



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI PERMUKAAN PLASTIK MENGGUNAKAN
NANOPARTIKEL Au DAN STUDI APLIKASINYA SEBAGAI
SENSOR OKSIGEN**

SKRIPSI

**SHERLY A. DIEN
0706263454**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
JULI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI PERMUKAAN PLASTIK MENGGUNAKAN
NANOPARTIKEL Au DAN STUDI APLIKASINYA SEBAGAI
SENSOR OKSIGEN**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**SHERLY A. DIEN
0706263454**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

iii

HALAMAN PENGESAHAN

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Sherly A Dien
NPM : 0706263454
Tanda Tangan :
Tanggal : 12 Agustus 2011

Universitas Indonesia

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
 Nama : Sherly A. Dien
 NPM : 0706263454
 Program Studi : Kimia
 Judul Skripsi : **Modifikasi Permukaan Plastik Menggunakan Nanopartikel Au dan Studi Aplikasinya sebagai Sensor Oksigen**

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 : Dr. Ivandini T. A.
 Pembimbing : Dr. Endang Saepudin
 Penguji : Dr. Yoki Yulizar M.Sc
 Penguji : Drs. Sunardi M.Si.
 Penguji : Dr. Riwandi Sihombing Ph.D

(...
 ...)

(...
 ...)

(...
 ...)

(...
 ...)

(...
 ...)

Ditetapkan di : Depok
 Tanggal : 16 September 2011

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil alamin,, saya panjatkan kehadiran Alloh Subhanallohu wa ta'ala atas segala karunia dan hidayahnya sehingga penelitian serta penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Penulisan skripsi yang berjudul “Modifikasi Nanopartikel Au pada Permukaan Plastik dan Studi Aplikasinya sebagai Sensor Oksigen” ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar sarjana sains Jurusan Kimia FMIPA UI.

Dalam penulisan skripsi ini, banyak bantuan yang telah diberikan kepada penulis oleh karena itu penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada Ayah, Ibu, Kakak dan Adikku tercinta yang selalu memberikan dukungan berupa perhatian, semangat, dan kesabaran. serta doa-doa yang selalu dipanjatkan tiada letihnya untuk penulis. semoga keberadaan penulis dapat membawa keberkahan bagi keluarga.

Penulispun ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Ivandini Tribidasari A. selaku pembimbing I dan Bapak Dr. Endang Saefudin selaku pembimbing II yang dengan sabar selalu membimbing dan memberikan saran serta arahan yang sangat berarti bagi penulis selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini. juga mohon dimaafkan jika selama ada yang tidak berkenan di hati.
2. Ibu Dr. Susilowati selaku pembimbing akademis yang sering kali memberikan saran serta kemudahan dalam mengikuti perkuliahan selama ini.
3. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku ketua Departemen Kimia
4. Ibu Dr. rer,nat. Widajanti Wibowo selaku ketua KBI Kimia Fisik, Ibu Dra Tresye Utari, M.Si selaku koordiantor penelitian, Bapak Ir. Hedi Surahcman, MSi selaku manajer laboratorium, Ibu Ir. Widyastuti Samadi, MSi selaku kooordinator pendidikan, dan Bapak Drs. Sunardi selaku manajer instrumentasi.
5. Bapak dan Ibu Dosen yang telah memberikan wawasan dan ilmu pengetahuan kepada penulis.

6. Bapak Hedi, Mba Ina, Mba Cucu, Mba Emma, Mba Tri, yang telah membantu dalam meminjam alat dan penyediaan bahan kimia.
7. Bapak Marji, Mas Edi, Bapak Trisno (BABE), Bapak Amin, Bapak Sukiri, serta seluruh karyawan Departemen Kimia FMIPA UI. terima kasih atas bantuannya selama ini.
8. Teman-teman segambrengan : Rani, Fitri, Iqi, Gisya, Fitri amal, sabil, Terimakasih atas persahabatannya selama ini semoga keberadaan sherly bisa bermanfaat buat kalian.
9. Rekan-rekan peneliti yang luar biasa : Zetry, Ina, Fitri amal, Hani, Evi, Awe, Ikan, Retno, Yulinar, Prita, Mega, Annisa, Iqi, Tyas, Jojo, Dante, Rifan, K Asri, K Atin, K Sabrina, K Omi, K Wiwit, K Nadiroh, K Nadya, K desi, K Nany, K Nopi, K Temmy, K puput, K retno, K arief, Bu Ita, Bu Nana, Bu Sofi, Bu Indri, dan tidak lupa kakak manis K Destya serta teman-teman Ibu-Ibu /Bapak-Bapak S2, S3 yang tidak dapat disebutkan satu persatu. Terimakasih atas kebersamaannya selama ini.
10. Teman-teman Kimia 07 semua semoga ukhuwah selama 4 tahun ini dapat terus terjalin, semoga sukses dimanapun karier kalian. amin

Akhir kata, saya berharap Alloh Subhanallohu wataalla berkenan membalas kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan. Amin

Penulis

2011

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

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

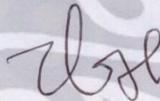
Nama : Sherly A. Dien
NPM : 0706263454
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

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 : **Modifikasi Nanoapartikel Au pada Permukaan Plastik dan Studi Aplikasinya sebagai Sensor Oksigen**

