



UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI INTERFASIAL POLIANILIN DAN
APLIKASINYA SEBAGAI INDIKATOR BORAKS**

SKRIPSI

**MASAYU FARINA CHAIRUNNISYAH
0706263284**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI INTERFASIAL POLIANILIN DAN
APLIKASINYA SEBAGAI INDIKATOR BORAKS**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana
sains**

**MASAYU FARINA CHAIRUNNISYAH
0706263284**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Masayu Farina Chairunnisyah

NPM : 0706263284

Tanda Tangan : 

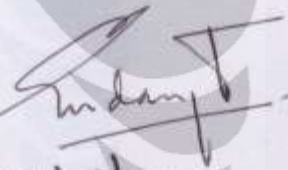
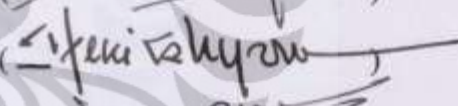

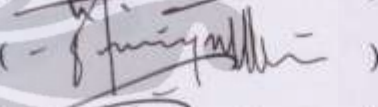

Tanggal : 4 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Masayu Farina Chairunnisyah
NPM : 070663284
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Polimerisasi Interfasial Polianilin dan Aplikasinya sebagai Indikator Boraks

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc ()
Pembimbing II : Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana ()
Penguji : Prof. Dr. Soleh Kosela, M.Sc ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar, M.Sc ()
Penguji : Drs. Sunardi, M.Si ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 4 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Bismillahirrahmanirrahim.

Syukur alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan nikmat dan karunia yang tidak pernah putus kepada setiap hamba-Nya. Salawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada junjungan Nabi kita Rasulullah SAW, keluarganya, sahabatnya, serta para pejuang Islam dari awal sampai akhir zaman. Atas izin dan kasih sayang Allah, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "*Polimerisasi Interfasial Polianilin dan Aplikasinya sebagai Indikator Boraks*".

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada ibu Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc dan bapak Dr. Ir. Antonius Herry Cahyana selaku pembimbing, yang senantiasa membantu dan memberi saran dalam setiap proses penelitian hingga penulisan skripsi. Penulis juga berterimakasih kepada Dra. Tresye Utari, M.Si selaku koordinator penelitian, Dr. Ridla Bakri selaku ketua departemen kimia UI, Dr. rer. nat. Widayanti Wibowo selaku pembimbing akademik, serta seluruh dosen departemen kimia UI yang telah memberi ilmu kepada penulis.

Penulis menyadari dalam menyelesaikan skripsi ini tentunya tidak lepas dari bimbingan, bantuan, dan dorongan dari berbagai pihak. Dalam kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Mama dan papa tersayang yang selalu memberikan doa, dukungan, dan motivasi untuk terus belajar demi masa depan yang cerah.
2. Kakak-kakak penulis dan Tubagus Ardi atas semangat dan doa yang selalu diberikan.
3. Pak Hedi, Mbak Ina, Mba Cucu, Mbak Ati, Mbak Indri, Mbak Ema, Mbak Tri, Pak Mardji, Mas Hadi, Pak Pri, Pak Kiri, Pak Amin, Pak Wito, Pak Soleh, Pak Mul, serta lab afiliasi kimia UI (Drs. Sunardi, Ka Puji, Ka Alvin, Ka Rasyid, Daniel, Dio) yang telah banyak membantu penulis.

4. Para penguji, Prof. Soleh Kosela, M.Sc, Drs. Sunardi, M.Si dan Dr. Yoki Yulizar, M.Sc atas saran dan masukkan kepada penulis.
5. Sahabat-sahabatku Megawati, Retno, Yulinar, Annisa, Prita, Rahayu yang telah banyak membantu, mendengar keluh penulis serta memberi nasihat dan banyak pembelajaran kepada penulis.
6. Teman seperjuangan, Zetryana, Sherly, Ka Omi, Dante, Mba Novi, Ka Nadia, Mba Wiwit, Ka Nani, Hani, Ika, Awal, Rifan untuk keceriaan dan semangat yang selalu diberikan kepada penulis selama penelitian.
7. Adityo Fuad atas saran dalam membuat poster dan waktu untuk diskusi.
8. Seluruh teman-teman kimia 2007 atas doa dan motivasinya.
9. Noer fadlina Antra dan kakak-kakak senior, Ka yuda, Ka Rindu, Ka Irwan, Ka Destya atas waktu yang diberikan untuk diskusi.
10. Pak Azwar, Pak Parno, Pak Erfan (karakterisasi PSA).
11. Pak Anton dan Mba Rini (karakterisasi SEM).
12. Teman-teman kost wisma hijau, Ka Hera, Ka Iwat, Maya, Feby, Dwi, Uul yang telah memberi keceriaan selama di kost.

Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak dan semoga kita selalu mendapatkan Rahmat dan Hidayah dari Allah SWT. Amiin.

Wassalamualaikum wr.wb.

Penulis

2011

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

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

Nama : Masayu Farina Chairunnisyah
NPM : 0706263284
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
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 :

Polimerisasi Interfasial Polianilin dan Aplikasinya sebagai Indikator Boraks

beserta perangkat 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 tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juli 2011
Yang menyatakan


(Masayu Farina Chairunnisyah)

ABSTRAK

Nama : Masayu Farina Chairunnisyah
Program Studi : Kimia
Judul : Polimerisasi Interfasial Polianilin dan Aplikasinya sebagai Indikator Boraks

Nanoserat (*nanofiber*) polianilin disintesis dengan metode polimerisasi antarmuka (interfacial polymerization) sistem dua fasa organik-air (*aqueous*) dari monomer anilin, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (ammonium peroxydisulfat) sebagai oksidan, dan HCl sebagai sumber dopan proton. Faktor-faktor yang mempengaruhi ukuran partikel dalam polimerisasi interfasial adalah konsentrasi dopan, konsentrasi inisiator, dan konsentrasi anilin. Polianilin yang diperoleh merupakan bentuk *emeraldine salt* (ES) atau polianilin terprotonasi. Selanjutnya bentuk ES diubah menjadi emeraldin basa (EB) melalui reaksi deprotonasi menggunakan NaOH. EB dimodifikasi melalui reaksi substitusi aromatik elektrofilik (SO_3) yang berasal dari H_2SO_4 pekat, dengan jumlah mol yang berbeda-beda, menjadi emeraldin tersulfonasi 1 dan emeraldin tersulfonasi 2. Sulfonasi dilakukan untuk meningkatkan kelarutan dan keasaman PANI. PANI dalam bentuk ES dan emeraldin tersulfonasi digunakan sebagai indikator boraks yang bersifat basa. Karakterisasi terhadap PANI dilakukan dengan menggunakan UV-Vis, FT-IR, PSA, dan SEM. Reaksi yang terjadi antara PANI dengan boraks berupa perubahan warna dari hijau menjadi biru. Karakterisasi dengan UV-Vis untuk melihat perubahan karakteristik absorpsi spesifik dan responnya terhadap boraks, serta PSA untuk mengetahui diameter partikel rata-rata. Hasil SEM memperlihatkan morfologi struktur berpori dan berserat dari PANI dengan diameter serat beberapa puluh nanometer yang saling bersilangan. Sedangkan hasil uji FTIR mengindikasikan bahwa polianilin telah berhasil disulfonasi dengan H_2SO_4 pekat. Urutan sensitivitas PANI sebagai indikator boraks adalah emeraldin tersulfonasi 2 lebih sensitif dari emeraldin tersulfonasi 1 dan emeraldin tersulfonasi 1 lebih sensitif dari emeraldin terprotonasi terlihat dari daerah kerja dan linearitasnya.

Kata kunci : Polimerisasi interfasial, polianilin nanofiber, boraks.
xiv + 66 halaman: 34 gambar; 5 tabel
Daftar Pustaka : 37 (1992-2008)

ABSTRACT

Name : Masayu Farina Chairunnisyah
Program Study: Chemistry
Title : Interfacial Polymerization of Polyaniline and Its Application as Borax Indicator

Nanofiber polyaniline synthesized by the interfacial polymerization method by two-phase system of organic and water (aqueous) using aniline monomer, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (ammonium peroxydisulfate) as oxidant, and HCl as a dopant proton. Factors effecting the size of particles in the interfacial polymerization were concentration of dopant, concentration of initiator, and concentration of aniline. The product obtained was polyaniline emeraldine salt (ES) or protonated polyaniline. Furthermore, the ES form was changed to emeraldine base (EB) by deprotonation reactions using NaOH. EB was modified by electrophilic aromatic substitution reaction (SO_3) from H_2SO_4 with a different mol, become emeraldine sulfonated 1 and 2, to improve the solubility and acidity of the PANI. ES and emeraldine sulfonated used as indicator for borax. PANI were characterized by UV-Vis, FT-IR, PSA, and SEM. The reaction that occurs between PANI and borax was changing color from green to blue. Characterization by UV-Vis to see the specific absorption characteristics and its response to borax, and the PSA to know the average of particle diameter. The result of SEM showed a porous structure and fibrous morphology with diameter of several tens of nanometers which intersect. While the result of FTIR show that emeraldine sulfonated have been produce successfully by H_2SO_4 . According to the work area and the linearity, emeraldine sulfonated 2 is more sensitive than emeraldine sulfonated 1 and emeraldine sulfonated 1 is more sensitive than the protonated emeraldine as borax indicator.

Keywords : Polymerization interfasial, polyaniline nanofiber, borax.
xiv + 66 pages : 34 pictures; 5 tables
Bibliography : 37 (1992-2008)

DAFTAR ISI

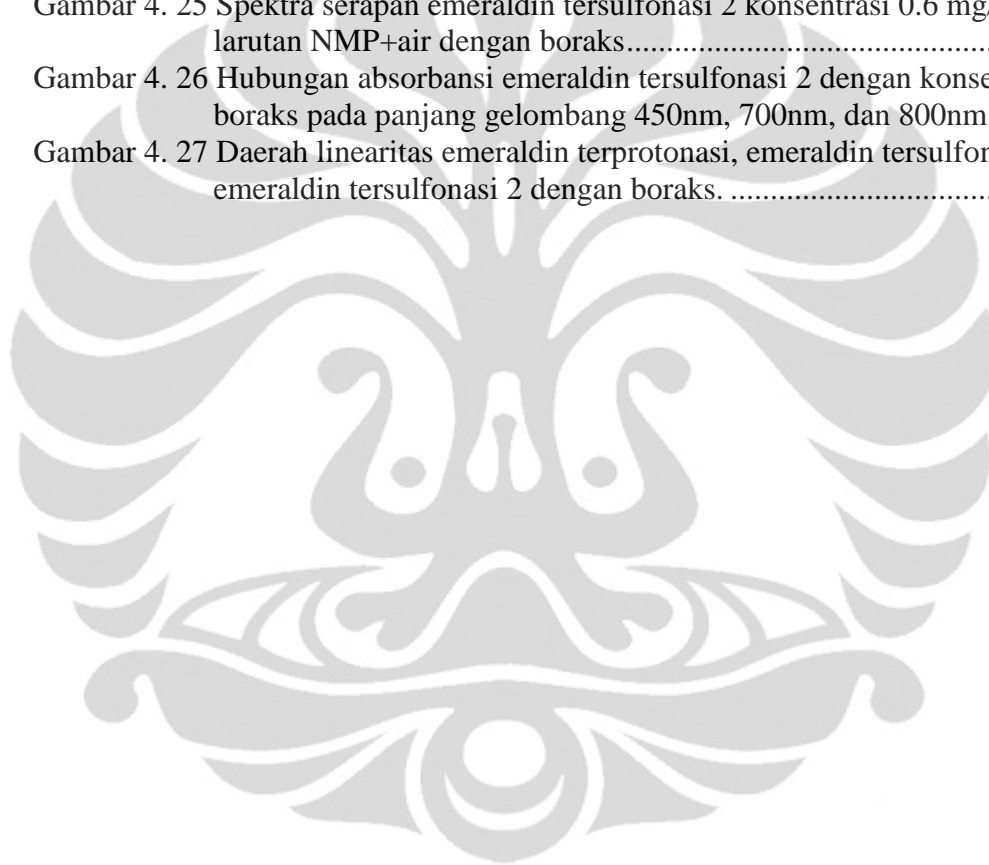
| | |
|--|-------------------------------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS | Error! Bookmark not defined. |
| HALAMAN PENGESAHAN | Error! Bookmark not defined. |
| KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH | iii |
| HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS | Error! Bookmark not defined. |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | viii |
| DAFTAR ISI | ix |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiv |
| BAB 1 PENDAHULUAN | 2 |
| 1.1 Latar Belakang Masalah | 2 |
| 1.2 Perumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan | 4 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | 2 |
| 2.1 Polianilin | 2 |
| 2.2 Polimerisasi Anilin | 7 |
| 2.3 Polianilin Nanoserat | 9 |
| 2.4 Boraks | 11 |
| 2.5 Modifikasi Polianilin | 13 |
| 2.6 Spektrofotometer UV-Visibel | 15 |
| 2.7 Spektrofotometer FT-IR | 15 |
| 2.8 Particle Size Analyzer (PSA) | 16 |
| 2.9 Scanning Electron Microscope (SEM) | 16 |
| BAB 3 METODE PENELITIAN | 19 |
| 3.1 Bahan | 19 |
| 3.2 Alat | 19 |
| 3.3 Penyiapan Larutan | 19 |
| Pemurnian Anilin | 19 |
| Larutan Ammonium Peroksidisulfat (APS) | 19 |
| Larutan NaOH | 19 |
| 3.4 Eksperimental | 19 |
| 3.4.1 Sintesis Nanoserat Polianilin | 19 |
| 3.4.1.1 Pengaruh Konsentrasi HCl | 20 |
| 3.4.1.2 Pengaruh Perbandingan Rasio Mol APS dan Anilin | 20 |
| 3.4.1.3 Pengaruh Konsentrasi Reagen | 20 |
| 3.4.1.4 Pengaruh konsentrasi Anilin | 20 |
| 3.4.1.5 Pembuatan Emeraldin Basa | 21 |
| 3.4.1.6 Pembuatan Emeraldin Tersulfonasi 1 | 21 |
| 3.4.1.7 Pembuatan Emeraldin Tersulfonasi 2 | 21 |

| | |
|--|-----------|
| 3.4.2 Karakterisasi PANI dan PANI Termodifikasi | 21 |
| 3.4.2.1 Pengukuran % Konversi Anilin Menjadi PANI..... | 22 |
| 3.4.2.2 Pengukuran % Konversi Sulfonasi | 22 |
| 3.4.2.3 Pengukuran PANI dan PANI Termodifikasi dengan Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR | 22 |
| 3.4.2.4 Pengukuran PANI dengan PSA | 22 |
| 3.4.2.5 Pengukuran PANI dengan SEM | 23 |
| 3.4.3 Reaksi Nano PANI/ Modifikasi Nano PANI Termodifikasi dengan Boraks.. | 23 |
| BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | 25 |
| 4.1 Polimerisasi Interfasial Polianilin | 25 |
| 4.2 Sintesis Nanofiber Polianilin | 26 |
| 4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Dopan HCl | 26 |
| 4.2.2 Pengaruh Perbandingan Rasio mol APS/anilin..... | 29 |
| 4.2.3 Pengaruh Konsentrasi Reagen | 32 |
| 4.2.4 Pengaruh Kenaikkan Konsentrasi Anilin | 35 |
| 4.3 Karakterisasi Emeraldin Terprotonasi Berukuran Nano | 37 |
| 4.3.1 Spektra Serapan UV-Vis Emeraldin Terprotonasi | 37 |
| 4.3.2 FT-IR Emeraldin Terprotonasi | 38 |
| 4.3.3 Morfologi Emeraldin Terprotonasi dengan SEM | 39 |
| 4.4 Emeraldin Basa | 39 |
| 4.4.1 Karakterisasi EB dengan Spektrofotometer UV-Vis | 40 |
| 4.4.2 Karakterisasi EB dengan Spektrofotometer FT-IR | 42 |
| 4.4 Sulfonasi Nanofiber Polianilin..... | 42 |
| 4.4.1 Emeraldin Tersulfonasi 1 | 43 |
| 4.4.2 Emeraldin Tersulfonasi 2..... | 44 |
| 4.5 Pengujian Terhadap Boraks | 47 |
| 4.5.1 Reaksi Emeraldin Terprotonasi dengan Boraks..... | 47 |
| 4.5.2 Reaksi Emeraldin Tersulfonasi 1 dengan Boraks | 50 |
| 4.5.3 Reaksi Emeraldin Tersulfonasi 2 dengan Boraks | 52 |
| 4.5.4 Daerah Linearitas reaksi PANI dan Modifikasinya dengan Boraks | 54 |
| BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN | 6 |
| 5.1 KESIMPULAN..... | 6 |
| 5.2 SARAN | 6 |
| DAFTAR REFERENSI | 58 |
| LAMPIRAN | 61 |

DAFTAR GAMBAR

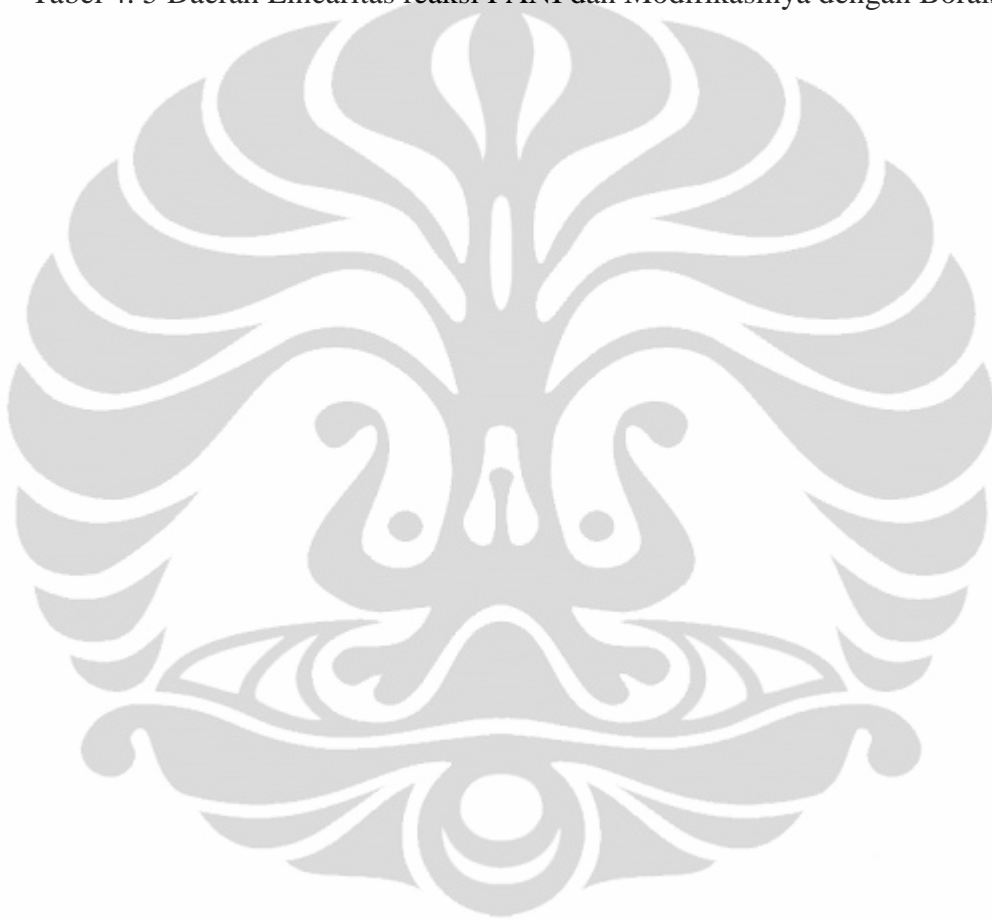
| | |
|---|----|
| Gambar 2. 1 Skema yang menunjukkan struktur kimia, sintesis, doping/dedoping asam/basa reversible, dan kimia redoks dari polianilin [Huang and Kaner, 2005] | 2 |
| Gambar 2. 2 Bentuk derajat polianilin [Pratt, Colin.1996]..... | 6 |
| Gambar 2. 3 Struktur Polianilin dalam berbagai derajat oksidasi dan protonasi [Avecedo, 2005]..... | 7 |
| Gambar 2. 4 Tahap-tahap reaksi polimerisasi anilin [Stejskal, J.1999]..... | 8 |
| Gambar 2. 5 TEM: Diameter rata2 nanofiber (a) 30nm dengan HCl, (b) 50nm dengan CSA, (c) 120nm dengan HClO ₄ | 10 |
| Gambar 2. 6 Struktur boraks | 11 |
| Gambar 2. 7 Modifikasi polianilin..... | 13 |
| Gambar 4. 1 Perubahan warna dalam proses polimerisasi interfasial..... | 25 |
| Gambar 4. 2 Warna lapisan organik setelah polimerisasi..... | 27 |
| Gambar 4. 3 Distribusi ukuran partikel emeraldine terprotonasi dengan variasi konsentrasi HCl..... | 28 |
| Gambar 4. 4 Spektra serapan garam emeraldin konsentrasi 0,1 % dalam larutan NMP..... | 29 |
| Gambar 4. 5 Distribusi ukuran partikel emeraldin terprotonasi dengan variasi konsentrasi APS..... | 31 |
| Gambar 4. 6 Spektra serapan garam emeraldin konsentrasi 0,08 % dalam larutan NMP+air yang dibuat dengan variasi perbandingan rasio mol APS/anilin..... | 32 |
| Gambar 4. 7 Pengaruh Konsentrasi Reagen terhadap Distribusi Ukuran Partikel..... | 33 |
| Gambar 4. 8 Spektra serapan garam emeraldin berdasarkan kenaikan konsentrasi APS/anilin dengan konsentrasi 0,06 % dalam larutan NMP+air..... | 34 |
| Gambar 4. 9 Distribusi ukuran partikel emeraldin terprotonasi dengan menaikkan konsentrasi anilin..... | 36 |
| Gambar 4. 10 Spektra serapan emeraldin terprotonasi berdasarkan kenaikan konsentrasi anilin dengan konsentrasi 0.06% dalam larutan NMP+air..... | 37 |
| Gambar 4. 11 Spektrum serapan FT-IR emeraldin terprotonasi..... | 38 |
| Gambar 4. 12 Citra SEM permukaan polianilin dengan perbesaran (a) 50.000 dan (b) 20.000..... | 39 |
| Gambar 4. 13 Proses doping dedoping (Nascimento, 2005)..... | 40 |
| Gambar 4. 14 Spektrum serapan emeraldin basa dengan konsentrasi 0.0007% dalam larutan NMP+air..... | 41 |
| Gambar 4. 15 Spektrum serapan FT-IR emeraldin basa..... | 42 |
| Gambar 4. 16 Spektrum serapan (a) emeraldin basa dan (b) emeraldin tersulfonasi 1 dalam larutan NMP+air..... | 43 |
| Gambar 4. 17 Spektrum serapan FT-IR emeraldin tersulfonasi 1 | 44 |
| Gambar 4. 18 Spektrum serapan (a) emeraldin basa dan (b) emeraldin tersulfonasi dalam larutan NMP+air..... | 45 |
| Gambar 4. 19 Spektrum serapan FT-IR emeraldin tersulfonasi 2 | 46 |

| | |
|--|----|
| Gambar 4. 20 Spektra serapan emeraldin terprotonasi 6mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks..... | 47 |
| Gambar 4. 21 Hubungan absorbansi emeraldin terprotonasi dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm. | 49 |
| Gambar 4. 22 Spektrum serapan FT-IR emeraldin terprotonasi dengan boraks..... | 50 |
| Gambar 4. 23 Spektra serapan emeraldin tersulfonasi 1 konsentrasi 0.6 mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks..... | 51 |
| Gambar 4. 24 Hubungan absorbansi emeraldin tersulfonasi 1 dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm. | 52 |
| Gambar 4. 25 Spektra serapan emeraldin tersulfonasi 2 konsentrasi 0.6 mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks..... | 53 |
| Gambar 4. 26 Hubungan absorbansi emeraldin tersulfonasi 2 dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm | 54 |
| Gambar 4. 27 Daerah linearitas emeraldin terprotonasi, emeraldin tersulfonasi 1, dan emeraldin tersulfonasi 2 dengan boraks. | 55 |



DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 4. 1 Pengaruh Konsentrasi HCl..... | 26 |
| Tabel 4. 2 Pengaruh variasi perbandingan mol APS/anilin | 30 |
| Tabel 4. 3 Pengaruh peningkatkan konsentrasi APS/anilin..... | 33 |
| Tabel 4. 4 Diameter partikel rata-rata dan %konversi emeraldine terprotonasi dengan menaikkan konsentrasi anilin (APS tetap)..... | 35 |
| Tabel 4. 5 Daerah Linearitas reaksi PANI dan Modifikasinya dengan Boraks | 55 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--|----|
| LAMPIRAN 1. Pembuatan Nanofiber Polianilin | 61 |
| LAMPIRAN 2. Pembuatan Emeraldin Basa..... | 62 |
| LAMPIRAN 3. Pembuatan Emeraldin Tersulfonaasi 1..... | 62 |
| LAMPIRAN 4. Pembuatan Emeraldin Tersulfonasi 2..... | 63 |
| LAMPIRAN 5. Perhitungan Penentuan Volume H ₂ SO ₄ Pekat Pembuatan PANI Tersulfonasi Berdasarkan Varias Rasio Mol..... | 64 |
| LAMPIRAN 6. Nilai Intensitas pada EB, Emeraldin Tersulfonasi 1, dan Emeraldin Tersulfonasi 2 | 65 |
| LAMPIRAN 7 Perhitungan Konsentrasi Boraks yang Direaksikan dengan Emeraldin Terprotonasi, Emeraldin Tersulfonasi 1, dan Emeraldin Tersulfonasi 2. | 66 |



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Polianilin (PANI) adalah salah satu bahan polimer konduktif yang banyak dipelajari karena sifat fisika dan kimianya yang khas sehingga memiliki potensi aplikasi yang luas. PANI memiliki kestabilan yang tinggi di lingkungan, mudah di sintesis, dan dapat mengalami perubahan sifat listrik dan optik yang dapat balik (*reversible*) melalui reaksi redoks dan doping-dedoping atau protonasi-deprotonasi sehingga sangat potensial dimanfaatkan pada berbagai aplikasi, seperti sensor kimia (Virji et al., 2003). Sejauh ini bahan polianilin sudah digunakan sebagai sensor pH (Agrios, 2005), uap kimia (Maddu, 2007), vitamin C (Herlianti, 2007), dan formalin (Dian, 2009; Pisesa, 2009).

