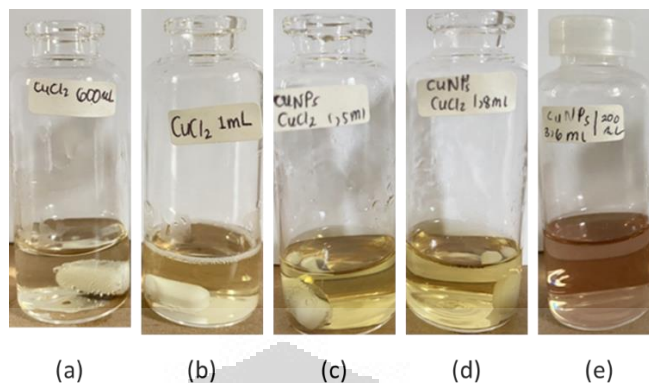
Didapatkan campuran berwarna kuning terang mendekati tidak berwarna, seperti yang terlihat pada gambar 4.1. Pada Grafik 4.1, juga tidak menunjukkan adanya *peak* hingga dua hari setelah sintesis. Hal ini tidak sesuai dengan literatur, dimana warna campuran nanopartikel yang dihasilkan berwarna merah dan terdapat puncak pada karakteristik menggunakan UV-Vis, dengan panjang gelombang 565-577nm yang menunjukkan partikel telah tereduksi[13]. Ketidaksesuaian ini dapat terjadi dikarenakan perbedaan atmosfer lingkungan percobaan dan kontaminasi lingkungan. Perbedaan kualitas pelarut air juga dapat memberikan pengaruh, pada pengujian Soomro[13] pelarut yang digunakan merupakan produk industri kimia, sedangkan pada pengujian ini, pelarut merupakan air deionisasi dengan pH 4. Pada laporan Soomro[13] tidak terdapat percepatan perputaran *magnetic stirrer* dan temperatur sintesis, yang dapat memberikan pengaruh terhadap hasil sintesis. Selain itu nanopartikel tembaga sulit untuk mencapai kontrol struktur yang diharapkan, terdapat beberapa sifat yang menjadi syarat esensial terbentuknya nanopartikel tembaga, salah satunya optimalisasi[60]. Diperlukan percobaan dengan berbagai variasi untuk mendapatkan hasil nanopartikel yang sesuai kriteria dan memiliki stabilitas yang baik.

4.1.1. Pengaruh Stokiometri Komposisi

Proses sintesis dengan metode kimia pada media cair, didasarkan pada proses reduksi ion logam dengan zat pereduksi menggunakan media cair. Penggunaan metode ini dikarenakan dapat mengontrol karakterisasi partikel dengan berbagai parameter eksperimen yang bervariasi. Parameter yang umum digunakan adalah jenis dan konsentrasi reagen, potensi redoks, konsentrasi ligan, suhu dan atmosfer[61]. Penelitian sebelumnya menjelaskan bahwa rasio mol prekursor terhadap agen pereduksi mempengaruhi efektivitas sintesis sedangkan rasio mol prekursor terhadap ligan mempengaruhi efektivitas dan stabilitas nanopartikel[62]. Variasi volume prekursor, konsentrasi serta volume ligan dan volume reduktor menjadi parameter pada penelitian ini. Komposisi yang tepat dapat menjadikan nanopartikel yang sesuai dengan kriteria dan memiliki stabilitas[17]. Penelitian ini juga dilakukan pengadukan dan pemanasan untuk mengakselerasi terjadinya sintesis nanopartikel Cys-CuNPs.

4.1.1.1. Variasi Volume CuCl_2

Metode sintesis kimia, merupakan pendekatan yang telah lama digunakan dalam pembuatan nanopartikel tembaga. Dalam prosesnya melibatkan reduktor yang berfungsi sebagai penyedia elektron untuk mereduksi garam Cu. Garam Cu yang biasanya digunakan adalah CuSO_4 , CuCl_2 ataupun $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ [60]. Hanya dengan mengubah prekursor garam Cu yang digunakan, akan mengubah sifat morfologi dari nanopartikel, sehingga nanopartikel sangat bergantung pada garam Cu[63]. Prekursor CuCl_2 memiliki konversi dan selektivitas yang lebih baik dalam oksidasi[60]. Prekursor CuCl_2 yang digunakan berasal dari padatan yang dilarutkan, dengan konsentrasi 0,003M.

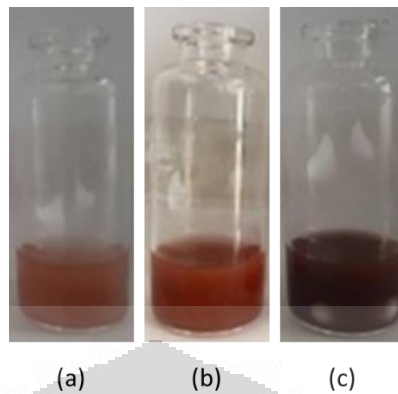


Gambar 4.2 Pengamatan Visual Variasi Volume CuCl_2 : (a) $600\mu\text{L}$; (b) $1000\mu\text{L}$; (c) $1500\mu\text{L}$; (d) $1800\mu\text{L}$; (e) $3600\mu\text{L}$

Tabel 4.1 Variasi Volume CuCl_2

Sampel	CuCl_2		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
C600	600	0,003	20	0,01	200	25,46	7400
C1000	1000	0,003	20	0,01	200	25,46	7000
C1500	1500	0,003	20	0,01	200	25,46	6500
C1800	1800	0,003	20	0,01	200	25,46	6200
C3600	3600	0,003	20	0,01	200	25,46	4400

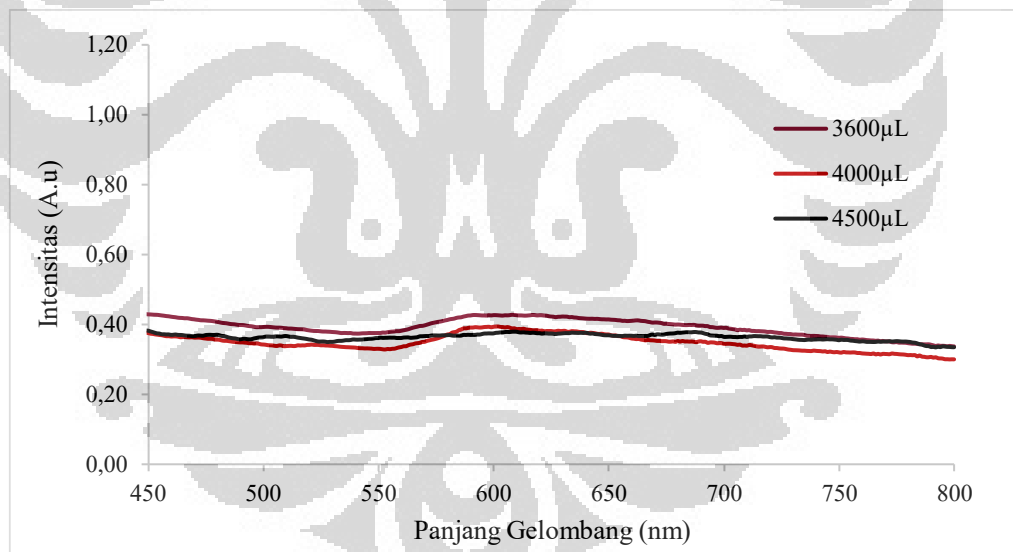
Pengujian dilakukan dengan melakukan variasi volume CuCl_2 dengan konsentrasi $0,003\text{M}$. Volume CuCl_2 yang diuji yaitu $600\mu\text{L}$, $1000\mu\text{L}$, $1500\mu\text{L}$, $1800\mu\text{L}$ dan $3600\mu\text{L}$ dengan menggunakan reduktor hidrazin monohidrat dan ligan L-sistein. Berdasarkan gambar 4.2, didapatkan sampel dengan prekursor CuCl_2 dengan volume $600\mu\text{L}$, $1000\mu\text{L}$, $1500\mu\text{L}$, $1800\mu\text{L}$ berwarna kuning sedangkan sampel dengan prekursor CuCl_2 dengan volume $3600\mu\text{L}$ berwarna merah terang. Berdasarkan laporan Soomro[13], nanopartikel Cys-CuNPs berwarna *ruby red* atau merah anggur, sehingga menunjukkan bahwa sampel dengan volume $3600\mu\text{L}$, telah terbentuk nanopartikel tembaga. Selanjutnya dilakukan variasi dengan volume CuCl_2 $3600\mu\text{L}$, $4000\mu\text{L}$ dan $4500\mu\text{L}$.



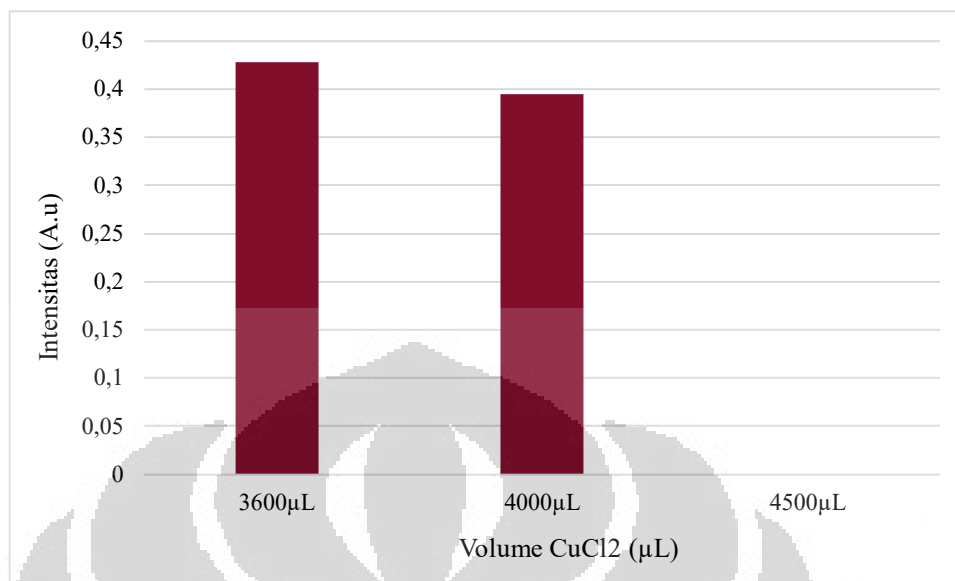
Gambar 4.3 Pengamatan Visual Variasi Volume CuCl_2 : (a) 3600 μL ; (b) 4000 μL ; (c) 4500 μL

Tabel 4.2 Variasi Volume CuCl_2

Sampel	CuCl_2		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
C3600	3600	0,003	20	0,01	200	25,46	4400
C4000	4000	0,003	20	0,01	200	25,46	4000
C4500	4500	0,003	20	0,01	200	25,46	3500



Grafik 4.2 Spektrum UV-Vis Variasi Volume CuCl_2 : 3600 μL ; 4000 μL ; 4500 μL



Grafik 4.3 Absorbansi UV-Vis Variasi Volume CuCl₂: 3600µL; 4000µL; 4500µL

Berdasarkan gambar 4.3 dan grafik 4.2, volume CuCl₂ 3600µL menghasilkan warna larutan merah terang dan terdapat *peak* pada karakterisasi dengan UV-Vis dengan panjang gelombang 608nm dengan intensitas 0,428. Sedangkan sampel dengan volume CuCl₂ 4000µL menghasilkan larutan berwarna merah gelap dengan panjang gelombang absorpsi UV-Vis 602nm dengan intensitas 0,395. Sampel dengan volume 4500µL menghasilkan larutan berwarna hitam dan tidak terdapat *peak* pada absorpsi UV-Vis. Warna larutan dengan volume CuCl₂ 3600µL dan 4000µL sudah sesuai dengan literatur yaitu berwarna merah, sedangkan untuk absorpsi UV-Vis, panjang gelombang nanopartikel Cu berada pada kisaran 550-600nm. Kedua sampel telah mendekati kisaran panjang gelombang literatur[64].

Soomro melaporkan, yang menjadi faktor penting dalam pembentukan nanopartikel adalah konsentrasi prekursor. Konsentrasi prekursor yang tinggi akan menurunkan absorbansi pada karakterisasi Uv-Vis, dikarenakan aglomerasi nanopartikel atau prekursor. Akbar Prabowo[50] menjelaskan konsentrasi prekursor yang tinggi akan menurunkan waktu konversi, dikarenakan ion tembaga yang semakin banyak sehingga reaksi berlangsung lebih cepat. Terdapat titik ekuilibrium, yang menyebabkan konversi akan menurun akibat terjadinya aglomerasi nanopartikel tembaga. Peningkatan

konsentrasi dari prekursor, menyebabkan aglomerasi yang disebabkan peningkatan kekuatan ionik sehingga terjadi penekanan lapisan pada nanopartikel tembaga dan terjadi agregasi inti tembaga[50]. Hasil pengujian, semakin tinggi volume prekursor, nanopartikel tembaga semakin mudah terbentuk dengan waktu dan temperatur yang sama. Berdasarkan gambar 4.3 dan grafik 4.2, pengujian dengan volume prekursor 3600 μ L dan 4000 μ L terbentuk larutan berwarna merah dan terdapat *peak* absorbansi dengan panjang gelombang mendekati literatur[13] yang menandakan telah terbentuknya nanopartikel tembaga. Sedangkan penggunaan volume CuCl_2 sebanyak 4500 μ L didapatkan larutan berwarna hitam dan tidak terdapat *peak* absorbansi UV-Vis yang menandakan nanopartikel tembaga tidak terbentuk. Didapatkan titik optimum volume prekursor CuCl_2 adalah 3600 μ L, dengan warna larutan merah dan *peak* absorbansi UV-Vis lebih tinggi dibandingkan dengan CuCl_2 4000 μ L yang menandakan nanopartikel yang terbentuk lebih banyak. Namun bentuk *peak* yang meluas, yang menandakan nanopartikel telah beragregasi dan tidak stabil[13]. Dibutuhkan variasi optimasi lainnya untuk menghasilkan nanopartikel tembaga yang optimal.

4.1.1.2. Variasi Ligan

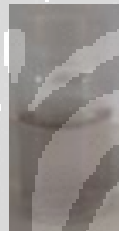
Berbagai *capping agent* ditambahkan dalam larutan untuk menstabilkan nanopartikel tegangan dan agar pertumbuhan partikel dapat dikontrol[60]. Sintesis nanopartikel tembaga, sulit dilakukan karena kecenderungan terjadinya oksidasi dan stabilitas Cu oksida yang lebih tinggi, sehingga nanopartikel tembaga biasanya dilindungi dengan *capping agent* untuk meminimalkan oksidasi[58]. Optimalisasi *capping agent* menjadi penting dalam sintesis nanopartikel tembaga. Konsentrasi yang rendah dari *capping agent* akan menyebabkan pembentukan nanopartikel yang tidak stabil, namun konsentrasi yang tinggi dapat mempercepat agregasi nanopartikel[57].

Sintesis dilakukan dengan variasi konsentrasi dan volume *capping agent* untuk menghasilkan nanopartikel yang optimal. *Capping agent* atau ligan yang digunakan adalah L-sistein. L-sistein memiliki gugus aktif seperti $-\text{NH}_3^+$ dan $-\text{COO}^-$, karena memiliki gugus tiol, menjadikan sistein menjadi kandidat yang baik untuk pelindung dan

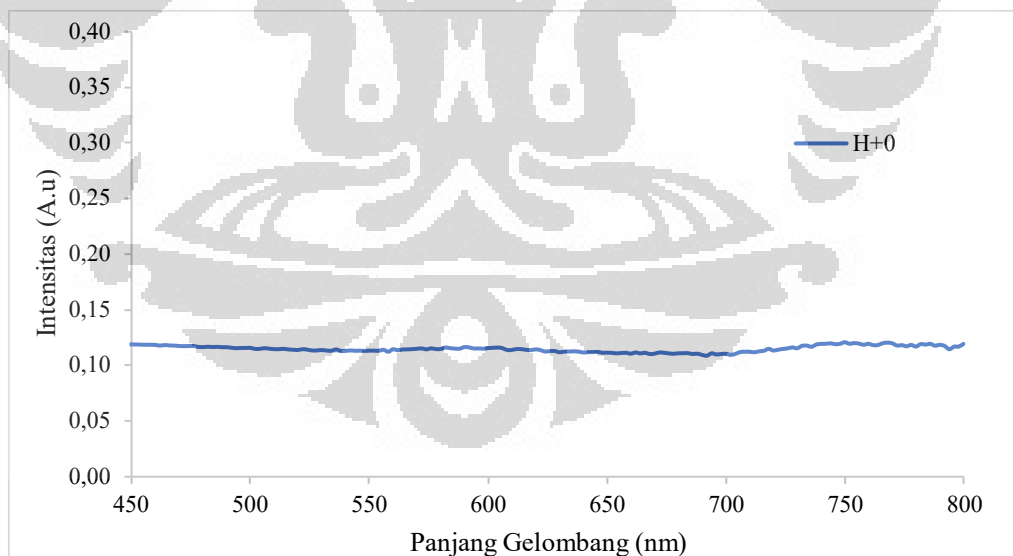
ligan nanopartikel [57]. Penambahan L-sistein dalam nanopartikel, berfungsi sebagai penstabil sehingga menghindari nanopartikel dari proses akumulasi agregasi ataupun menempel dengan komponen partikel lain[65]. Muatan negatif yang mengandung molekul L-sistein pada permukaan nanopartikel diharapkan akan mencegah agregasi, dengan struktur serupa yang membawa muatan negatif akibat tolakan elektrostatik[65].

4.1.1.2.1. Variasi Konsentrasi

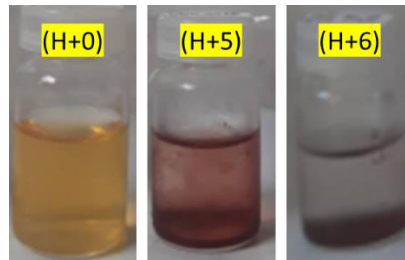
Konsentrasi yang digunakan pada pengujian ini, yaitu 0,001M; 0,01M dan 0,02M. L-sistein didapatkan dengan melarutkan padatan L-sistein dengan air deionisasi hingga mendapatkan konsentrasi yang diinginkan.