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 : Departemen Kimia FMIPA UI Depok
Pada tanggal : 17 Agustus 2011.....
Yang menyatakan



(Sherly A. Dien)

ABSTRAK

Nama : Sherly A. Dien
Program Studi : Kimia
Judul : Modifikasi Permukaan Plastik Menggunakan Nanopartikel Au dan Studi Aplikasinya sebagai Sensor Oksigen

Pengukuran kadar oksigen terlarut (DO) dalam perairan merupakan salah satu parameter dalam *monitoring* kualitas air. Pengukuran kadar DO dengan basis elektrokimia telah banyak dikembangkan diantaranya dengan menggunakan elektroda GC termodifikasi nanopartikel Au. Namun, elektroda GC termodifikasi nanopartikel Au dapat mengalami penurunan respon pengukuran berulang oleh karena itu diperlukan elektroda yang permukaannya selalu terbaru sehingga dapat dikembangkan sebagai elektroda *disposable*. Studi modifikasi permukaan plastik dengan nanopartikel Au telah dilakukan. Nanopartikel Au dengan zat penstabil sitrat dan dodekanatiol disintesis dengan menggunakan zat pereduksi NaBH_4 digunakan untuk memodifikasi permukaan plastik dengan cara merendam plastik ke dalam campuran dodekanatiol, larutan nanopartikel Au dan air dengan pengadukan kuat selama 24 jam pada temperatur ruang. Karakterisasi dengan TEM menunjukkan, ukuran nanopartikel Au diperoleh diameter 5-10 nm. Namun, hasil karakterisasi permukaan plastik termodifikasi dengan SEM menunjukkan bahwa permukaan termodifikasi oleh nanopartikel Au berukuran lebih dari 100 nm. Pengukuran respon arus dilakukan dengan teknik siklik voltametri dengan daerah pemindaian -1000mV hingga 0 mV diperoleh penurunan arus reduksi seiring dengan meningkatnya kadar O_2 mengindikasikan bahwa plastik mika termodifikasi dapat digunakan sebagai sensor oksigen.

Kata Kunci : plastik mika, nanopartikel Au, Oksigen, *disposable*, elektrokimia,
xii+ 54 halaman ; 32 gambar; 7 lampiran
Daftar Pustaka : 27 (1991-2011)

ABSTRACT

Name : Sherly A. Dien
Program Study : Chemistry
Title : Modification Plastic Surface by Using Au Nanoparticles
and Its Application as Oxygen Sensor

Measurement of dissolved oxygen (DO) in water is one of the parameters in water quality monitoring. Measurement of DO levels on the basis of electrochemistry has been developed among others by using GC electrode modified with Au nanoparticles. However, Au nanoparticles modify on GC electrode decreased response to repeated measurement. Therefore, electrode surface should be always renewable surface so that it can be developed as a disposable electrode. Study of plastic surface modification with Au nanoparticles have been performed. Au nanoparticles stabilized by citrate and dodecanethiol substance synthesized by using NaBH_4 as reducing agent used to modify plastic surface of by soaking with strong stirring for 24 hours in room temperature. Characterization TEM shows, the size of Au nanoparticles obtained a diameter 5-10 nm. However, SEM characterization of plastic surface modified by instrument showed that particles on plastic surface modified is larger than 100 nm. Plastic modified nanoparticle Measurement of current response was done by using cyclic voltammetry by scanning the range potential 1000mV to 0 mV. The reduction current was decreased with increasing O_2 levels. It indicates that plastic can be used as oxygen sensor.

Keywords : Plastic mica, Au Nanoparticles, Oxygen, disposable,
electrochemical, disposable
xiii + 54 pages : 32 images; 7 attachment
References : 27 (1991-2011)

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS..... | ii |
| LEMBAR PENGESAHAN..... | iii |
| KATA PENGANTAR..... | iv |
| LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH..... | vi |
| ABSTRAK..... | vii |
| DAFTAR ISI..... | ix |
| DAFTAR GAMBAR..... | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xii |
| | |
| 1. PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Penelitian Terkait..... | 2 |
| 1.3 Perumusan Masalah..... | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.5 Hipotesis..... | 4 |
| | |
| 2. TINJAUAN PUSTAKA..... | 5 |
| 2.1 Sensor Kimia..... | 5 |
| 2.2 Sel Elektrokimia..... | 6 |
| 2.2.1 Elektroda Karbon..... | 8 |
| 2.2.2 Elektroda Ag/AgCl..... | 8 |
| 2.3 Voltametri..... | 9 |
| 2.4 Nanopartikel..... | 11 |
| 2.4.1 Nanopartikel Au..... | 13 |
| 2.5 Polistirena..... | 14 |
| 2.6 Spektrofotometer UV-Visible..... | 15 |
| 2.7 Scanning Electron Microscope (SEM)..... | 16 |
| 2.8 Transmission Electron Microscope (TEM)..... | 17 |
| | |
| 3. METODE PENELITIAN..... | 18 |
| 3.1 Bahan dan Peralatan..... | 19 |
| 3.1.1 Bahan..... | 19 |
| 3.1.2 Peralatan..... | 19 |
| 3.2 Prosedur Kerja..... | 19 |
| 3.2.1 Pembuatan Larutan..... | 19 |
| 3.2.2 Sintesis Nanopartikel Au-sitrat..... | 20 |
| 3.2.3 Sintesis Nanopartikel Au-tiol..... | 20 |
| 3.2.4 Kestabilan Nanopartikel..... | 21 |
| 3.2.5 Modifikasi Plastik dengan Nanopartikel Au..... | 21 |