Berdasarkan tingkat oksidasinya, polianilin dapat disintesis dalam beberapa bentuk isolatifnya yaitu bentuk leukomeraldin yang tereduksi penuh, bentuk emeraldin yang merupakan bentuk setengah teroksidasi dan pernigranilin bentuk teroksidasi penuh. Bentuk emeraldin paling luas diteliti karena konduktivitasnya dapat diatur melalui doping, sedangkan bentuk leukomeraldin dan pernigranilin tidak dapat dibuat konduktif. Bentuk emeraldin dapat dibuat konduktif dengan doping asam protonik seperti HCl, yaitu dengan menambahkan proton-proton ke situs-situs $-N=$, sementara jumlah elektron pada rantai tetap. Bentuk konduktif dari emeraldin disebut garam emeraldin atau *emeraldine salt* (ES) (Diaz-de Leon, 2001).

Bentuk ES dapat diubah menjadi emeraldin basa (EB) melalui reaksi deprotonasi dengan menggunakan basa seperti NH_4OH atau NaOH. Sebaliknya, EB bisa diubah menjadi ES melalui reaksi protonasi dengan menggunakan asam protonik seperti HCl. Proses ini disebut juga proses protonasi-deprotonasi atau doping-dedoping.

Sifat optis antara EB dengan ES berbeda, yaitu EB berwarna biru sedangkan ES berwarna hijau. Hal ini membuat karakteristik absorpsi optik antara keduanya berbeda. Sifat listrik antara ES dengan EB juga berbeda, EB bersifat isolatif sedangkan ES bersifat konduktif. Derajat konduktivitas emeraldin ini bergantung pada tingkat doping yang diberikan, yaitu jumlah proton (H^+) yang di doping ke struktur emeraldin (Do Nascimento et al., 2005). Karakteristik absorpsi optik dan perbedaan derajat konduktivitas antara EB dan ES ini selanjutnya dapat dimanfaatkan sebagai sensor kimia.

Saat ini polianilin nanopartikel banyak diteliti, khususnya bentuk nanoserat (*nanofiber*) yang banyak dikembangkan sebagai sensor kimia. Pada aplikasi sensor kimia, polianilin nanostruktur memiliki kelebihan dibandingkan polianilin makromolekul. Nanoserat polianilin, sangat efektif sebagai sensor kimia, misalnya sensor gas karena memiliki luas permukaan yang jauh lebih besar sehingga proses difusi molekul gas ke dalam struktur nanoserat polianilin berlangsung lebih cepat dan kedalaman penetrasi molekul gas atau uap kimia ke dalam nanoserat jauh lebih besar, yang berdampak meningkatkan sensitivitas dan responsivitas sebagai sensor (Maddu, 2007). Selain itu polianilin nanostruktur memiliki kelarutan yang lebih besar dalam pelarut yang sesuai, misalnya pelarut N-metil pirolidon (NMP) sehingga dengan konsentrasi rendah cukup sensitif sebagai sensor.

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis nanoserat polianilin, diantaranya elektrospinning (Diaz-de Leon, 2001), metode polimerisasi bulk (Stejskal, 1999) dan polimerisasi interfisial (Kaner, 2003; Bitao Su et al., 2007). Metode elektrospinning relatif lebih mahal dan lebih rumit karena dibutuhkan sumber potensial tinggi dan peralatan rumit lainnya. Metode polimerisasi interfisial merupakan metode kimia yang relatif sangat sederhana dan lebih murah. Polimerisasi interfisial memiliki beberapa keunggulan, yaitu:

- Proses sintesis dan purifikasi lebih mudah dan murah (tanpa template).
- Diameter polianilin fiber yang dihasilkan dalam skala nano.
- Keseragaman dari sampel yang diproduksi berupa nanofiber >95%.

Faktor-faktor yang mempengaruhi polimerisasi interfasial adalah konsentrasi dopan, jenis dopan, konsentrasi monomer, dan jumlah inisiator (Bitao Su et al., 2007).

1.2 Perumusan Masalah

Boraks merupakan senyawa yang tidak boleh ada dalam makanan tetapi senyawa ini sering ditambahkan sebagai pengawet oleh sebagian pedagang-pedagang di pasar. Dalam bentuk larutan, boraks bersifat basa. Untuk itu perlu suatu indikator atau reagen yang sederhana yang bersifat asam yang dapat bereaksi cepat dengan boraks untuk mengidentifikasi adanya boraks dalam larutan.

PANI dalam bentuk emeraldin terprotonasi bersifat asam Bronsted karena dapat mendonorkan H^+ atau basa Lewis karena adanya pasangan elektron bebas yang dapat berikatan dengan senyawa yang mempunyai orbital kosong seperti boraks. PANI diketahui sukar larut dalam berbagai pelarut yang biasa digunakan. Untuk dapat digunakan sebagai reagen atau indikator PANI harus mempunyai kelarutan yang cukup baik, sehingga diperlukan PANI berukuran nano dan modifikasinya yang dapat meningkatkan kelarutan. Selain itu modifikasi PANI yang dipilih yaitu yang dapat meningkatkan derajat keasamannya yaitu sulfonasi menggunakan H_2SO_4 pekat dengan berbagai rasio mol, yang diharapkan dapat meningkatkan sensitivitasnya sebagai indikator untuk menentukan adanya boraks.

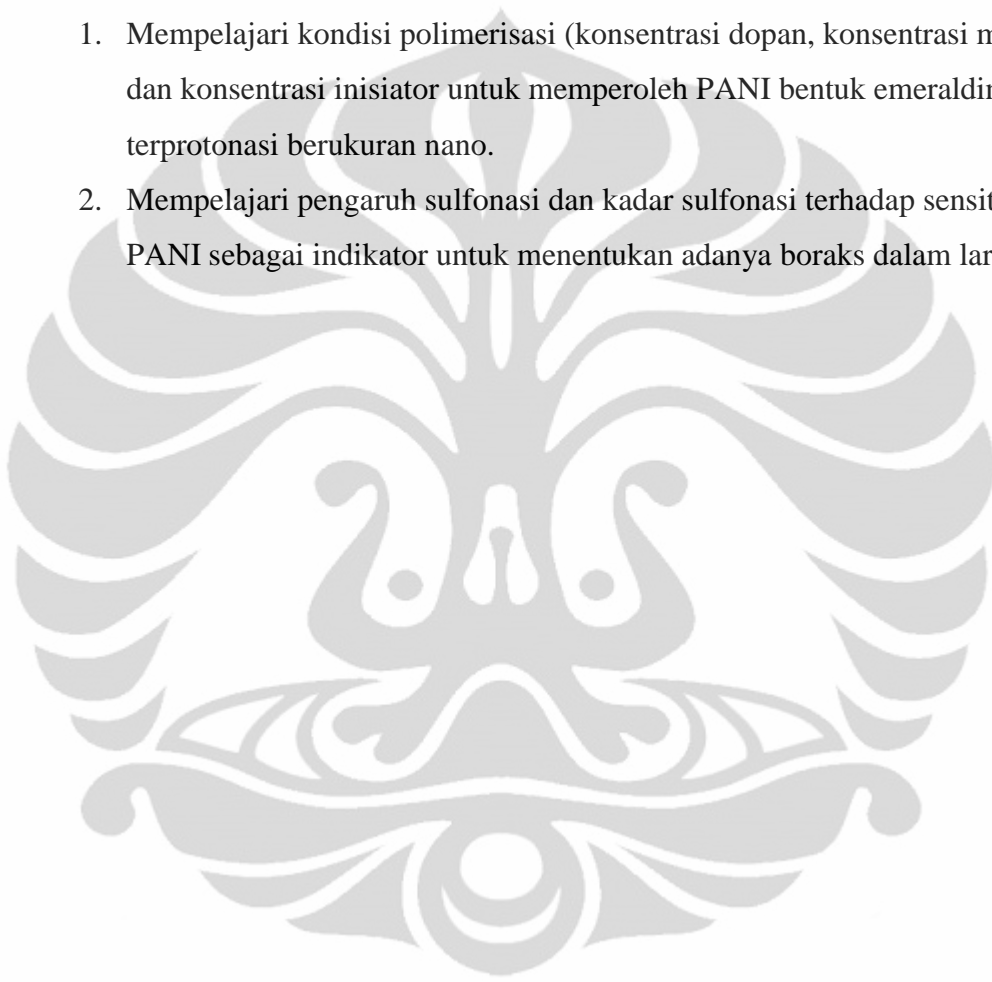
Pada penelitian ini, dipelajari faktor-faktor yang mempengaruhi proses polimerisasi dan hubungannya dengan diameter partikel yang dihasilkan. Selanjutnya ditentukan kondisi polimerisasi yang menghasilkan partikel PANI dalam bentuk emeraldin terprotonasi berukuran nano. Kemudian dipelajari apakah PANI berukuran nano dan yang telah dimodifikasi melalui reaksi dengan sulfonasi H_2SO_4 pekat cukup sensitif untuk menentukan kadar boraks dalam larutan dan bagaimana pengaruh kadar sulfonasi terhadap sensitivitas indikator/reagen. Keberhasilan sintesis nanoserat melalui polimerisasi interfasial diamati dengan *Particle Size analyzer* (PSA) dan UV-Vis untuk ukuran partikel, SEM untuk morfologi nanoserat PANI, dan FT-IR untuk

mengetahui gugus fungsi pada PANI termasuk untuk mengetahui keberhasilan reaksi sulfonasi.

1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari kondisi polimerisasi (konsentrasi dopan, konsentrasi monomer, dan konsentrasi inisiator untuk memperoleh PANI bentuk emeraldin terprotonasi berukuran nano.
2. Mempelajari pengaruh sulfonasi dan kadar sulfonasi terhadap sensitivitas PANI sebagai indikator untuk menentukan adanya boraks dalam larutan.

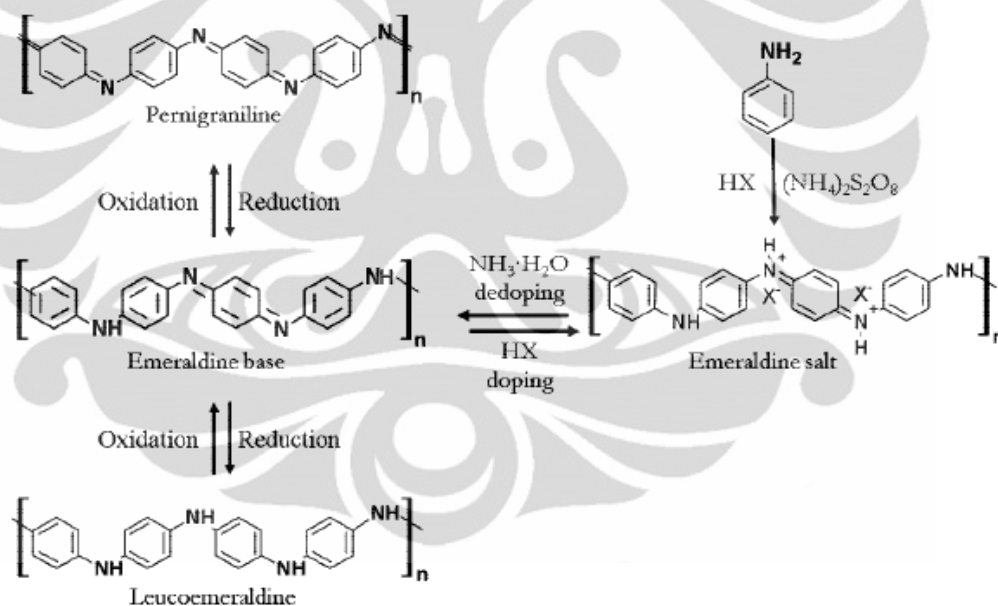


BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polianilin

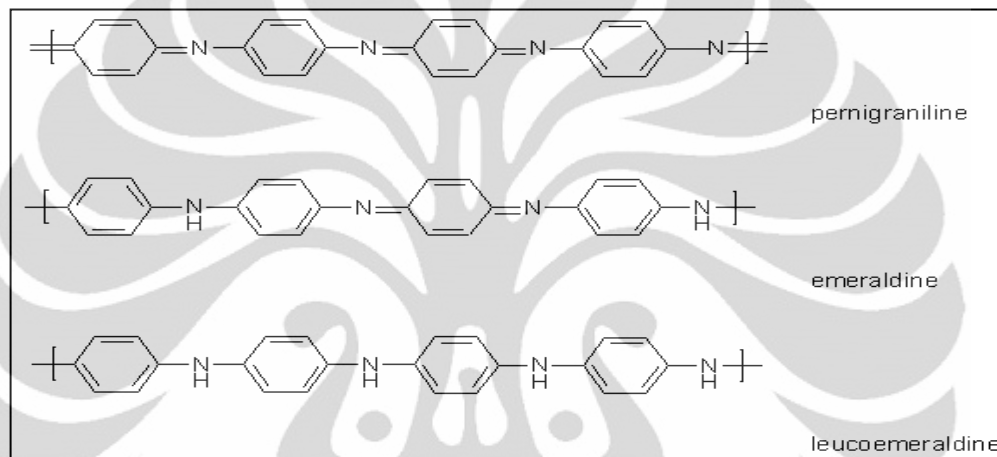
Anilin adalah salah satu senyawa yang termasuk kedalam kelompok amina. Rumus molekul dari anilin adalah $C_6H_5NH_2$. Anilin merupakan senyawa turunan benzena, yang salah satu atom H diganti dengan gugus $-NH_2$. Polianilin merupakan polimer yang berasal dari polimerisasi anilin. Polianilin merupakan polimer terkonjugasi yang memiliki tingkat kestabilan yang tinggi dan bersifat *reversible* dalam proses *doping-dedoping*. Sintesis dan berbagai struktur kimia dari polianilin terdapat pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Skema yang menunjukkan struktur kimia, sintesis, doping/dedoping asam/basa reversible, dan kimia redoks dari polianilin [Huang and Kaner, 2005]

Polianilin terdapat dalam berbagai derajat oksidasi dan protonasi. Kedua hal ini menentukan bentuk dan sifat kimia polianilin. Berdasarkan derajat oksidasinya, polianilin dapat ditemukan dalam tiga bentuk, yakni:

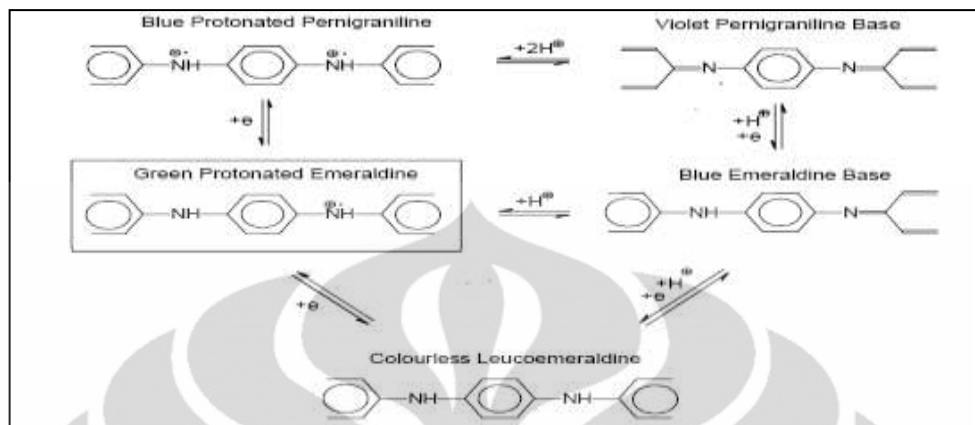
- Leukoemeraldin (bentuk tereduksi penuh)
- Emeraldin (bentuk setengah teroksidasi)
- Pernigranilin (bentuk teroksidasi penuh)



Gambar 2. 2 Bentuk derajat polianilin [Pratt, Colin.1996]

Pada keadaan pernigranilin, semua nitrogen yang ada berbentuk imina. Pada bentuk emeraldin, perbandingan antara gugus amina dengan imina yang tidak terprotonasi adalah 1:1, sedangkan pada bentuk leukoemeraldin, semua nitrogen berbentuk amina. Bentuk polianilin yang paling penting adalah emeraldin terprotonasi. Emeraldin terprotonasi dihasilkan dari polimerisasi oksidatif anilin dalam larutan asam. Emeraldin terprotonasi bersifat stabil dan sukar dapat larut pada pelarut apapun.

Polianilin merupakan polimer terkonjugasi yang unik karena sifat optoelektriknya dapat dikontrol, yakni dengan mengubah derajat oksidasi pada rantai utama dan dengan melakukan protonasi pada rantai amina. Hal inilah yang menyebabkan polianilin dapat diaplikasikan sebagai sensor (Acevedo, 2005).



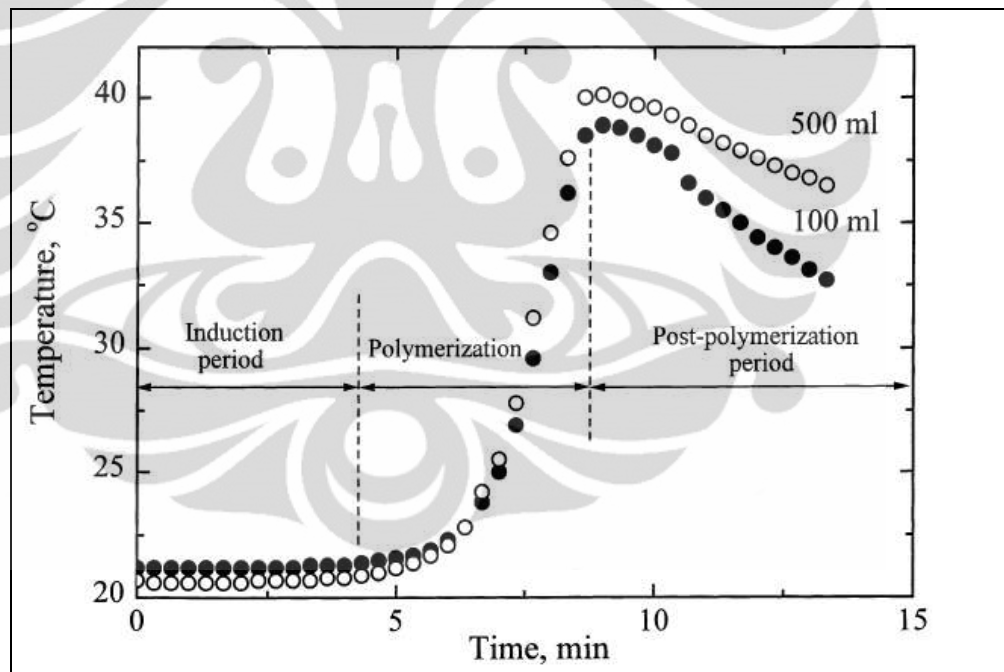
Gambar 2. 3 Struktur Polianilin dalam berbagai derajat oksidasi dan protonasi [Avecedo, 2005]

2.2 Polimerisasi Anilin

Polimerisasi anilin dilakukan untuk memperoleh polianilin. Polianilin dapat disintesis melalui polimerisasi oksidasi kimia dan polimerisasi elektrokimia. Polianilin disintesis dengan cara oksidasi kimia dengan mereaksikan anilin dengan ammonium peroksidisulfat (APS) pada media larutan asam dan diperoleh dalam bentuk endapan. Dasar dari sintesis polianilin adalah pencampuran dalam larutan aqua, antara asam, anilin dan oksidator. Hasil yang didapatkan adalah emeraldin terprotonasi (garam emeraldin) (J.Stejskal, 2005).

Polimerisasi anilin biasanya diiringi dengan meningkatnya temperatur reaksi yang berlanjut pada penurunan kembali temperatur reaksi. Proses polimerisasi anilin melibatkan tahap inisiasi, propagasi dan terminasi. Menurut Gospodinova dan Terlemeyzan (1998), polimerisasi anilin didahului oleh oksidasi anilin menjadi radikal kation pada potensial mendekati 0,9 V yang akan langsung diikuti dengan formasi dimer p-aminodifenilamin (PADPA). Tahap ini dianggap sebagai tahap inisiasi polimerisasi anilin. PADPA merupakan *growing site* pada reaksi polimerisasi selanjutnya. PADPA kemudian segera teroksidasi menjadi N-fenil-1,4-benzokuinondiimin (PBQ) ($\lambda=300$ nm). Propagasi rantai polimer berlangsung dengan penambahan monomer pada ujung rantai melalui proses redoks antara rantai yang

sedang tumbuh yang sedang teroksidasi penuh, sebagai oksidator, dan anilin sebagai reduktor. Proses ini bersifat eksotermik. Konsentrasi tinggi oksidan pada tahap awal polimerisasi memungkinkan oksidasi singkat dari oligoanilin dan polianilin, yang memungkinkan keberadaan mereka dalam bentuk teroksidasi penuh. Hal ini ditunjukkan dengan potensial elektrokimia yang semakin meningkat dari 0,4 V (terkait dengan PBQ) ke 0,7 V (terkait dengan pernigranilin ($\lambda=560$ nm)). Proses ini kemudian diikuti dengan proses reduksi rantai polianilin oleh anilin (reduktor) karena pada tahap ini, E sistem telah menjadi begitu tinggi (0,7 V). Hasilnya adalah mulai berkurangnya E sistem ke nilai 0,25 V, yang bersesuaian dengan keadaan oksidasi bentuk emeraldin dari polianilin ($\lambda=430$ nm dan 800 nm). Potensial oksidasi dalam keadaan emeraldin ini tidak lagi cukup untuk memungkinkan terjadinya penambahan anilin pada rantai polimer.