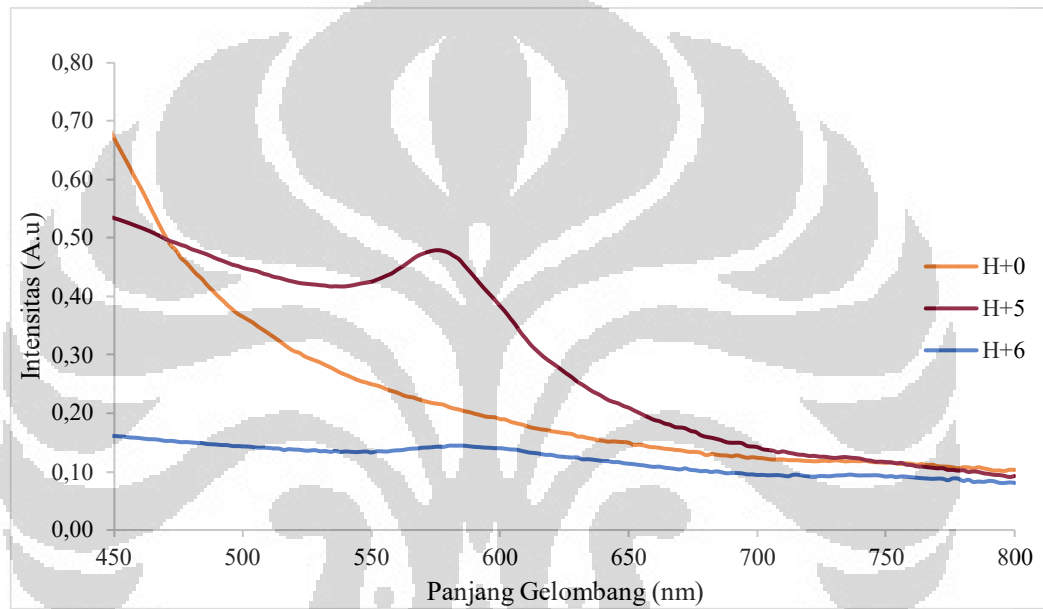
Gambar 4.4 Pengamatan Sampel L-Sistein 0,001M



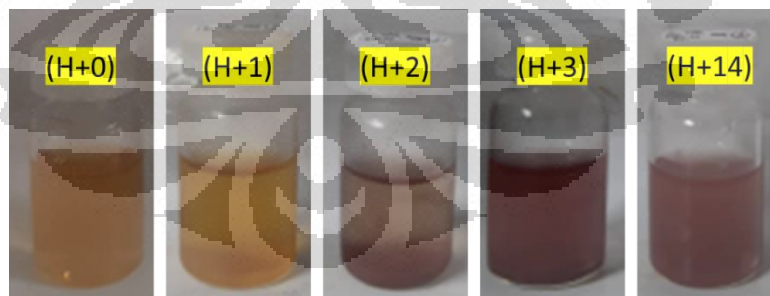
Grafik 4.4 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,001M



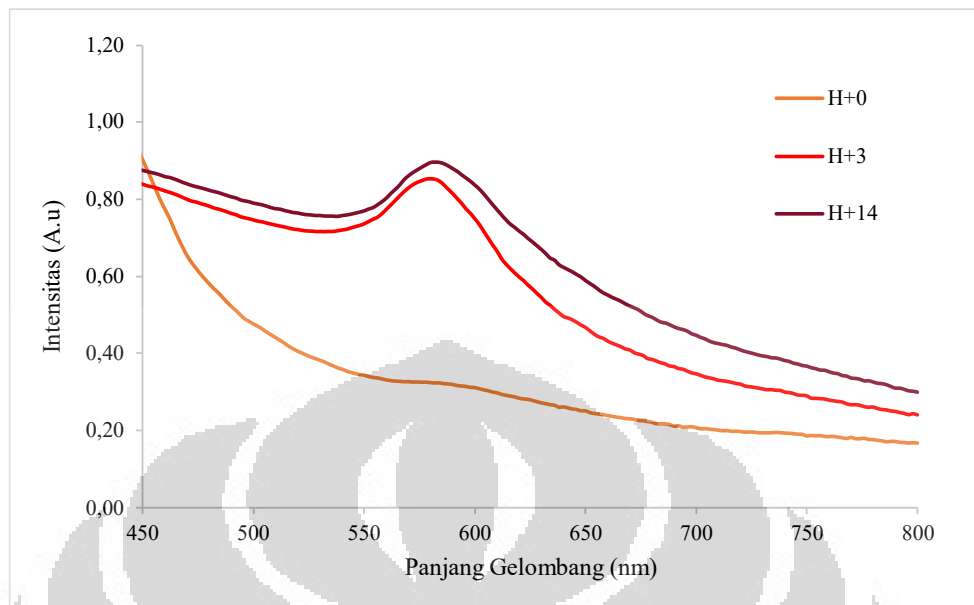
Gambar 4.5 Pengamatan Visual Sintesis L-Sistein 0,01M Pada Hari Sintesis (H+0), Lima Hari (H+5) dan Enam Hari (H+6)



Grafik 4.5 Spektrum Absorpsi UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,01M



Gambar 4.6 Pengamatan Visual Sintesis L-Sistein 0,02M Pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Tiga Hari (H+3) dan Empat Belas Hari (H+14)



Grafik 4.6 Spektrum Absorpsi UV-Vis Hasil Sintesis L-Sistein 0,02M

Tabel 4.3 Variasi Konsentrasi L-Sistein

Sampel	CuCl ₂		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
L0.001	3600	0,003	20	0,001	100	25,46	4400
L0.01	3600	0,003	20	0,01	100	25,46	4400
L0.02	3600	0,003	20	0,02	100	25,46	4400

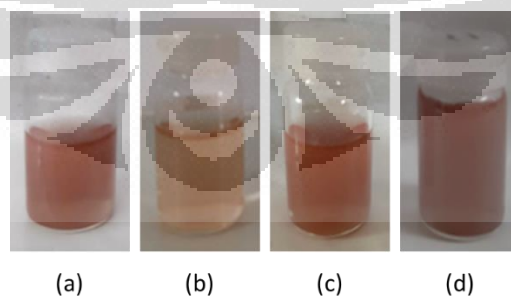
Pada gambar 4.4, dan grafik 4.4, sampel dengan komposisi L-sistein 0,001M, berwarna bening terang, dengan adanya endapan berwarna hitam dan tidak terdapat *peak* pada rentang karakteristik nanopartikel tembaga. Sedangkan, pada gambar 4.5 dan grafik 4.5, sampel dengan komposisi L-sistein 0,01M, pada hari dilakukan sintesis, tidak terdapat *peak* pada karakterisasi UV-Vis dan larutan berwarna kuning. Namun proses reduksi tetap terjadi, pada hari ke 5 setelah dilakukan sintesis, larutan berwarna merah dan muncul *peak* pada karakterisasi UV-Vis dengan panjang gelombang 576nm dan absorbansi pada 0,479. Pada hari selanjutnya larutan berubah warna menjadi bening dengan terdapat endapan merah. Pada gambar 4.6 dan grafik 4.6, sampel dengan komposisi L-sistein 0,02M, pada hari dilakukan sintesis tidak terdapat *peak* pada karakterisasi UV-Vis. Pada hari kedua setelah dilakukan sintesis, larutan berubah warna menjadi kuning kemerahan, dan pada hari ketiga setelah dilakukan sintesis larutan menjadi berwarna merah serta terdapat *peak* pada karakterisasi UV-Vis dengan panjang

gelombang 580nm dan absorbansi 0,854. Larutan berwarna merah hingga hari keempat belas setelah dilakukan sintesis dengan panjang gelombang 582nm.

Pengujian variasi konsentrasi L-sistein yang dilakukan menunjukkan bahwa konsentrasi yang optimal adalah L-sistein 0,02M. Nanopartikel dengan komposisi L-sistein 0,02M memiliki stabilitas hingga hari keempat belas setelah dilakukan sintesis. Hal ini menguatkan penemuan sebelumnya, bahwa konsentrasi ligan yang rendah dapat menyebabkan ketidakstabilan nanopartikel, konsentrasi yang tinggi menyebabkan agregasi nanopartikel. Agregasi nanopartikel ditandai dengan pergeseran dan pelebaran *peak* dari pita absorpsi. Agregasi dapat terjadi karena gugus amino yang bermuatan positif di dalam larutan, berinteraksi dengan permukaan nanopartikel yang bermuatan negatif melalui elektrostatis. Hal lain yang menyebabkan agregasi adalah peningkatan terbentuknya ikatan hidrogen yang saling berinteraksi antar molekul L-sistein pada konsentrasi yang lebih tinggi[57]. Namun stokiometri ini belum optimal, sehingga harus dilakukan variasi lainnya, untuk mendapatkan nanopartikel yang optimal.

4.1.1.2.2. Variasi Volume

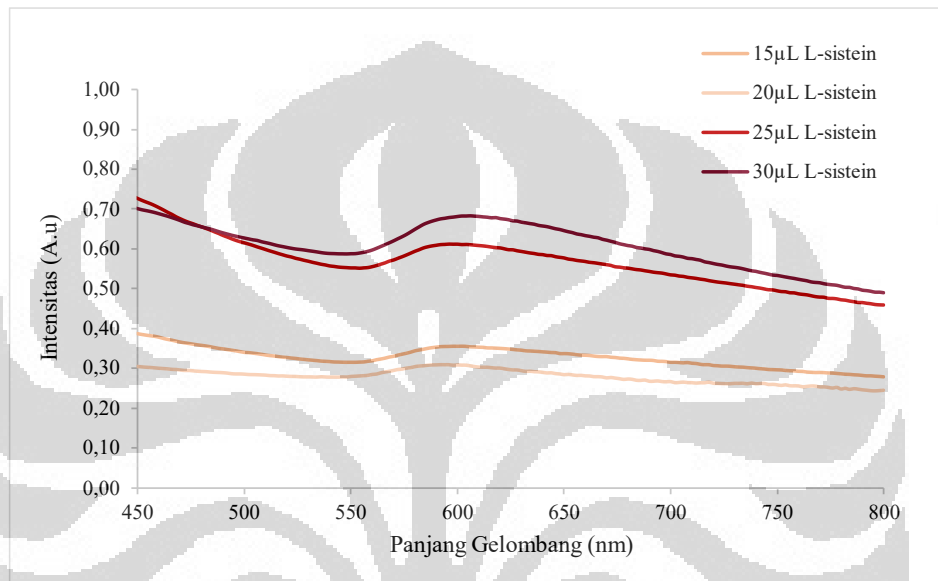
Pengujian sintesis variasi volume L-sistein dilakukan guna mengetahui volume optimal dalam sintesis nanopartikel tembaga. Volume menjadi hal penting, dikarenakan mempengaruhi konsentrasi dari larutan. Pengaruh antara volume dan konsentrasi saling berbanding terbalik satu sama lain[66].



Gambar 4.7 Pengamatan Visual Variasi Volume L-Sistein: (a) 15 μ L; (b) 20 μ L; (c) 25 μ L; (d) 30 μ L

Tabel 4.4 Komposisi Variasi Volume L-Sistein

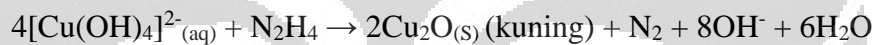
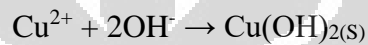
Sampel	CuCl ₂		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
L15	3600	0,003	15	0,02	200	25,46	4400
L20	3600	0,003	20	0,02	200	25,46	4400
L25	3600	0,003	25	0,02	200	25,46	4400
L30	3600	0,003	30	0,02	200	25,46	4400

**Grafik 4.7** Spektrum UV-Vis Variasi Volume L-Sistein: 15μL; 20μL; 25μL; 30μL

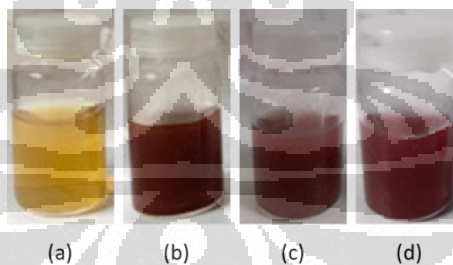
Pengamatan dilakukan terhadap variasi volume L-sistein sebanyak 15μL; 20μL; 25μL; 30μL. Pada gambar 4.7 dan grafik 4.7, sampel dengan kandungan L-sistein 15μL, didapatkan larutan berwarna merah, dengan panjang gelombang 602nm. Sedangkan larutan dengan L-sistein 20μL berwarna merah muda namun tidak menghasilkan *peak* pada pita absorpsi. Larutan dengan L-sistein 25μL, memiliki hasil larutan berwarna merah, dengan panjang gelombang 596nm. Sedangkan larutan dengan L-sistein 30μL menghasilkan warna merah dengan panjang gelombang 606nm. Sehingga dapat disimpulkan nanopartikel dengan larutan L-sistein 25μL menjadi volume yang optimal dalam proses sintesis nanopartikel. Hal ini sesuai dengan literatur, yang menyatakan bahwa panjang gelombang nanopartikel Cu berada pada kisaran 550-600nm[64].

4.1.1.3. Variasi Volume Hidrazin Monohidrat

Reduktor yang digunakan dalam pengujian sintesis nanopartikel adalah hidrazin monohidrat. Hidrazin monohidrat yang digunakan merupakan hidrazin monohidrat dalam bentuk cair. Hidrazin merupakan reduktor kuat, yang dapat mereduksi Cu^{2+} menjadi Cu^0 dikarenakan memiliki perbedaan potensial dengan Cu^{2+} [67]. Hidrazin dapat memberikan kestabilan yang baik terhadap nanopartikel tembaga saat digunakan sebagai reduktor, dengan adanya atmosfer N_2 untuk mencegah oksidasi[64]. Dengan penggunaan hidrazin monohidrat, sintesis menjadi independen dari penggunaan gas pelindung, dengan terbentuknya atmosfer inert[13], dengan reaksi yang terjadi[68]:



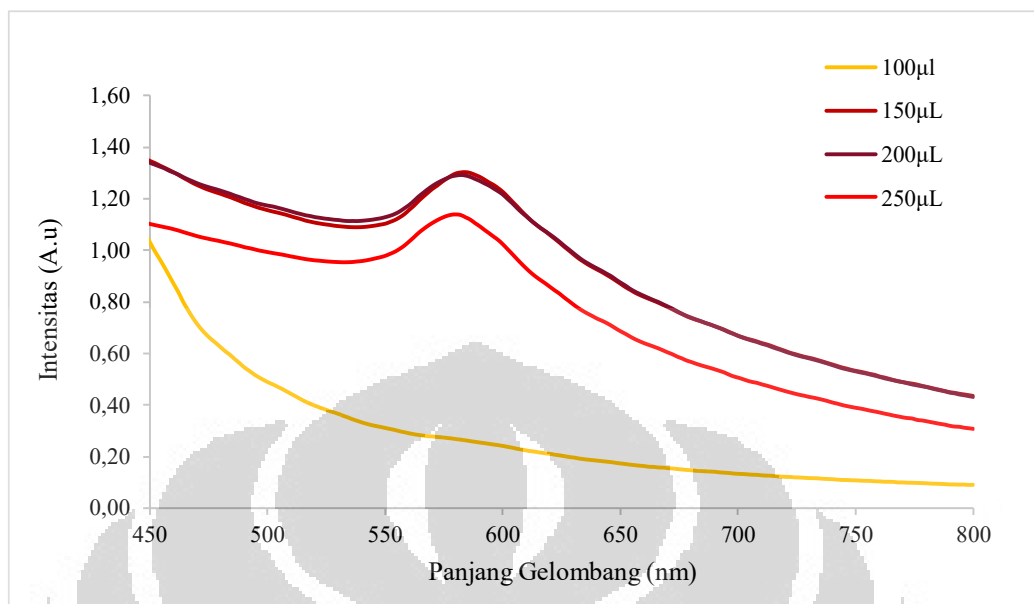
Untuk mengetahui volume reduktor yang optimal dilakukan pengujian variasi volume yang berbeda dari hidrazin monohidrat.



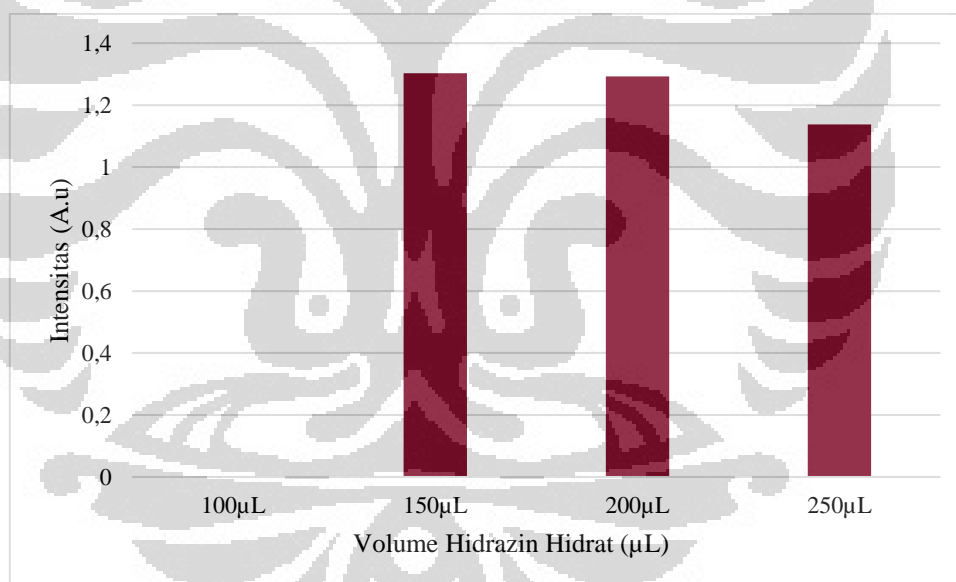
Gambar 4.8 Pengamatan Visual Variasi Volume Hidrazin: (a) $100\mu\text{L}$; (b) $150\mu\text{L}$; (c) $200\mu\text{L}$; (d) $250\mu\text{L}$

Tabel 4.5 Variasi Volume Hidrazin

Sampel	CuCl_2		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
H100	3600	0,003	25	0,02	100	25,46	4400
H150	3600	0,003	25	0,02	150	25,46	4400
H200	3600	0,003	25	0,02	200	25,46	4400
H250	3600	0,003	25	0,02	250	25,46	4400



Grafik 4.8 Spektrum UV-Vis Variasi Volume Hidrazin: 100µL; 150µL; 200µL; 250µL



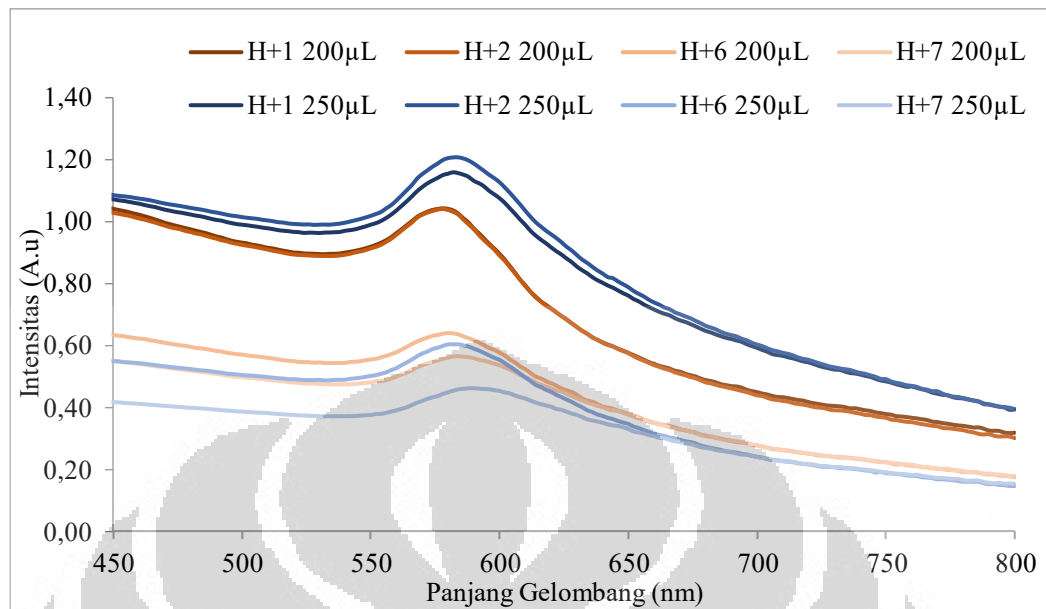
Grafik 4.9 Absorbansi UV-Vis Variasi Volume Hidrazin: 100µL; 150µL; 200µL; 250µL

Pengujian dilakukan dengan variasi hidrazin 100µL, 150µL, 200µL, 250µL. Berdasarkan gambar 4.8, larutan dengan kandungan hidrazin 100µL, memiliki hasil akhir berwarna kuning, sedangkan larutan dengan kandungan hidrazin 150µL, 200µL, 250µL, memiliki warna akhir merah. Grafik 4.8 menunjukkan spektrum absorpsi karakterisasi UV-Vis sampel. Pada larutan dengan kandungan hidrazin 100µL tidak terdapat *peak* absorbansi pada rentang 400 – 800nm. Sedangkan pada sampel dengan kandungan

hidrazin 150 μ L menunjukkan *peak* absorbansi pada panjang gelombang 584nm. Sampel dengan kandungan hidrazin 200 μ L memiliki panjang gelombang 582nm dan dengan kandungan hidrazin 250 μ L memiliki panjang gelombang 580nm.