| | |
|---|-----------|
| 3.2.5.1 Preparasi Plat Plastik..... | 20 |
| 3.2.5.2 Modifikasi Plat Plastik..... | 21 |
| 3.2.6 Menentukan Korelasi Waktu Aerasi terhadap Kadar Gas O ₂ | 21 |
| 3.2.7 Uji Sensor O ₂ | 22 |
| 3.2.8 Membandingkan Perfoma sebagai Elektroda Kerja..... | 22 |
| 4. HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 23 |
| 4.1 Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Au..... | 23 |
| 4.1.1 Nanopartikel Au-sitrat..... | 24 |
| 4.1.2 Nanopartikel Au-tiol..... | 27 |
| 4.2 Karakterisasi Plastik Mika..... | 35 |
| 4.3 Preparasi Modifikasi Permukaan Plastik dengan Nanopartikel Au..... | 35 |
| 4.4 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au..... | 35 |
| 4.4.1 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au-sitrat..... | 36 |
| 4.4.2 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au-tiol..... | 36 |
| 4.5 Membandingkan Perfoma Elektroda Kerja Plastik Mika@NPAu dengan Au sebagai Sensor O ₂ | 39 |
| 5. KESIMPULAN DAN SARAN..... | 45 |
| 5.1 Kesimpulan..... | 45 |
| 5.2 Saran..... | 46 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 47 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|--|----|
| Gambar 2.1. | Skema Sensor Kimia..... | 5 |
| Gambar 2.2. | Skema Sel Elektrokimia..... | 7 |
| Gambar 2.3 | Skema Sel Elektrokimia Sistem 3 Elektroda..... | 7 |
| Gambar 2.4 | Contoh Voltammogram Siklik..... | 10 |
| Gambar 2.5 | Contoh Voltammogram Linier..... | 11 |
| Gambar 2.6 | Contoh Reaksi Polimerisasi..... | 13 |
| Gambar 2.7 | Spektrum Daerah UV-Vis..... | 14 |
| Gambar 2.8 | Foto Instrument SEM..... | 16 |
| Gambar 4.1 | Struktur Molekul Na-sitrat..... | 23 |
| Gambar 4.2 | Ilustrasi Interaksi Nanopartikel Au dengan Ion Sitrat... | 24 |
| Gambar 4.3 | Spektrum Uv-Visible Nanopartikel Au-sitrat..... | 25 |
| Gambar 4.4 | Kurva Pergeseran Absorbansi Maksimum Nanopartikel Au-sitrat terhadap Waktu..... | 26 |
| Gambar 4.5 | Kurva Pergeseran Panjang Gelombang Maksimum Nanopartikel Au-sitrat terhadap Waktu..... | 26 |
| Gambar 4.6 | Hasil Foto TEM Nanopartikel Au-Sitrat..... | 27 |
| Gambar 4.7 | Struktur Molekul Dodekanatiol..... | 27 |
| Gambar 4.8 | Ilustrasi Interaksi Nanopartikel Au dengan Dodekanatiol dan TOABr..... | 28 |
| Gambar 4.9 | Struktur Molekul TOABr..... | 28 |
| Gambar 4.10 | Foto Larutan Nanopartikel..... | 30 |
| Gambar 4.11 | Foto TEM Nanopartikel Au-tiol..... | 31 |
| Gambar 4.12 | Spektrum FTIR Dodekanatiol dan Nanopartikel Au- tiol..... | 32 |
| Gambar 4.13 | Spektrum Uv-Visible Nanopartikel Au..... | 32 |
| Gambar 4.14 | Kurva Pergeseran Absorbansi Maksimum Nanopartikel Au-tiol terhadap Waktu..... | 32 |
| Gambar 4.15 | Kurva Pergeseran Panjang Gelombang Nanopartikel Au-tiol terhadap Waktu..... | 33 |
| Gambar 4.16 | Foto Tampilan Plastik Setelah Preparasi..... | 34 |
| Gambar 4.17 | Ilustrasi Modifikasi Permukaan Plastik dengan Nanopartikel Au-tiol..... | 35 |
| Gambar 4.18 | Foto Plastik Termodifikasi Nanopartikel Au-tiol..... | 36 |
| Gambar 4.19 | Perbandingan Foto SEM Permukaan Plastik modifikasi Nanopartikel Au-tiol dengan tanpa modifikasi ... | 38 |
| Gambar 4.20 | Voltamogram Siklik Au dalam Buffer pH 7 dengan Variasi Waktu Aerasi O ₂ | 38 |