Gambar 2.4 Tahap-tahap reaksi polimerisasi anilin [Stejskal, J.1999]

Polimerisasi anilin lebih efektif dilakukan pada medium asam, dengan mengubah anilin menjadi bentuk kation. Oleh sebab itu, berdasarkan penelitian terdahulu, polimerisasi diindikasikan melalui mekanisme oksidasi kationik.

2.3 Polianilin Nanoserat

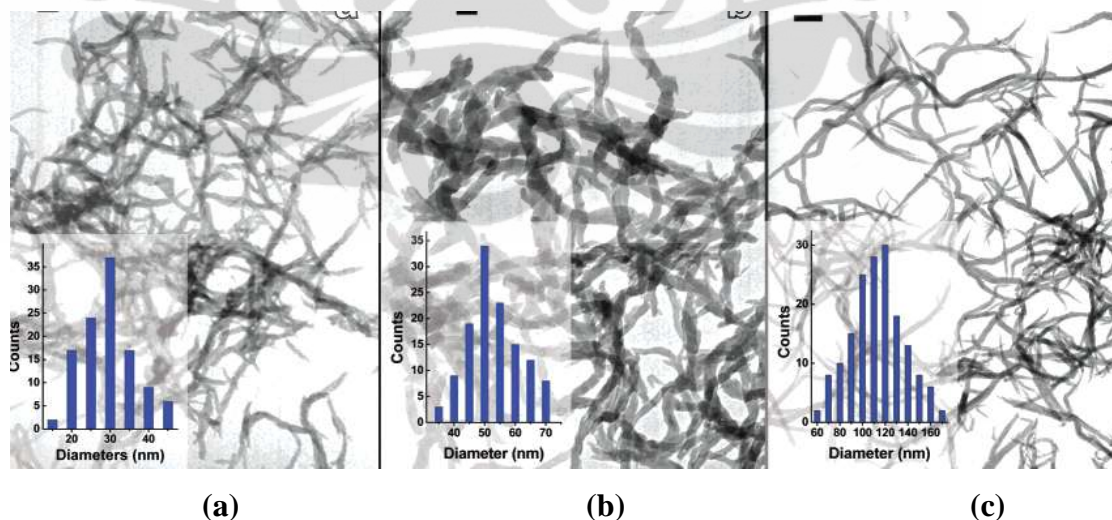
Akhir-akhir ini polianilin nanoserat banyak menarik perhatian karena menunjukkan sensitivitas dan waktu respon yang lebih cepat ketika direaksikan dengan uap kimia karena luas permukaannya yang lebih besar (Shuangxi, 2008). Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis nanoserat polianilin, diantaranya elektrospinning (Diaz-de Leon, 2001), metode polimerisasi bulk (Stejskal, 1999), dan polimerisasi interfisial (Kaner, 2003; Bitao Su et al., 2007). Metode elektrospinning relatif lebih mahal dan lebih rumit karena dibutuhkan sumber potensial tinggi dan peralatan rumit lainnya. Metode polimerisasi interfisial merupakan metode kimia yang relatif sangat sederhana dan lebih murah (Maddu, 2007).

Polimerisasi interfisial dilakukan untuk menghasilkan PANI dengan morfologi nanoserat. PANI yang dihasilkan melalui polimerisasi oksidatif yang selama ini dilakukan adalah berbentuk granular. Sedangkan pada polimerisasi interfisial akan dihasilkan PANI dengan bentuk nanoserat. Melalui penelitian yang dilakukan oleh Jiaying Huang dan Kaner (2003), pada proses polimerisasi oksidatif dengan sistem standar, ditemukan sebagian kecil partikel berbentuk nanoserat selain bentuk aglomerasi. Butiran partikel tersebut ukuran dan bentuknya sangat mirip dengan nanoserat yang dihasilkan melalui polimerisasi interfisial. Hal ini menunjukkan bahwa mekanisme pembentukan nanoserat polianilin mungkin tidak terkait dengan antarmuka atau fasa organik-air, tetapi lebih kepada hubungan antara proses kimia polimerisasi oksidatif itu sendiri dan sifat linearitas rantai polianilin. Dalam polimerisasi interfisial, PANI terbentuk di lapisan antarmuka lalu bermigrasi ke lapisan air. Saat PANI mulai bermigrasi ke lapisan air, polimerisasi mengalami terminasi. Oleh karena itu, PANI yang terbentuk lebih berupa nanoserat. Hal ini berlawanan dengan sintesis PANI dengan metode pencampuran langsung, dimana PANI yang terbentuk masih dikelilingi oleh jenis monomer dan oksidan. Bahkan bila dengan proses polimerisasi metode standar, nanoserat yang awal terbentuk bisa menjadi pusat nukleasi, yang akan mengalami pertumbuhan menjadi partikel granular yang tidak teratur, sehingga sulit untuk mengamati partikel nanoserat bila ada yang

terbentuk. Oleh karena itu polimerisasi interfasial merupakan metode yang efektif untuk menekan pertumbuhan sekunder PANI (Jiaying dan Kaner, 2003).

Sejak tahun 2003, sintesis PANI nanoserat dikembangkan dengan baik oleh Huang dan Kaner et al. Mereka menemukan sifat untuk membentuk morfologi nanoserat. Untuk mendapatkan nanoserat PANI, pertumbuhan sekunder dari nanoserat harus ditekan. Pada pembentukan awal, anilin dipolimerisasi pada antarmuka antara dua cairan tidak saling larut, dimana PANI dalam bentuk nanoserat berdifusi dari antarmuka ke larutan air karena hidrofilisitasnya. Hal ini untuk menghindari pertumbuhan lebih lanjut dari PANI.

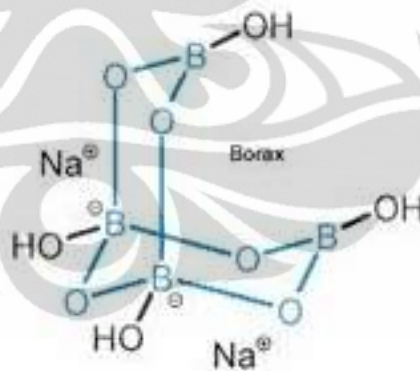
Dalam polimerisasi interfasial, ada beberapa faktor yang mempengaruhi ukuran partikel PANI yang dihasilkan, yaitu konsentrasi dopan, jenis dopan, konsentrasi monomer, dan jumlah inisiator (Bitao Su et al., 2007). Dalam penelitian ini, dopan yang digunakan adalah HCl. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Jiaying dan Kaner (2003), dengan menggunakan beberapa jenis larutan asam, yaitu HCl, camphorsulfonic acid (CSA), dan HClO_4 , menghasilkan diameter nanoserat yang berbeda-beda. Diameter rata-rata nanoserat yang dihasilkan pada HCl adalah 30nm, pada CSA sekitar 50nm, dengan HClO_4 sekitar 120nm.



Gambar 2. 5 TEM: Diameter rata2 nanofiber (a) 30nm dengan HCl, (b) 50nm dengan CSA, (c) 120nm dengan HClO_4 .

2.4 Boraks

Boraks merupakan garam natrium yang banyak digunakan di berbagai industri nonpangan, khususnya industri kertas, gelas, pengawet kayu, dan keramik. Boraks berupa serbuk kristal putih, tidak berbau, dan mudah larut dalam air (sciencelab.com). Boraks memiliki sifat kimia yang berhubungan dengan kemampuannya sebagai daya pembersih. Boraks dapat sebagai pembersih dan pemutih dengan mengubah beberapa molekul air menjadi hidrogen peroksida (H_2O_2). Hal ini dapat meningkatkan efektivitas pemutih dan pembersih. Boraks biasa digunakan sebagai pengawet dan antiseptik kayu. Daya pengawet yang kuat dari boraks berasal dari kandungan asam borat didalamnya (<http://en.wikipedia.org/wiki/Borax>, 14 Januari 2011, pkl. 10.15). pH boraks adalah sekitar 9,5, dengan struktur cincin atau anion berbentuk rantai (Cotton, 2007). Boraks di dalam air memberikan sifat basa karena garam $Na_2B_4O_7$ bereaksi dengan air dan membentuk produk $NaOH$ yang merupakan basa kuat dan H_3BO_3 yang merupakan asam lemah, sehingga boraks lebih bersifat basa. Struktur boraks dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2. 6 Struktur boraks

Berikut beberapa pengaruh boraks pada kesehatan. Ada tanda gejala akut dan gejala kronis (<http://wowsalman.blogspot.com/2006/01/bahaya-formalin-dan-boraks.html>, 15 Januari 2011, pkl. 20.42)

a. Tanda dan gejala akut : Muntah-muntah, diare, dan depresi SSP (Susunan Syaraf Pusat)

b. Tanda dan gejala kronis

- Nafsu makan menurun
- Gangguan pencernaan
- Gangguan SSP : bingung dan bodoh
- Anemia, rambut rontok dan kanker.

Dosis mematikan diperkirakan (bila tertelan) untuk orang dewasa adalah 15-20 gram, kurang dari 5 gram dapat membunuh anak atau hewan peliharaan. Untuk alasan ini boraks tidak boleh digunakan di dalam makanan. Secara umum, boraks dikaitkan dengan kulit, mata, atau iritasi pernapasan. Hal ini penting untuk menunjukkan bahwa paparan boraks dapat mengganggu kesuburan atau menyebabkan kerusakan pada janin (http://klubpompi.multiply.com/journal/item/17/Boraks_Bisa_Merusak_Otak, 14 Januari 2011, pkl. 10.30).

Berikut ini terdapat beberapa ciri pangan yang mengandung boraks. Walaupun tidak terlalu khas namun dapat membantu membedakannya dari pangan tanpa boraks (<http://www.kalbe.co.id/files/cdk/files/08deteksidanevaluasikeberadaanboraks120.pdf/08.html>, 14 Januari 2011, pkl. 10.20).

Mie Basah yang mengandung boraks :

- Teksturnya sangat kenyal
- Biasanya lebih mengkilat, tidak lengket dan tidak cepat putus.

Bakso mengandung boraks:

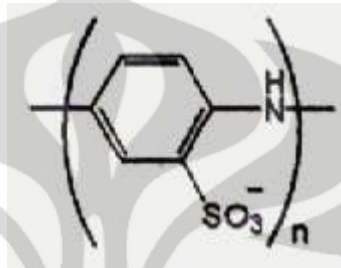
- Teksturnya sangat kenyal
- Warnanya tidak kecokelatan seperti penggunaan daging namun lebih cenderung keputihan

Ciri-ciri jajanan (seperti lontong) mengandung boraks :

- Teksturnya sangat kenyal
- Berasa “tajam” seperti sangat gurih dan membuat lidah bergetar dan memberikan rasa getir

2.5 Modifikasi Polianilin

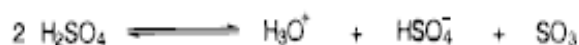
Modifikasi polianilin dilakukan untuk menghasilkan material yang mempunyai sifat yang berbeda-beda. Modifikasi dapat dilakukan dengan memasukkan gugus fungsi yang diinginkan pada kerangka polianilin, salah satunya polianilin tersulfonasi seperti Gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Modifikasi polianilin

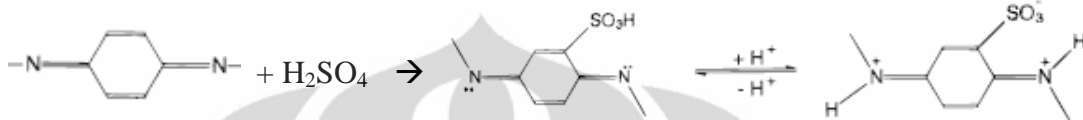
Salah satu bentuk modifikasi polianilin yaitu polianilin tersulfonasi (SPAN) dilakukan dengan adisi nukleofilik (ion sulfit) pada bentuk polianilin teroksidasi dan dengan substitusi elektrofilik (SO_3) pada bentuk polianilin tereduksi. Modifikasi ini mempengaruhi sifat dari polianilin yaitu salah satunya dapat larut dalam pelarut organik biasa, sedangkan polianilin yang tidak termodifikasi hanya larut dalam asam pekat dan N-metilpirolidon. Selain itu dapat meningkatkan sifat asam dari PANI karena HSO_3 dengan nilai $\text{pK}_a = 1.9$ bisa melepas H^+ (donor H^+), sehingga PANI lebih bersifat asam (Fessenden, 1999).

Sulfonasi terhadap nanofiber PANI dilakukan dengan mereaksikan emeraldin basa dengan H_2SO_4 pekat melalui reaksi substitusi aromatik elektrofilik. Pembentukan elektrofilik sulfur trioksida (SO_3) dapat diperoleh dengan dua jalan bergantung pada asam yang digunakan, yaitu dengan cara sulfonasi dengan H_2SO_4 pekat dan dengan cara oksidasi dengan APS. Reaksi pembentukan elektrofilik dari H_2SO_4 pekat dapat dilihat pada reaksi dibawah ini :

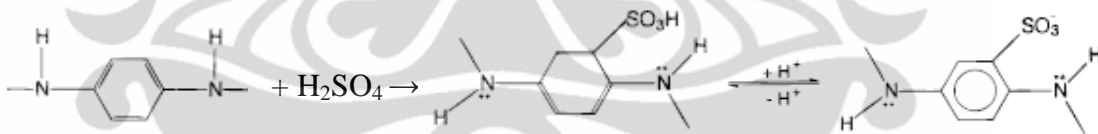


Pada saat polianilin basa dilarutkan dalam asam sulfat pekat, atom nitrogen pada bagian quinoid mengalami protonasi yang kemungkinan disebabkan oleh H_3O^+

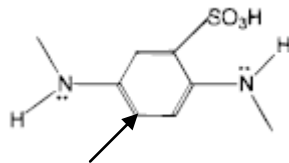
dari reaksi pembentukan elektrofilik pada H_2SO_4 pekat. Hal ini menyebabkan muatan positif dapat beresonansi diantara cincin quinoid terprotonasi dan nitrogen. Unit berulang imina terprotonasi lalu terdeaktivasi untuk reaksi substitusi elektrofilik.



Atom nitrogen pada bagian benzenoid juga terprotonasi bersamaan dengan bagian quinoid yang terprotonasi. Unit berulang amina terprotonasi membentuk ikatan N-H yang baru tipe sp^3 yang mengakibatkan terjadinya lokalisasi muatan positif pada bagian nitrogen, sehingga resonansi muatan positif kedalam cincin benzen (pada bagian benzenoid) menjadi berkurang. Oleh karena muatan positif dalam cincin benzen (pada bagian benzenoid) berkurang, maka densitas elektron dalam cincin benzen menjadi bertambah sehingga substitusi elektrofilik pada cincin benzen (pada bagian benzenoid) terjadi lebih mudah dibandingkan pada bagian quinoid.



Modifikasi polianilin dengan H_2SO_4 pekat dilakukan dengan perhitungan di lampiran 5. Saat PANI tersulfonasi 2, maka gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ yang masuk kedalam cincin benzenoid dan quinoid akan menempati posisi para. Kemungkinan banyaknya gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ yang masuk hanya satu gugus karena reaksi sulfonasinya dilakukan pada suhu rendah sekitar 5°C .



Sulfonasi PANI mudah dilakukan bila PANI dalam bentuk emeraldin dan leukoemeraldin, sedangkan bila dalam bentuk pernigranilin sangat sulit dilakukan reaksi sulfonasi. Hal ini disebabkan karena jumlah unit cincin quinoid yang paling tinggi terdapat pada pernigranilin basa, lalu pada emeraldin basa dan tak ada sedikit pun pada leukoemeraldin basa.

2.6 Spektrofotometer UV-Visibel

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengukur intensitas sinar yang dilalui menuju sampel (I), dan membandingkannya dengan intensitas sinar sebelum dilewatkan ke sampel tersebut (I_0). Rasio I/I_0 disebut transmittan (%T), sedangkan absorbansi diperoleh berdasarkan transmittan tersebut, yaitu $A = -\log \%T$. Terdapat dua jenis spektrofotometer UV-Vis, yaitu *single beam* dan *double beam spectrophotometer*. Pada instrumen *double beam*, sinar membelah sebelum mencapai sampel. Satu sinar digunakan sebagai *reference*, sedangkan sinar yang lain dilewatkan melalui sampel.

Grafik UV-Vis menggambarkan absorbansi pada tiap panjang gelombang. Panjang gelombang yang menjadi tempat absorbansi maksimum disebut λ_{maks} . Spektrofotometri UV-Vis dapat diterapkan pada penetapan kualitatif dan kuantitatif dari banyak senyawa organik dan beberapa senyawa anorganik (<http://wanibesak.wordpress.com/2010/11/27/spektrofotometri-uv-vis-uv-vis/> (1 Februari 2011, pkl. 17.30).

2.7 Spektrofotometer FT-IR

FT-IR (Fourier Transform Infra Red) spektrofotometer merupakan alat yang digunakan untuk analisis secara kualitatif maupun kuantitatif berdasarkan pengukuran intensitas infra merah terhadap panjang gelombang. Korelasi antara posisi serapan panjang gelombang dengan struktur kimia digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada sampel sebab posisi panjang gelombang yang terdapat serapan gugus fungsi adalah konstan (Keck Interdisciplinary Surface Science Center).

Spektrofotometer IR mendeteksi karakteristik vibrasi kelompok fungsi dari senyawa pada sampel. Saat cahaya infra merah berinteraksi dengan sampel, ikatan kimia pada sampel tersebut akan mengalami *stretch* atau *bend*. Hasil spektrum menunjukkan absorban dan transmisi molekul yang menggambarkan fingerprint molekul dari sampel tersebut. Tidak ada fingerprint yang sama untuk tiap molekul yang berbeda sehingga spektroskopi IR dapat digunakan untuk berbagai tipe analisa (Thermo Nicolet Cooperation. 2001).

2.8 Particle Size Analyzer (PSA)

Particle size analyzer (PSA) digunakan untuk menentukan ukuran partikel suatu sampel dan distribusinya yang representatif. Distribusi ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan, apakah monomodal, bimodal, atau polimodal. PSA yang digunakan memiliki rentang pengukuran partikel dengan skala mikron. Ke dalam kuvet atau wadah sampel, dimasukkan aquades hingga menutupi lensa kuvet. Selanjutnya wadah diletakkan pada tempatnya. Sampel dimasukkan ke dalam kuvet hingga level *obscuration* pada alat yang terlihat pada layar komputer menunjukkan angka 9-12%. Selanjutnya stirer dinyalakan selama beberapa detik untuk mendispersikan sampel polianilin di dalam wadah. Stirer dimatikan lalu pengukuran ukuran partikel sampel dilakukan. Sebelum melakukan pengukuran terhadap sampel, dilakukan proses *align* secara otomatis untuk mengatur posisi laser yang akan ditembakkan ke dalam kuvet, agar kekuatan laser yang masuk ke detektor cukup besar, serta pengukuran *background*, yakni pengukuran terhadap aquades tanpa sampel dilakukan (Rawle, 1992).

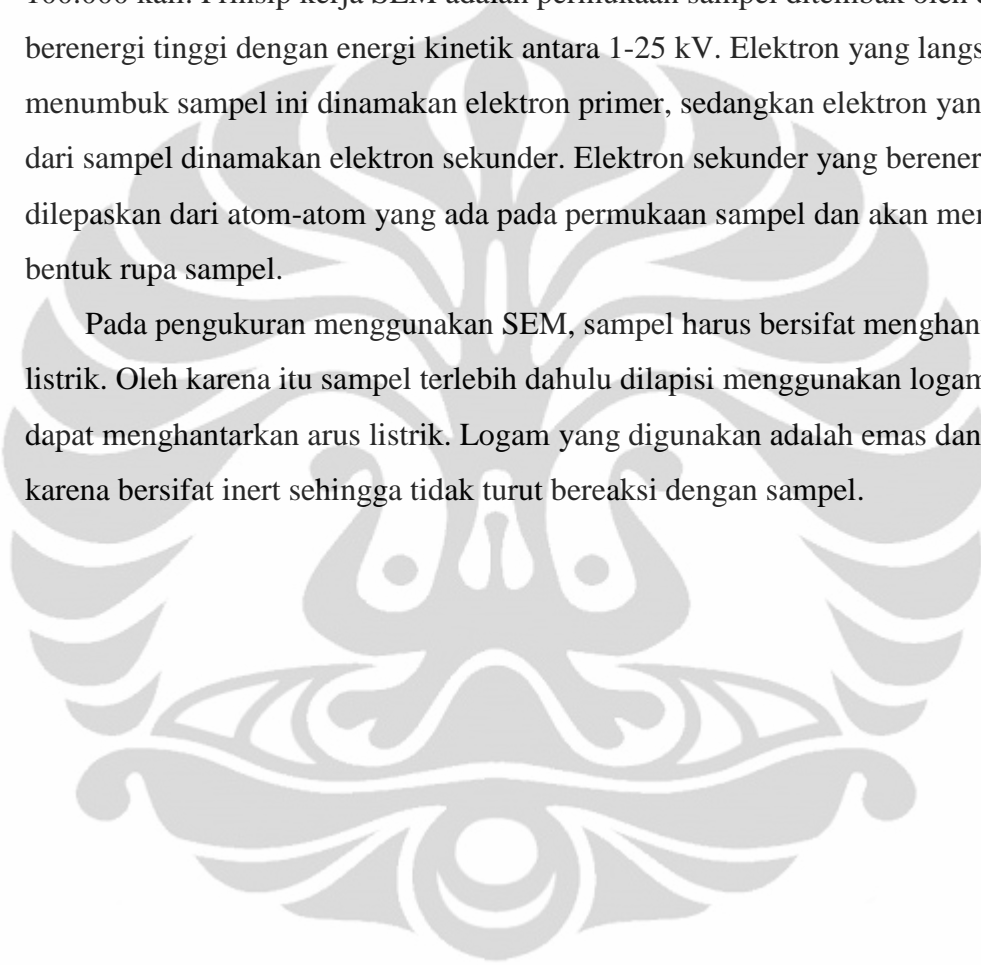
2.9 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron microscope (SEM) adalah mikroskop yang menggunakan pancaran sinar yang timbul akibat eksitasi elektron untuk melihat partikel berukuran micron dan nano. Sejak tahun 1950 SEM dikembangkan dan banyak digunakan dalam bidang medis maupun dalam pengembangan ilmu pengetahuan. SEM telah

banyak digunakan oleh para peneliti untuk menguji dan menentukan berbagai sampel. Dibandingkan dengan mikroskop konvensional, SEM dapat menunjukkan gambar sampel lebih jelas dan memiliki tingkat resolusi yang lebih tinggi.

SEM mampu memfoto suatu permukaan dengan perbesaran dari 20 sampai 100.000 kali. Prinsip kerja SEM adalah permukaan sampel ditembak oleh elektron berenergi tinggi dengan energi kinetik antara 1-25 kV. Elektron yang langsung menumbuk sampel ini dinamakan elektron primer, sedangkan elektron yang terpantul dari sampel dinamakan elektron sekunder. Elektron sekunder yang berenergi rendah dilepaskan dari atom-atom yang ada pada permukaan sampel dan akan menentukan bentuk rupa sampel.