Larutan dengan kandungan hidrazin 100 μ L tidak terbentuk nanopartikel tembaga karena tidak memenuhi karakteristik pita serapan dari nanopartikel tembaga. Hal ini dikarenakan jumlah zat pereduksi yang lebih rendah daripada jumlah prekursor dalam suspensi[54]. Pada volume hidrazin 150 μ L menunjukkan panjang gelombang 584nm, sedangkan 200 μ L mengalami pergeseran panjang gelombang menjadi 582nm. Peningkatan volume menjadi 250 μ L menyebabkan pergeseran panjang gelombang menjadi 580nm. Hal ini menunjukkan bahwa hidrazin tidak hanya menjadi zat pereduksi di dalam sistem, tetapi juga terjadi interaksi dengan nanopartikel tembaga, yang mempengaruhi ukuran partikel. Hidrazin dalam larutan hadir dalam bentuk kation dan muatan negatif, sehingga nanopartikel tembaga memungkinkan untuk berinteraksi dengan ion hidrazonium[54].

Pengamatan selanjutnya dilakukan untuk mengetahui volume hidrazin yang optimal pada hasil sintesis. Hidrazin mempengaruhi stabilitas agregat nanopartikel tembaga terdispersi dengan waktu. Pengamatan dilakukan dalam tujuh hari setelah sintesis. Temuan sebelumnya didapatkan semakin tinggi hidrazin, akan semakin tinggi stabilitas dari larutan nanopartikel, serta nilai absorbansi akan mengalami penurunan dan peningkatan nilai panjang gelombang akibat dari agregasi nanopartikel[54]. Berdasarkan grafik 4.7 sampel dengan kandungan hidrazin 200 μ L memiliki nilai absorbansi lebih tinggi dibandingkan dengan sampel dengan kandungan hidrazin 250 μ L. Sampel dengan kandungan hidrazin 200 μ L memiliki stabilitas hingga tujuh hari, dimana hingga hari ketujuh setelah sintesis terdapat *peak* pada pengujian UV-Vis, tertera pada grafik 4.10. Berdasarkan pengujian sampel dengan kandungan hidrazin 200 μ L menjadi yang paling optimal.

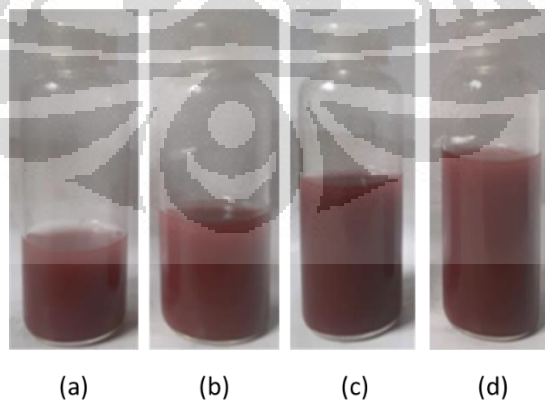


Grafik 4.10 Spektrum Absorpsi Uv-Vis Sampel Hidrazin 200μL dan 250 μL

4.1.2. Pengaruh Lingkungan

4.1.2.1. Pengaruh Scale Up

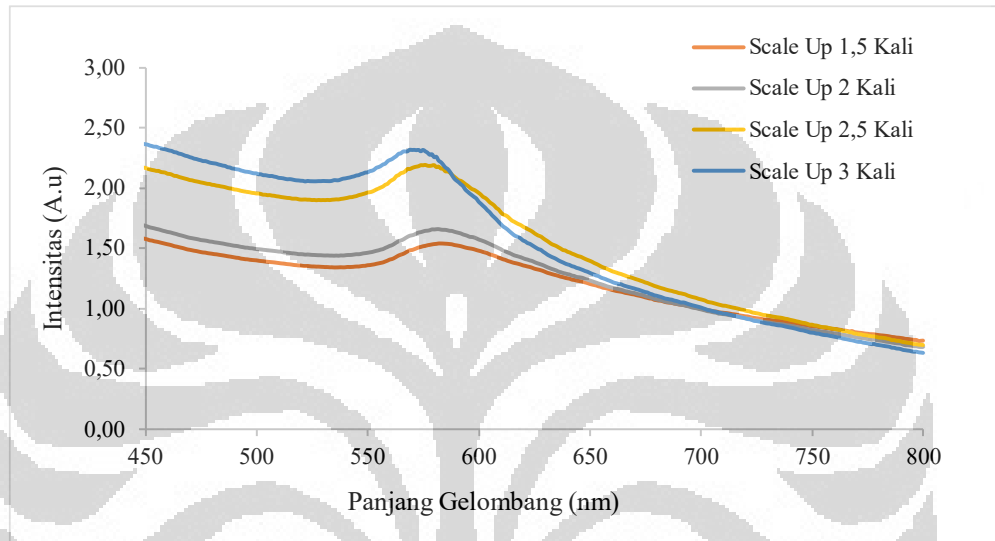
Pada percobaan ini, dilakukan *scale up*, dengan dasar komposisi nanopartikel 3,6mL CuCl_2 0,003M; 25μL L-sistein 0,02M; 200μL hidrazin monohidrat 80%; 4,4mL air deionisasi. Metode *Scale up* dilakukan dengan melakukan perbesaran volume seluruh komposisi dengan perbesaran 1,5 kali; 2 kali; 2,5 kali; 3 kali.



Gambar 4.11 Pengamatan Visual Variasi *Scale Up*: (a) 1,5 Kali; (b) 2 Kali; (c) 2,5 Kali; (d) 3 Kali

Tabel 4.6 Variasi Scale Up

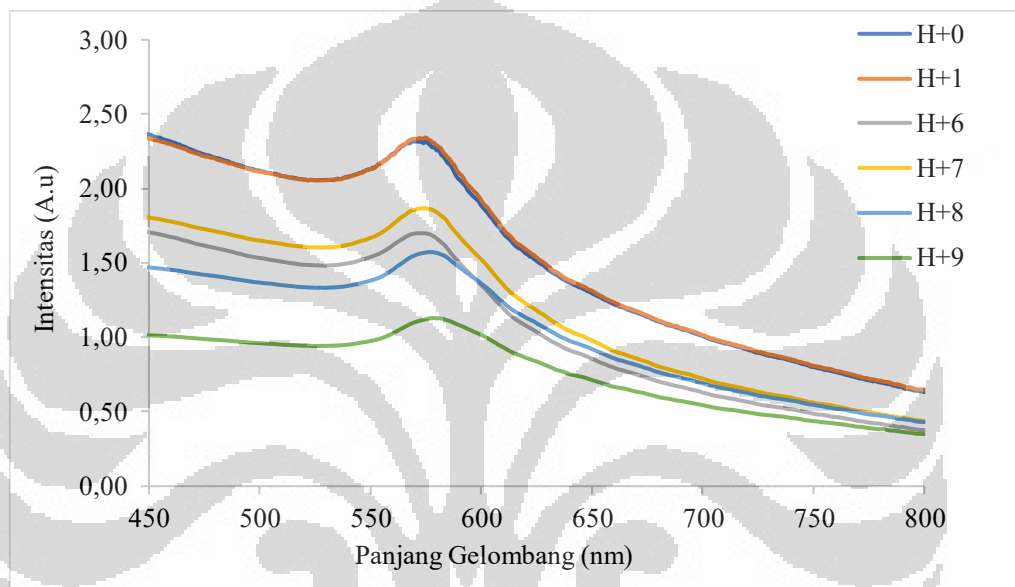
Sampel	CuCl ₂		L-Sistein		Hidrazin		Air
	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)	Konsentrasi (M)	Volume (μL)
SU1,5	5400	0,003	37,5	0,02	300	25,46	6600
SU2	7200	0,003	50	0,02	400	25,46	8800
SU2,5	9000	0,003	62,5	0,02	500	25,46	11000
SU3	10800	0,003	75	0,02	600	25,46	13200



Grafik 4.11 Spektrum UV-Vis Variasi *Scale Up*: 1,5 Kali; 2 Kali; 2,5 Kali; 3 Kali

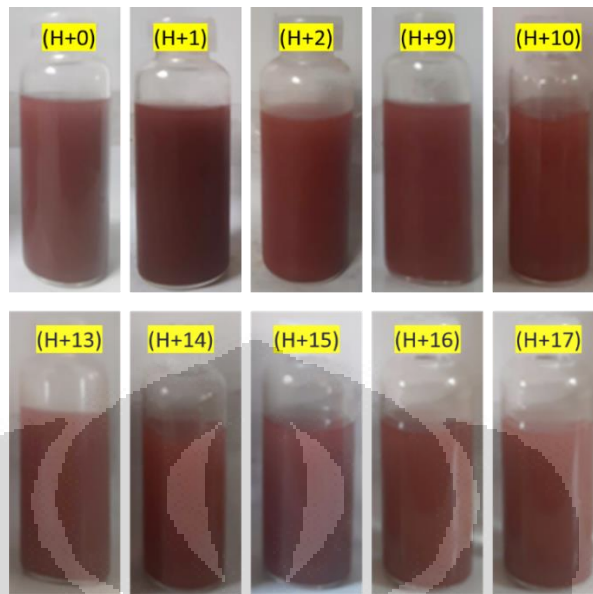
Berdasarkan gambar 4.9, nanopartikel dengan perbesaran 1,5 kali hingga 3 kali memiliki warna larutan merah. Berdasarkan grafik 4.11, nanopartikel dengan perbesaran 1,5 kali memiliki pita absorpsi dengan panjang gelombang 582nm dengan nilai absorbansi 1,537. Nanopartikel dengan perbesaran 2 kali memiliki pita absorpsi dengan panjang gelombang 582nm dengan nilai absorbansi 1,656. Nanopartikel dengan perbesaran 2,5 kali memiliki pita absorpsi dengan panjang gelombang 576nm dengan nilai absorbansi 2,192. Sedangkan nanopartikel dengan perbesaran terbesar, 3 kali perbesaran menghasilkan pita absorpsi dengan panjang gelombang 569nm dengan absorbansi 2,319. Perbesaran 1,5 kali hingga 3 kali memiliki panjang gelombang, yang sesuai dengan karakteristik nanopartikel tembaga yaitu 550 – 600nm[64]. Berdasarkan grafik 4.9 nilai absorbansi meningkat seiring bertambahnya perbesaran, dimana perbesaran 3 kali memiliki absorbansi tertinggi. Selanjutnya dilakukan pengamatan stabilitas terhadap perbesaran 1,5 kali hingga 3 kali. Berdasarkan pengamatan, hanya

perbesaran 3 kali yang memiliki stabilitas hingga hari kesembilan setelah dilakukan sintesis terlihat pada grafik 4.12. Hal ini dapat terjadi, dikarenakan adanya pengaruh oksigen dalam kestabilan nanopartikel. Semakin besarnya scale up, oksigen dalam tabung saat dilakukan sintesis akan semakin sedikit. Oksigen yang terlarut akan mempengaruhi konsentrasi nanopartikel tembaga dan intensitas puncak, sehingga terjadi penurunan bertahap, dikarenakan adanya proses oksidasi[13].

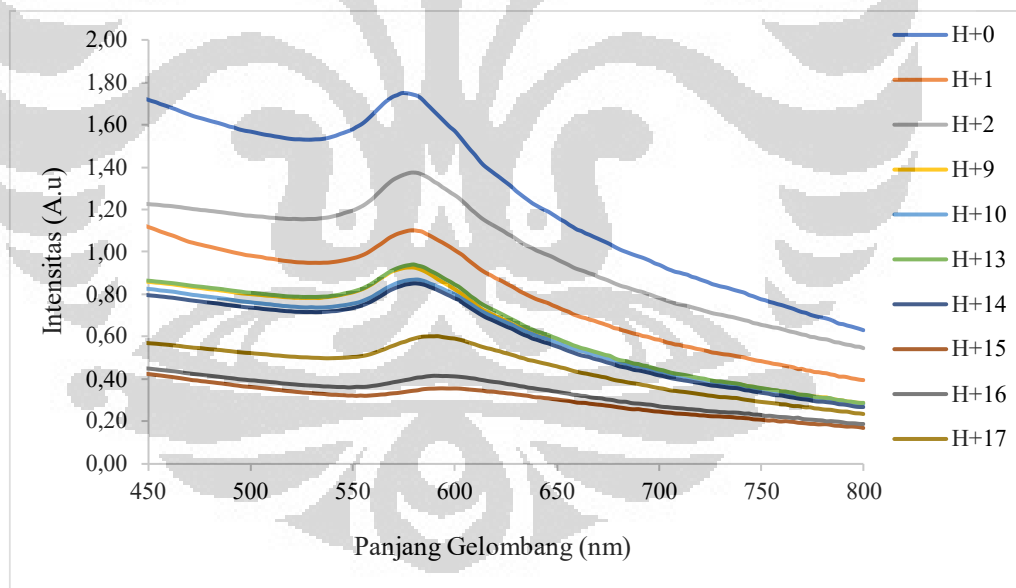


Grafik 4.12 Spektum UV-Vis Hasil Sintesis *Scale Up* 3 Kali

Setelah pada hari ke sembilan setelah sintesis nanopartikel dengan perbesaran 3 kali terbentuk endapan. Selanjutnya dilakukan perbesaran yang lebih besar, yaitu 3,5 kali perbesaran. Hal ini dilakukan untuk mengurangi kandungan oksigen dalam tabung sintesis. Tabung yang digunakan dalam proses sintesis memiliki ukuran volume 30mL. Perlakuan *scale up* akan memperbesar volume akhir larutan. Oleh karena itu, komposisi larutan yaitu 12,6mL CuCl_2 ; 87,5 μL L-sistein; 700 μL hidrazin monohidrat; 15,4mL air deionisasi.



Gambar 4.10 Pengamatan Visual Sintesis *Scale Up* 3,5 Kali Pada Hari Sintesis; Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Sembilan Hari (H+9), Sepuluh Hari (H+10), Tiga Belas Hari (H+13), Empat Belas Hari (H+14), Lima Belas Hari (H+15), Enam Belas Hari (H+16) dan Tujuh Belas Hari (H+17)



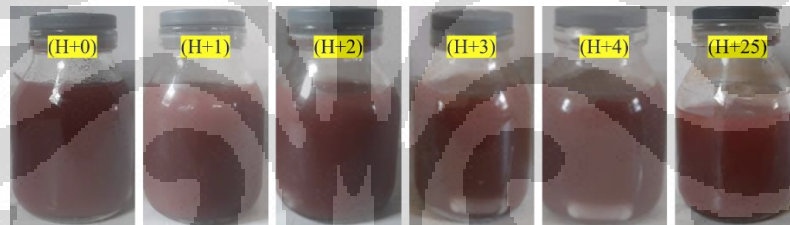
Grafik 4.13 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis *Scale Up* 3,5 Kali

Berdasarkan grafik 4.13, sampel nanopartikel dengan perbesaran 3,5 kali didapatkan hasil spektrum absorpsi dengan panjang gelombang 576nm pada hari dilakukannya sintesis. Pengamatan stabilitas sampel ditampilkan pada grafik 4.13, hingga hari ke tujuh belas setelah sintesis, masih terbentuk *peak* pita absorpsi namun mengalami penurunan

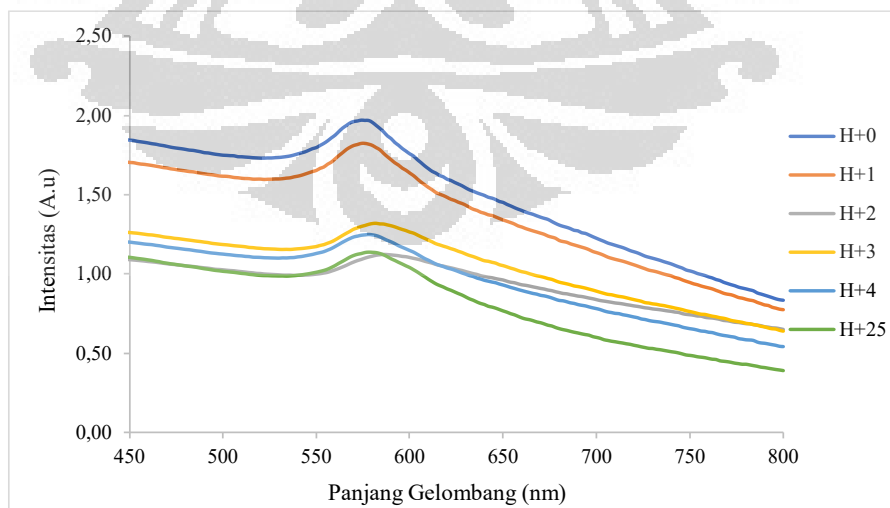
absorbansi setiap bertambahnya hari. Hal ini diakibatkan agregasi nanopartikel sehingga ukuran nanopartikel yang membesar dan terbentuk suatu kluster yang lebih besar[69]. Berdasarkan percobaan didapatkan bahwa semakin besarnya *scale up* atau perbesaran, stabilitas nanopartikel akan semakin baik yang menguatkan pengujian sebelumnya yang menyebutkan terdapat pengaruh oksigen terhadap hasil sintesis nanopartikel tembaga[13].