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 4.21 | Kurva Kalibrasi Arus terhadap Variasi Waktu Aerasi O ₂ pada Elektroda Au..... | 38 |
| Gambar 4.22 | Kurva Arus Reduksi terhadap Variasi Kadar O ₂ dengan Elektroda Au..... | 39 |
| Gambar 4.23 | Voltamogram Siklik Plastik@NPAu (A) dengan Variasi Waktu Aerasi O ₂ | 40 |
| Gambar 4.24 | Kurva Arus Reduksi terhadap Variasi Kadar O ₂ dengan Elektroda Plastik@NPAu (A)..... | 40 |
| Gambar 4.25 | Voltamogram Siklik Plastik@NPAu (B) dengan Variasi Waktu Aerasi O ₂ | 41 |
| Gambar 4.26 | Kurva Arus Reduksi terhadap Variasi Kadar O ₂ dengan Elektroda Plastik@NPAu (B)..... | 41 |
| Gambar 4.27 | Voltammogram Siklik Plastik@NPAu (C) dengan Variasi Waktu Aerasi O ₂ | 41 |
| Gambar 4.28 | Kurva Arus Reduksi terhadap Variasi Kadar O ₂ dengan Elektroda Plastik@NPAu (C)..... | 42 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|-------------|--|
| Lampiran 1. | Bagan Penelitian |
| Lampiran 2. | Bagan Sintesis Nanopartikel Au-Tiol |
| Lampiran 3. | Data Karakterisasi Larutan Nanopartikel Au-sitrat dengan Spektrofotometri UV-Visible selang Waktu Tertentu |
| Lampiran 4. | Data Karakterisasi Nanopartikel Au-tiol dengan Spektrofotometri UV-Visible pada waktu tertentu |
| Lampiran 5. | Tampilan proses sintesis nanopartikel Au |
| Lampiran 6. | Data kalibrasi waktu aerasi gas O ₂ terhadap kadar O ₂ |
| Lampiran 7. | Data arus puncak reduksi O ₂ terhadap variasi waktu aerasi |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Dewasa ini keberadaan air bersih telah menjadi isu penting yang perlu dicermati. Air bersih telah menjadi barang mahal. karena air sudah banyak tercemar oleh berbagai jenis limbah hasil kegiatan manusia seperti limbah rumah tangga hingga limbah industri (Harmayani, 2007). Sementara kebutuhan manusia terhadap air yang memenuhi kriteria aman untuk dikonsumsi semakin meningkat.

Keberlangsungan hidup organisme perairan sangat berpengaruh terhadap kondisi lingkungan perairan. Setiap organisme perairan dapat bertahan hidup dalam lingkungannya dengan batasan parameter-parameter tertentu. Sebagai contoh, ikan tambak dapat bertahan hidup dalam perairan yang memiliki kandungan oksigen terlarut kurang dari 4 ppm, salinitas dalam kisaran 12-20 ppt, dan kadar zat lainnya seperti amonia dengan kadar maksimum yaitu kurang lebih 0,1 ppm (SITH ITB, 2009). Selain itu, keberadaan senyawa organik dalam perairan dalam jumlah yang melimpah dapat mempengaruhi jumlah mikroorganisme perairan, yaitu semakin banyak limbah senyawa organik yang terlarut dalam air akan mengakibatkan meningkatnya jumlah mikroorganisme perairan aerob. Keberadaan mikroorganisme perairan ini dapat mempengaruhi kandungan zat lainnya salah satunya yaitu kadar oksigen terlarut atau DO (*Dissolve Oxygen*) (Sastrawijaya, 1991).

Pencemaran lingkungan perairan telah memberikan efek langsung bagi makhluk hidup. Oleh karena itu diperlukan tindakan untuk memantau kondisi perairan. Kegiatan memantau kondisi disebut juga dengan kegiatan *monitoring*. Kegiatan *monitoring* merupakan sebuah kegiatan atau tindakan yang dilakukan secara regular untuk pengumpulan, analisa dan pengkajian informasi tentang hal-hal yang terkait dengan pelaksanaan sebuah program. *Monitoring* juga dapat diartikan sebagai suatu kegiatan, untuk mengikuti perkembangan suatu program yang dilakukan secara mantap dan teratur serta terus menerus (Lestari dkk, 2009). Kegiatan *monitoring* kondisi perairan menjadi hal yang penting untuk dilakukan

agar dapat mengetahui keadaan lingkungan perairan tercemar sehingga dapat memberikan *treatment* untuk mengatasi permasalahan tersebut. Oleh karena itu, kegiatan memonitoring suatu perairan merupakan awalan yang sangat penting sebagai upaya perbaikan untuk pengelolaan air.

Parameter yang digunakan dalam *me-monitoring* kondisi perairan bermacam-macam. Salah satu parameter tersebut adalah DO (*Dissolved Oxygen*). DO merupakan kandungan oksigen yang terlarut dalam suatu perairan dalam satuan mg/L (ppm). Nilai DO berpengaruh terhadap berbagai faktor diantaranya adalah proses respirasi, pembusukan organisme, proses fotosintesis, dan aliran air. Nilai DO berkaitan erat dengan nilai BOD. BOD merupakan *Biological Oxygen Demand* yaitu kadar oksigen perairan yang digunakan oleh mikroorganisme untuk memetabolisme senyawa organik. Semakin tinggi nilai BOD menandakan bahwa perairan telah tercemar dengan zat polutan.

Pengukuran kadar BOD dapat dilakukan menggunakan metode konvensional yang memerlukan waktu 5 hari. Pengukuran dengan menggunakan metode ini tidak efisien terhadap waktu. Oleh karena itu banyak penelitian yang dilakukan untuk mengembangkan metode pengukuran BOD. Salah satunya adalah sensor BOD.