Pada pengukuran menggunakan SEM, sampel harus bersifat menghantarkan arus listrik. Oleh karena itu sampel terlebih dahulu dilapisi menggunakan logam yang dapat menghantarkan arus listrik. Logam yang digunakan adalah emas dan platina karena bersifat inert sehingga tidak turut bereaksi dengan sampel.



BAB 3

METODE PENELITIAN

Langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini adalah :

1. Membuat nano polianilin (bentuk emeraldin terprotonasi) dengan metode polimerisasi interfasial melalui variasi kondisi (konsentrasi HCl, konsentrasi anilin, konsentrasi APS) serta karakterisasinya dengan PSA, SEM, spektrofotometri UV-Vis dan FT-IR.
2. Sulfonasi PANI menggunakan H₂SO₄ pekat menghasilkan emeraldin tersulfonasi.
3. Melakukan karakterisasi bentuk nano polianilin dan reaksinya dengan boraks.

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis nanoserat polianilin adalah monomer anilin, ammonium peroxydisulphide (NH)₄S₂O₈ sebagai oksidan atau inisiator polimerisasi, HCl sebagai doping sumber proton (H⁺), toluena sebagai fasa organik, boraks, N-metil pirolidon (NMP), larutan NaOH 0,1 M, bubuk seng, aseton teknis, aquades, H₂SO₄.

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium, neraca timbang analisis, thermometer mikro 0-100 °C, *heating mantel*, kondensor, labu bulat, oven, *magnetic stirrer*, *stirrer bar*, pH meter, *hotplate*, sonikator, desikator, kertas saring. Digunakan FT-IR, spektrofotometri UV-Vis, PSA, dan SEM untuk karakterisasi.

3.3 Penyiapan Larutan

Pemurnian Anilin

Anilin yang akan digunakan terlebih dahulu dimurnikan dengan cara destilasi, yaitu dengan memasukkan 12 gram serbuk seng (Zn) dan 20 mL anilin kedalam labu destilasi kemudian labu tersebut dipanaskan dalam heating mantel dan proses destilasi dilakukan dalam kondisi vakum.

Larutan Ammonium Peroksidisulfat (APS)

Larutan ammonium peroksidisulfat dibuat tanpa terlebih dahulu membuat larutan induknya dan selalu digunakan pada kondisi segar. Sejumlah padatan yang diperlukan ditimbang lalu dilarutkan dalam HCl sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan.

Larutan NaOH

Larutan NaOH 0,1 M dibuat dengan menimbang 0,1999 g NaOH dan dilarutkan kedalam labu ukur 50 mL hingga tanda batas. Larutan NaOH tersebut distandardisasi dengan KHP menggunakan indikator fenolftalein.

3.4 Eksperimental

3.4.1 Sintesis Nanoserat Polianilin

Langkah-langkah yang dilakukan untuk mensintesis nanoserat polianilin adalah sebagai berikut. Pertama, dibuat dua larutan secara terpisah, yaitu larutan toluena yang ditambahkan monomer anilin sebagai fasa organik dan larutan HCl yang ditambahkan oksidan $(\text{NH})_4\text{S}_2\text{O}_8$ sebagai fasa air (*aqueous*). Kedua larutan dicampurkan ke dalam satu wadah kimia tanpa diaduk, dan karena perbedaan fasa maka akan terbentuk dua lapisan larutan, larutan toluena-anilin berada di atas dan larutan HCl- $(\text{NH})_4\text{S}_2\text{O}_8$ berada di sebelah bawah. Proses ini dibiarkan sepanjang malam untuk memberikan waktu terjadi polimerisasi. Produk berupa endapan polianilin dikumpulkan dan dimurnikan dengan sentrifugasi, kemudian dicuci dengan

menggunakan HCl 0,2 M dan aseton. Selanjutnya dikeringkan di dalam oven suhu 60° sehingga akhirnya diperoleh bubuk polianilin bentuk emeraldin terprotonasi (Jiaxiang dan Kaner, 2003).

3.4.1.1 Pengaruh Konsentrasi HCl

Pengaruh konsentrasi HCl sebagai dopan dalam proses polimerisasi dipelajari dengan melakukan variasi konsentrasi HCl. Percobaan dilakukan dengan menggunakan larutan HCl sebanyak 10 mL dengan variasi konsentrasi 0,1M, 0,5M, 1M, 1,5M, dan 3M. Sedangkan reagen lain dibuat tetap, yaitu 0,2 mL anilin (2,19 mmol), APS sebanyak 0,12 gram (0,526 mmol), dan 10 mL toluena.

3.4.1.2 Pengaruh Perbandingan Rasio Mol APS dan Anilin

Setelah mengetahui konsentrasi HCl yang tepat untuk menghasilkan PANI dengan ukuran partikel terkecil, selanjutnya dilakukan variasi perbandingan rasio mol APS dan anilin. Rasio mol APS dan anilin yang digunakan adalah 1, 0,5, 0,24, 0,1, dan 0,05, dengan anilin, toluena, dan HCl tetap yaitu anilin 2.19 mmol, toluena dan HCl masing-masing 10 mL. APS yang digunakan adalah 2.19, 1.1, 0.526, 0.216, 0.11 mmol.

3.4.1.3 Pengaruh Konsentrasi Reagen

Setelah mengetahui konsentrasi HCl dan perbandingan rasio mol APS/anilin yang menghasilkan partikel dengan diameter terkecil, selanjutnya konsentrasi reagen (APS dan anilin) dinaikkan sebesar 2 kali dan 4 kali dengan perbandingan rasio mol APS/anilin yang tetap (dimana menghasilkan ukuran partikel terkecil). Toluena dan HCl yang digunakan tetap yaitu masing-masing 10 mL.

3.4.1.4 Pengaruh konsentrasi Anilin

Pengaruh konsentrasi anilin dilihat dengan menaikkan konsentrasi anilin sebesar 2 kali dan 4 kali sedangkan APS, HCl, dan toluena dibuat tetap. APS yang digunakan adalah 0.05 gram (0.22 mmol), HCl 10 mL, dan toluena 10 mL.

3.4.1.5 Pembuatan Emeraldin Basa

Emeraldin basa dibuat dengan mencampurkan 0,9 gram emeraldin terprotonasi dengan 50 mL NaOH 0,1 M dan mengaduknya selama 5 jam. Kemudian, bubuk yang terbentuk disaring dan dicuci dengan 75 mL larutan NaOH 0,1 M dan 75 mL aquades. Lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

3.4.1.6 Pembuatan Emeraldin Tersulfonasi 1

Pembuatan emeraldin tersulfonasi 1 dilakukan dengan mereaksikan 0.02 gram (0.215 mmol) emeraldin basa dengan 0.28 mL H₂SO₄ pekat (5.375 mmol) sambil diaduk pada suhu 5°C, lalu distirer selama 2 jam. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam 2 mL metanol dan diletakkan dalam bak es pada suhu 10-20°C. Selanjutnya 1 mL aseton ditambahkan ke dalam larutan tersebut. Bubuk yang terbentuk disaring dan dicuci dengan metanol sampai memperoleh filtrat jernih. Bubuk dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

3.4.1.7 Pembuatan Emeraldin Tersulfonasi 2

Pembuatan emeraldin basa tersulfonasi 2 dilakukan secara langsung dan bertahap dengan mereaksikan 0.02 gram (0.215 mmol) emeraldin basa dengan 0.57 mL H₂SO₄ pekat (10.75 mmol) sambil diaduk pada suhu 5°C, lalu diaduk selama 2 jam. Larutan tersebut dimasukkan kedalam 2 mL metanol dan diletakkan dalam bak es pada suhu 10-20°C. Selanjutnya 1 ml aseton ditambahkan kedalam larutan tersebut. Bubuk yang terbentuk disaring dan dicuci dengan metanol sampai memperoleh filtrat jernih. Bubuk dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

3.4.2 Karakterisasi PANI dan PANI Termodifikasi

Karakterisasi dilakukan dengan menentukan % konversi, diameter partikel rata-rata dengan PSA, morfologi partikel dengan SEM, serta spektrofotometer UV-Vis dan FTIR.

3.4.2.1 Pengukuran % Konversi Anilin Menjadi PANI

Pengukuran % konversi dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak monomer anilin yang terpolimerisasi menjadi polianilin. %konversi anilin dihitung dengan cara berikut: $\frac{\text{berat endapan}}{\text{berat anilin teoritis}} \times 100\%$

Dimana berat anilin teoritis = volume anilin x massa jenis anilin
 Massa jenis anilin = 1,02gram/mL.

3.4.2.2 Pengukuran % Konversi Sulfonasi

Pengukuran % konversi sulfonasi dari emeraldin basa menjadi emeraldin tersulfonasi dilakukan untuk mengetahui berapa % SO₃H sudah tersubstitusi pada emeraldin basa. % konversi sulfonasi dihitung dengan cara berikut:

$$\frac{\text{mmol SO}_3\text{H tersulfonasi}}{\text{mmol emeraldin basa}} \times 100\%$$

$$\text{mmol SO}_3\text{H} = \frac{\text{berat PANI tersulfonasi} - \text{berat PANI}}{\text{Mr SO}_3\text{H}}$$

Dimana Mr emeraldin basa= 92 gram/mol

Mr SO₃H=81.06 gram/mol

Mr emeraldin tersulfonasi 1= 172 gram/mol

Mr emeraldin tersulfonasi 1= 252 gram/mol

3.4.2.3 Pengukuran PANI dan PANI Termodifikasi dengan Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR

Semua bentuk nanoserat PANI dilarutkan dalam pelarut N-metil Pirolidon sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan, kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran dengan FT-IR dilakukan dengan menumbuk bubuk tersebut bersama bubuk KBr kemudian dibuat pelet dan diukur persen transmittannya.

3.4.2.4 Pengukuran PANI dengan PSA

Particle size analyzer yang digunakan memiliki rentang pengukuran partikel dengan skala mikron. Pertama-tama sampel PANI di dispersikan dalam akuades dan

dilakukan sonifikasi untuk memecah partikel. Ke dalam kuvet atau wadah sampel, dimasukkan aquades hingga menutupi lensa kuvet. Selanjutnya wadah diletakkan pada tempatnya. Sampel dimasukkan ke dalam kuvet hingga level *obscuration* pada alat yang terlihat pada layar komputer menunjukkan angka 9-12%. Selanjutnya stirer dinyalakan selama beberapa detik untuk mendispersikan sampel polianilin di dalam wadah. Stirer dimatikan lalu pengukuran ukuran partikel sampel dilakukan. Sebelum melakukan pengukuran terhadap sampel, dilakukan proses *align* secara otomatis untuk mengatur posisi laser yang akan ditembakkan ke dalam kuvet, agar kekuatan laser yang masuk ke detektor cukup besar. Serta melakukan pengukuran *background*, yakni pengukuran terhadap aquades tanpa sampel.

3.4.2.5 Pengukuran PANI dengan SEM

Langkah yang dilakukan adalah melapisi sampel PANI yang kering dengan platina atau biasa disebut *coating* platina. Sampel diletakkan dalam holder yang sudah dilapisi isolatip karbon. Setelah itu mengamati sampel yang telah dilapisi dengan menggunakan SEM pada tegangan 20 kV dengan menggunakan perbesaran 20.000 dan 50.000.

3.4.3 Reaksi Nano PANI/ Modifikasi Nano PANI Termodifikasi dengan Boraks

Semua bentuk nanoserat PANI yang stabil dilarutkan dalam pelarut N-metil Pirolidon kemudian direaksikan dengan variasi konsentrasi boraks yaitu 10ppm, 20ppm, 30ppm, 40ppm, 50ppm dan 100ppm. Campuran tersebut diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses polimerisasi pembuatan nanoserat polianilin yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan metode polimerisasi interfisial. Proses polimerisasi terbentuk pada batas antarmuka (*interface*) antara fasa organik yang mengandung anilin-pelarut organik dan fasa air yang mengandung oksidan-dopan proton. Polimerisasi interfisial akan menghasilkan partikel dengan ukuran kecil (nano) dalam bentuk serat-serat (Huang dan Kaner, 2005). Faktor-faktor yang mempengaruhi ukuran partikel dalam polimerisasi interfisial antar lain jenis dopan, konsentrasi dopan, konsentrasi inisiator, dan konsentrasi monomer. Oleh karena itu perlu dipelajari pengaruh faktor-faktor tersebut untuk mendapatkan partikel dengan ukuran yang paling kecil, yang diharapkan bisa meningkatkan sensitivitas dari PANI sebagai indikator/reagen adanya boraks dalam larutan. Dopan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl dengan berbagai konsentrasi.

Boraks dalam larutan bersifat basa maka bentuk PANI yang bisa digunakan sebagai indikator boraks adalah bentuk PANI terprotonasi (garam emeraldin) yang bersifat asam. Peningkatan keasaman PANI terprotonasi melalui modifikasinya dengan H₂SO₄ pekat (sulfonasi) diharapkan dapat menjadikan PANI suatu indikator yang lebih sensitif untuk boraks. Sulfonasi dilakukan dengan mengubah ES menjadi EB, selanjutnya EB menjadi emeraldin tersulfonasi. Reaksi sulfonasi dilakukan dengan mereaksikan EB dengan sejumlah mol H₂SO₄ pekat menghasilkan emeraldin sulfonasi 1 dan EB dengan jumlah mol H₂SO₄ pekat 2 kali lebih besar dari H₂SO₄ pekat yang digunakan pada emeraldin sulfonasi 1, menghasilkan emeraldin sulfonasi 2. Pengaruh sulfonasi dan kadar sulfonasi dipelajari mengenai sensitivitasnya terhadap boraks.

Pengaruh berbagai kondisi polimerisasi terhadap ukuran partikel diamati dengan PSA dan spektra UV-Vis. PSA memberikan informasi mengenai diameter rata-rata partikel dan distribusi ukuran partikel dalam suatu sampel. Percobaan

dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi HCl sebagai dopan, variasi perbandingan rasio mol APS/anilin, dan variasi konsentrasi reagen (APS dan anilin) dengan perbandingan rasio mol APS/anilin tetap. Karakterisasi terhadap PANI yang dihasilkan dilakukan dengan UV-Vis, FTIR, dan SEM untuk mengetahui ukuran partikel dan diameter PANI.

4.1 Polimerisasi Interfasial Polianilin

Proses polimerisasi interfasial terjadi antara dua permukaan larutan yang tidak bercampur. Anilin dilarutkan dalam toluena, sedangkan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ sebagai inisiator dilarutkan dalam HCl sebagai dopan proton. Saat kedua larutan anilin-toluena dan HCl- $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ dicampurkan ke dalam satu wadah gelas kimia, kedua larutan terpisah karena berbeda fasa, larutan anilin-toluena berada di lapisan atas dan larutan HCl- $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ berada di lapisan bawah. Beberapa menit setelah pencampuran, proses polimerisasi segera berlangsung pada batas kedua fasa larutan dan berdifusi ke sebelah bawah (fasa air). Mula-mula terbentuk polianilin berwarna biru di batas antar permukaan karena belum terprotonisasi dan berubah menjadi hijau setelah bereaksi dengan HCl dan terbentuklah garam emeraldin. Pada saat yang sama, warna lapisan organik di sebelah atas berubah warna menjadi oranye kemerahan akibat pembentukan oligomer anilin. Proses ini dibiarkan sepanjang malam untuk memberikan waktu terjadi polimerisasi yang lebih sempurna. Produk berupa endapan polianilin berwarna hijau gelap terkumpul pada bagian bawah wadah. Proses perubahan warna yang terjadi selama proses polimerisasi seperti pada gambar 4.1.



Gambar 4. 1 Perubahan warna dalam proses polimerisasi interfasial

Produk yang diperoleh merupakan bentuk emeraldin terprotonasi yang berwarna hijau gelap. Produk dipisahkan dari sisa reaksi dengan cara di sentrifugasi

lalu dicuci dengan menggunakan HCl 0,2M dan aseton. HCl digunakan untuk menghilangkan monomer dan oksidan yang masih ada. Selain itu juga membuat protonasi PANI dengan *counter ion* klorida menjadi lebih seragam. Sedangkan pencucian dengan aseton dilakukan untuk menghilangkan intermediet senyawa organik dengan BM yang rendah dan oligomer (Stejskal, 2002).

4.2 Sintesis Nanofiber Polianilin

4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Dopan HCl

Konsentrasi larutan asam yang digunakan sebagai dopan dalam polimerisasi interfasial berpengaruh terhadap morfologi dari nanoserat PANI yang dihasilkan (Bitao Su, et al, 2007). Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dopan, maka dilakukan variasi konsentrasi HCl, yaitu menggunakan HCl 0.1M, 0.5M, 1M, dan 1.5M dengan perbandingan rasio mol APS/anilin dan toluena yang tetap yaitu 0.24 dan toluena sebanyak 10 ml. Kemudian diameter produk yang diperoleh diukur dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA). Hasil yang diperoleh terdapat dalam Tabel 4.1 dibawah ini.

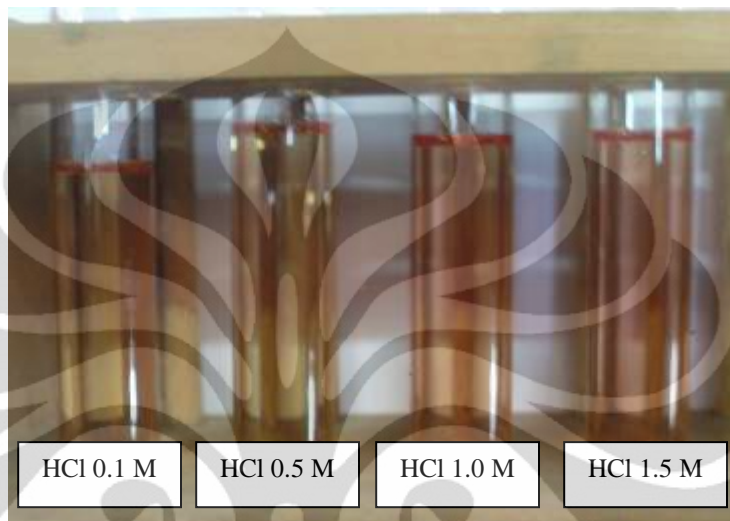
Tabel 4.1 Pengaruh Konsentrasi HCl

| HCl 10ml (M) | Berat endapan (g) | %Konversi | Diameter partikel rata2 (μm) | % volume | |
|-----------------|----------------------|-----------|---|------------------|-------------------|
| | | | | <1 μm | <10 μm |
| 0,1 | 0.0505 | 24.75 | 1.428 | 44.8 | 100 |
| 0,5 | 0.0518 | 25.39 | 1.276 | 56.5 | 100 |
| 1 | 0.0453 | 22.21 | 1.117 | 63.7 | 100 |
| 1,5 | 0.0439 | 21.52 | 1.069 | 63.8 | 100 |

Dari Tabel 4.1 dapat dikatakan semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan maka diameter partikel rata-rata PANI akan semakin kecil dan % konversi juga semakin kecil. Hal ini mungkin terjadi karena semakin tinggi konsentrasi asam maka semakin cepat proses protonasi dan proses pembentukan garam emeraldin, yang akan bermigrasi ke fasa air sehingga proses terminasi rantai polimer pun menjadi semakin cepat dan PANI yang dihasilkan berukuran kecil. Ukuran partikel yang terbentuk

semakin kecil menyebabkan berat yang di dapat juga semakin kecil (% konversi semakin kecil dengan kenaikan konsentrasi HCl).

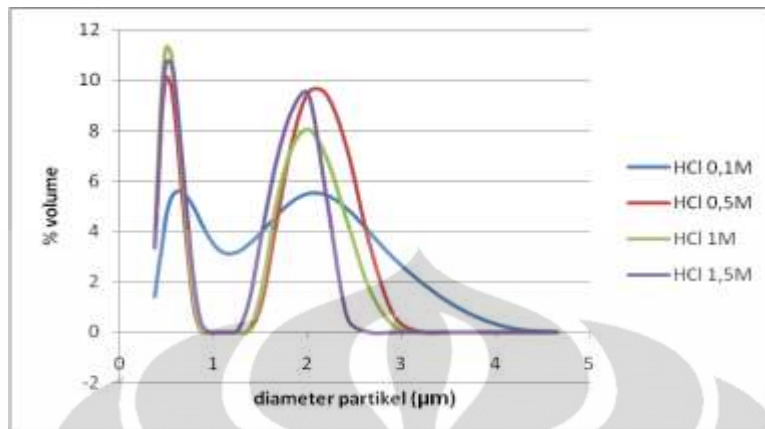
Secara visual, perubahan warna yang terjadi pada lapisan organik dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Warna lapisan organik setelah polimerisasi.

Pada gambar diatas terlihat semakin besar konsentrasi HCl maka warna lapisan organik sisa polimerisasi semakin berwarna oranye kemerahan yang berarti semakin banyak sisa oligomer anilin. Hal ini mungkin terjadi karena semakin besar konsentrasi HCl maka semakin cepat terjadinya terminasi, sehingga anilin yang belum terpolimerisasi juga semakin banyak.

Pengaruh konsentrasi asam terhadap distribusi ukuran partikel yang diperoleh dapat dilihat dalam Gambar 4.3.

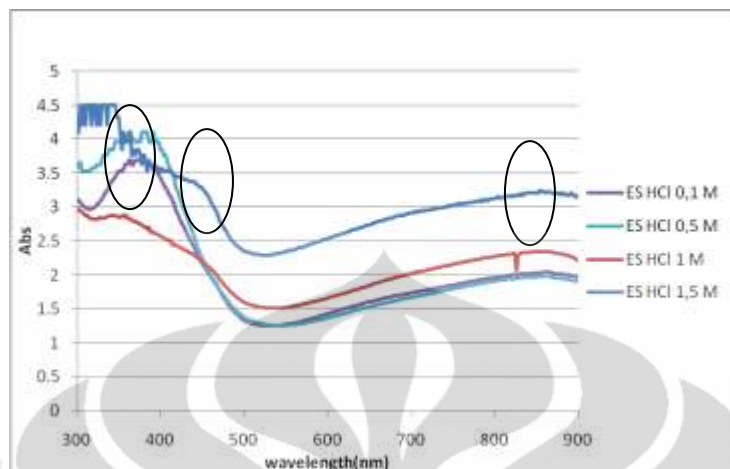


Gambar 4. 3 Distribusi ukuran partikel emeraldine terprotonasi dengan variasi konsentrasi HCl.

Dari gambar diatas, PANI yang dihasilkan dengan berbagai konsentrasi HCl masih bimodal, dimana terdapat dua puncak kurva yang terjadi akibat adanya ukuran partikel yang dominan pada dua rentang diameter partikel. Bentuk kurva yang monomodal ataupun bimodal, ditentukan dari distribusi ukuran partikel yang terbentuk. Semakin seragam ukuran partikel, semakin sempit kurva dalam bentuk monomodal.

Pada konsentrasi HCl yang rendah, kurva melebar ke kanan dan dalam bentuk bimodal. Semakin besar konsentrasi HCl maka kurva semakin sempit mendekati bentuk monomodal, yang berarti ukuran partikel semakin seragam, pergeseran kurva kearah kiri menunjukkan partikel yang berukuran lebih kecil mempunyai % volume di daerah diameter $< 1 \mu\text{m}$ yang lebih tinggi. Artinya, semakin besar konsentrasi HCl, distribusi partikel yang terbentuk semakin monomodal dengan ukuran partikel semakin kecil.

Endapan yang dihasilkan berupa garam emeraldin yang berwarna hijau selanjutnya dilarutkan dalam larutan NMP kemudian dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dan dihasilkan spektra seperti Gambar 4.4.



Gambar 4. 4 Spektra serapan garam emeraldin konsentrasi 0,1 % dalam larutan NMP.