4.1.2.2. Pengaruh Atmosfer

Pada pengamatan dilakukan proses sintesis dengan kondisi atmosfer inert. Kondisi atmosfer inert, dilakukan dengan memberikan gas N₂ kedalam sistem saat dilakukan sintesis. Pada percobaan ini, komposisi sampel yaitu 3,6mL CuCl₂ 0,003M; 25μL L-sistein 0,02M; 200μL hidrazin monohidrat 80%; 4,4mL air deionisasi. Dilakukan perbesaran terhadap sampel, perbesaran 6 kali.



Gambar 4.11 Pengamatan Visual Sintesis Atmosfer Inert pada Hari Sintesis (H+0), Satu Hari (H+1), Dua Hari (H+2), Tiga Hari (H+3), Empat Hari (H+4) dan Dua Puluh Lima Hari (H+25)

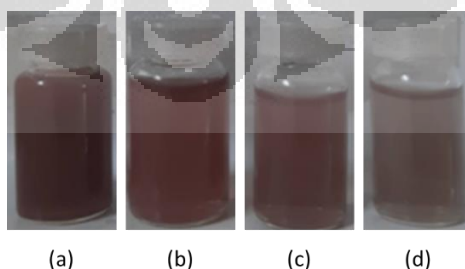


Grafik 4.14 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Atmosfer Inert

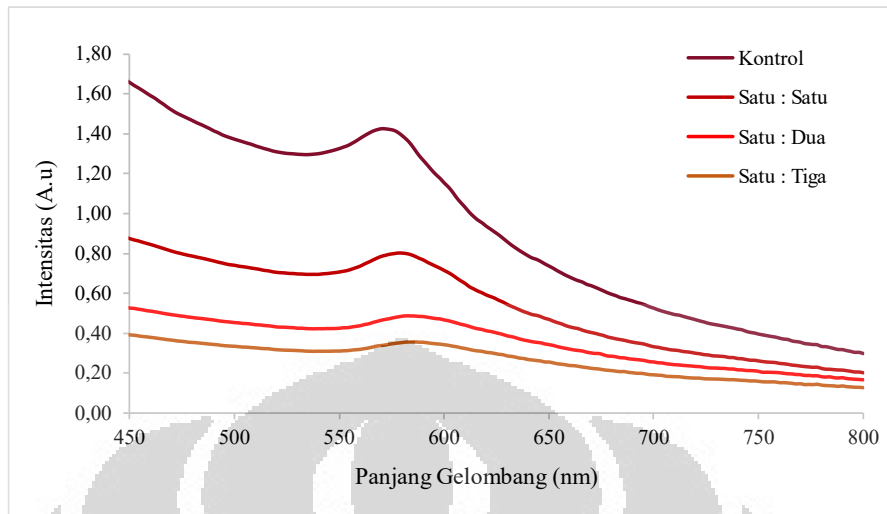
Berdasarkan gambar 4.11 dan grafik 4.14, didapatkan nanopartikel dengan panjang gelombang 574nm dengan absorbansi 1,971. Sampel dengan atmosfer inert memiliki kestabilan hingga hari dua puluh lima setelah dilakukan sintesis. Pada hari ke dua puluh lima, nanopartikel memiliki panjang gelombang 576nm dengan absorbansi 1,135. Hal ini menunjukkan, tidak signifikan turunnya absorbansi nanopartikel, serta panjang gelombang tidak bergeser secara signifikan hingga hari ke dua puluh lima setelah sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa nanopartikel tembaga tidak mengalami perubahan dalam lingkungan inert. Hasil ini menguatkan temuan sebelumnya, bahwa nanopartikel tembaga akan mengalami penurunan konsentrasi dan intensitas *peak* LSPR dikarenakan oksidasi dengan adanya oksigen[13]. Oleh karena itu, sintesis nanopartikel, membutuhkan gas N₂ untuk menghindari terjadinya oksidasi. Nitrogen akan berevolusi secara perlahan, yang akan mempertahankan homogenitas larutan serta menghasilkan lingkungan yang inert[68].

4.1.2.3. Pengaruh Pengenceran

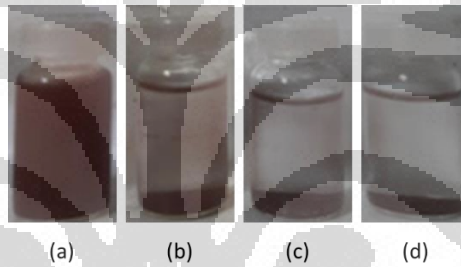
Pada percobaan ini dilakukan pengenceran terhadap nanopartikel tembaga. Berdasarkan hasil percobaan sebelumnya, pengenceran menghasilkan konsentrasi nanopartikel yang berbeda[70], yang memberikan pengaruh pertumbuhan dan persebaran nanopartikel[71]. Ketika konsentrasi nanopartikel menurun, akan timbul partikel asing yang lebih dominan dari partikel nano sehingga sintesis lebih bergantung pada partikel asing[72]. Pada umumnya, suspensi yang encer akan lebih stabil karena pengenceran mengurangi laju tumbukan antar partikel yang akan menunda terbentuknya agregat[73].



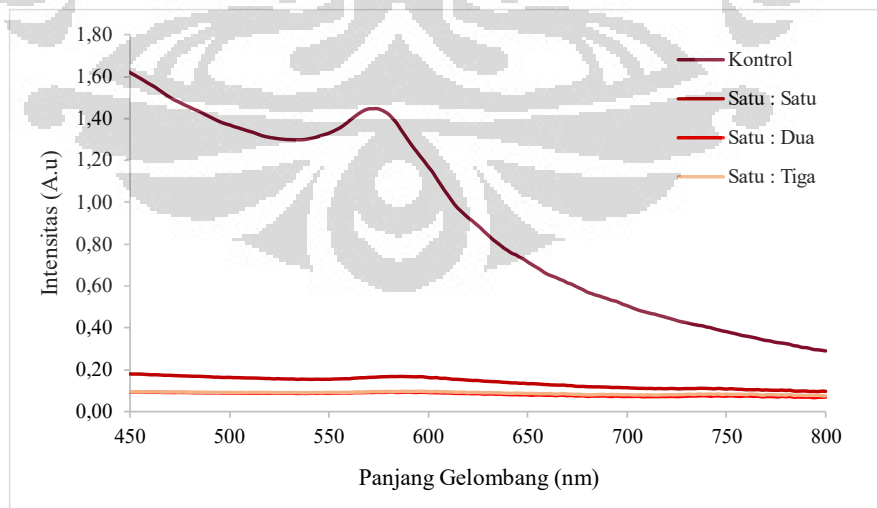
Gambar 4.12 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran: (a) Kontrol; (b) 1:1; (c) 1:2; (d) 1:3



Grafik 4.15 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Dengan Pengenceran Pada Hari Sintesis: Kontrol; 1:1; 1:2; 1:3



Gambar 4.13 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran Pada Hari Sintesis: (a) Kontrol; (b) 1:1; (c) 1:2; (d) 1:3

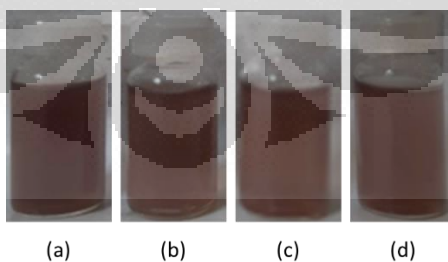


Grafik 4.16 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Sampel Pengenceran Satu Hari (H+1): Kontrol, 1:1, 1:2, 1:3

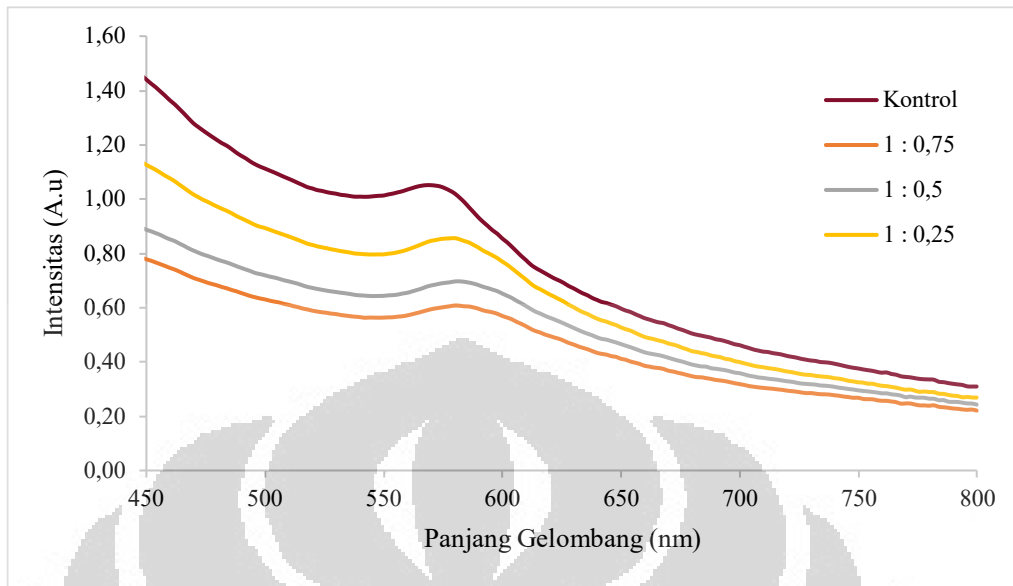
Tabel 4.7 Variasi Pengenceran

Rasio	Perbesaran	Cys - CuNPs	Air	Volume Total
1 : 1	2 Kali	5mL	5mL	10mL
1 : 2	3 Kali	3,3mL	6,7mL	10mL
1 : 3	4 Kali	2,5mL	7,5mL	10mL

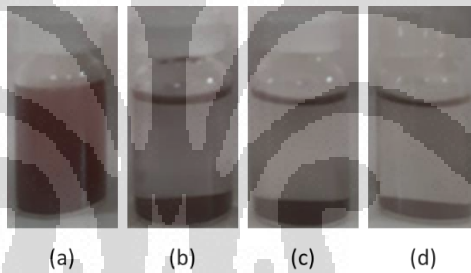
Perbandingan nanopartikel : air yang dilakukan terdapat tiga perbandingan yaitu 1:1; 1:2; dan 1:3 tertera pada tabel 4.7. Nanopartikel dilarutkan dengan volume akhir 10mL dengan menggunakan tabung 10mL. Nanopartikel kontrol yang digunakan, menggunakan komposisi dasar, 3,6mL CuCl₂ 0,003M; 25μL L-sistein 0,02M; 200μL hidrazin monohidrat 80%; 4,4mL air deionisasi. Berdasarkan pengamatan visual pada gambar 4.12 dan 4,13, semakin tinggi perbesaran pengenceran, warna nanopartikel akan semakin pudar. Berdasarkan pengamatan absorpsi UV-Vis pada grafik 4.15, semakin tinggi perbesaran pengenceran, absorbansi akan semakin rendah. Untuk panjang gelombang, untuk rasio perbesaran 1:1 yaitu 578nm, untuk rasio 1:2 582nm dan untuk rasio 1:3 586nm. Didapatkan semakin besarnya rasio dan perbesaran pengenceran, akan menggeser panjang gelombang nanopartikel yang menandakan telah terjadinya agregasi dan ukuran nanopartikel yang semakin besar[69]. Selanjutnya dilakukan pengamatan stabilitas nanopartikel hasil pengenceran. Pada pengamatan hari kesatu setelah sintesis, nanopartikel hasil pengenceran, berwarna bening dan terdapat endapan. Pada absorpsi UV-Vis tidak didapatkan *peak* yang sesuai dengan karakteristik nanopartikel tembaga, sehingga dapat dikatakan, nanopartikel dengan pengenceran 1:1; 1:2; dan 1:3 pada percobaan ini tidak memiliki stabilitas yang baik.



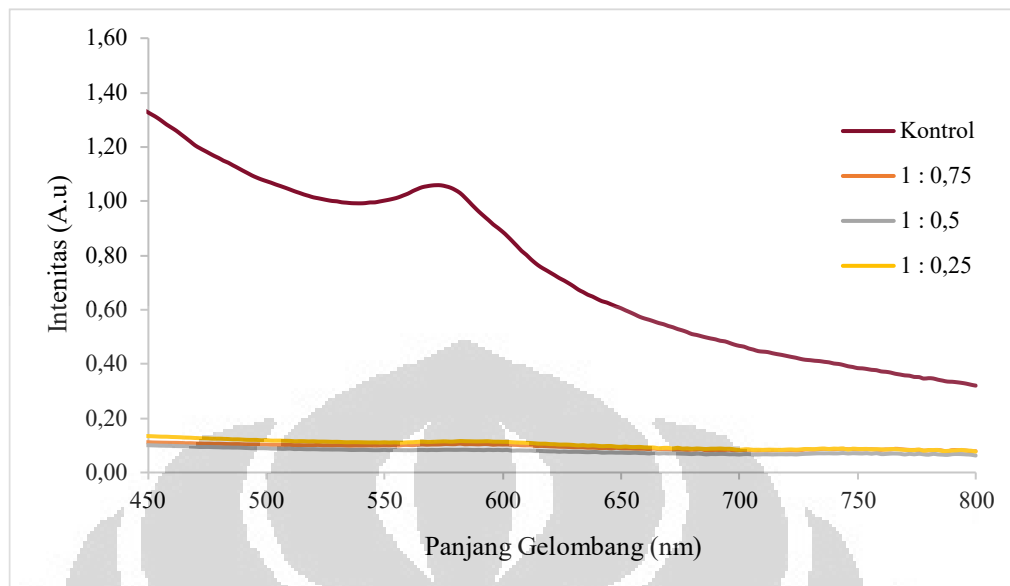
Gambar 4.14 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran: (a) Kontrol; (b) 1:0,75; (c) 1:0,5; (d) 1:0,25



Grafik 4.17 Spektrum UV-Vis Hasil Sintesis Dengan Pengenceran Pada Hari Sintesis: Kontrol; 1:0,75; 1:0,5; 1:0,25



Gambar 4.15 Pengamatan Visual Sintesis Variasi Pengenceran Pada Hari Sintesis: (a) Kontrol; (b) 1:0,75; (c) 1:0,5; (d) 1:0,25



Grafik 4.18 Spektrum UV-Vis Hasil Sinetesis Dengan Pengenceran Satu Hari (H+1): Kontrol; 1:0,75; 1:0,5; 1:0,25

Tabel 4.8 Variasi Pengenceran

Rasio	Perbesaran	Cys – CuNPs	Air	Volume Total
1 : 0,75	1,75 Kali	5,7mL	4,3mL	10mL
1 : 0,5	1,5 Kali	6,7mL	3,3mL	10mL
1 : 0,25	1,25 Kali	8mL	2mL	10mL

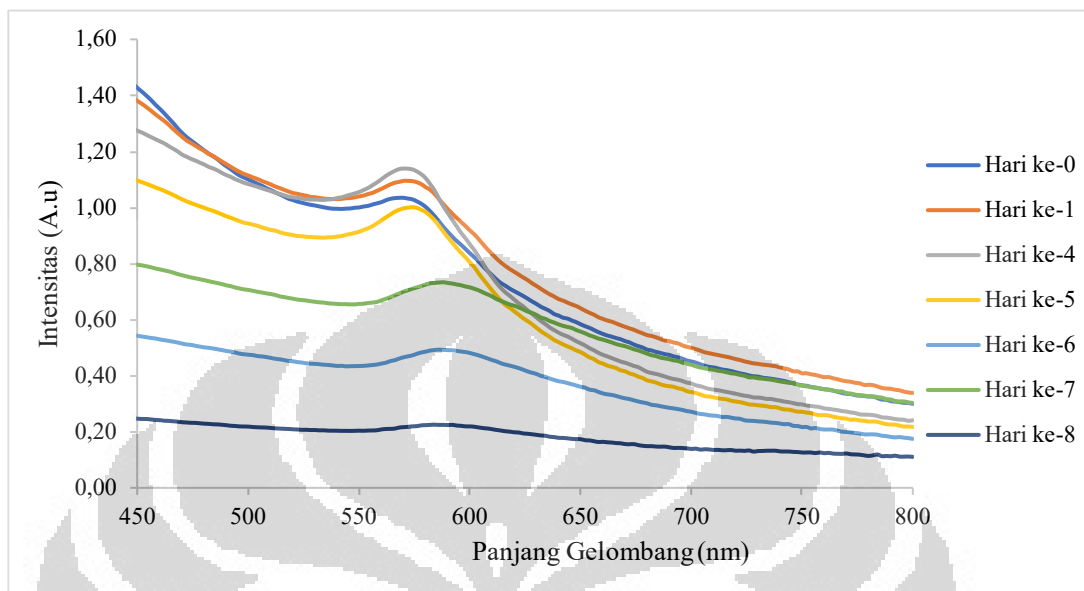
Selanjutnya dilakukan pengenceran dengan rasio serta perbesaran yang lebih kecil. Pengenceran yang dilakukan adalah rasio nanopartikel : air 1:0,75; 1:0,5; dan 1:0,25. Berdasarkan gambar 4.14 dan 4.15, didapatkan bahwa nanopartikel memberikan warna yang semakin pudar dengan meningkatnya rasio atau perbesaran, yang menguatkan temuan sebelumnya, bahwa dengan dilakukan pengenceran, akan terjadi perubahan warna, warna akan lebih pudar dibandingkan warna nanopartikel, dan spektrum absorpsi akan menurun dari spektrum absorpsi nanopartikel[74]. Sedangkan berdasarkan garfik 4.17, sampel dengan pengceran 1:0,75 memiliki absorbansi terendah, sedangkan 1:0,25 memiliki nilai absorbansi tertinggi namun lebih rendah dibandingkan sampel kontrol. Sedangkan berdasarkan panjang gelombang, sampel pengenceran 1:0,75 memiliki panjang gelombang 580nm, sampel pengenceran 1:0,5 582nm dan sampel dengan pengenceran 1:0,25 580. Berdasarkan nilai panjang gelombang yang dihasilkan, tidak terlalu berbeda atau bergeser secara signifikan.