Penelitian mengenai pengembangan BOD yang dilakukan oleh (Zulfa, F, 2010) berhasil memperoleh pengukuran nilai BOD yang sesuai dengan pengukuran menggunakan metode BOD konvensional. Namun, hal ini yang menjadi dasar ide penelitian yang dilakukan, yaitu membuat elektroda kerja yang *-disposable* buang. Sehingga pada setiap pengukuran, permukaan elektroda kerja dapat terbarukan sehingga menghasilkan respon pengukuran yang baik. Pada penelitian ini, pembuatan elektroda kerja yang dilakukan adalah elektroda kerja plastik yang termodifikasi dengan nanopartikel Au sebagai sensor oksigen. Pemilihan material yang murah dapat menghasilkan elektroda kerja *disposable* yang efektif dan efisien.

1.2. Penelitian Terkait

Nanopartikel memiliki kecenderungan teragregasi partikel-partikelnya seiring dengan bertambahnya waktu, oleh karena itu dibutuhkan zat penstabil.

Metode sintesis nanopartikel Au yaitu dengan memanfaatkan zat penstabil yaitu Na-sitrat. Hingga saat ini, pengembangan metode sintesis nanopartikel Au masih berlangsung. Kemudian tahun 1995, metode sintesis nanopartikel Au dengan zat penstabil alkanatiol telah ditemukan oleh Mathias Brust et. al. Hasil penelitian sintesis ini telah membuka peluang berkembangnya pengaplikasian nanopartikel Au dalam fasa organik.

Penggunaan plastik sebagai substrat dalam proses modifikasi permukaan dengan nanopartikel Au telah membuka peluang pemanfaatannya yang lebih luas. Pada tahun 2002, Shiigi et. al. telah berhasil meningkatkan nilai konduktivitas serta hidrofilitas permukaan melalui pemanfaatan nanopartikel Au untuk memodifikasi permukaan plastik polistirena melalui jembatan gugus tiol (R-S-H--NPAu).

Pembuatan mikrosel yang terdiri dari tiga elektroda dengan menggunakan metode amperometri telah berhasil diterapkan untuk memisahkan campuran asam askorbat dengan asam urat oleh Carvalhal et. al. Penelitian ini menggunakan elektroda kerja berupa nanopartikel Au yang termodifikasi pada permukaan polyester. Hal ini menunjukkan bahwa plat plastik yang termodifikasi nanopartikel Au berhasil diterapkan dalam bidang elektrokimia.

1.3. Perumusan masalah

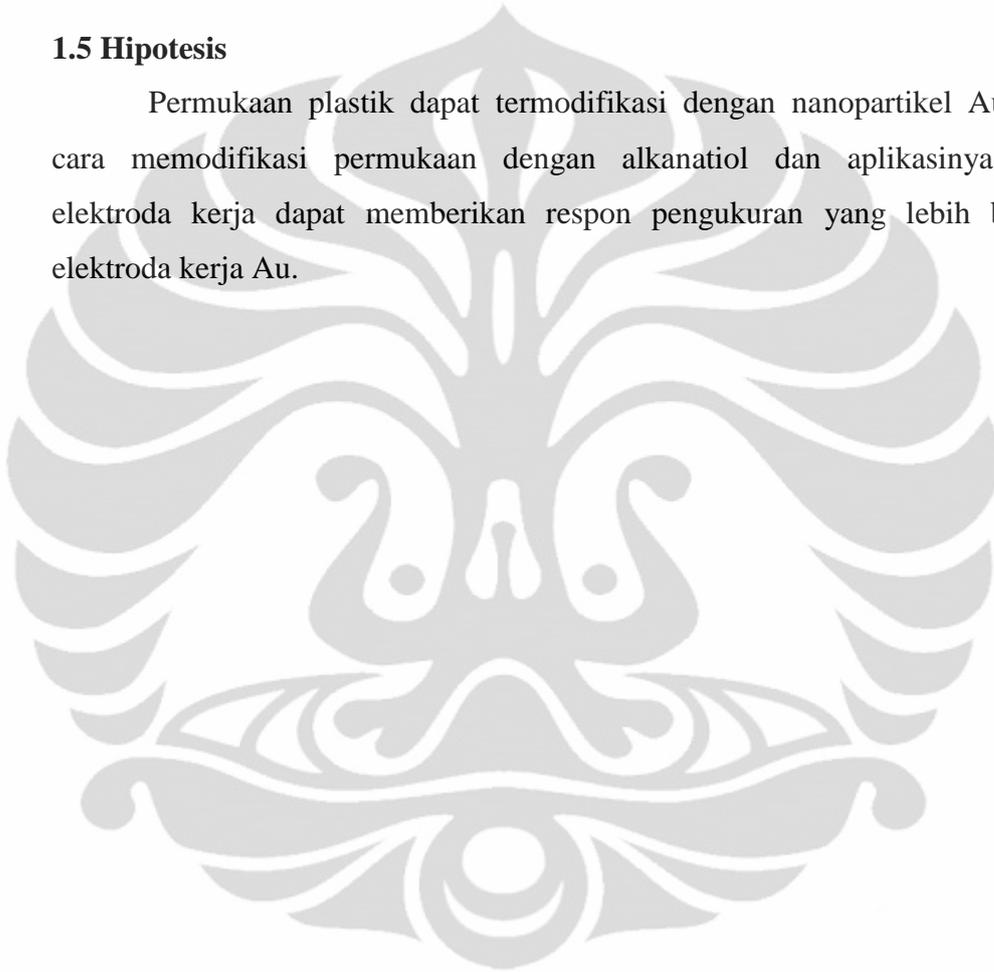
Pada pengukuran DO dengan menggunakan elektroda *Carbon termodifikasi* pada pengukuran berulang. Sehingga diperlukan elektroda yang permukaannya selalu terbarukan yaitu dengan menggunakan elektroda *disposable*. Pada sensor BOD yang telah dikembangkan, elektroda kerja yang digunakan adalah *glassy carbon* termodifikasi permukaannya dengan nanopartikel Au. Namun penggunaan elektroda *Glassy Carbon* tidak tepat dijadikan sebagai elektroda kerja yang *disposable* karena elektroda ini cukup mahal. Oleh karena itu diperlukan material lain yang dapat termodifikasi permukaannya dengan nanopartikel Au.