Pada gambar dilihat munculnya tiga puncak serapan pada sekitar 330 nm, 420 nm, dan 800 nm yang menunjukkan bahwa endapan yang terbentuk ialah garam emeraldin. Absorpsi pada sekitar 330 nm bersesuaian dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari bagian benzenoid, absorpsi pada sekitar 420 nm bersesuaian dengan transisi polaron $\rightarrow \pi^*$, sedangkan transisi pada sekitar 800 nm bersesuaian dengan transisi pita $\pi \rightarrow$ polaron. Semakin tinggi konsentrasi HCl, absorbansi disekitar 420 nm dan 800 nm semakin kuat yang menunjukkan bahwa protonasi pada garam emeraldin semakin besar.

Dari gambar diatas dapat terlihat bahwa dengan menggunakan konsentrasi larutan garam emeraldin yang sama, meningkatnya konsentrasi HCl maka absorbansi juga meningkat. Hal ini mungkin berhubungan dengan seberapa banyak PANI yang larut dalam NMP. Semakin kecil ukuran partikel karena naiknya konsentrasi HCl (Tabel 4.1) maka semakin besar kelarutannya sehingga absorbansi yang terbaca juga semakin besar. Dari hasil percobaan ini, partikel terkecil diperoleh saat menggunakan HCl dengan konsentrasi 1,5M.

4.2.2 Pengaruh Perbandingan Rasio mol APS/anilin

Dengan menggunakan konsentrasi HCl 1,5M, dipelajari mengenai pengaruh perbandingan rasio mol APS/anilin. Untuk mengetahui pengaruh perbandingan rasio

mol APS/anilin, dilakukan variasi konsentrasi APS dengan menggunakan perbandingan rasio mol APS/anilin 1, 0.5, 0.24, 0.1, 0.05 dengan anilin sebesar 2.19 mmol dan HCl 15 mmol (10 mL HCl 1,5M) yang dibuat tetap. Konsentrasi APS sebagai inisiator dalam proses polimerisasi berpengaruh terhadap ukuran partikel nanoserat yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh terdapat pada Tabel 4.2.

Tabel 4. 2 Pengaruh variasi perbandingan mol APS/anilin

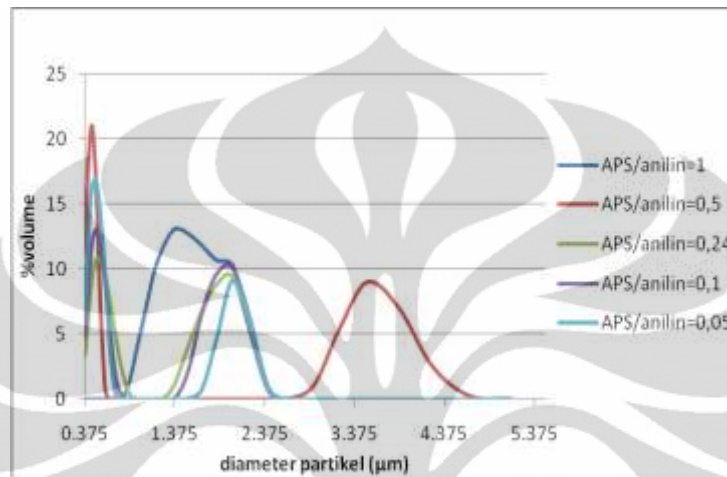
| APS/Anilin | Berat endapan (g) | %Konversi | Diameter partikel rata2 (μm) | % volume | |
|------------|-------------------|-----------|---|------------------|-------------------|
| | | | | <1 μm | <10 μm |
| 1 | 0.0883 | 43.28 | 1.593 | 3.46 | 100 |
| 0.5 | 0.063 | 30.88 | 1.304 | 74.8 | 100 |
| 0.24 | 0.0439 | 21.52 | 1.069 | 63.7 | 100 |
| 0.1 | 0.0198 | 9.71 | 1.034 | 65.6 | 100 |
| 0.05 | 0.013 | 6.37 | 0.852 | 79.6 | 100 |

Dengan menggunakan konsentrasi anilin yang tetap, naiknya perbandingan rasio APS/anilin disebabkan oleh naiknya konsentrasi APS. Dari Tabel 4.2 dapat dikatakan semakin besar perbandingan rasio APS/anilin maka diameter partikel rata-rata PANI akan semakin besar sejalan dengan konsentrasi APS yang semakin besar. Meningkatnya diameter partikel ini disebabkan karena semakin banyak inisiator yang ditambahkan yang menyebabkan kecepatan pembentukan radikal makin cepat (Urban, 2002). Dengan makin cepatnya pembentukan radikal, kecepatan polimerisasi pun bertambah, sehingga memperbesar ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin banyak jumlah inisiator, akan memicu pembentukan *secondary nucleation* yang nantinya menentukan distribusi ukuran partikel yang multimodal (Schneider, 2002). Berat endapan yang diperoleh semakin besar dengan meningkatnya rasio APS/anilin. Hal ini terjadi karena ukuran partikel yang juga semakin besar sehingga endapan yang dihasilkan menjadi bertambah dengan naiknya konsentrasi APS.

Dari hasil PSA pada Tabel 4.2 terlihat bahwa semakin kecil rasio APS/anilin maka kurva dengan diameter partikel <1 μm menunjukkan % volume yang lebih besar. Hal ini menunjukkan ukuran partikel yang kecil semakin dominan didalam

PANI. Dengan perbandingan rasio mol APS/anilin yang lebih kecil, %konversi juga semakin kecil.

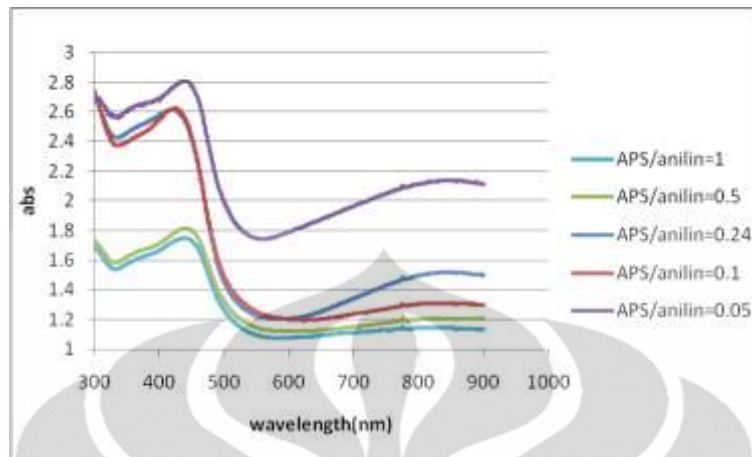
Distribusi ukuran partikel pada berbagai konsentrasi APS/anilin terdapat pada Gambar 4.5



Gambar 4. 5 Distribusi ukuran partikel emeraldin terprotonasi dengan variasi konsentrasi APS.

Pada gambar diatas terlihat kurva dengan perbandingan rasio APS/anilin paling kecil semakin sempit dan bergeser ke kiri dengan % volume yang semakin tinggi di daerah diameter partikel <1 μm. Hal ini menunjukkan, dengan perbandingan rasio APS/anilin semakin kecil maka partikel yang dihasilkan memiliki ukuran yang semakin seragam dengan ukuran partikel yang semakin kecil, yaitu <1 μm.

Emeraldin terprotonasi yang didapat kemudian dilarutkan dalam NMP+air dan diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Spektra serapan dari emeraldin terprotonasi yang diperoleh berdasarkan variasi perbandingan rasio mol APS/anilin dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4. 6 Spektra serapan garam emeraldin konsentrasi 0,08 % dalam larutan NMP+air yang dibuat dengan variasi perbandingan rasio mol APS/anilin.

Larutan emeraldin terprotonasi yang dibuat dengan konsentrasi yang sama yaitu 0,08% dalam larutan NMP+air dengan berbagai rasio mol APS/anilin menunjukkan pola serapan yang sama, namun berbeda pada nilai absorbansinya. Semakin kecil perbandingan rasio mol APS/anilin maka absorbansi semakin tinggi. Hal ini kemungkinan berhubungan dengan kelarutan endapan dalam pelarut.

Kelarutan partikel di dalam pelarut berhubungan dengan ukuran partikel tersebut. Semakin kecil ukuran partikel, kelarutannya akan semakin besar. Pada Gambar 4.6, absorbansi paling tinggi ditunjukkan oleh emeraldin terprotonasi dengan rasio APS/anilin paling kecil, yaitu 0.05, dimana pada rasio tersebut, memiliki diameter partikel paling kecil yang didapat dari hasil PSA adalah $0.825\mu\text{m}$. Ukuran partikel yang semakin kecil menyebabkan kelarutan partikel tersebut semakin besar sehingga absorbansi yang terlihat juga semakin besar.

4.2.3 Pengaruh Konsentrasi Reagen

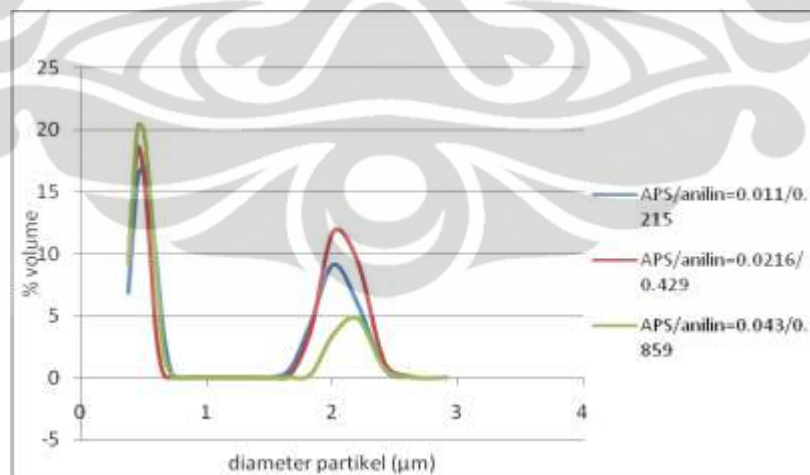
Dari percobaan sebelumnya ukuran partikel PANI terkecil adalah $0,825\mu\text{m}$ (Tabel 4.2) diperoleh dengan kondisi perbandingan rasio mol APS/anilin 0,05 dan menggunakan HCl dengan konsentrasi 1,5M (15 mmol). Untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dilakukan dengan menaikkan konsentrasi reagen, yaitu APS dan anilin. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi reagen terhadap ukuran partikel,

maka dilakukan peningkatan konsentrasi APS/anilin dengan perbandingan rasio mol APS/anilin sebesar 0,05, HCl 15mmol (10 ml HCl 1,5M), dan toluena 10 ml dibuat tetap.

Tabel 4. 3 Pengaruh peningkatkan konsentrasi APS/anilin.

| Rasio APS/anilin | APS (M) | Anilin (M) | %Konversi | Diameter partikel rata2 (μm) | % volume | |
|------------------|---------|------------|-----------|---|------------------|-------------------|
| | | | | | <1 μm | <10 μm |
| 0.05 | 0.011 | 0.215 | 6.37 | 0.852 | 79.2 | 100 |
| 0.05 | 0.0216 | 0.429 | 7.52 | 0.93 | 73.6 | 100 |
| 0.05 | 0.0431 | 0.859 | 5.82 | 0.664 | 90.8 | 100 |

Konsentrasi dari APS/anilin berpengaruh terhadap reaksi polimerisasi dan ukuran partikel yang terbentuk. Semakin besar konsentrasi reagen dengan perbandingan rasio mol APS/anilin dan mol HCl yang tetap, maka diameter rata-rata partikel akan semakin kecil dan %konversi juga semakin kecil. Hal ini mungkin terjadi karena proses pembentukan partikel menjadi lebih cepat daripada proses pertumbuhannya sehingga partikel yang terbentuk berukuran kecil-kecil. Distribusi ukuran partikel yang diperoleh dari PSA bisa dilihat pada Gambar 4.7.

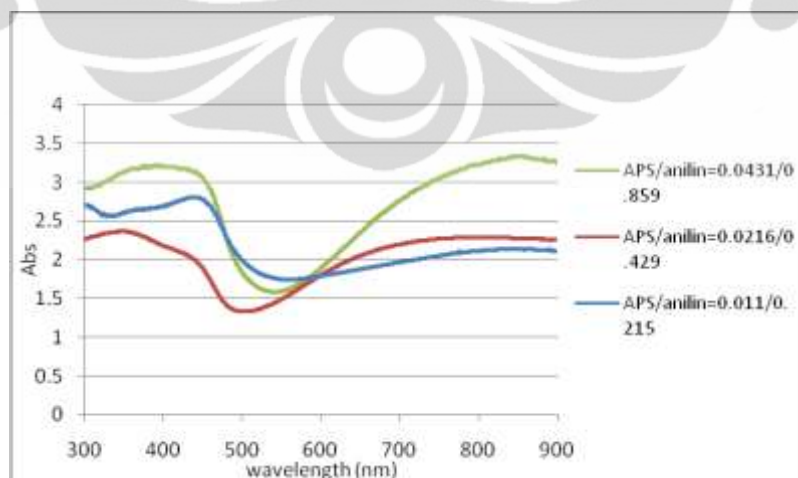


Gambar 4. 7 Pengaruh Konsentrasi Reagen terhadap Distribusi Ukuran Partikel.

Dari gambar diatas, PANI yang dihasilkan masih berbentuk bimodal, dimana terdapat dua puncak kurva yang terjadi akibat adanya ukuran partikel yang dominan

pada dua rentang diameter partikel, yaitu pada 0.4-0.7 μm dan 2-2.5 μm . Dengan menaikkan konsentrasi reagen, kurva distribusi ukuran partikel bergeser ke kiri dimana partikel dengan ukuran semakin kecil memiliki % volume yang semakin besar di daerah diameter <1 μm (Tabel 4.3). Hal ini menunjukkan ukuran partikel dalam endapan semakin kecil dengan menaikkan konsentrasi reagen. Bentuk kurva yang dihasilkan masih bimodal. Bentuk kurva yang monomodal ataupun bimodal, ditentukan dari distribusi ukuran partikel yang terbentuk. Distribusi ukuran partikel masih menyebar, sehingga dapat dikatakan ukuran partikel pada endapan masih belum homogen. Semakin seragam ukuran partikel, semakin sempit kurva dalam bentuk monomodal. Namun dibandingkan dengan distribusi ukuran partikel emeraldin terprotonasi dengan variasi konsentrasi APS (Gambar 4.4), distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dengan menaikkan konsentrasi reagen (Gambar 4.7) memperlihatkan kurva yang lebih sempit dalam bentuk monomodal dengan % volume semakin tinggi di daerah diameter partikel <1 μm . Hal ini menunjukkan bahwa partikel yang dihasilkan memiliki ukuran yang semakin seragam dengan diameter partikel <1 μm .

Endapan yang dihasilkan berwarna hijau dan larut dalam larutan NMP+air. Kemudian pada larutan dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dan dihasilkan spektra serapan garam emeraldin seperti Gambar 4.8.



Gambar 4. 8 Spektra serapan garam emeraldin berdasarkan kenaikan konsentrasi APS/anilin dengan konsentrasi 0,06 % dalam larutan NMP+air.

Semakin besar konsentrasi APS/anilin maka absorbansi akan semakin meningkat. Hal ini menggambarkan, semakin tinggi konsentrasi reagen, ukuran partikel semakin kecil, sehingga kelarutannya pun akan semakin meningkat dan absorbansi yang terbaca semakin tinggi. Dalam konsentrasi yang sama, partikel dengan ukuran paling kecil akan menunjukkan absorbansi yang paling tinggi. Oleh karena itu, pada gambar terlihat, dengan naiknya konsentrasi reagen, absorbansi semakin tinggi karena ukuran partikelnya semakin kecil. Dari percobaan ini partikel terkecil diperoleh dengan menaikkan konsentrasi sebesar 4 kali, yaitu APS 0.0431M dan anilin 0.859M dengan perbandingan rasio mol APS/anilin tetap yaitu 0.05.

4.2.4 Pengaruh Kenaikkan Konsentrasi Anilin

Dengan mengamati data yang sudah diperoleh dari percobaan-percobaan sebelumnya, dimana kenaikan konsentrasi anilin saat konsentrasi APS tetap mempengaruhi ukuran partikel, maka dipelajari mengenai pengaruh konsentrasi monomer dalam polimerisasi interfasial terhadap diameter nanofiber yang dihasilkan. Dengan menggunakan dua data yang sudah didapat dari prosedur sebelumnya dimana mol APS (0,22 mmol) dan HCl (10 ml HCl 1,5M) dibuat tetap namun berbeda mol anilin, dilakukan peningkatan konsentrasi anilin untuk mengetahui pengaruh konsentrasi anilin terhadap ukuran partikel PANI yang dihasilkan.

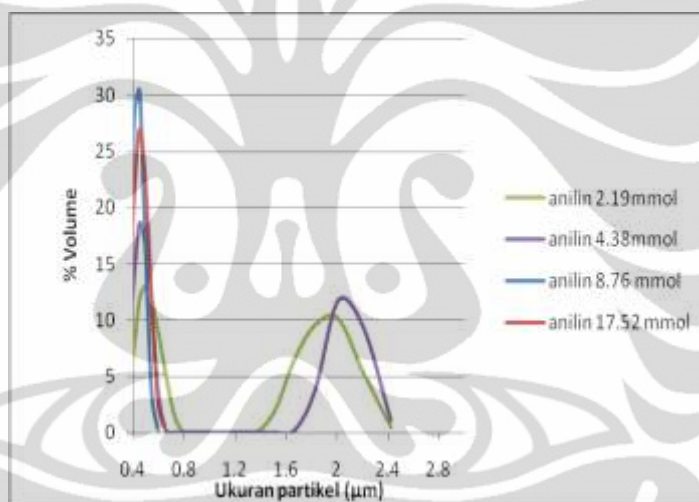
Tabel 4. 4 Pengaruh peningkatan konsentrasi anilin (APS tetap)

| Anilin(mmol) | Rasio APS/anilin | %Konversi | Diameter partikel rata2 (μm) | % volume | |
|--------------|------------------|-----------|---|------------------|-------------------|
| | | | | <1 μm | <10 μm |
| 2.19 | 0.1 | 9.71 | 1.034 | 65.6 | 100 |
| 4.38 | 0.05 | 7.52 | 0.93 | 73.6 | 100 |
| 8.76 | 0.025 | 3.92 | 0.456 | 100 | 100 |
| 17.52 | 0.0125 | 1.65 | 0.478 | 100 | 100 |

Dari Tabel 4.4 dapat dilihat, semakin besar konsentrasi anilin maka semakin kecil diameter partikel yang didapat melalui karakterisasi menggunakan PSA.

Dengan menaikkan konsentrasi monomer maka perbandingan rasio mol APS/anilin semakin kecil. Jumlah APS yang kecil memperlambat pembentukan radikal kation yang bisa menghambat waktu polimerisasi sehingga partikel yang dihasilkan berukuran kecil-kecil. Selain itu anilin merupakan reduktor dalam tahap polimerisasi PANI yang akan mereduksi rantai polimer yang sedang mengalami propagasi, sehingga semakin besar konsentrasi anilin maka rantai polimer semakin cepat tereduksi dan mengalami terminasi. Oleh karena itu partikel yang terbentuk berukuran kecil-kecil.

Distribusi ukuran partikel berdasarkan kenaikan konsentrasi anilin yang diperoleh dengan menggunakan PSA terdapat pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9 Distribusi ukuran partikel emeraldin terprotonasi dengan menaikkan konsentrasi anilin.

Dari gambar diatas terlihat bahwa semakin seragam ukuran partikel maka semakin sempit kurva dalam bentuk monomodal, dimana % volumenya semakin tinggi di daerah partikel dengan diameter $<1\mu\text{m}$. Gambar tersebut menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi monomer maka distribusi partikelnya semakin sempit dan bergeser ke kiri artinya ukuran partikel dari nanoserat PANI yang terbentuk semakin seragam dengan ukuran yang juga lebih kecil. Kurva dalam bentuk monomodal diperoleh saat mol anilin dinaikkan menjadi 8,76 dan 17,52 mmol (perbandingan rasio mol APS/anilin 0,025 dan 0,0125). Emeraldin terprotonasi yang

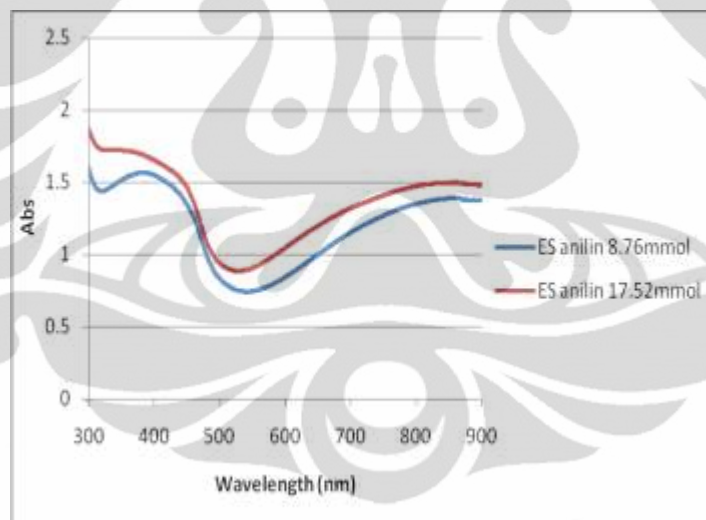
menunjukkan hasil diameter partikel terkecil, yaitu saat HCl 1.5 M, mol anilin 8.76 mmol, dengan perbandingan rasio mol APS/anilin 0.025. Emeraldin terprotonasi yang diperoleh pada kondisi ini digunakan untuk percobaan selanjutnya.

4.3 Karakterisasi Emeraldin Terprotonasi Berukuran Nano

Garam emeraldin yang menunjukkan kurva monomodal dari hasil karakterisasi menggunakan PSA, yaitu saat mol anilin dinaikkan menjadi 8,76 mmol dan 17,52 mmol (perbandingan rasio mol APS/anilin 0,025 dan 0,0125), selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan UV-Vis, FTIR, dan SEM.

4.3.1 Spektra Serapan UV-Vis Emeraldin Terprotonasi

Garam emeraldin yang dihasilkan berwarna hijau dan larut dalam larutan NMP+air. Kemudian pada larutan dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis dan dihasilkan spektra serapan garam emeraldin seperti gambar 4.10.



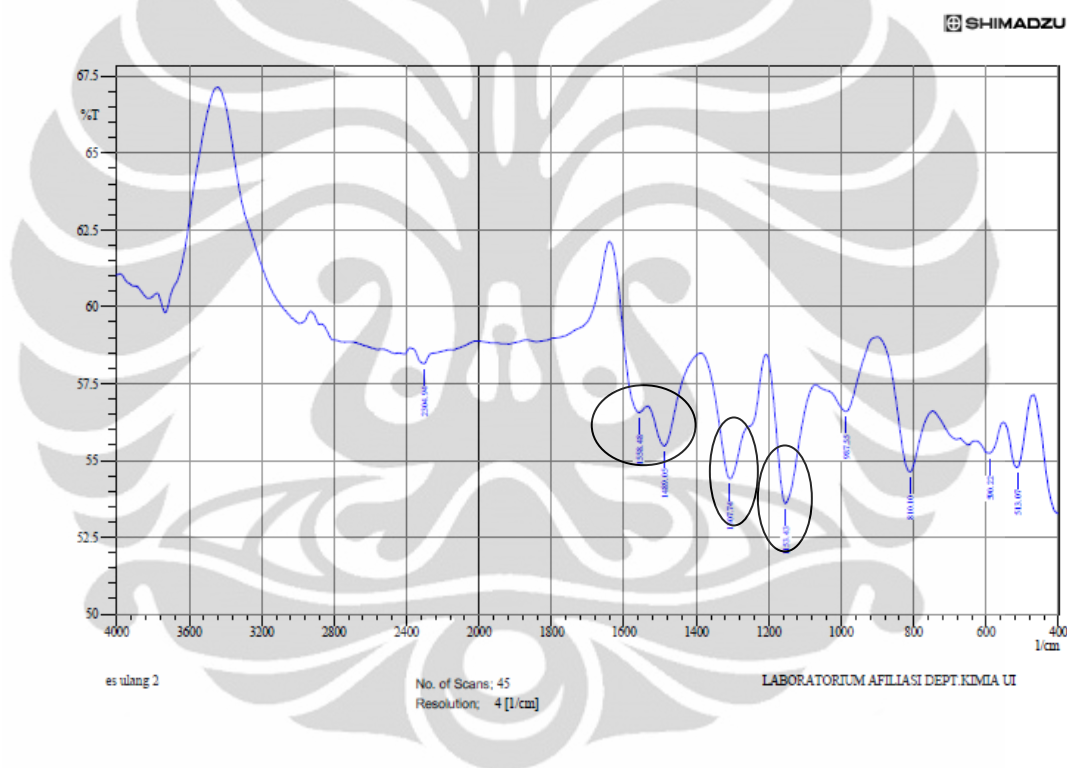
Gambar 4. 10 Spektra serapan emeraldin terprotonasi berdasarkan kenaikan konsentrasi anilin dengan konsentrasi 0.06% dalam larutan NMP+air.