Selanjutnya dilakukan pengamatan stabilitas yang dilakukan hari kesatu setelah sintesis, didapatkan nanopartikel yang dilakukan pengenceran memberikan warna bening dan terdapat endapan merah, serta tidak terdapat *peak* pada pita absorpsi dengan *range* nanopartikel tembaga. Sehingga hal ini menunjukkan nanopartikel tembaga yang dilakukan pengenceran tidak memberikan stabilitas yang baik. Namun secara teori, pengenceran akan meningkatkan stabilitas, dikarenakan akan mengurangi gaya tarik-menarik dalam partikel[72]. Ketidaksesuain dapat terjadi dikarenakan tidak terjadi keimbangan saat dilakukan pengenceran, sehingga mengakibatkan ketidakstabilan[72]. Hal lainnya, dikarenakan timbulnya pengaruh partikel asing, yang dikarenakan konsentrasi larutan yang menurun, sehingga partikel asing dalam larutan lebih dominan[72]. Nanopartikel yang tidak tersuspensi menjadi monodispersi akan meningkatkan agregasi karena adanya interaksi van der Waals dalam larutan nanopartikel[73].

4.1.3. Pengujian Nanopartikel Hasil Sintesis

Berdasarkan pengujian sintesis yang telah dilakukan ditemukan komposisi sintesis nanopartikel Cys-CuNPs yang optimal. Komposisi optimal yang dapat memberikan kestabilan terbaik dan memiliki karakteristik nanopartikel tembaga. Komposisi optimal yang digunakan yaitu 3,6mL CuCl_2 0,003M; 25 μL L-sistein 0,02M; 200 μL hidrazin monohidrat 80% dan 4,4mL air deionisasi dengan *scale up* 3,5 kali di dalam tabung 30mL. Oleh karena itu, komposisi akhir yang digunakan yaitu 12,6mL CuCl_2 0,003M; 87,5 μL L-sistein 0,02M; 700 μL hidrazin monohidrat 80%; 15,4mL air-deionisasi. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan *magnetic stirrer* 400rpm dan pemanasan dengan suhu 80°C di dalam *water bath* dengan kondisi inert selama 30 menit.

4.1.3.1. Pengujian UV-Vis



Grafik 4.19 Spektrum UV-Vis Nanopartikel Cys-CuNPs

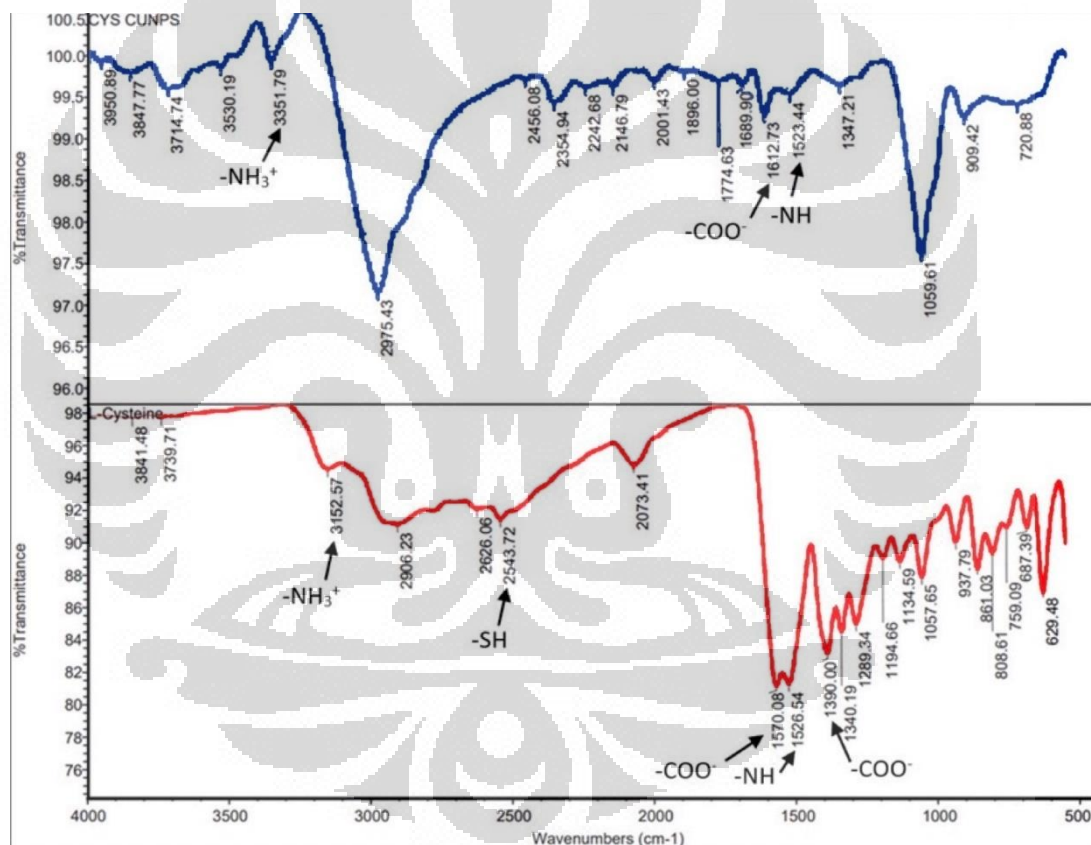
Pada percobaan ini, dilakukan karakterisasi spektrometer UV-Vis. Dari grafik 4.19, didapatkan panjang gelombang nanopartikel 568 – 588nm. Pengurangan ukuran partikel terbukti berdasarkan pergeseran panjang gelombang yang lebih pendek. Kecenderungan ini disebabkan karena berkurangnya jumlah zat terlarut per partikel yang tumbuh karena jumlah inti yang dihasilkan per periode nukleasi tunggal meningkat[13]. Penambahan ligan L-sistein sebagai *capping agent* meningkatkan terbentuknya nanopartikel dengan pengurangan ukuran[13]. Pita serapan untuk nanopartikel Cu berada pada kisaran 550 – 600 nm[64].

Pengamatan pada hasil sintesis terhadap panjang gelombang maksimum dilakukan hingga H+8 sintesis. Panjang gelombang pada hari dilakukan sintesis adalah 568nm dan merupakan panjang gelombang terendah. Sedangkan semakin bertambahnya hari, panjang gelombang akan semakin membesar, hingga 588nm. Variasi panjang gelombang yang didapatkan, dihasilkan karena ukuran nanopartikel, memiliki distribusi ukuran yang berbeda. Semakin besarnya panjang gelombang, menunjukkan ukuran nanopartikel yang semakin besar[69]. Nanopartikel logam mudah beragregasi dikarenakan gaya

antarpartikel yang kuat, sehingga partikel akan berdekatan dan membuat suatu kluster yang lebih besar[69].

Pengamatan pada hasil sintesis pada grafik 4.19, menunjukkan absorbansi larutan yang menurun di setiap bertambahnya hari pengamatan. Absorbansi tertinggi terjadi pada hari dilakukan sintesis yaitu 1,036 dan terendah pada hari kedelapan sintesis, yaitu 0,226. Absorbansi menunjukkan pertumbuhan nanopartikel yang terbentuk, penurunan absorbansi menunjukkan mulai terbentuknya kluster yang lebih besar akibat agregasi[69].

4.1.3.2. Pengujian FTIR



Grafik 4.20 Spektrum FTIR Nanopartikel Cys-CuNPs

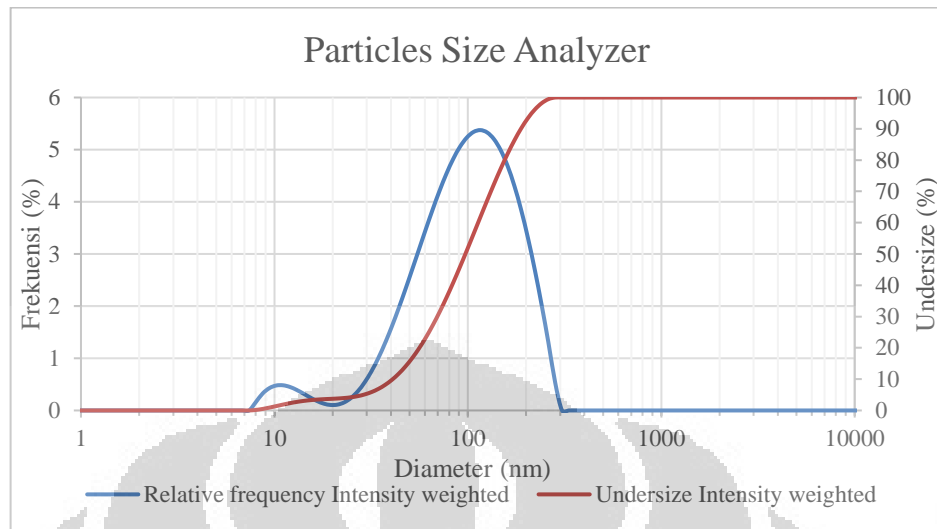
Untuk mengetahui interaksi antara logam tembaga dan molekul L-sistein, dilakukan karakterisasi FTIR dengan hasil pada grafik 4.20. Rumus molekul L-sistein adalah H₂N-CH(CH₂SH)-COOH, sehingga berdasarkan rumus molekul, L-sistein memiliki satu gugus tiol untuk mengikat permukaan logam[57]. L-sistein merupakan asam amino yang

didalamnya terdapat pita -NH^{3+} *stretching* yang luas, -NH *bending* asimetris dan simetris, ion karboksilat -COO^- *stretching* asimetris dan simetris, sebagai vibrasi karakteristik untuk amina primer dan garam karboksilat[13]. Pada hasil FTIR L-sistein terdapat ion karboksilat -COO^- *stretching* asimetris pada 1570cm^{-1} dan simetris pada 1390cm^{-1} , vibrasi -NH *bending* pada 1526cm^{-1} dengan kisaran $1500 - 1600\text{cm}^{-1}$ [75]. Dan pita -NH^{3+} *stretching* pada kisaran $3100 - 3500\text{cm}^{-1}$. Selain itu terdapat pita yang dikaitkan dengan gugus molekul sistein (-SH) pada 2543cm^{-1} .

Pada hasil FTIR Cys-CuNPs, didapatkan hasil yang hampir sama dengan L-sistein. Namun terdapat pita yang tidak teramati yaitu pita (-SH). Dapat dikatakan telah terjadi interaksi antara S-Cu. Hal ini diperkuat dengan bergesernya vibrasi karbonil yang sebelumnya berada pada 1570cm^{-1} menjadi 1612cm^{-1} , yang menunjukkan adanya interaksi antara gugus asam dan monomer sistein lainnya dengan ikatan hidrogen[13]. Dengan diamatinya gugus fungsi seperti -NH_3^+ dan COO^- pada kedua spektrum, menjelaskan interaksi L-sistein dengan nanopartikel tembaga[57]. Selain itu, terdapat sedikit pergeseran frekuensi untuk pita lainnya dikarenakan perubahan dipol akibat adanya ikatan L-sistein di permukaan logam padat elektron[13].

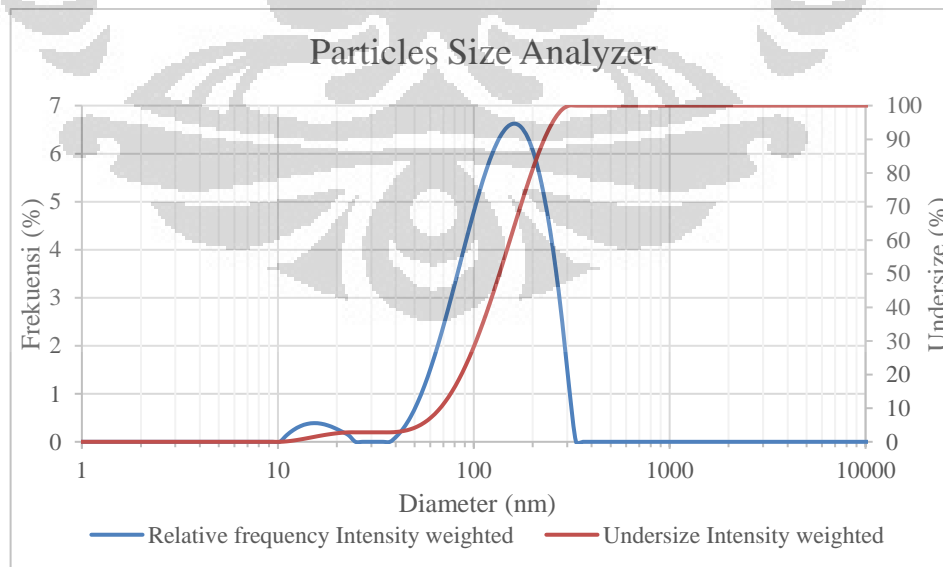
4.1.3.3. Pengujian PSA

Proses karakterisasi *Particle Size Analyzer* (PSA), dilakukan dengan dua kondisi sampel yang berbeda, yaitu sampel yang diuji pada hari dilakukan sintesis dan sampel yang diuji satu hari setelah dilakukannya sintesis sehingga telah terjadi agregasi yang menyebabkan bertambah besarnya ukuran nanopartikel. Pengujian PSA menggunakan metode *Dynamic Light Scattering* (DLS) dengan suhu 25°C .



Grafik 4.21 Distribusi Ukuran Nanopartikel Cys-CuNPs H+0

Berdasarkan grafik 4.21, nanopartikel yang dilakukan pengujian pada hari dilakukan sintesis didapatkan distribusi ukuran terjadi pada rentang 8nm hingga 282nm. Pada pengukuran distribusi ukuran yang didasari intensitas, volume serta nomor, dihasilkan ukuran rata-rata nanopartikel yaitu 89,18nm dengan *monodisperse intensity* (PDI) sebesar 0,269. Nilai PDI merupakan parameter dalam distribusi partikel nanopartikel, dimana nilai 0,1 menunjukkan sampel monodispersi sedangkan lebih dari 0,1 menunjukkan sampel polidispersitas[72].



Grafik 4.22 Distribusi Ukuran Nanopartikel Cys-CuNPs H+1

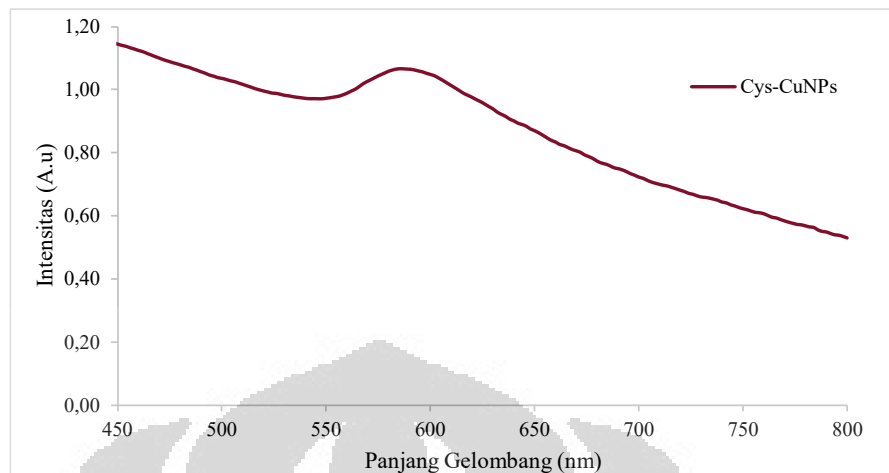
Hasil untuk nanopartikel yang dilakukan pengujian hari pertama setelah sintesis, berdasarkan grafik 4.20, didapatkan distribusi ukuran terjadi pada 11,09 sampai 306,87nm. Sedangkan ukuran rata-rata nanopartikel yaitu 132,57nm dengan *monodisperse intensity* (PDI) sebesar 0,255. Oleh karena itu, berdasarkan pengujian yang dilakukan dengan perbedaan kondisi, pengujian yang dilakukan satu hari setelah sintesis, memiliki ukuran nanopartikel yang lebih besar dibandingkan pengujian pada hari dilakukan sintesis. Hal itu menandakan nanopartikel telah mengalami agregasi yang menyebabkan pertumbuhan ukuran nanopartikel.

4.2. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri

Tujuan dari pengujian adalah, melakukan sintesis nanopartikel tembaga dengan ligan L-sistein, untuk selanjutnya dilakukan deteksi senyawa 3-MCPD berbasis kolorimetri. Batas senyawa 3-MCPD yang ingin dideteksi maksimal 2,5ppm, hal ini dikarenakan batasan senyawa 3-MCPD yang terkandung didalam minyak goreng berdasarkan *EU regulation* adalah 2,5ppm[11]. Deteksi yang diharapkan adalah deteksi dalam waktu singkat, atau deteksi cepat. Selain itu diharapkan dengan menggunakan deteksi berbasis kolorimetri menggunakan nanopartikel dapat menghasilkan pengujian dengan biaya yang rendah. Pada percobaan ini, nanopartikel yang digunakan sebanyak 2mL yang kemudian ditambahkan senyawa 3-MCPD sebanyak 8mL dengan konsentrasi 5ppm, 10ppm, 25ppm, 50ppm dan 100ppm. Sampel yang digunakan terdapat pada gambar 4.16 dan berdasarkan grafik 4.23, memiliki panjang gelombang 586nm dengan absorbansi 1,067.