1.4. Tujuan Penelitian

Mempelajari metode modifikasi permukaan plastik dengan nanopartikel Au dengan zat penstabil Na-sitrat dan zat penstabil alkanatiol serta mempelajari aplikasinya sebagai elektroda kerja pada sensor oksigen. kemudian membandingkan performanya dengan elektroda Au.

1.5 Hipotesis

Permukaan plastik dapat termodifikasi dengan nanopartikel Au dengan cara memodifikasi permukaan dengan alkanatiol dan aplikasinya sebagai elektroda kerja dapat memberikan respon pengukuran yang lebih baik dari elektroda kerja Au.



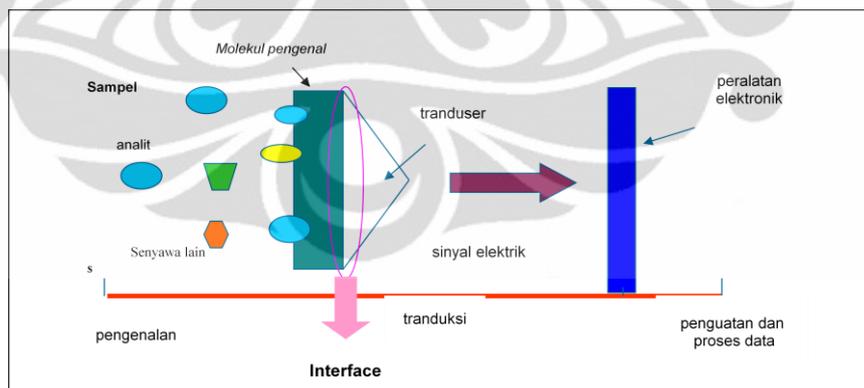
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sensor Kimia

Sensor kimia adalah perangkat kecil yang dapat digunakan untuk pengukuran analit secara langsung. Sensor kimia merupakan suatu perangkat yang terdiri dari molekul pengenalan (seperti enzim, mikroba, ligan, polimer dan lain-lain.) yang terintegrasi dengan *transducer* yang menghasilkan suatu sistem untuk mendeteksi suatu analit secara spesifik. (Lumanto, A, 2010) Molekul pengenalan memiliki peranan penting dalam sensor kimia, yaitu molekul ini mengalami interaksi kimia dengan analit yang dideteksi sehingga menghasilkan respon kimia yang akan ditangkap oleh *transducer*. Informasi berupa respon kimia yang ditangkap oleh *transducer*, kemudian akan diubah sebagai informasi berupa signal yang dapat diterima dan diolah oleh detektor. Hasil dari respon kimia yang diolah adalah berupa signal elektrik. (Thevenot, D. R, 1999)

Berikut ini merupakan sketsa dasar komponen sensor kimia :



Gambar 2.1 Bagan Sensor Kimia

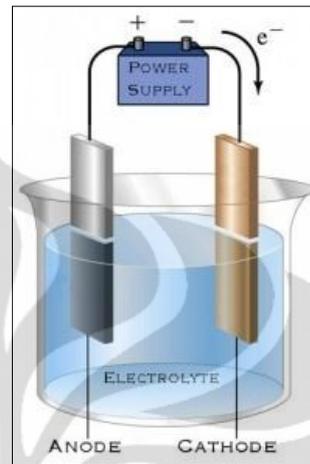
Pada saat ini, jenis serta pengembangan sensor kimia telah banyak dilakukan oleh para peneliti. Salah satunya adalah sensor kimia berbasis elektrokimia seperti sensor gas yang keberadaanya bervariasi yaitu sensor gas O_2 , CO_2 , NO_2 , dll.

2.2 Sel Elektrokimia

Elektrokimia merupakan ilmu yang mempelajari perubahan reaksi kimia yang melibatkan kerja listrik yang dinyatakan dalam bentuk transfer elektron. Elektrokimia terdiri dari reaksi galvanik dan elektrolisis. Reaksi galvanik merupakan reaksi kimia yang menghasilkan kerja listrik berupa transfer elektron yang berlangsung secara spontan. Sedangkan reaksi elektrolisis merupakan reaksi elektrokimia yang berlangsung non-spontan dimana membutuhkan kerja listrik untuk menghasilkan reaksi kimia.