Gambar diatas menunjukkan naiknya konsentrasi anilin mempengaruhi diameter nanofiber PANI yang terbentuk. Spektra yang terbentuk menunjukkan pola yang sama namun berbeda pada absorbansinya. Absorbansi meningkat dengan

meningkatnya konsentrasi anilin. Semakin kecil ukuran partikel maka kelarutannya akan semakin besar sehingga akan menunjukkan absorbansi yang semakin besar juga.

4.3.2 FT-IR Emeraldin Terprotonasi

Karakterisasi emeraldin terprotonasi menggunakan FT-IR dilakukan dengan menumbuk bubuk ES tersebut dengan bubuk KBr, lalu dibuat pelet dan dilakukan pengukuran, seperti terlihat pada Gambar 4.11

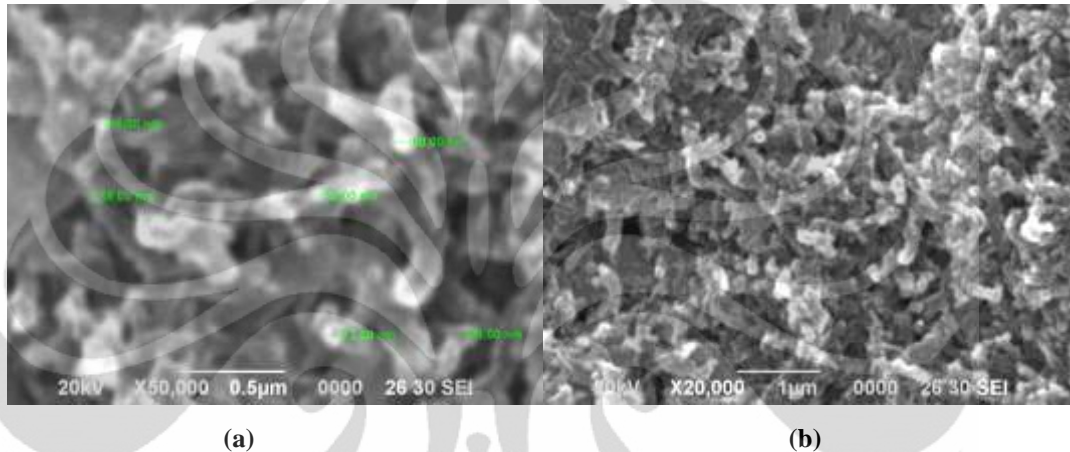


Gambar 4. 11 Spektrum serapan FT-IR emeraldin terprotonasi

Spektrum serapan FT-IR emeraldin terprotonasi diatas menunjukkan bahwa emeraldin terprotonasi telah terbentuk dengan adanya serapan pada sekitar 1500 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur C=C dari cincin benzenoid. Puncak lain yang terlihat adalah puncak pada 1153 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur C=N cincin quinoid terprotonasi dan juga terlihat adanya puncak pada 1300 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur C-N dengan konjugasi aromatik.

4.3.3 Morfologi Emeraldin Terprotonasi dengan SEM

Morfologi permukaan polianilin yang dihasilkan dengan ukuran terkecil pada Tabel 4.4 selanjutnya diamati dengan menggunakan mikroskop elektron (SEM). Morfologi permukaan polianilin diambil dengan menggunakan perbesaran 20.000 dan dengan 50.000 kali. Hasil pencitraan morfologi permukaan PANI ditunjukkan pada Gambar 4.12.



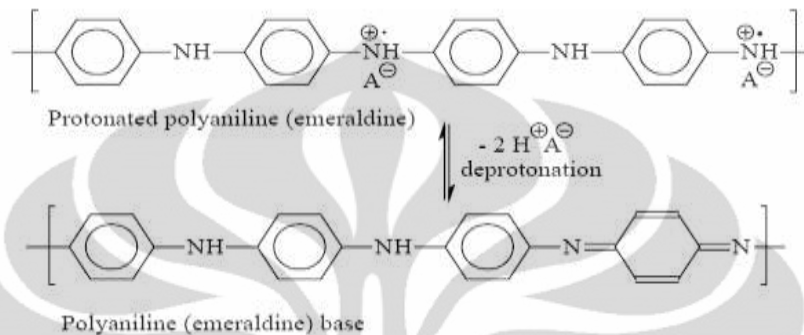
Gambar 4. 12 Citra SEM permukaan polianilin dengan perbesaran (a) 50.000 dan (b) 20.000

Gambar SEM diatas memperlihatkan struktur nano polianilin berbentuk serat dengan diameter beberapa puluh nanometer (sekitar 50 nm) dan juga berpori. Dapat diamati bahwa nanoserat-nanoserat tersebut saling bersilangan. Struktur polianilin yang berpori dan dengan serat-serat yang berukuran nano memungkinkan molekul-molekul (sebagai contoh molekul uap atau gas) dapat menembus lebih dalam dan berinteraksi dengan hampir seluruh serat-serat polianilin. Hal ini yang membuat nanoserat polianilin mempunyai sensitivitas lebih baik sebagai sensor atau indikator (Maddu, 2008).

4.4 Emeraldin Basa

Emeraldin basa terbentuk dari bubuk emeraldin terprotonasi yang dilarutkan dalam NaOH. Ketika garam emeraldin dilarutkan dalam NaOH, garam emeraldin mengalami deprotonasi yaitu pelepasan proton (H^+) yang diikuti pengikatan OH^- dari larutan NaOH, akibatnya garam emeraldin berubah menjadi emeraldin basa (EB)

yang berwarna biru. Emeraldin basa dapat diubah kembali menjadi emeraldin terprotonasi dengan asam-asam protonik seperti HCl. Proses ini disebut protonasi-deprotonasi atau *doping-dedoping*. Endapan EB yang dihasilkan berupa endapan berwarna biru. Proses doping dan dedoping terdapat pada Gambar 4.13.

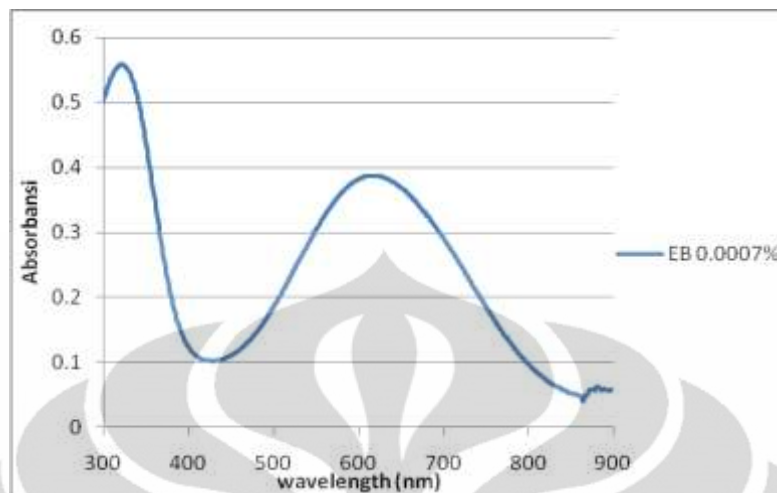


Gambar 4.13 Proses doping dedoping (Nascimento, 2005).

Sintesis emeraldin basa perlu dilakukan untuk membentuk emeraldin tersulfonasi. Sulfonasi pada PANI dilakukan melalui reaksi substitusi elektrofilik SO₃ pada cincin benzenoid dan sulit berlangsung pada cincin quinoid. Jumlah cincin quinoid paling tinggi terdapat di pernigranilin, lalu pada emeraldin, dan pada leukomeradlin tidak ada, sehingga bentuk PANI yang tepat untuk reaksi sulfonasi pada PANI adalah EB dan LB. Namun karena LB tidak stabil di lingkungan (mudah teroksidasi) maka reaksi sulfonasi dilakukan melalui EB. Karakterisasi emeraldin basa yang terbentuk dilakukan dengan mengamati spektrum UV-Vis dan FT-IR.

4.4.1 Karakterisasi EB dengan Spektrofotometer UV-Vis

Pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis terhadap emeraldin basa dilakukan dengan melarutkan emeraldin basa dalam campuran pelarut NMP+air yang menghasilkan larutan berwarna biru. Spektrum serapannya terdapat dalam Gambar 4.14.



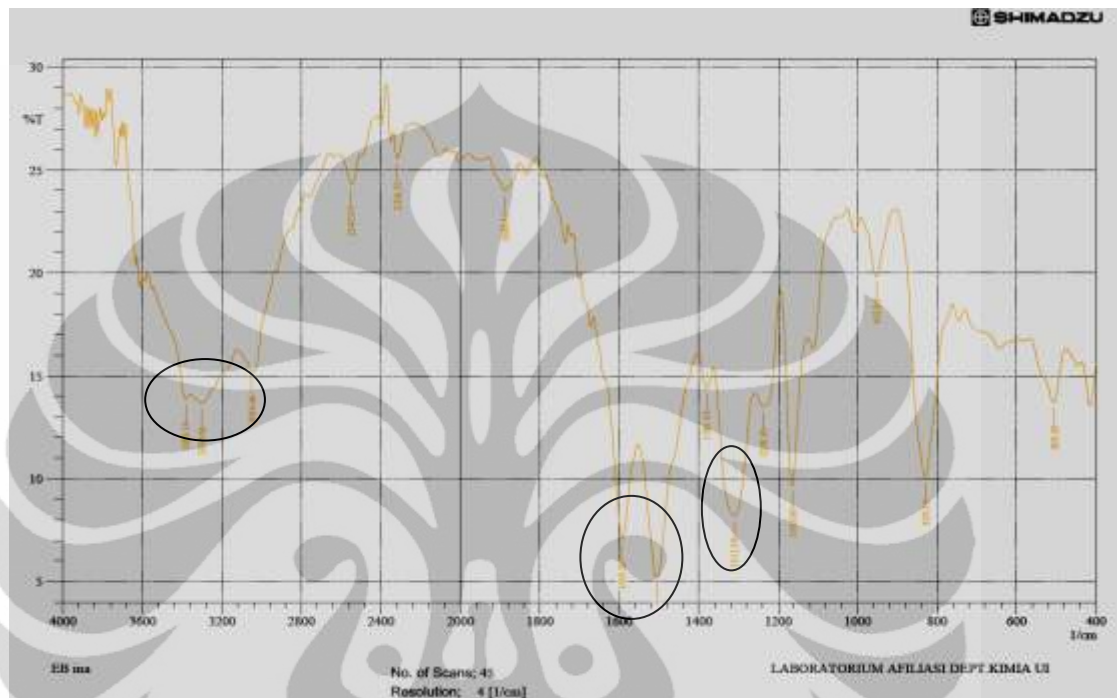
Gambar 4. 14 Spektrum serapan emeraldin basa dengan konsentrasi 0.0007% dalam larutan NMP+air.

Dari spektrum emeraldin basa di atas terlihat bahwa spektrum absorpsinya bergeser ke arah panjang gelombang lebih pendek dari bentuk awalnya yaitu emeraldin terprotonasi sehingga tidak lagi menyerap spektrum biru namun menyerap dengan kuat spektrum yang cukup lebar dari hijau hingga merah (600-700 nm). Spektrum serapan emeraldin basa menunjukkan adanya dua puncak serapan pada sekitar 300 nm dan 600 nm.

Proses deprotonasi atau dedoping dengan NaOH melalui pelepasan proton (H^+) dan pengikatan OH^- , menyebabkan struktur elektronik polianilin berubah, yaitu melebarnya celah pita energi. Hal ini yang menyebabkan spektrum absorpsinya bergeser ke daerah panjang gelombang lebih pendek, artinya celah pita energi optiknya berkurang ketika didoping atau diprotonasi. Pada sekitar 300 nm menunjukkan transisi $\pi-\pi^*$ dari bagian benzenoid dan pada sekitar 600 nm menunjukkan transisi elektron $\pi-\pi^*$ dari bagian quinoid.

4.4.2 Karakterisasi EB dengan Spektrofotometer FT-IR

Karakterisasi spektrofotometri FT-IR dari emeraldin basa terlihat pada Gambar 4.15.



Gambar 4. 15 Spektrum serapan FT-IR emeraldin basa

Spektrum FT-IR diatas memperlihatkan adanya puncak serapan karakteristik untuk emeraldin basa yaitu pada 1590 cm^{-1} dan 1500 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur C=C dari cincin quinoid dan benzenoid. Selain itu, juga terlihat puncak pada 3304 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur N-H dan juga terlihat puncak pada 1300 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur C-N dengan konjugasi aromatik.

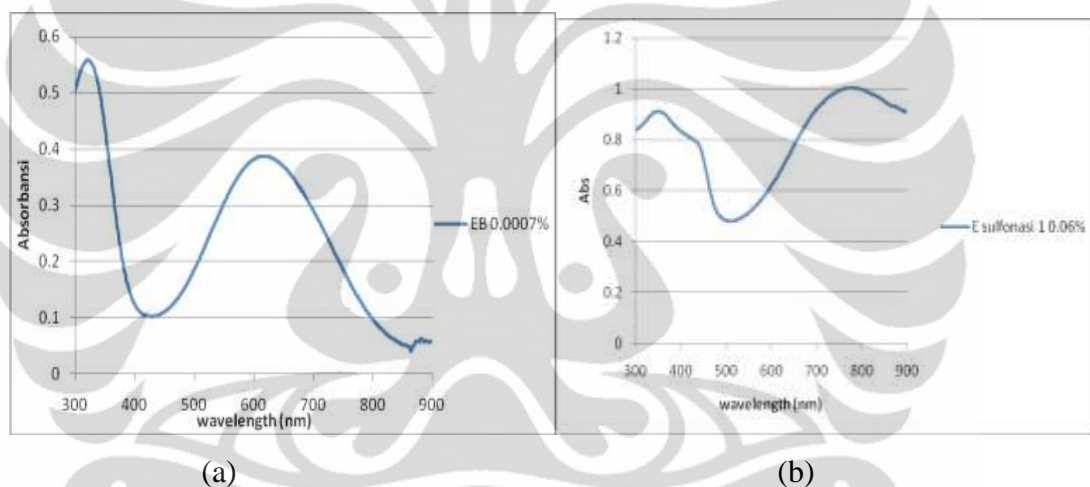
4.4 Sulfonasi Nanofiber Polianilin

Sulfonasi terhadap nanofiber PANI dilakukan dengan mereaksikan emeraldin basa dengan H_2SO_4 pekat melalui reaksi substitusi aromatik elektrofilik. Reaksi antara EB dengan sejumlah mol H_2SO_4 menghasilkan emeraldin tersulfonasi 1. Selain itu EB direaksikan dengan jumlah mol H_2SO_4 sebesar 2 kali dari H_2SO_4 yang digunakan pada emeraldin tersulfonasi 1, sehingga menghasilkan produk yang disebut emeraldin tersulfonasi 2.

4.4.1 Emeraldin Tersulfonasi 1

Emeraldin tersulfonasi 1 diperoleh dengan mereaksikan emeraldin basa dengan H_2SO_4 pekat dengan perhitungan pada lampiran 5. Bubuk yang dihasilkan berwarna hijau. Dari 0.02 gram (0.217 mmol) emeraldin basa ($M_r=92$ g/mol) dapat diperoleh 0.033 gram (0.191 mmol) emeraldin basa tersulfonasi ($M_r=173$ g/mol). Hasil ini menunjukkan SO_3H ($M_r=81,06$ g/mol) sudah tersubstitusi pada emeraldin basa dengan persen konversi sulfonasi sebesar 73.9%.

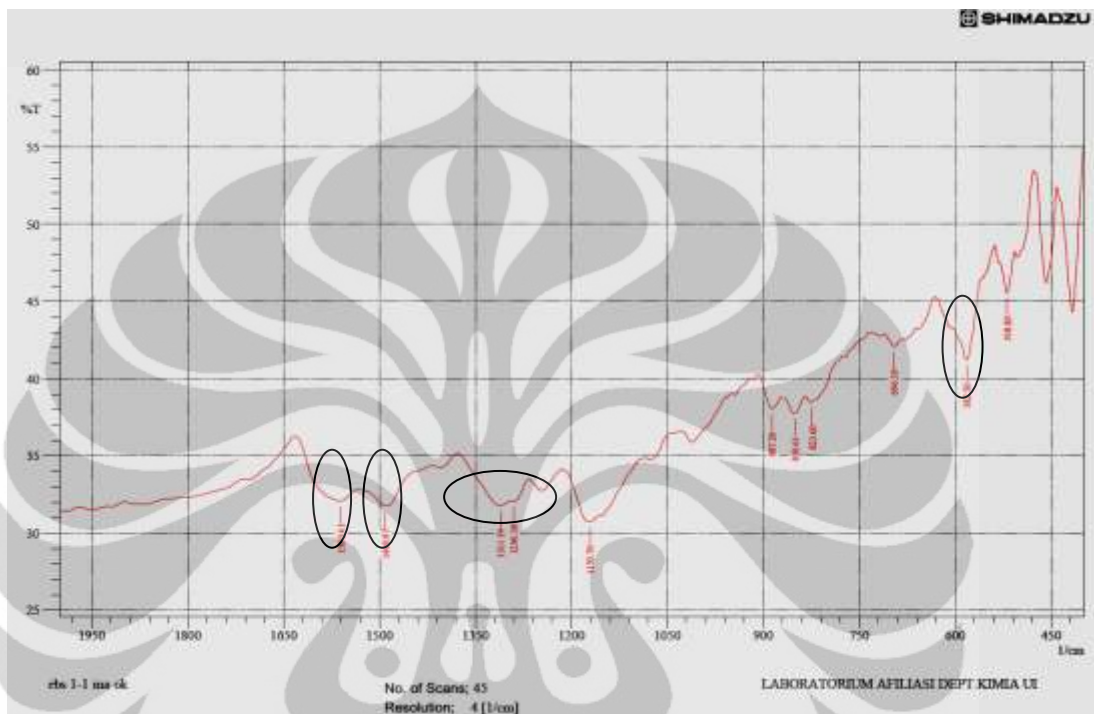
Selanjutnya dilakukan pengukuran terhadap emeraldin tersulfonasi dengan spektrofotometer UV-Vis dengan melarutkan bubuk tersebut dalam campuran pelarut NMP+air.



Gambar 4. 16 Spektrum serapan (a) emeraldin basa dan (b) emeraldin tersulfonasi 1 dalam larutan NMP+air.

Dari spektrum diatas terlihat adanya pergeseran puncak serapan ke panjang gelombang yang lebih besar pada emeraldin basa setelah disulfonasi, yaitu dari 600 nm menjadi sekitar 800 nm dan munculnya puncak serapan pada 420 nm menunjukkan adanya perubahan transisi π pada bagian quinoid menjadi keadaan polaron karena adanya substitusi elektrofilik (SO_3). Hal ini menunjukkan bahwa emeraldin basa telah berhasil disulfonasi.

Karakterisasi dengan spektrofotometri FT-IR dari emeraldin basa tersulfonasi 1 terlihat pada Gambar 4.17.



Gambar 4. 17 Spektrum serapan FT-IR emeraldin tersulfonasi 1

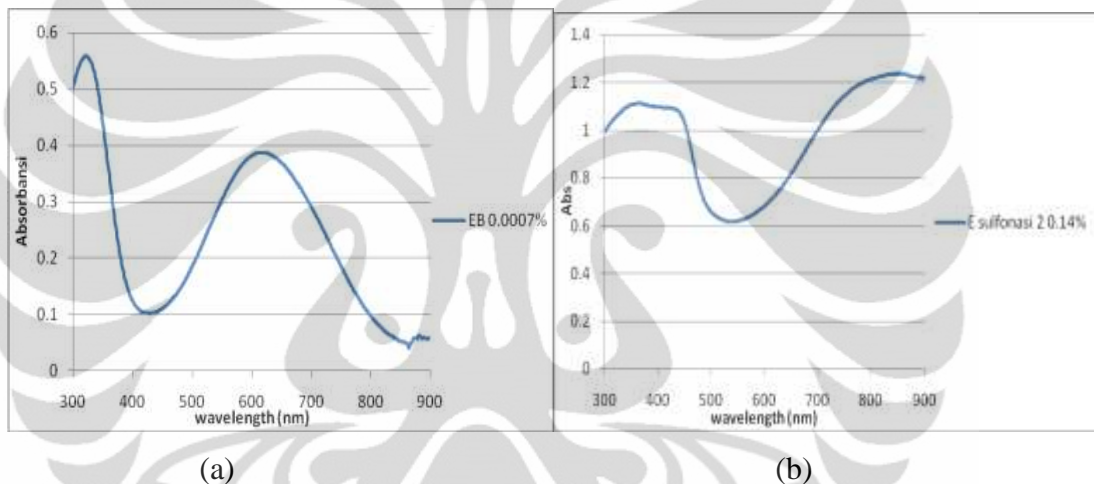
Berdasarkan data FT-IR tersebut, terlihat bahwa adanya serapan yang muncul sekitar 586 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus $-\text{SO}_3\text{H}$. Spektra serapan emeraldin basa tersulfonasi 1 menunjukkan rasio intensitas antara puncak sekitar 586 cm^{-1} (gugus SO_3H) dengan 1500 cm^{-1} (benzenoid) sebesar 0,77. Berdasarkan data UV-Vis dan FT-IR dapat disimpulkan telah terjadi perubahan bentuk emeraldin basa menjadi emeraldin tersulfonasi.

4.4.2 Emeraldin Tersulfonasi 2

Emeraldin basa tersulfonasi 2 diperoleh dengan mereaksikan emeraldin basa dengan larutan H_2SO_4 pekat dengan jumlah mol 2 kali lebih banyak dari pembuatan emeraldin tersulfonasi 1 dengan perhitungan pada lampiran 5. Dari 0.02 gr (0.217 mmol) emeraldin basa ($M_r=92\text{ gr/mol}$) dapat diperoleh 0.056 gr (0.238 mmol)

emeraldin basa tersulfonasi ($M_r=252$ gr/mol). Berdasarkan perubahan berat yang diperoleh menunjukkan SO_3H ($M_r=81.06$ g/mol) sudah tersubstitusi pada emeraldin basa dengan persen konversi sulfonasi sebesar 204.66%. Jumlah SO_3H yang telah tersubstitusi pada emeraldin basa jauh lebih banyak dibandingkan emeraldin basa tersulfonasi 1.