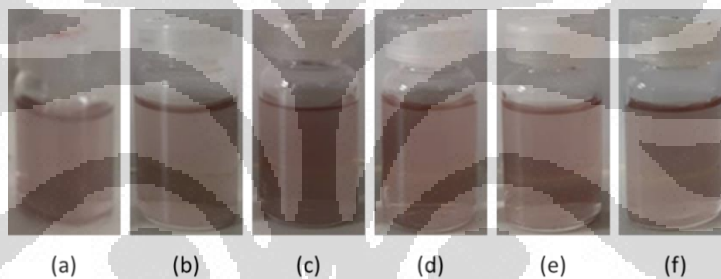


Gambar 4.16 Sampel Nanopartikel Deteksi 3-MCPD



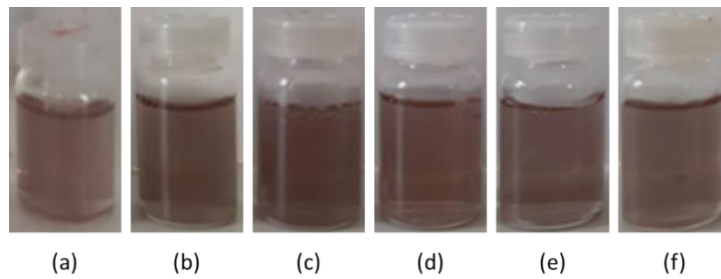
Grafik 4.23 Spektrum UV-Vis Sampel Nanopartikel Deteksi 3-MCPD

4.2.1. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri Tanpa Pemanasan

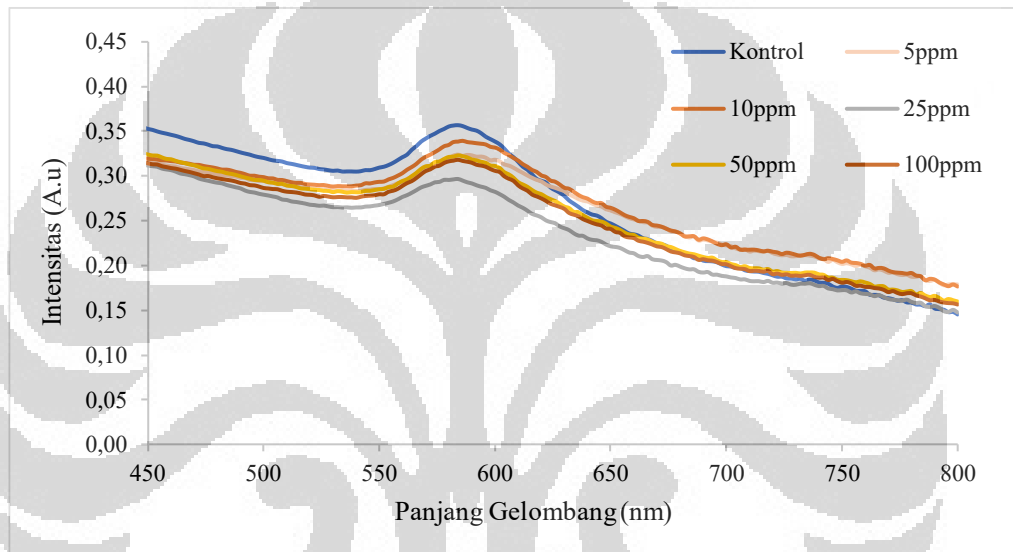


Gambar 4.17 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm

Berdasarkan gambar 4.17, didapatkan hasil penambahan 2mL Cys-CuNPs dengan 8 mL 3-MCPD. Tidak terjadi perubahan secara visual pada hasil pengamatan. Pada pengamatan penambahan 5ppm hingga 100ppm 3-MCPD, larutan berwarna merah terang. Berdasarkan pengamatan, larutan dengan penambahan 100ppm memberikan warna lebih terang dibandingkan dengan sampel lainnya. Selanjutnya sampel didiamkan selama 1 jam, untuk memberikan waktu bereaksi antara nanopartikel dengan senyawa 3-MCPD.



Gambar 4.18 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah 1 Jam: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm



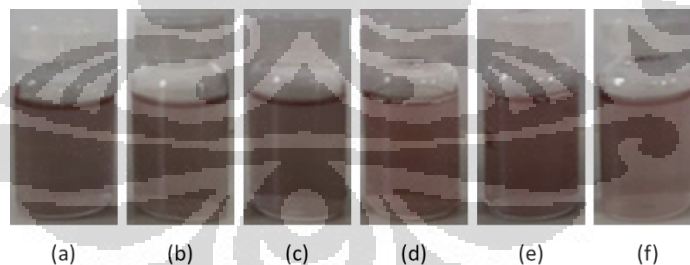
Grafik 4.24 Spektrum UV-Vis Deteksi 3-MCPD Setelah 1 Jam: Kontrol; 5ppm; 10ppm; 25ppm; 50ppm; 100ppm

Pengamatan setelah satu jam, secara visual yang terlihat pada gambar 4.18, tidak terjadi perubahan warna yang signifikan, jika dibandingkan sampel sebelum didiamkan satu jam. Hasil ini tidak sesuai dengan temuan sebelumnya, bahwa perubahan warna nanopartikel tembaga, ketika dilakukan pendeteksian senyawa ataupun ion adalah menjadi kuning[13], [17], [68]. Seperti pendeteksian ion merkuri yang merubah warna nanopartikel Cys-CuNPs dari merah bata menjadi kuning pucat[13]. Pendeteksian ion sulfida dimana nanopartikel tembaga berubah warna dari merah menjadi kuning[68] dan pendeteksian *dithiocarbamate* yang merubah warna larutan dari merah menjadi kuning[17].

Berdasarkan pengamatan pita absorpsi pada grafik 4.24, sampel hasil deteksi 3-MCPD, terdapat penurunan absorbansi pada sampel. Soomro *et al.*, (2014)[13] melaporkan, ketika mendeteksi terjadi perubahan profil spektral yang diakibatkan oleh agregasi[13]. Pada percobaan tersebut, terdapat penurunan intensitas pada pita LSPR hasil pengujian UV-Vis[13]. Dapat disimpulkan hasil pengamatan sesuai dengan literatur berdasarkan pita absorpsi UV-Vis namun berbeda berdasarkan visual. Penurunan nilai absorbansi dapat terjadi dikarenakan terjadinya oksidasi akibat dari oksigen dalam larutan berair, atau dapat dikarenakan nanopartikel tembaga cenderung membentuk inti dan membentuk partikel kembar, yang menyebabkan agregasi[13].

4.2.2. Deteksi 3-MCPD Berbasis Kolorimetri Dengan Pemanasan

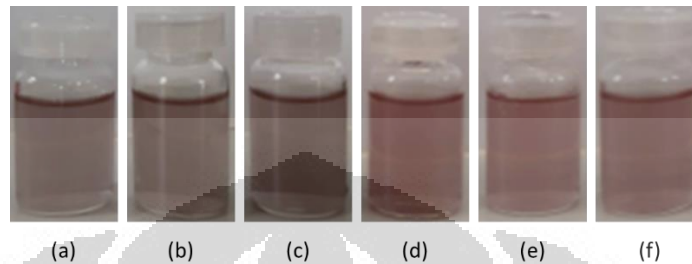
Pengujian selanjutnya, melakukan deteksi 3-MCPD berbasis kolorimetri dengan menaikkan suhu reaksi. Pengujian dilakukan dengan melakukan penambahan 8mL 3-MCPD 5ppm, 10ppm, 25ppm, 50ppm dan 100ppm ke dalam 2mL Cys-CuNPs. Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam *waterbath* untuk dinaikan suhu reaksinya. Suhu yang digunakan adalah 50°C hingga 80°C selama 5 menit. Perlakuan pemanasan ini, mengikuti referensi Martin *et al.* (2021)[12], yang bertujuan meningkatkan kecepatan reaksi.



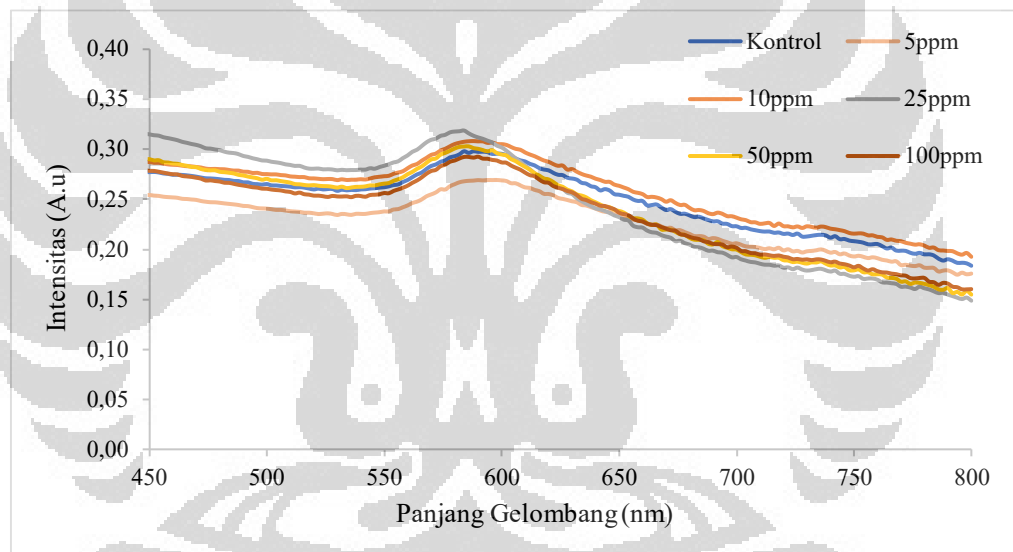
Gambar 4.19 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan 50°C: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm; (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm

Pada pengujian ini, dilakukan perbandingan dengan sampel kontrol, yang merupakan pencampuran 2mL Cys-CuNPs dengan 8mL air deionisasi. Setelah dilakukan pemanasan, pada suhu 50°C selama 5 menit, dilakukan pengamatan secara visual. Secara visual pada gambar 4.19, tidak terjadi perubahan warna yang signifikan, warna sampel

yang dihasilkan berwarna merah terang, dan tidak terjadi perbedaan antara kontrol dengan sampel dengan senyawa 3-MCPD. Selanjutnya pengamatan dilakukan pada suhu reaksi yang lebih tinggi, 80°C selama 5 menit.



Gambar 4.20 Pengamatan Visual Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan 80°C: (a) Kontrol; (b) 5ppm; (c) 10ppm; (d) 25ppm; (e) 50ppm; (f) 100ppm



Grafik 4.25 Spektrum UV-Vis Deteksi 3-MCPD Setelah Pemanasan: Kontrol; 5ppm; 10ppm; 25ppm; 50ppm; 100ppm

Setelah dipanaskan pada suhu 80°C tidak terjadi perubahan warna yang signifikan, terlihat pada gambar 4.20, warna larutan dengan senyawa 3-MCPD 5ppm hingga 100ppm berwarna merah terang. Tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara sampel kontrol dengan sampel yang mengandung 3-MCPD. Berdasarkan pengamatan pita absorpsi pada grafik 4.25, terdapat penurunan absorbansi, dengan panjang gelombang dengan range 584-594nm. Tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara kontrol dengan sampel yang telah ditambahkan senyawa 3-MCPD. Pergeseran panjang gelombang yang terjadi, tidak

signifikan, dimana sampel awal mempunyai panjang gelombang 586nm, namun terjadi perubahan bentuk *peak* yang meluas. Perubahan bentuk dan penurunan absorbansi dapat diakibatkan oleh agregasi akibat oksidasi oksigen dalam larutan berair[13]. Pemanasan juga memberikan pengaruh terhadap hasil adsorbansi dan panjang gelombang pengujian, yang menunjukkan pengaruh suhu terhadap kecepatan reaksi[12]. Suhu dapat secara signifikan mempengaruhi pertumbuhan dan pembentukan, bentuk, ukuran, serta distribusi ukuran nanopartikel[76]. Dapat disimpulkan pengujian kolorimetri dengan nanopartikel Cys-CuNPs tidak selektif dan sensitif terhadap senyawa 3-MCPD. Hal ini dapat terjadi dikarenakan pengaruh zat lain yang terkandung dalam larutan yang mengganggu pendeteksian 3-MCPD[77]. Dikarenakan konstanta stabilitas ion sekitar memberikan pengaruh terhadap selektivitas, konstanta stabilitas yang lebih tinggi akan memberikan selektivitas yang lebih baik[13].

BAB V KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

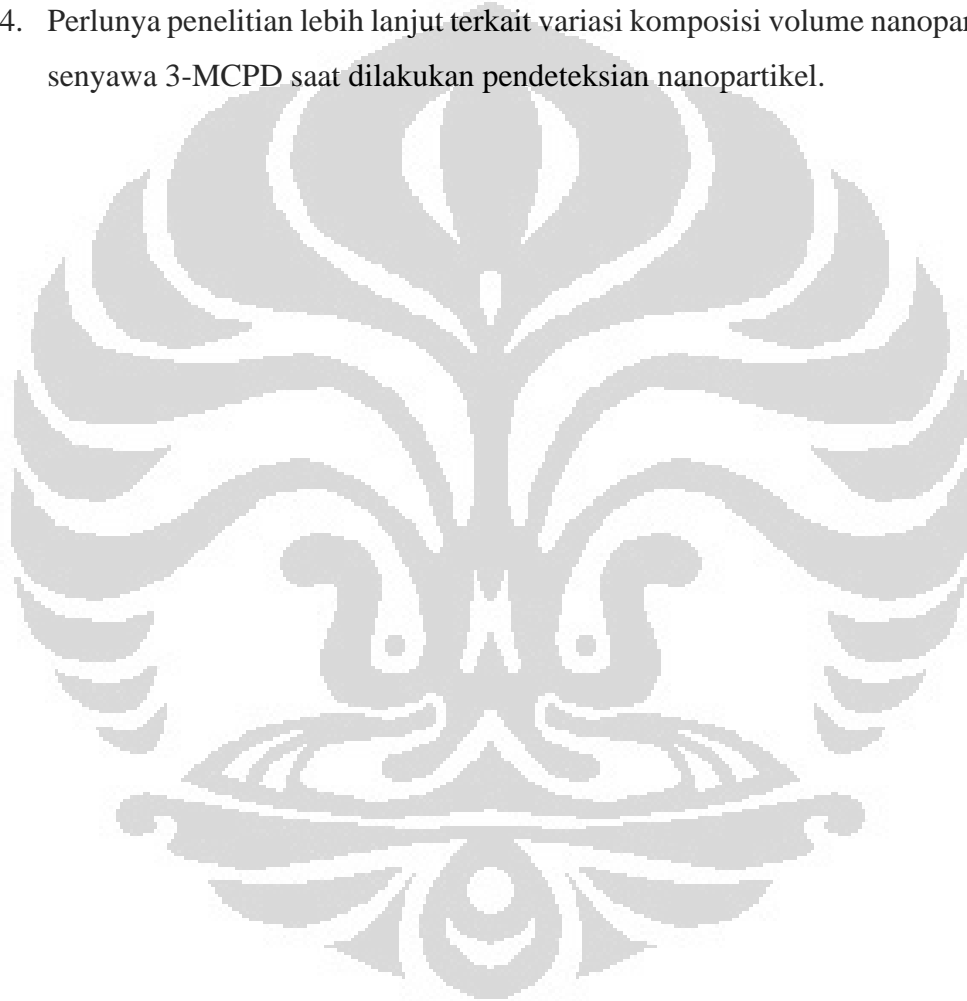
Berdasarkan pengujian, pengamatan dan data yang telah dilakukan analisis dan pembahasan, dapat dihasilkan kesimpulan, bahwa:

1. Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan komposisi prekursor 12,6mL CuCl_2 0,003M; ligan 87,5 μL L-sistein 0,02M; reduktor 700 μL Hidrazin Monohidrat 80% dan pelarut 15,4mL air deionisasi. Suhu sintesis dijaga pada 80°C dengan dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400rpm selama 30 menit.
2. Ukuran nanopartikel Cys-CuNPs, didapatkan melalui karakterisasi PSA dengan metode DLS. Didapatkan ukuran nanopartikel terdistribusi pada rentang 8nm hingga 282nm dengan ukuran rata-rata 89,18nm. Sedangkan indeks PDI nanopartikel bernilai 0,269.
3. Nanopartikel Cys-CuNPs menghasilkan absorbansi LSPR maksimum pada panjang gelombang pada rentang 568 – 588nm. Nanopartikel memiliki stabilitas hingga hari kedelapan setelah sintesis. Terjadi penurunan absorbansi dan pergeseran panjang gelombang dengan bertambahnya hari, yang menandakan telah terjadinya agregasi. Nanopartikel Cys-CuNPs memiliki kerentanan terhadap oksigen yang dapat menyebabkan oksidasi.
4. Walaupun nanopartikel Cys-CuNPs tidak mengalami perubahan warna menjadi kuning ketika ditambahkan senyawa 3-MCPD tanpa pemanasan maupun dengan pemanasan. Namun pada pita absorpsi terjadi penurunan nilai absorbansi dan perubahan bentuk *peak*. Hal ini menandakan telah terjadinya agregasi dan terbentuknya klaster yang lebih besar. Agregasi dapat diakibatkan adanya oksigen dalam larutan berair yang menyebabkan oksidasi.

5.2. Saran

Berdasarkan pengujian, pengamatan dan data yang telah dilakukan analisis dan pembahasan, terdapat saran terkait pengujian, yaitu:

1. Perlunya penelitian lebih lanjut terkait komposisi dan kondisi proses yang optimal dalam sintesis nanopartikel sehingga dapat memberikan stabilitas yang lebih baik.
2. Perlunya menjaga kesterilan alat yang digunakan, sehingga tidak terdapat pengotor ataupun partikel asing yang dapat mempengaruhi hasil sintesis.
3. Karakterisasi sebaiknya dilakukan pada hari dilakukannya sintesis, agar data yang didapatkan akurat dan tidak terjadi agregasi nanopartikel terlebih dahulu.
4. Perlunya penelitian lebih lanjut terkait variasi komposisi volume nanopartikel dan senyawa 3-MCPD saat dilakukan pendeteksian nanopartikel.



DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Nur *et al.*, “Pengembangan Proses Refining (Degumming, Bleaching, Dan Deodorisasi) Minyak Sawit Untuk Reduksi Senyawa 3-Monochloro-Propane-1,2-Diol Ester (< 0,02 PPM).”
- [2] A. Sudiby dan N. Lestari, “Kajian Keamanan Pangan Senyawa Ester 3-MCPD dalam Produk Minyak/ Lemak Pangan dan Produk Pangan Lainnya,” 2015.
- [3] N. Chandrasekharan, K. Sundram, dan Y. Basiron, “Changing nutritional and health perspectives on palm oil,” *Brunei International Medical Journal*, vol. 2, hal. 417–427, 2000.
- [4] V. Gibon, J. V. Ayala, P. Dijckmans, J. Maes, dan W. de Greyt, “Future prospects for palm oil refining and modifications,” *OCL - Oleagineux Corps Gras Lipides*, vol. 16, no. 4, hal. 193–200, Jul. 2009, doi: 10.1684/ocl.2009.0268.
- [5] O. I. Mba, M. J. Dumont, dan M. Ngadi, “Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review,” *Food Bioscience*, vol. 10. Elsevier Ltd, hal. 26–41, Jun. 01, 2015. doi: 10.1016/j.fbio.2015.01.003.
- [6] W. Heather *et al.*, “Risks for Human Health Related To The Presence Of 3- And 2-Monochloropropanediol (MCPD), And Their Fatty Acid Esters, And Glycidyl Fatty Acid Esters In Food,” *EFSA Journal*, vol. 14, no. 5, Mei 2016, doi: 10.2903/j.efsa.2016.4426.
- [7] N. Bakhiya, K. Abraham, R. Gürtler, K. E. Appel, and A. Lampen, “Toxicological Assessment Of 3-Chloropropane-1,2-Diol and Glycidol Fatty Acid Esters in Food,” *Molecular Nutrition & Food Research*, vol. 55, no. 4, hal. 509–521, Apr. 2011, doi: 10.1002/mnfr.201000550.
- [8] R. Weißhaar, “Fatty Acid Esters Of 3-MCPD: Overview of Occurrence And Exposure Estimates,” *European Journal Of Lipid Science And Technology*, vol. 113, no. 3, hal. 304–308, Mar. 2011, doi: 10.1002/ejlt.201000312.

- [9] EFSA, “Glycidyl Esters And 3-MCPD In Vegetable Oil and Food. Chemicals In Food: Overview of Selected Data Collection,” *European Food Safety Authority Journal*, vol. 14, hal. 30–37, 2016.
- [10] H. N. Lioe, N. D. Yuliana, D. Indrasti, Y. Regiyana, dan C. A. Putri, “Analysis of 3-Monochloro-1,2-propanediol (3-MCPD) Esters in Palm Oil Using Gas Chromatography-Mass Spectroscopy Instrument (GC-MS),” *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia*, vol. 20, no. 2, hal. 115–123, Agu. 2015, doi: 10.18343/jipi.20.2.115.
- [11] The European Commission, “Amending Regulation (EC) No 1881/2006 As Regards Maximum Levels of 3-Monochloropropanediol (3-MCPD), 3-MCPD Fatty Acid Esters and Glycidyl Fatty Acid Esters in Certain Foods,” *Official Journal of the European Union*, 2020.
- [12] A. A. Martin, E. K. Fodjo, G. B. I. Marc, T. Albert, dan C. Kong, “Simple and Rapid Detection of Free 3-Monochloropropane-1,2-Diol Based on Cysteine Modified Silver Nanoparticles,” *Food Chemistry*, vol. 338, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.foodchem.2020.127787.
- [13] R. A. Soomro, A. Nafady, Sirajuddin, N. Memon, T. H. Sherazi, dan N. H. Kalwar, “L-Cysteine Protected Copper Nanoparticles as Colorimetric Sensor for Mercuric Ions,” *Talanta*, vol. 130, hal. 415–422, Des. 2014, doi: 10.1016/j.talanta.2014.07.023.
- [14] Y. Han *et al.*, “Cu²⁺-Triggered Carbon Dots with Synchronous Response of Dual Emission for Ultrasensitive Ratiometric Fluorescence Determination of Thiophanate-Methyl Residues,” *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 67, no. 45, hal. 12576–12583, Nov. 2019, doi: 10.1021/acs.jafc.9b04720.
- [15] S. ZHU, F. LI, C. DU, dan Y. FU, “A Localized Surface Plasmon Resonance Nanosensor Based on Rhombic Ag Nanoparticle Array,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 134, no. 1, hal. 193–198, Agu. 2008, doi: 10.1016/j.snb.2008.04.028.

- [16] H. K. Sung, S. Y. Oh, C. Park, dan Y. Kim, "Colorimetric Detection of Co²⁺ Ion Using Silver Nanoparticles with Spherical, Plate, and Rod Shapes," *Langmuir*, vol. 29, no. 28, hal. 8978–8982, Jul. 2013, doi: 10.1021/la401408f.
- [17] S. A. Ghoto, M. Y. Khuhawar, T. M. Jahangir, dan J. ul D. Mangi, "Applications of Copper Nanoparticles for Colorimetric Detection of Dithiocarbamate Pesticides," *Journal of Nanostructure in Chemistry*, vol. 9, no. 2, hal. 77–93, Jun. 2019, doi: 10.1007/s40097-019-0299-4.
- [18] Y. Fauzi, Y. Widyawati, I. Satyawibawa, dan R. Paeru, *Kelapa Sawit: Budi Daya, Pemanfaatan Hasil dan Limbah, Analisis Usaha dan Pemasaran*, 1st ed. Jakarta: Penebar Swadaya, 2012.
- [19] M. Zamzami, "Perancangan Prototipe Mesin Brikert Serabut Kelapa Sawit Dengan Menggunakan Perekat Alami," Tugas Sarjana, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2014.
- [20] G. Pande, C. C. Akoh, dan O. M. Lai, "Food Uses of Palm Oil and Its Components," in *Palm Oil: Production, Processing, Characterization, and Uses*, Elsevier Inc., 2012, hal. 561–586. doi: 10.1016/B978-0-9818936-9-3.50022-8.
- [21] M. Barthel *et al.*, "Written by Study On The Environmental Impact of Palm Oil Consumption And on Existing Sustainability Standards Final Report And Appendices," 2018.
- [22] M. T. Schroeder, E. M. Becker, dan L. H. Skibsted, "Molecular Mechanism of Antioxidant Synergism of Tocotrienols and Carotenoids in Palm Oil," *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 54, no. 9, hal. 3445–3453, Mei 2006, doi: 10.1021/jf053141z.
- [23] T. Ermawati, Y. Saptia Pusat Penelitian Ekonomi LIPI, J. Gatot Subroto No, dan J. Pusat, "Kinerja Ekspor Minyak Kelapa Sawit Indonesia (the Export Performance of Indonesia's Palm Oil)," 2013.

- [24] “Refleksi Industri Sawit 2020 dan Prospek 2021,” *Gabungan Pengusaha Kelapa Sawit Indonesia*, 2021. Diakses: Nov. 25, 2021. [Online]. Tersedia: <https://gapki.id/news/18768/refleksi-industri-sawit-2020-prospek-2021>
- [25] S. Dutt Sharma, H. Kitano, dan K. Sagara, “Phase Change Materials for Low Temperature Solar Thermal Applications,” 2004.
- [26] M. R. Ramli *et al.*, “Effects of Degumming and Bleaching on 3-MCPD Esters Formation During Physical Refining,” *J Am Oil Chem Soc*, vol. 88, no. 11, hal. 1839–1844, Nov. 2011, doi: 10.1007/s11746-011-1858-0.
- [27] S. N. Sulin, M. N. Mokhtar, M. A. P. Mohammed, dan A. S. Baharuddin, “Review on Palm Oil Contaminants Related to 3-Monochloropropane-1, 2-Diol (3-MCPD) And Glycidyl Esters (GE),” *Food Research*, vol. 4, hal. 11–18, 2020, doi: 10.26656/fr.2017.4(S6).051.
- [28] Z. N. Damarani, L. Mar’atis Sholihah, S. Zullaikah, dan D. M. Rachimoellah, “Pra-Desain Pabrik Refined Bleached Deodorized (RBD) Olein dari Crude Palm Oil (CPO),” *JURNAL TEKNIK ITS*, vol. 8, no. 1, 2019.
- [29] D. E. Goon, S. H. S. Abdul Kadir, N. A. Latip, S. A. Rahim, dan M. Mazlan, “Palm Oil in Lipid-Based Formulations and Drug Delivery Systems,” *Biomolecules*, vol. 9, no. 2. MDPI AG, Feb. 01, 2019. doi: 10.3390/biom9020064.
- [30] L. F. Cabeza, A. Castell, C. Barreneche, A. de Gracia, dan A. I. Fernández, “Materials Used as PCM In Thermal Energy Storage in Buildings: A Review,” *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 15, no. 3, hal. 1675–1695, Apr. 2011, doi: 10.1016/j.rser.2010.11.018.
- [31] R. Arni Abd Razak, A. Gaizam, dan A. Kuntom, “Survey on Commercial Palm Olein and Oil Extracted from Snack Products in Selected Asian Countries-Part 2: Quantification of 3-monochloropropane-1,2-diol esters (3-MCPDE),” 2021. [Online]. Tersedia: <https://www.researchgate.net/publication/352672937>

- [32] B. I. Sim *et al.*, “Mitigation Of 3-MCPD Esters And Glycidyl Esters During the Physical Refining Process of Palm Oil by Micro and Macro Laboratory Scale Refining,” *Food Chemistry*, vol. 328, hal. 127147, Okt. 2020, doi: 10.1016/j.foodchem.2020.127147.
- [33] V. Divinová, B. Svejková, O. Novotný, dan J. Velíšek, “Survey Of 3-Chloropropane-1,2-Diol and Its Precursors in Foods in The Czech Republic,” *Czech Journal of Food Sciences*, vol. 22, no. SI-Chem. Reactions in Foods V, pp. S267–S271, Jan. 2004, doi: 10.17221/10678-CJFS.
- [34] B. Dwi Putra, “Pemisahan Monochloropropanediol Ester Dari Rbdpo Dengan Adsorben Acid-Washed Activated Carbon,” Tugas Akhir, Intitut Teknologi Bandung, Bandung, 2019.
- [35] A. Syafrianti, Z. Lubis, dan J. Elisabeth, “Study of Crude Palm Oil (CPO) Handling and Storage Process in Palm Oil Mills in an Effort to Improve CPO Quality and Reduce the Risk of Contaminants Formation.” [Online]. Tersedia: www.journal.ugm.ac.id/v3/JFPA
- [36] N. A. Ibrahim, R. A. A. Razak, M. R. Ramli, dan A. Kuntom, “3-MCPD Esters: A New Challenge for The Palm Oil Industry,” 2016. [Online]. Tersedia: <https://www.researchgate.net/publication/312469324>
- [37] A. S. Kartika, “Pengembangan Sensor Kolorimetri Untuk Deteksi,” 2016.
- [38] A. Piriya V.S, P. Joseph, K. Daniel S.C.G., S. Lakshmanan, T. Kinoshita, dan S. Muthusamy, “Colorimetric Sensors for Rapid Detection of Various Analytes,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 78. Elsevier Ltd, hal. 1231–1245, Sep. 01, 2017. doi: 10.1016/j.msec.2017.05.018.
- [39] T. Yuriefianti, “Verifikasi Penetapan Kadar Nitrit Dalam Air Dengan Metode Kolorimetri Secara Hach Dr/1900 Sesuai Standar Usepa,” Bandung, 2017.
- [40] B. Liu, J. Zhuang, dan G. Wei, “Recent Advances in The Design of Colorimetric Sensors for Environmental Monitoring,” *Environmental Science: Nano*, vol. 7, no.

8. Royal Society of Chemistry, hal. 2195–2213, Agu. 01, 2020. doi: 10.1039/d0en00449a.
- [41] T. Rodiani, “Optimasi Pembuatan KIT Bagi Analisis Fosfat dan Amonia dalam Pupuk Cair Hidroponik Secara Kolorimetri,” Tugas Akhir, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2019.
- [42] N. Xu, S. Jin, dan L. Wang, “Metal Nanoparticles-Based Nanoplatforms for Colorimetric Sensing: A Review,” *Reviews in Analytical Chemistry*, vol. 40, no. 1. Walter de Gruyter GmbH, hal. 1–11, Jan. 01, 2020. doi: 10.1515/revac-2021-0122.
- [43] F. Ainurrosyidhah, “Studi Metode Sintesis Nanopartikel Titanium Dioksida: Ulasan Komparatif dan Peluang Penelitian di Masa Depan,” Tugas Akhir, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2020.
- [44] M. T. Pambudi, “Study of Localized Surface Plasmon Resonance Effect on Gold Nanoparticle Using 3-Mercaptopropionic Acid as Capping Material for Colorimetric Sensor Application,” Tugas Akhir, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2021.
- [45] L. Rahmidar, H. al Fatih, dan A. Sulastrri, “Pemanfaatan Nanopartikel Logam Mulia untuk Mengukur Kadar Logam Berat dalam Berbagai Sampel Cair,” *PENDIPA Journal of Science Education*, vol. 4, no. 3, hal. 70–74, Okt. 2020, doi: 10.33369/pendipa.4.3.70-74.
- [46] A. M. Ealias dan M. P. Saravanakumar, “A Review on The Classification, Characterisation, Synthesis of Nanoparticles and Their Application,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Des. 2017, vol. 263, no. 3. doi: 10.1088/1757-899X/263/3/032019.
- [47] E. Susanti, “Studi Peningkatan Efisiensi Sel Surya Bulk Heterojunction Dengan Bantuan Efek Surface Plasmon Resonance (SPR) Dari Nanopartikel Emas,” Tesis, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2018.

- [48] W. D. Pita Rengga, W. P. Hapsari, dan D. W. Ardianto, "Sintesis Nanopartikel Tembaga Dari Larutan CuNO_3 Menggunakan Ekstrak Cengkeh (*Syzygium Aromaticum*)," *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*, vol. 12, no. 1, hal. 15, Mei 2017, doi: 10.23955/rkl.v12i1.5197.
- [49] I. Dealba-Montero *et al.*, "Antimicrobial Properties of Copper Nanoparticles and Amino Acid Chelated Copper Nanoparticles Produced by Using a Soya Extract," *Bioinorganic Chemistry and Applications*, vol. 2017, 2017, doi: 10.1155/2017/1064918.
- [50] B. Akbar Prabowo, "A Review of the Formation of Copper Nanoparticles Assisted by Biological Agents," Tesis, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 2021.
- [51] R. Martha Perez Gutierrez, J. Vicente Mendez Mendez, dan I. Arzate Vazquez, "Chapter 2 - A Novel Approach to The Oral Delivery of Bionanostructures for Systemic Disease," 2017. doi: 10.1016/B978-0-323-47720-8/00002-X.
- [52] N. P. Trisnayanti, "Metode Sintesis Nanopartikel," 2010. [Online]. Tersedia: <https://www.researchgate.net/publication/340090488>
- [53] E. R. Farihatul Maftuhah, "Pembuatan Nanopartikel Emas Menggunakan Agen Penudung Natrium Sitrat Dan Aplikasinya Sebagai Sensor Hipoklorit Secara Kolorimetri," Tesis, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2020.
- [54] N. N. Begletsova *et al.*, "Synthesis of Copper Nanoparticles Using Hydrazine in Micellar Solutions of Sodium Dodecyl Sulfate," *Moscow University Chemistry Bulletin*, vol. 74, no. 1, hal. 14–19, Jan. 2019, doi: 10.3103/S0027131419010024.
- [55] R. Sulistyorini, "Perlindungan Gugus Amino Sistein Melalui Pembentukan N-Formil Sistein," Tugas Akhir, Universitas Diponegoro, 2001.
- [56] M. Yasser and S. E. Widiyanti, "Modifikasi Dan Karakterisasi Nanopartikel Emas-Ekstrak Daun Jati Dengan L-Sistein," Makassar, 2017.

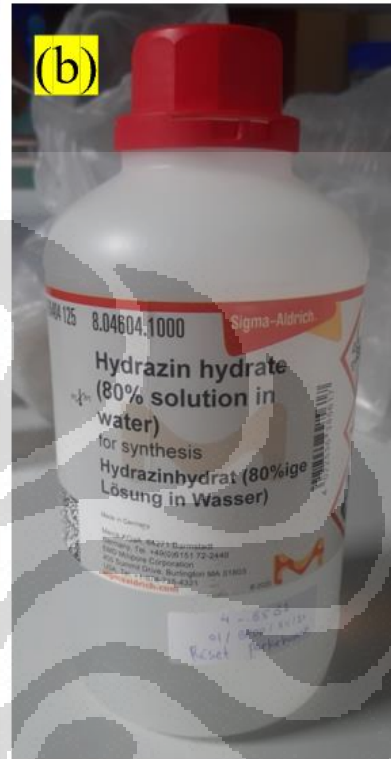
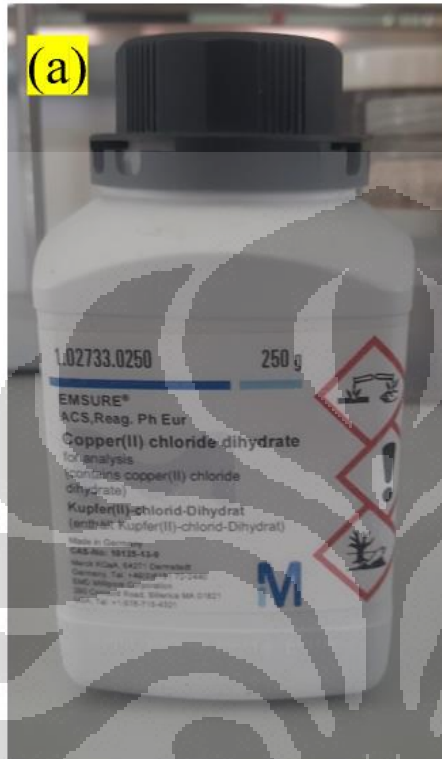
- [57] N. Kumar and L. S. B. Upadhyay, "Facile and Green Synthesis of Highly Stable L-Cysteine Functionalized Copper Nanoparticles," *Applied Surface Science*, vol. 385, hal. 225–233, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.apsusc.2016.05.125.
- [58] A. J. Shnoudeh *et al.*, "Synthesis, Characterization, and Applications of Metal Nanoparticles," in *Biomaterials and Bionanotechnology*, Elsevier, 2019, hal. 527–612. doi: 10.1016/B978-0-12-814427-5.00015-9.
- [59] M. I. Hasan, "Modifikasi Nanopartikel Perak dengan Polivinil Alkohol untuk Meningkatkan Selektivitas dan Stabilitas Indikator Logam Tembaga (Cu): Uji Coba Pada Makroalga Merah," Universitas Indonesia, Depok, 2012.
- [60] M. B. Gawande *et al.*, "Cu and Cu-Based Nanoparticles: Synthesis and Applications in Catalysis," *Chemical Reviews*, vol. 116, no. 6, hal. 3722–3811, Mar. 2016, doi: 10.1021/acs.chemrev.5b00482.
- [61] S. Magdassi, M. Grouchko, dan A. Kamyshny, "Copper Nanoparticles for Printed Electronics: Routes Towards Achieving Oxidation Stability," *Materials*, vol. 3, no. 9, hal. 4626–4638, Sep. 2010, doi: 10.3390/ma3094626.
- [62] A. Budi Junaidi, N. Zanah, J. Ahmad Yani Km, dan K. Selatan, "Study on Effect of Glucose Mole Ratio and Polyethylene Glycol with AgNO₃ on The Effectivity of Silver Nanoparticles Synthesis and Its Storage Stability."
- [63] H. Siddiqui, M. S. Qureshi, dan F. Z. Haque, "Effect of Copper Precursor Salts: Facile and Sustainable Synthesis of Controlled Shaped Copper Oxide Nanoparticles," *Optik (Stuttg)*, vol. 127, no. 11, hal. 4726–4730, Jun. 2016, doi: 10.1016/j.ijleo.2016.01.118.
- [64] V. Andal dan G. Buvaneswari, "Effect of Reducing Agents in The Conversion of Cu₂O Nanocolloid to Cu Nanocolloid," *Engineering Science and Technology, an International Journal*, vol. 20, no. 1, hal. 340–344, Feb. 2017, doi: 10.1016/j.jestch.2016.09.003.