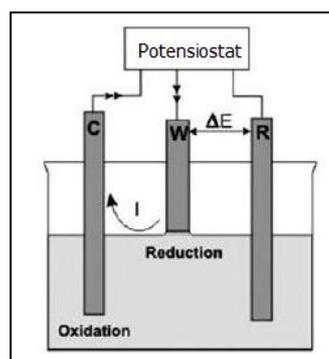
Sel elektrokimia merupakan suatu komponen elektrokimia yang terdiri dari elektroda, larutan elektrolit, dan kompartemen sebagai wadah, seperti yang terlihat pada gambar 2.2. Dalam sel elektrokimia, elektroda berperan sebagai tempat terjadinya reaksi elektrokimia dimana arus listrik yang dihasilkan maupun diserap terjadi di elektroda. Elektroda merupakan tempat atau daerah pertemuan antara pertukaran arus listrik pada ion-ion dengan pergerakan elektron-elektron pada elektroda dimana arus dibawa oleh pergerakan ion-ion dalam elektrolit kemudian terjadi transfer sehingga arus dibawa oleh pergerakan elektron-elektron pada elektroda yang sesuai. Elektroda merupakan padatan logam ataupun semikonduktor yang memiliki energi pemisahan elektron yaitu adanya pemisahan pita konduksi dengan pita valensi. Keberadaan pemisahan pita konduksi dengan pita valensi ini menyebabkan terjadinya transfer elektron pada reaksi elektrokimia. Karakteristik lain dari elektroda yaitu bersifat inert atau tidak reaktif agar terhindar dari terjadinya reaksi kimia yang terjadi. Beberapa contoh elektroda yang sering digunakan yaitu logam emas (Au), platina (Pt), perak (Ag) dan karbon (C). Selain elektroda, larutan elektrolit juga memiliki peranan penting yaitu sebagai penyalur pada transfer muatan (elektron). Larutan elektrolit merupakan asam, basa, atau garam yang terdisosiasi menjadi ion dan terlarut dalam air. Larutan elektrolit memiliki konduktivitas (Bagosky, V. S., 2006). Larutan elektrolit yang digunakan dalam sel elektrokimia harus dapat menghantarkan listrik, dan tidak bereaksi dengan analit sehingga tidak mengganggu reaksi reduksi-oksidasi yang berlangsung. Beberapa contoh larutan elektrolit yang sering digunakan adalah larutan garam anorganik, asam, basa

(Bagotsky V. S. 2006 p. 5) seperti buffer asam atau basa seperti NaCl, KCl, NaSO₄, NaNO₃, H₂SO₄, HCl, NaOH, KOH, buffer fosfat, buffer asetat, dan lain-lain.



[Sumber : <http://catatankimia.com/catatan/elektrokimia.html>]

Gambar 2.2 Skema Sel Elektrokimia Pada sel elektrokimia, terdapat tiga macam elektroda yang digunakan, yaitu elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda pendukung. Ketiga macam elektroda ini memiliki peran masing-masing dalam pemanfaatannya sebagai sel elektrokimia. Elektroda kerja merupakan elektroda yang bertindak sebagai tempat terjadinya reaksi redoks dengan analit yang sedang diteliti. Elektroda ini umumnya berupa material logam, semikonduktor, maupun karbon, beberapa contoh diantaranya emas (Au), perak (Ag), platina (Pt) dan karbon (C) dengan berbagai jenis seperti dalam bentuk pasta, *glassy carbon* dan *pyrolytic graphite*. Selanjutnya elektroda pembanding merupakan elektroda yang memiliki potensial konstan sehingga berguna untuk menentukan nilai potensial suatu reaksi elektrokimia. Fungsi elektroda ini adalah sebagai penstabil beda potensial pada elektroda kerja dalam sel elektrokimia.



[Sumber : <http://www.scielo.org.mx/scielo>]

Gambar 2.3 Bagan Sel Elektrokimia

Elektroda pembanding yang sering digunakan yaitu elektroda hidrogen standar, elektroda kalomel standar, dan elektroda perak-klorida. Kemudian elektroda pendukung merupakan elektroda yang berperan sebagai sumber dan tempat masuknya elektron sehingga arus dapat dilewatkan melalui sel. Elektroda pendukung yang sering digunakan yaitu platina (Pt) dan karbon (C).

2.2.1 Elektroda Karbon

Salah satu elektroda yang sering digunakan sebagai elektroda pendukung yaitu diantaranya elektroda karbon. Hal ini karena elektroda karbon memiliki berbagai keunggulan dibandingkan dengan elektroda lain yang sering digunakan seperti elektroda platina, emas dan perak. Jenis elektroda karbon banyak ditemukan meliputi glassy karbon, dan karbon pasta, grafit dan *carbon fiber*.

Elektroda karbon memiliki kegunaan yang cukup luas dalam elektroanalisis yaitu elektroda ini dapat digunakan sebagai elektroda kerja maupun elektroda pendukung. Selain karbon merupakan unsur inert yang cocok digunakan dalam sel elektrokimia, keunggulan dari elektroda karbon yaitu harga yang relatif murah, mudah diperoleh, memiliki kisaran potensial yang cukup lebar, memberikan arus latarbelakang yang rendah sehingga mengurangi faktor kesalahan membaca arus, dan konduktifitas elektrik yang sangat baik. Keunggulan lain yaitu elektroda karbon stabil dalam temperatur kamar dan memiliki reprodusibilitas tinggi, artinya kedapatulangannya tidak menurunkan respon secara signifikan. Selain itu, permukaan elektroda karbon mudah dimodifikasi dengan nanopartikel Au (Wijaya, Lany, 2006), nanopartikel Pt (Chikae, Miyuki et. al., 2006), sehingga diperoleh konduktifitas yang lebih baik.