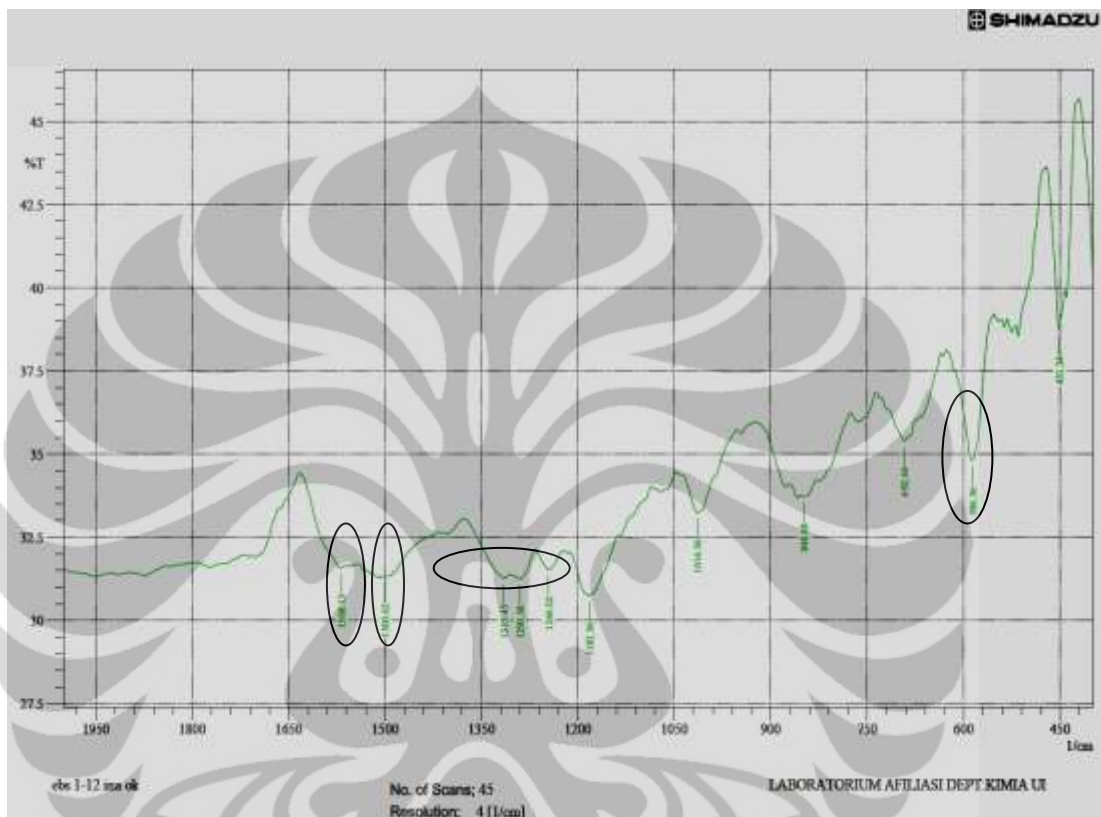
Pengukuran terhadap kurva serapan emeraldin tersulfonasi 2 menggunakan spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan cara melarutkan bubuk emeraldin tersulfonasi 2 dalam campuran larutan NMP+air dan menghasilkan larutan berwarna hijau.



Gambar 4. 18 Spektrum serapan (a) emeraldin basa dan (b) emeraldin tersulfonasi dalam larutan NMP+air.

Dari spektrum UV-Vis tersebut terlihat bahwa puncak serapan yang muncul hampir sama dengan emeraldin tersulfonasi 1 yaitu pada sekitar 420 nm dan 800 nm yang menunjukkan adanya perubahan transisi π pada bagian quinoid menjadi keadaan polaron karena adanya substitusi elektrofilik (SO_3).

Karakterisasi spektrofotometri FT-IR emeraldin basa tersulfonasi 2 terlihat pada Gambar 4.19.



Gambar 4. 19 Spektrum serapan FT-IR emeraldin tersulfonasi 2

Spektrum FT-IR dari emeraldin basa tersulfonasi 2 (Gambar 4.19) menunjukkan rasio intensitas antara puncak sekitar 586 cm^{-1} (gugus SO_3H) dengan 1500 cm^{-1} (benzenoid) sebesar 0,90. Nilai rasio ini lebih tinggi dibandingkan dengan emeraldin basa tersulfonasi 1 (sebesar 0,77). Hal ini mungkin disebabkan berkurangnya bagian benzenoid yang lebih banyak akibat adanya substitusi gugus SO_3^- pada bagian tersebut dengan konsentrasi asam dua kali lebih tinggi dibandingkan dengan yang terjadi pada emeraldin basa tersulfonasi 1. Puncak serapan pada $1200\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ muncul yang menandakan vibrasi ulur dari $\text{C}_{\text{aromatik}}\text{-N}$ amina.

Berdasarkan hasil UV-Vis dan FT-IR, reaksi sulfonasi pada EB dengan menggunakan H_2SO_4 melalui reaksi substitusi elektrofil telah berhasil dilakukan. Hasil

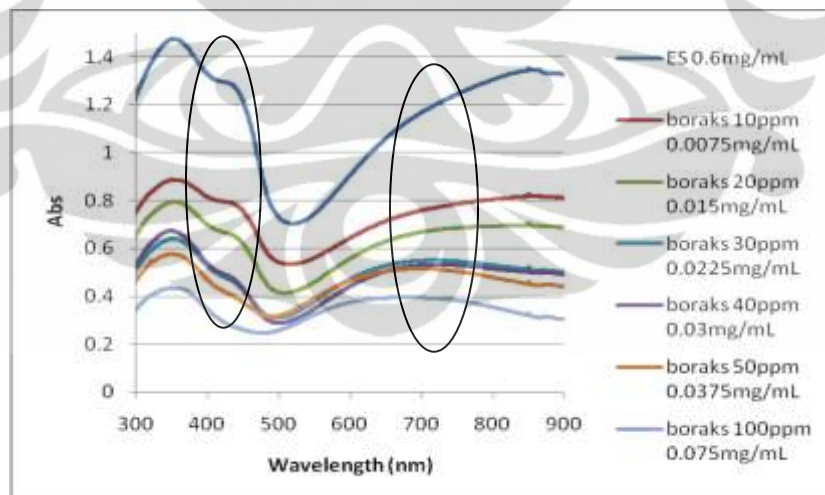
sulfonasi pada emeraldin tersulfonasi 2 lebih besar dari sulfonasi 1 karena mol H_2SO_4 yang direaksikan 2 kali lebih besar dari jumlah H_2SO_4 yang digunakan pada emeraldin tersulfonasi 1.

4.5 Pengujian Terhadap Boraks

4.5.1 Reaksi Emeraldin Terprotonasi dengan Boraks

Ketika direaksikan dengan boraks, polianilin mengalami perubahan warna dari hijau menjadi biru. Hal ini mungkin terjadi karena polianilin mengalami deprotonasi yaitu pelepasan proton (H^+) sehingga mengarah pada pembentukan emeraldin basa.

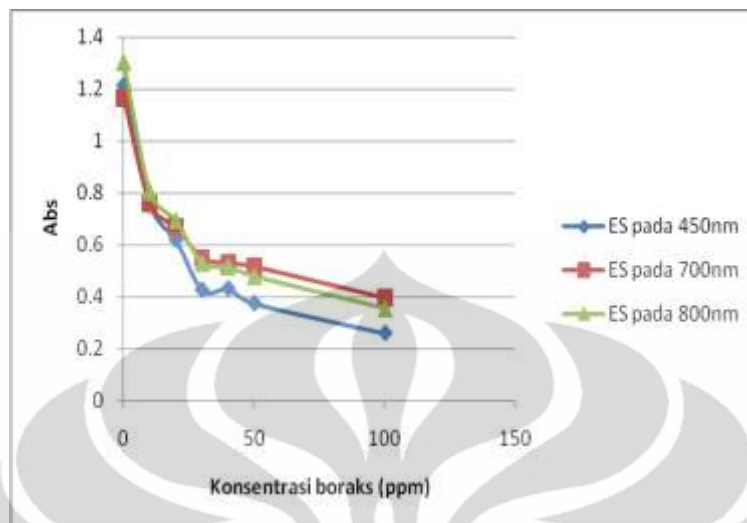
PANI dilarutkan dalam NMP+air dengan konsentrasi larutan 0.6 mg/mL dan dilakukan pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Selanjutnya pada PANI 0.6 mg/mL tersebut direaksikan dengan boraks pada konsentrasi 10 ppm 0.0075 mg/mL, 20ppm 0.015 mg/mL, 30ppm 0.0225 mg/mL, 40ppm 0.03mg/mL, 50ppm 0.0375mg/mL, dan 100ppm 0.075mg/mL dengan perhitungan pada lampiran 7.



Gambar 4. 20 Spektra serapan emeraldin terprotonasi 6mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks

Dari spektra serapan diatas menunjukkan terjadinya pergeseran spektrum absorbansi ke arah panjang gelombang yang lebih pendek akibat adanya reaksi antara boraks dengan PANI. Pada emeraldin terprotonasi puncak serapan pada panjang gelombang sekitar 420 nm dan 800 nm yang menggambarkan adanya protonasi pada PANI yang masih sangat kuat. Namun setelah bereaksi dengan boraks, serapan pada kedua panjang gelombang tersebut mulai menurun, dan pada 420 nm hilang dengan penambahan boraks 100 ppm 0.075 mg/mL. Hal ini menunjukkan bahwa H^+ yang berasal dari doping HCl mulai berkurang. Selain itu munculnya puncak serapan baru di panjang gelombang sekitar 700nm mengidentifikasikan adanya ikatan baru antara PANI-boraks. Adanya pasangan elektron bebas di atom N pada cincin benzenoid PANI dan adanya orbital kosong di atom B pada boraks memungkinkan terjadinya ikatan antara PANI dengan boraks. Puncak serapan di 700 nm mulai muncul pada saat penambahan boraks 30 ppm 0.0225 mg/mL dan semakin terlihat jelas saat penambahan boraks 100 ppm 0.075 mg/mL. Pada penambahan boraks 40 ppm 0.03 mg/mL terlihat, puncak serapan di 330 nm, yang bersesuaian dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari benzenoid meningkat. Hal ini mungkin terjadi akibat menurunnya protonasi pada cincin quinoid.

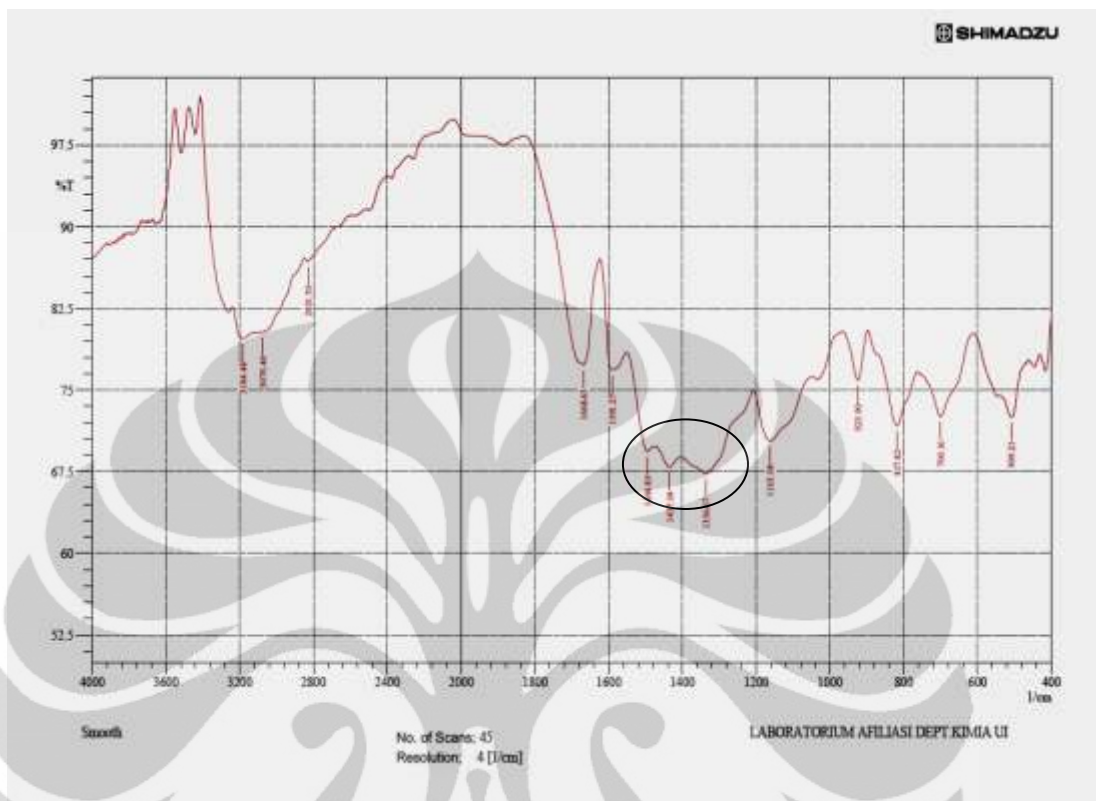
Hubungan antara konsentrasi boraks dengan penurunan absorbansi pada emeraldin terprotonasi terlihat pada Gambar 4.21.



Gambar 4. 21 Hubungan absorbansi emeraldin terprotonasi dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm.

Gambar diatas menunjukkan nilai absorbansi yang semakin menurun dengan semakin banyaknya boraks yang ditambahkan. Daerah linearitas berada saat konsentrasi boraks ≤ 30 ppm. Secara visual perubahan warna yang terjadi pada emeraldin tersulfonasi saat direaksikan dengan boraks 30 ppm adalah mulai terlihatnya perubahan dari warna hijau menjadi hijau agak kebiruan.

Karakterisasi spektrofotometri FT-IR emeraldin terprotonasi yang direaksikan dengan boraks terlihat pada Gambar 4.22.



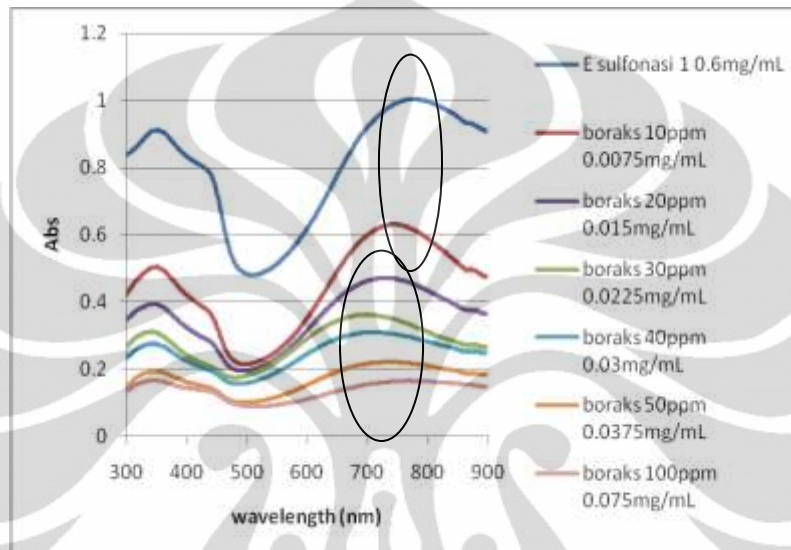
Gambar 4. 22 Spektrum serapan FT-IR emeraldin terprotonasi dengan boraks.

Spektrum serapan emeraldin terprotonasi yang direaksikan dengan boraks berlebih terlihat adanya serapan yang muncul sekitar $1330\text{-}1550\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi B-N. Hal ini memungkinkan adanya ikatan antara PANI dengan boraks, yaitu terjadi pemakaian elektron bersama antara atom N pada PANI yang mempunyai pasangan elektron bebas dengan atom B pada boraks yang mempunyai orbital kosong.

4.5.2 Reaksi Emeraldin Tersulfonasi 1 dengan Boraks

Emeraldin tersulfonasi 1 direaksikan dengan boraks untuk mengetahui apakah emeraldin tersulfonasi cukup sensitif digunakan sebagai sensor boraks. Emeraldin tersulfonasi dilarutkan dalam campuran NMP+air kemudian direaksikan dengan boraks dengan berbagai konsentrasi dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Gambar dibawah ini menunjukkan perubahan serapan emeraldin tersulfonasi dengan

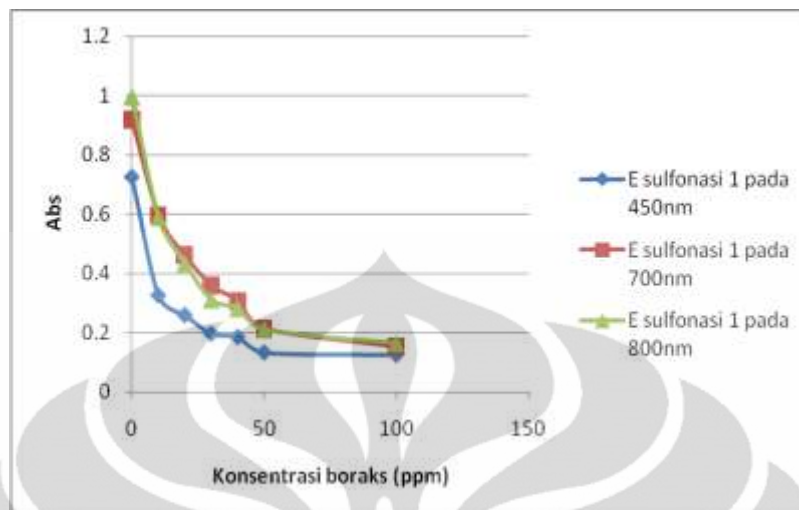
konsentrasi 0.6 mg/mL yang direaksikan dengan boraks dengan konsentrasi 10 ppm 0.0075 mg/mL, 20ppm 0.015 mg/mL, 30ppm 0.0225 mg/mL, 40ppm 0.03mg/mL, 50ppm 0.0375mg/mL, dan 100ppm 0.075mg/mL dengan perhitungan pada lampiran 7.



Gambar 4. 23 Spektra serapan emeraldin tersulfonasi 1 konsentrasi 0.6 mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks

Gambar diatas menunjukkan terjadinya penurunan absorbansi dan pergeseran puncak serapan ke panjang gelombang yang lebih pendek. Pergeseran panjang gelombang dan mulai munculnya puncak serapan di sekitar 700 nm terlihat pada saat penambahan boraks 20 ppm 0.015 mg/mL. Hal ini menunjukkan bahwa sensitivitas emeraldin tersulfonasi 1 lebih tinggi daripada emeraldin terprotonasi karena dengan penambahan boraks 20 ppm 0.015 mg/mL sudah mulai terlihat perubahan panjang gelombangnya. Puncak serapan di 420 nm masih terlihat walau dengan penambahan boraks sampai 100 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa protonasi dari reaksi sulfonasi cukup kuat dibandingkan protonasi pada pembentukan garam emeraldin.

Hubungan antara konsentrasi boraks dengan penurunan absorbansi emeraldin tersulfonasi 1 terlihat pada Gambar 4.24.

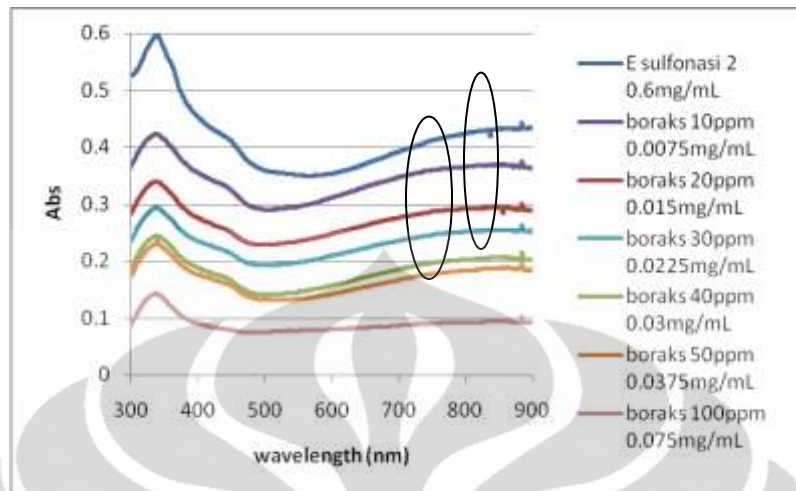


Gambar 4. 24 Hubungan absorbansi emeraldin tersulfonasi 1 dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm.

Gambar diatas memperlihatkan hubungan antara penurunan konsentrasi emeraldin tersulfonasi 1 yang direaksikan dengan boraks. Terlihat turunnya absorbansi emeraldin tersulfonasi 1 menunjukkan bahwa protonasi pada emeraldin tersulfonasi 1 menurun. Saat penambahan 100 nm terlihat penurunan absorbansi yang cukup jauh. Hal ini mungkin terjadi karena penambahan boraks sudah berlebih. Daerah linearitas pada emeraldin tersulfonasi 1 masih terlihat sampai penambahan boraks ≤ 30 ppm.

4.5.3 Reaksi Emeraldin Tersulfonasi 2 dengan Boraks

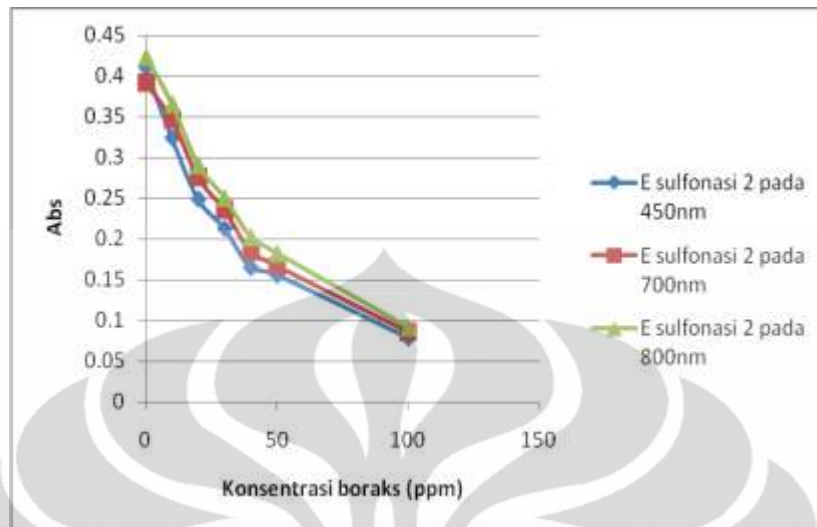
Emeraldin tersulfonasi 2 diharapkan memiliki sensitifitas yang lebih tinggi untuk digunakan sebagai indikator boraks karena sifat asamnya yang lebih tinggi daripada emeraldin garam dan emeraldin tersulfonasi 1. Emeraldin tersulfonasi 2 dilarutkan dalam NMP+air, selanjutnya direaksikan dengan boraks dan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui perubahan serapannya terhadap boraks. Spektra serapan yang terbentuk bisa dilihat pada Gambar 4.25 berikut.



Gambar 4. 25 Spektra serapan emeraldin tersulfonasi 2 konsentrasi 0.6 mg/mL dalam larutan NMP+air dengan boraks

Spektra serapan emeraldin tersulfonasi 2 dengan konsentrasi 0.6 mg/mL yang direaksikan dengan boraks dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40, 50 dan 100 ppm pada gambar di atas menunjukkan terjadinya penurunan absorbansi dan pergeseran puncak serapan ke panjang gelombang yang lebih pendek. Pergeseran panjang gelombang dan mulai munculnya puncak serapan di 700 nm terlihat pada saat penambahan boraks 10 ppm 0.0075 mg/mL. Hal ini menunjukkan bahwa sensitivitas emeraldin tersulfonasi 2 lebih tinggi daripada emeraldin terprotonasi dan emeraldin tersulfonasi 1 karena dengan penambahan boraks 10 ppm 0.0075 mg/mL sudah mulai terlihat perubahan panjang gelombangnya. Saat penambahan boraks 100 ppm 0.075 mg/mL terjadi penurunan absorbansi yang cukup jauh. Hal ini mungkin terjadi karena boraks yang ditambahkan terlalu berlebih sehingga sulit di amati perubahan panjang gelombangnya. Sama halnya dengan emeraldin tersulfonasi 1, puncak serapan di 420nm masih terlihat walau dengan penambahan boraks sampai 50 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa protonasi dari reaksi sulfonasi cukup kuat dibandingkan bentuk emeraldin terprotonasi biasa.