- [65] B. R. Khalkho *et al.*, “L-Cysteine Modified Silver Nanoparticles for Selective and Sensitive Colorimetric Detection of Vitamin B1 in Food and Water Samples,” *Heliyon*, vol. 6, no. 2, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.heliyon.2020.e03423.
- [66] Heartland Community College, “7.19: Concentrations: Dilution,” in *CHEM 120: Fundamentals of Chemistry*, 2020. Diakses: Jun. 09, 2022. [Online]. Tersedia: https://chem.libretexts.org/Courses/Heartland_Community_College/CHEM_120%3A_Fundamentals_of_Chemistry/07%3A_Solutions/7.19%3A__Concentrations%3A_Dilution
- [67] H. J. Hong dan J. Ryu, “Synthesis of Copper Nanoparticles From Cu^{2+} -Spiked Wastewater Via Adsorptive Separation And Subsequent Chemical Reduction,” *Nanomaterials*, vol. 11, no. 8, Agu. 2021, doi: 10.3390/nano11082051.
- [68] A. Hatamie, B. Zargar, and A. Jalali, “Copper Nanoparticles: A New Colorimetric Probe for Quick, Naked-Eye Detection of Sulfide Ions in Water Samples,” *Talanta*, vol. 121, hal. 234–238, 2014, doi: 10.1016/j.talanta.2014.01.008.
- [69] M. S. Lembang dan M. Zakir, “Sintesis Nanopartikel Emas Dengan Metode Reduksi Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Ketapang (*Terminalia catappa*).”
- [70] Sukmawati Fitri Hardiyati, “Pengaruh Konsentrasi Nanopartikel Perak Hasil Elektrolisis Terhadap Daya Hambat Bakteri *Escherichia Coli* Dan *Staphylococcus Aureus*,” Skripsi, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta, 2018.
- [71] M. Zakir dan P. Budi, “Pengaruh Konsentrasi AgNO_3 dan Suhu Sintesis terhadap Surface Plasmon Resonance (SPR) Nanopartikel Perak,” 2016.
- [72] R. Tantra, P. Schulze, dan P. Quincey, “Effect of Nanoparticle Concentration on Zeta-Potential Measurement Results and Reproducibility,” *Particuology*, vol. 8, no. 3, hal. 279–285, Jun. 2010, doi: 10.1016/j.partic.2010.01.003.

- [73] J. Wan, Y. Kim, M. J. Mulvihill, dan T. K. Tokunaga, "Dilution Destabilizes Engineered Ligand-Coated Nanoparticles in Aqueous Suspensions," *Environmental Toxicology and Chemistry*, vol. 37, no. 5, hal. 1301–1308, Mei 2018, doi: 10.1002/etc.4103.
- [74] P. I. Sari, M. L. Firdaus, dan R. Elvia, "Pembuatan Nanopartikel Perak (Npp) Dengan Bioreduktor Ekstrak Buah Muntingia Calabura L Untuk Analisis Logam Merkuri," *ALOTROP Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia*, vol. 1, no. 1, hal. 20–26, 2017.
- [75] L. d'Souza, P. Devi, D. Shridhar, dan C. G. Naik, "Use of Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy to Study Cadmium-Induced Changes in Padina Tetrastrum (Hauck)," 2008.
- [76] X. C. Jiang, W. M. Chen, C. Y. Chen, S. X. Xiong, dan A. B. Yu, "Role of Temperature in the Growth of Silver Nanoparticles Through a Synergetic Reduction Approach," *Nanoscale Research Letters*, vol. 6, no. 1, hal. 1–9, 2011, doi: 10.1007/s11671-010-9780-1.
- [77] Raudatul Jannah dan A. Amaria, "Artikel Review: Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Pereduksi Asam Amino Sebagai Deteksi Ion Logam Berat," *Prosiding Seminar Nasional Kimia (SNK) 2020 Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya*, 2020.

LAMPIRAN

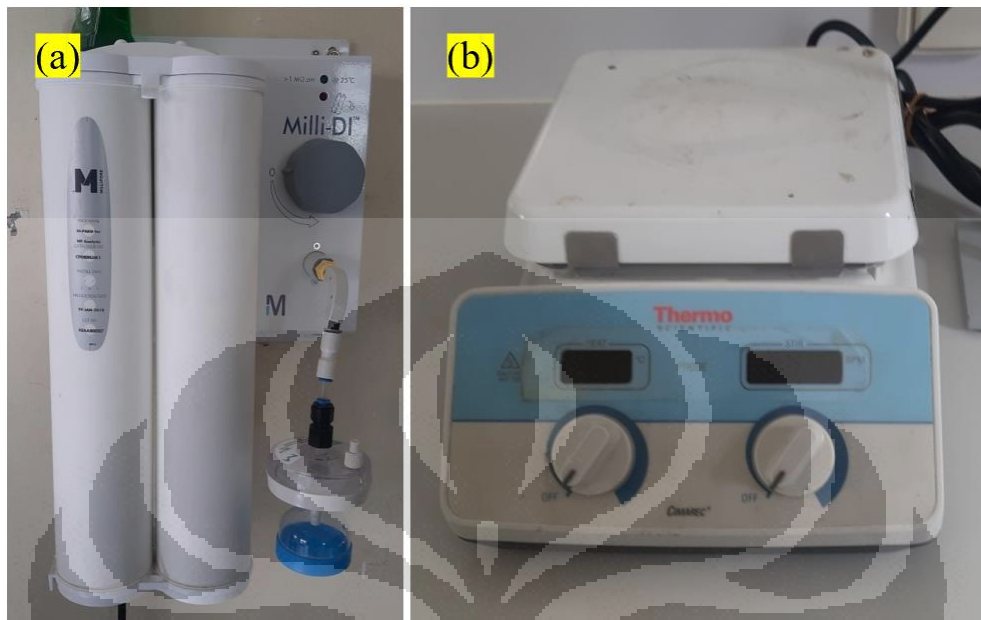
LAMPIRAN 1: BAHAN SINTESIS



Keterangan:

- $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, (250g) dari Merck
- Hidrazin Dihidrat ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), (80%) dari Sigma-Aldrich
- L-Sistein ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}$), (97%) dari Sigma-Aldrich)

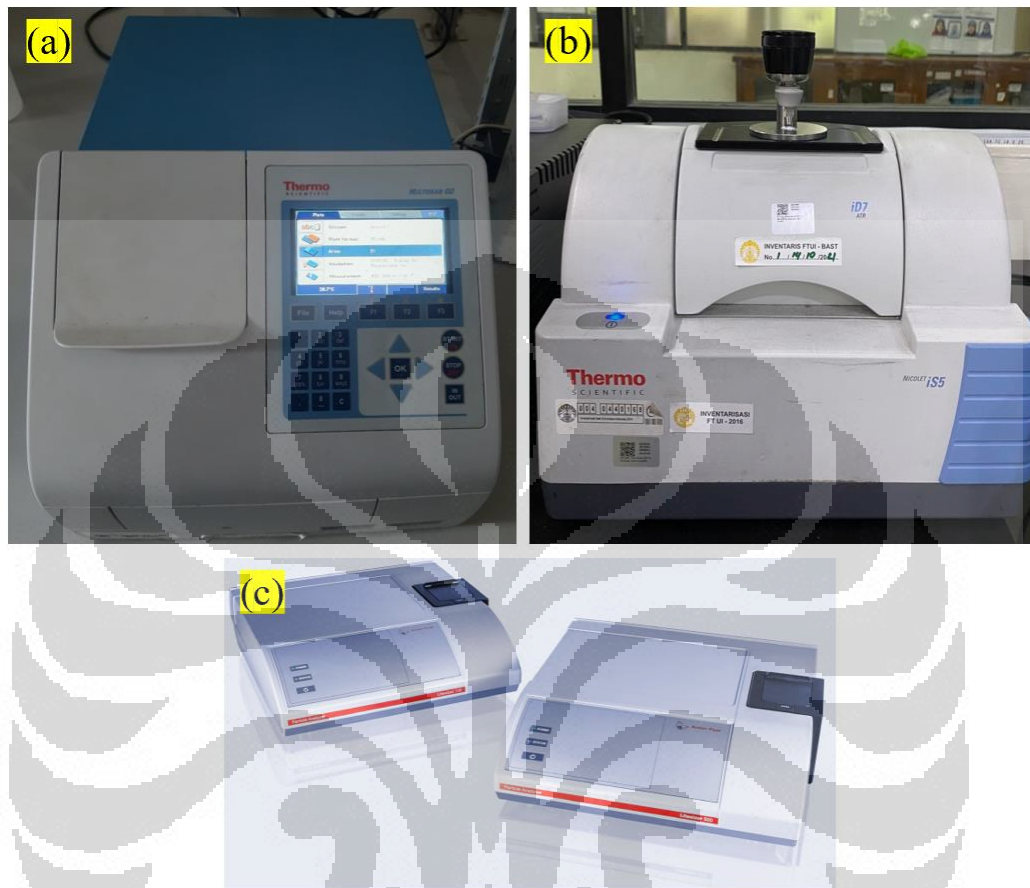
LAMPIRAN 2: ALAT SINTESIS



Keterangan

- a. Milli-Q *Water Purification System* dari Merck
- b. Cimarec⁺ *Stirring Hotplates* dari Thermo Fisher

LAMPIRAN 3: ALAT KARAKTERISASI



Keterangan

- a. Thermo Scientific Multiskan GO Spectrophotometer dari Thermo Fisher
- b. Nicolet iS 5 FTIR Spectrometer dari Thermo Fisher
- c. The Litesizer Particle Analyzer dari Anton Paar

LAMPIRAN 3: PENGUJIAN PSA

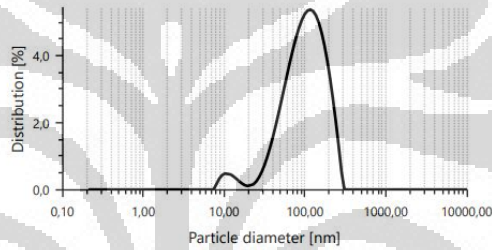
Standard Report - Particle Size



Measurement information

Measurement name	Cys-CuNPs	User	Lab
Method	-	Time	23/06/2022 11:31:39
Status	Succeeded	Instrument type	Litesizer 500
Measurement mode	Particle size	Filter optical density	3,863 (Automatic)
Measurement cell	Quartz	Focus position	-3,5 mm (Automatic)
Measurement angle	Back scatter (Automatic)	Material	Unknown material
Target temperature	25,0 °C	Material refractive index	-
Equilibration time	0h 00m 30s	Material absorbance coefficient	-
Analysis model	General	Solvent	Water
Cumulant model	Advanced	Solvent refractive index	1,3303
Processed runs	6 (Automatic)	Solvent viscosity	0,0008903 Pa.s
Time for each run	0h 00m 10s (Automatic)		

Particle size distribution (intensity)



Result

Hydrodynamic diameter	89,18 nm	Mean intensity	297,2 kcounts/s
Polydispersity index	26,9 %	Absolute intensity	2166573,5 kcounts/s
Diffusion coefficient	5,5 $\mu\text{m}^2/\text{s}$	Intercept $g1^2$	0,7149
Transmittance	13,3 %	Baseline	1,000

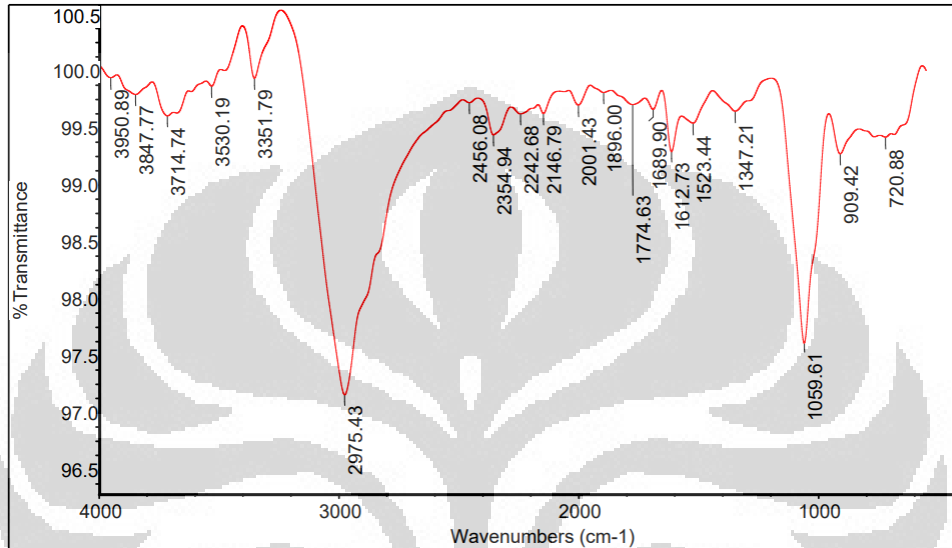
Particle size distribution peaks (intensity)

Peak name	Size [nm]	Area [%]	Standard deviation [nm]
Peak 1	114,26	96,40	64,61
Peak 2	11,84	3,60	2,37
Peak 3	-	-	-

LAMPIRAN 4: PENGUJIAN FTIR (Cys-CuNPs)



LABORATORIUM UJI DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
Kampus Baru UI-Depok



Thu Apr 07 13:29:43 2022 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: CYS CUNPS
Region: 4000.00 400.00
Absolute threshold: 100.383
Sensitivity: 85

Peak list:

Position: 720.88	Intensity: 99.417
Position: 909.42	Intensity: 99.271
Position: 1059.61	Intensity: 97.605
Position: 1347.21	Intensity: 99.646
Position: 1523.44	Intensity: 99.540
Position: 1612.73	Intensity: 99.289
Position: 1689.90	Intensity: 99.661
Position: 1774.63	Intensity: 99.704
Position: 1896.00	Intensity: 99.810
Position: 2001.43	Intensity: 99.699
Position: 2146.79	Intensity: 99.624
Position: 2242.68	Intensity: 99.622
Position: 2354.94	Intensity: 99.437
Position: 2456.08	Intensity: 99.720
Position: 2975.43	Intensity: 97.153
Position: 3351.79	Intensity: 99.935
Position: 3530.19	Intensity: 99.865
Position: 3714.74	Intensity: 99.604
Position: 3847.77	Intensity: 99.793
Position: 3950.89	Intensity: 99.940

Collection time: Thu Apr 07 13:29:35 2022 (GMT+07:00)

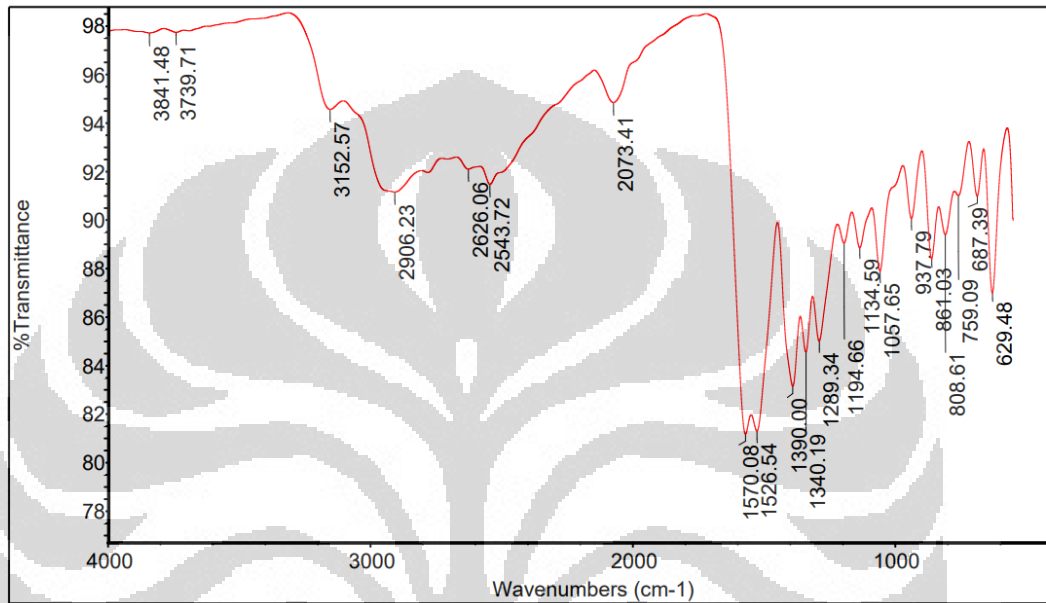
Number of sample scans: 16
Number of background scans: 64
Resolution: 32.000
Sample gain: 1.0
Optical velocity: 0.4747
Aperture: 100.00

Detector: DTGS KBr
Beamsplitter: KBr
Source: IR

LAMPIRAN 5: PENGUJIAN FTIR (L-Sistein)



LABORATORIUM UJI DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
Kampus Baru UI-Depok



Thu Apr 07 13:20:15 2022 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: L-Cysteine
Region: 4000.00 400.00
Absolute threshold: 98.536
Sensitivity: 85

Peak list:

Position	Intensity
629.48	86.944
687.39	90.961
759.09	90.994
808.61	89.382
861.03	88.379
937.79	90.044
1057.65	87.884
1134.59	88.838
1194.66	89.033
1289.34	84.985
1340.19	84.524
1390.00	83.119
1526.54	81.263
1570.08	81.149
2073.41	94.836
2543.72	91.458
2626.06	92.089
2906.23	91.147
3152.57	94.552
3739.71	97.729
3841.48	97.705

Collection time: Thu Apr 07 13:19:47 2022 (GMT+07:00)

Number of sample scans: 16
Number of background scans: 64
Resolution: 32.000
Sample gain: 1.0
Optical velocity: 0.4747
Aperture: 100.00
Detector: DTGS KBr
Beamsplitter: KBr
Source: IR