Hubungan antara konsentrasi boraks dengan penurunan absorbansi emeraldin tersulfonasi 2 dapat dilihat pada Gambar 4.26.



Gambar 4. 26 Hubungan absorbansi emeraldin tersulfonasi 2 dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 450nm, 700nm, dan 800nm

Gambar diatas memperlihatkan linearitas dari emeraldin tersulfonasi 2 yang direaksikan dengan boraks. Terlihat turunya absorbansi emeraldin tersulfonasi 2 terutama di panjang gelombang 450nm dan 800nm yang menunjukkan bahwa protonasi pada emeraldin tersulfonasi 2 juga menurun. Saat penambahan 100nm terlihat penurunan yang sangat jauh. Hal ini mungkin terjadi karena penambahan boraks sudah berlebih. Daerah linearitas masih terlihat sampai penambahan boraks ≤ 40 ppm.

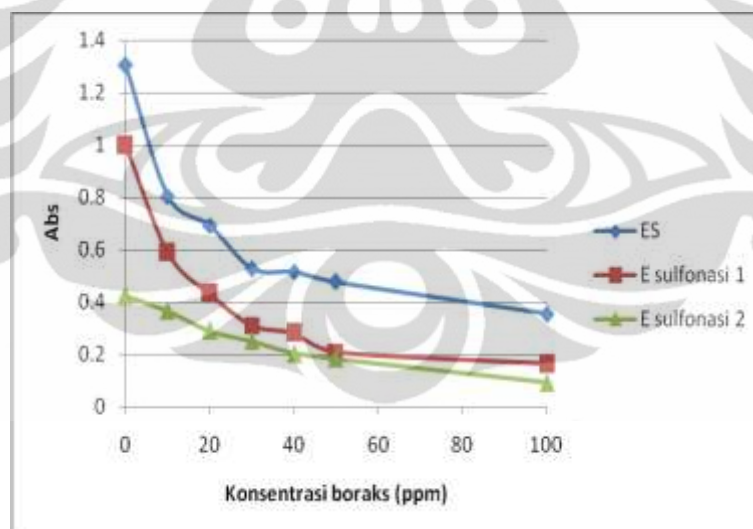
4.5.4 Daerah Linearitas reaksi PANI dan Modifikasinya dengan Boraks

Daerah kerja dari PANI dan PANI tersulfonasi yang bereaksi dengan boraks dapat dilihat pada tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Daerah Linearitas reaksi PANI dan Modifikasinya dengan Boraks

| Bentuk polianilin | Daerah kerja |
|-------------------------------|--|
| Emeraldin terprotonasi | ≤ 30 ppm boraks $r^2 = 0.886$ $y = -0,022x + 1.199$ |
| Emeraldin basa tersulfonasi 1 | ≤ 30 ppm boraks $r^2 = 0.915$ $y = -0,022x + 0,915$ |
| Emeraldin basa tersulfonasi 2 | ≤ 40 ppm boraks $r^2 = 0,99$ $y = -0,0056x + 0,418$ |

Gambar di bawah ini merupakan hubungan antara penurunan absorbansi emeraldin terprotonasi, emeraldin tersulfonasi 1, dan emeraldin tersulfonasi 2 dengan konsentrasi boraks pada panjang gelombang 800nm, untuk membandingkan linearitas dari ketiganya.

**Gambar 4. 27** Daerah linearitas emeraldin terprotonasi, emeraldin tersulfonasi 1, dan emeraldin tersulfonasi 2 dengan boraks.

Sensitivitas bisa terlihat dari linearitas dan daerah kerja. Daerah kerja pada emeraldin tersulfonasi 2 adalah ≤ 40 ppm, sedangkan pada emeraldin tersulfonasi 1

dan emeraldin terprotonasi daerah kerjanya ≤ 30 ppm, sehingga dapat dikatakan bahwa emeraldin tersulfonasi 2 lebih sensitif daripada emeraldin tersulfonasi 1 dan emeraldin terprotonasi. Dilihat dari linearitasnya, emeraldin tersulfonasi 1 lebih linear dari emeraldin terprotonasi sehingga dapat dikatakan emeraldin tersulfonasi 1 lebih sensitif dari emeraldin terprotonasi. Berdasarkan daerah kerja dan linearitas dari bentuk polianilin dengan boraks, dapat disimpulkan bahwa bentuk emeraldin tersulfonasi 2 paling sensitif terhadap boraks dan emeraldin tersulfonasi 1 lebih sensitif dari emeraldin terprotonasi.

Selain berdasarkan daerah kerja dan linearitas, sensitivitas dari emeraldin terprotonasi dengan emeraldin tersulfonasi bisa terlihat secara visual pada saat direaksikan dengan boraks. Saat direaksikan dengan boraks menggunakan konsentrasi yang sama, emeraldin tersulfonasi 2 paling cepat terlihat perubahan warnanya, selanjutnya emeraldin tersulfonasi 1, yang terakhir emeraldin terprotonasi. Contohnya pada saat direaksikan dengan boraks 20ppm, warna larutan emeraldin tersulfonasi 2 sudah terlihat perubahan dari hijau menjadi hijau kebiruan, pada emeraldin tersulfonasi 1 mulai sedikit berubah warna dari hijau menjadi hijau agak kebiruan, sedangkan pada emeraldin terprotonasi masih hijau, belum terlihat perubahan warna.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

1. Polimerisasi interfasial dapat menghasilkan nanoserat PANI dengan diameter sekitar 50nm dengan kondisi polimerisasi konsentrasi: 10 mL HCl 1,5 M, perbandingan rasio mol APS/anilin 0,025, dan anilin sebesar 8,76 mmol.
2. Modifikasi PANI melalui reaksi substitusi aromatik elektrofilik (SO_3) yang berasal dari H_2SO_4 pekat dapat meningkatkan sifat keasaman dari PANI.
3. Reaksi antara boraks dengan PANI yang bersifat asam menghasilkan perubahan warna dari hijau menjadi biru.
4. Interaksi yang mungkin terjadi antara boraks dengan PANI tersebut adalah asam basa Bronsted dan asam basa Lewis.
5. Urutan sensitivitas PANI sebagai indikator boraks adalah: Emeraldin tersulfonasi 2 > emeraldin tersulfonasi 1 > garam emeraldin terlihat dari daerah kerja dan linearitasnya.

5.2 SARAN

Perlu dilakukan karakterisasi nanoserat PANI dan PANI termodifikasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas PANI sebelum dan sesudah disulfonasi. Selain itu perlu dilakukan pengukuran yang lebih spesifik untuk mengetahui adanya gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ yang terikat pada nanoserat PANI dan juga untuk mengetahui interaksi lebih lanjut antara nanoserat PANI yang bereaksi dengan boraks.

DAFTAR REFERENSI

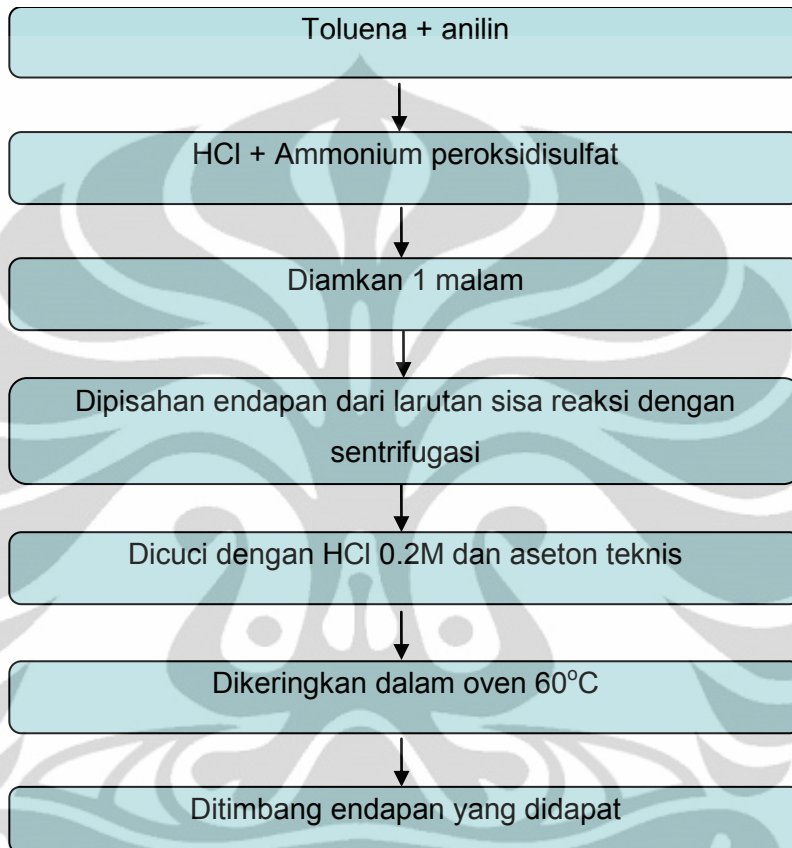
- Acevedo, Diego F., Horacio J., Salavagione, M. C., Miras and César A. Barbero. 2005. *Synthesis, Properties and Applications of Functionalized Polyanilines*. J. Braz. Chem. Soc. Vol:16, No.2.
- Adhikari, B, Majumdar. S. *Polymers in sensor applications*. 699-766. 2004
- Agrios, T. 2005. Pembuatan dan Karakterisasi Film Polianilin serta Aplikasinya sebagai Sensor Optis pH. Depok : Kimia FMIPA UI
- Cotton dan Wilkinson. 2007. Kimia Anorganik Dasar. Depok: Universitas Indonesia.
- Dan, L., Huang, J., and Kaner, B. R. 2008. *Polyaniline Nanofibers: A Unique Polymer Nanostructure for Versatile Applications*. Account of Chemical Research, Vol: 42, 135-145.
- Diego F. Acevedo, Horacio J. Salavagione, Maria C. Miras, Cesar A. Barbero. 2005. *Synthesis, Properties and Applications of Functionalized Polyanilines*. J. Braz. Chem. Soc., Vol.16, No.2, 259-269.
- Draman, Sarifah, Rusli Daik, Musa Ahmad. 2006. *Fluorescence Characteristics of Sulfonated Polyaniline Solution in DMF when Exposed to Oxygen Gas*. Malaysian Journal of Chemistry, Vol. 8, No. 1, 037-044.
- Eka, Dian. P. 2009. *Pemanfaat Polianilin dan Berbagai Modifikasinya dengan H₂SO₄ Pekat untuk Uji Formalin*. Depok : Kimia FMIPA UI.
- Fessenden dan Fessenden. 1999. Kimia Organik Edisi Ketiga. Jakarta: Erlangga.
- Dresselhaus, J. 2005. *Synthesis and characterization of single-wall-carbon-nanotube-doped emeraldine salt and base polyaniline nanocomposites*. Polym. Sci. A: Polym. Chem. 43, 815.
- Herlianti, N. 2007. *Karakterisasi Polianilin yang Didoping dengan HCl serta Aplikasinya sebagai Sensor Vitamin C*. Depok: Kimia FMIPA UI.
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Borax> (14 Januari 2011, pkl. 10.15)
- <http://www.kalbe.co.id/files/cdk/files/08deteksidanevaluasikeberadaanbroaks120.pdf/08.html> (14 Januari 2011, pkl. 10.20)

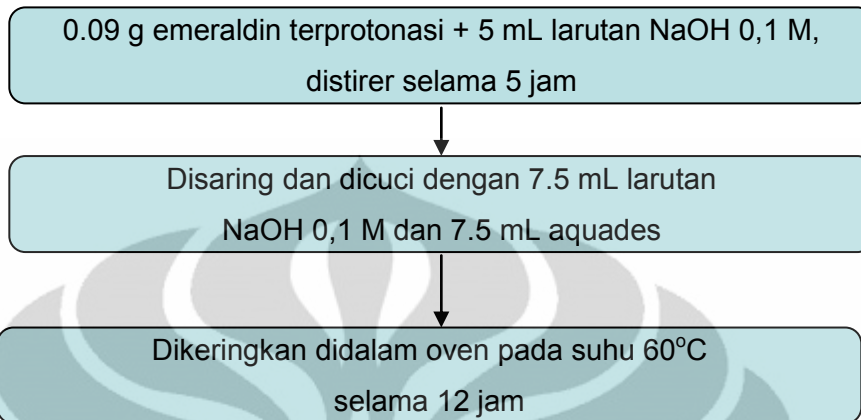
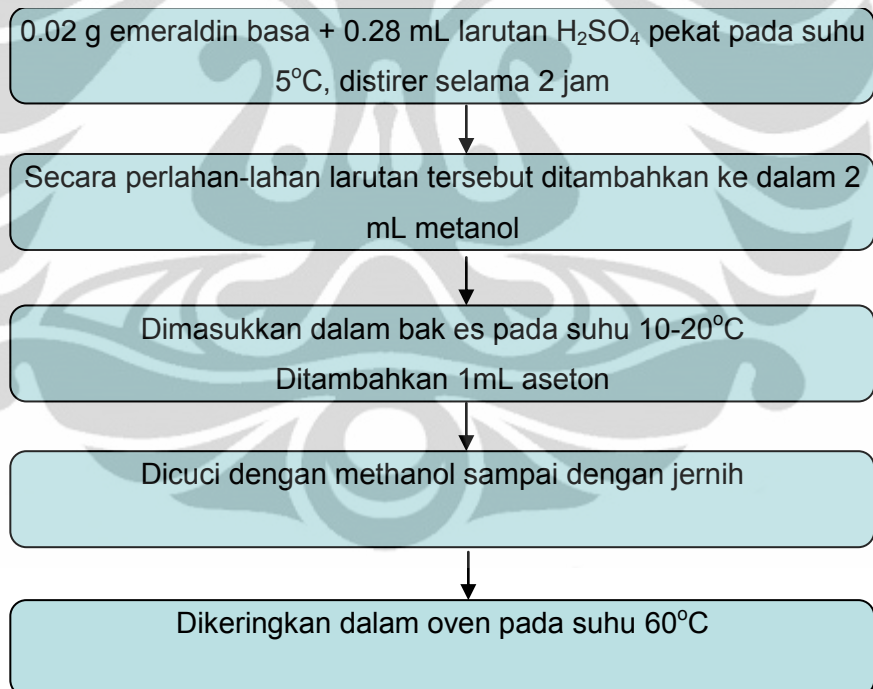
- http://klubpompi.multiply.com/journal/item/17/Boraks_Bisa_Merusak_Otak (14 Januari 2011, pkl. 10.30)
- <http://wowsalman.blogspot.com/2006/01/bahaya-formalin-dan-boraks.html> (15 Januari 2011, pkl. 20.42)
- <http://www.kompas.com/kesehatan/news/0601/12/173411.html> (14 Januari 2011, pkl. 11.00)
- <http://ijp.fi.itb.ac.id/index.php/nano/article/viewFile/213/212> (15 Januari 2011, pkl. 19.00)
- <http://material-sciences.blogspot.com/2010/09/konduktivitas-polianilin.html> (15 Januari 2011, pkl. 20.30)
- http://www.disnakeswanlampung.go.id/index.php?option=com_content&task=view&id=246&Itemid=107 2 Februari 2011, pkl. 10.05)
- <http://wanibesak.wordpress.com/2010/11/27/spektrofotometri-uv-vis-uv-vis/> (1 Februari 2011, pkl. 17.30)
- <http://web.mst.edu/~wlf/synthesis/interfa.html>
- <http://pubs.acs.org/doi/pdfplus/10.1021/ja952277i>
- http://www.sciencedirect.com/science?_ob=ArticleURL&_udi=B6TXW-48F03XSJC&_user=10&_coverDate=12%2F31%2F1993&_rdoc=1&_fmt=high&_orig=gateway&_origin=gateway&_sort=d&_docanchor=&view=c&searchStrId=1758634652&_rerunOrigin=google&_acct=C000050221&_version=1&_urlVersion=0&_userid=10&md5=6393a5321a6636f60836bddc631ac515&searchtype=a.
- J. Huang, Virji, Kaner, R. B. 2003. *A General Chemical Route to Polyaniline nanofibers*. Departemen of Chemistry and Biochemistry and California NanoSystems Institute, University of California (90095-1569).
- J. Stejkal. 1999. *In-situ Polymerized Polyaniline Films*. *Synthetic Metals*. 105, 195 – 202.
- Maddu, A. 2007. Pengembangan Sensor Serat Optik dengan Cladding Termodifikasi Polianilin Nanostruktur untuk Mendeteksi beberapa Uap Kimia. Depok: FT UI

- Maddu, A., Wahyudi, S., dan Kurniati, M. 2008. *Sintesis dan Karakterisasi Nanoserat Polianilin*. Bogor: Bagian Biofisika, Departemen Fisika FMIPA Institut Pertanian Bogor.
- M. J. Díaz-de León, Proceeding of The National Conference On Undergraduate Research (NCUR) 2001, University of Kentucky, March 15-17, 2001 Lexington, Kentucky (2001).
- M. Schneider, C. Graillat, A. Guyot, T.F. McKenna, J. Polymer Sci. (2002) 84: 1897-1915
- N. Gospodinova, L. Terlemezyan. *Conducting Polymers Prepared by Oxidative Polymerization*. Prog. Polym. Sci., Vol. 23, 1443–1484 (1998).
- Pisesa, M. 2009. *Sintesis Polianilin dan Modifikasinya dengan H₂SO₄ pekat untuk Identifikasi Formalin*. Depok: Kimia FMIPA UI.
- Rahy, A. Duck Joo Yang. *Synthesis of highly conductive polyaniline nanofibers*. *Materials Letters*, Vol: 62, 4311–4314.
- Sardjoko. 1992. *Spktroskopi Inframerah*. Jogjakarta: Liberty Yogyakarta.
- Su Bitao, et al. 2006. *Acid Doped Polyaniline nanofibers synthesized by Interfacial Polymerization*. Northwest Normal University, Lanzhou, 730070.
- Trchova, Miroslava, et. al. *Spectroscopy of Conjugated Polymers : Polyaniline*. *Macromol. Symp.* 190, 105-110
- Wei, X., Wang, Y., Long, S., Bobeczko, C., and Epstein, A. 1996. *Synthesis and Physical Properties of Highly Sulfonated Polyaniline*. J.Am.Chem.Soc, Vol: 118, 2545-2555.
- Xing, Shuang, Hongwei Zheng, Guoku Zhao. *Preparation of Polyaniline Nanofibers Via a Novel Interfacial Polymerization Method*. *Synthetic Metals* 158 (2008) 59-63.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Pembuatan Nanofiber Polianilin



LAMPIRAN 2. Pembuatan Emeraldin Basa**LAMPIRAN 3. Pembuatan Emeraldin Tersulfonaasi 1**

LAMPIRAN 4. Pembuatan Emerldin Tersulfonasi 2

0.02 g emeraldin basa + 0.57 mL larutan H₂SO₄ pekat pada suhu 5°C, distirer selama 2 jam

Secara perlahan-lahan larutan tersebut ditambahkan ke dalam 2 mL metanol

Dimasukkan dalam bak es pada suhu 10-20°C
Ditambahkan 1mL aseton

Dicuci dengan metanol sampai dengan jernih

Dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C

LAMPIRAN 5. Perhitungan Penentuan Volume H₂SO₄ Peekat Pembuatan PANI Tersulfonasi Berdasarkan Varias Rasio Mol

BM C₆H₅NH₂ = 93,13 g/mol

Mol C₆H₅NH₂ = 0,02 g / 93,13 g/mol
= 0,215 mmol

➤ Untuk Sulfonasi 1:

Mol H₂SO₄ = 25 x mol C₆H₅NH₂ = 5,375 mmol

Berat H₂SO₄ = 5,375 mmol x 98 mg/mmol = 526,75 mg

Volume H₂SO₄ = 0,5267 g / 1,84 g/cm³ = 0,28 mL

➤ Untuk Sulfonasi 2:

Mol H₂SO₄ = 50 x mol C₆H₅NH₂ = 10,75 mmol

Berat H₂SO₄ = 10,75 mmol x 98 g/mol = 1053,5 mg

Volume H₂SO₄ = 1,053 g / 1,84 g/cm³ = 0,57 mL

LAMPIRAN 6. Nilai Intensitas pada EB, Emeraldin Tersulfonasi 1, dan Emeraldin Tersulfonasi 2

| Frekuensi (cm ⁻¹) | Intensitas EB |
|-------------------------------|---------------|
| 509 | 13.938 |
| 640 | 16.399 |
| 831 | 10.337 |
| 953 | 20.153 |
| 1119 | 16.562 |
| 1163 | 10.622 |
| 1233 | 13.425 |
| 1314 | 8.135 |
| 1506 | 5.366 |
| 1591 | 7.519 |
| 1884 | 24.095 |
| 2106 | 25.681 |
| 2313 | 25.656 |
| 2548 | 24.312 |
| 3042 | 15.168 |
| 3304 | 13.679 |
| 3379 | 13.894 |
| 3601 | 19.462 |

| Frekuensi (cm ⁻¹) | Intensitas E sulfonasi 1 |
|-------------------------------|--------------------------|
| 519 | 45.562 |
| 583 | 41.213 |
| 696 | 42.061 |
| 824 | 38.491 |
| 851 | 37.765 |
| 887 | 38.033 |
| 1171 | 30.706 |
| 1290 | 32.025 |
| 1312 | 31.775 |
| 1491 | 31.736 |
| 1560 | 32.065 |

| Frekuensi (cm ⁻¹) | Intensitas E sulfonasi 2 |
|-------------------------------|--------------------------|
| 451 | 38.746 |
| 586 | 34.807 |
| 692 | 35.401 |
| 849 | 33.727 |
| 1015 | 33.239 |
| 1182 | 30.743 |
| 1246 | 31.521 |
| 1290 | 31.258 |
| 1315 | 31.276 |
| 1501 | 31.309 |
| 1568 | 31.579 |
| 2338 | 28.973 |

LAMPIRAN 7 Perhitungan Konsentrasi Boraks yang Direaksikan dengan Emeraldin Terprotonasi, Emeraldin Tersulfonasi 1, dan Emeraldin Tersulfonasi 2.

$$ES = \frac{6 \text{ mg}}{10 \text{ mL}} = 0.6 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

Reaksi PANI dengan boraks: 1 mL PANI + 3 mL boraks variasi konsentrasi.

$$3 \text{ mL boraks } 10 \text{ ppm} = \frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 3 \times 10^{-2} \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 0.75 \times 10^{-2} \text{ mg/mL}$$

$$3 \text{ mL boraks } 20 \text{ ppm} = \frac{20 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 6 \times 10^{-2} \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 1.5 \times 10^{-2} \text{ mg/mL}$$

$$3 \text{ mL boraks } 30 \text{ ppm} = \frac{30 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 9 \times 10^{-2} \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 2.25 \times 10^{-2} \text{ mg/mL}$$

$$3 \text{ mL boraks } 40 \text{ ppm} = \frac{40 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 1.2 \times 10^{-1} \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 3 \times 10^{-2} \text{ mg/mL}$$

$$3 \text{ mL boraks } 50 \text{ ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 0.15 \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 0.0375 \text{ mg/mL}$$

$$3 \text{ mL boraks } 100 \text{ ppm} = \frac{100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 3 \text{ mL} = 0.3 \text{ mg} / 4 \text{ mL} = 0.075 \text{ mg/mL}$$