2.2.2 Elektroda Ag/AgCl

Elektroda pembanding merupakan elektroda yang memiliki potensial yang konstan dimana fungsinya sebagai pembanding. Elektroda Ag/AgCl merupakan salah satu jenis elektroda pembanding telah banyak ditemukan. Elektroda pembanding merupakan elektroda yang digunakan untuk mengukur atau menentukan nilai potensial setengah sel dengan cara bertindak sebagai elektroda

acuan. Elektroda pembanding yang sering digunakan adalah elektroda kalomel, elektroda standar hidrogen, dan elektroda Ag/AgCl.

Elektroda ini terdiri dari kawat Ag yang dilapisi oleh perak klorida yang berupa padatan putih sukar larut, dengan cara menganodisasi perak di dalam larutan klorida, serta dilapisi dengan larutan KCl dan membran.

Kinerja dari elektroda dapat menurun akibat faktor-faktor dibawah ini yaitu :

1. Cahaya ultraviolet

Cahaya ultraviolet dapat menyebabkan AgCl mengalami dekomposisi menjadi Ag

2. Senyawa bersifat basa

Senyawa Ag_2O atau AgOH akan terbentuk jika AgCl berinteraksi dengan spesi OH^- sehingga nilai potensial akan bergantung terhadap pH

3. Buffer NH_3

NH_3 dapat membentuk kompleks dengan AgCl

4. Senyawa sulfida

Keempat hal ini dapat terjadi jika elektroda ini tidak terlapisi oleh baik, oleh karena itu perlu dilakukan pelapisan.

2.3 Voltametri

Voltametri merupakan salah satu metode elektroanalisis yang digunakan untuk mengetahui informasi elektrokimia dari analit dengan cara memberikan potensial sehingga dapat diketahui hubungan antara arus yang dihasilkan terhadap potensial yang diberikan. Potensial reduksi dan reaktifitas elektrokimia dari analit dapat diperoleh dengan menggunakan metode ini. Keuntungan dari metode voltametri ini salah satunya yaitu tidak merusak sampel kecuali jika terjadi kebocoran pada larutan elektrolit.

Dengan metode voltametri, analit diberikan potensial yang bervariasi secara sistematis sehingga analit yang mengalami reaksi reduksi dan oksidasi pada permukaan elektroda kerja. Variasi potensial yang diberikan akan menghasilkan arus listrik sehingga dapat diperoleh grafik hubungan arus listrik dalam satuan A

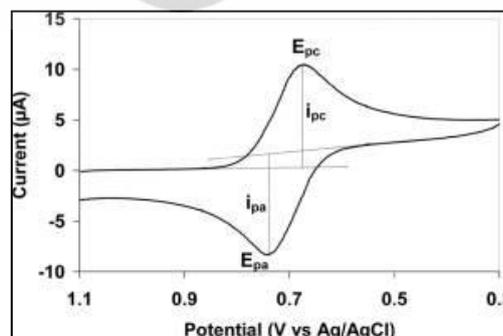
(*ampere*) terhadap variasi potensial dalam satuan V (*volt*), grafik ini disebut juga dengan voltamogram.

Penerapan metode ini memerlukan tiga jenis elektroda yaitu elektroda kerja, elektroda pendukung dan elektroda pembanding.

Metode voltametri terdiri dari beberapa tipe yang sering digunakan yaitu *linear sweep voltametry*, *cyclic voltametry*, *anodic stripping voltammetry*.

Anodic stripping voltametri merupakan salah satu metode elektrolisis yang berguna untuk penentuan kuantitatif spesifik spesi ion. Dalam metode ini terdiri dari dua tahapan yaitu tahapan deposisi dan tahapan pelepasan (*stripping*). Pada tahapan pertama, analit yang dianalisis dilakukan pengendapan pada permukaan elektroda kerja atau dikenal juga dengan elektroplated. Pada proses ini potensial konstan yang diberikan berfungsi untuk mereduksi analit dalam larutan. Kemudian tahap selanjutnya tahap pelepasan dengan cara memberikan potensial yang lebih positif sehingga menghasilkan reaksi oksidasi. Potensial yang menyebabkan oksidasi ini menghasilkan arus anodic yang terukur dan ditampilkan dalam bentuk voltamogram.

Siklik voltametri merupakan metode potensiodinamik yaitu metode yang berguna untuk mempelajari karakteristik elektrokimia dari analit dengan cara melakukan pemindaian potensial dengan kecepatan pemindaian tertentu dan dilakukan pada arah potensial sebaliknya. Arus yang dihasilkan pada elektroda kerja dialurkan terhadap potensial yang diberikan disebut sebagai voltamogram. Bentuk voltamogram pada cyclic voltametri adalah sigmoidal yaitu berbentuk “S”, berikut contoh voltamogram siklik :

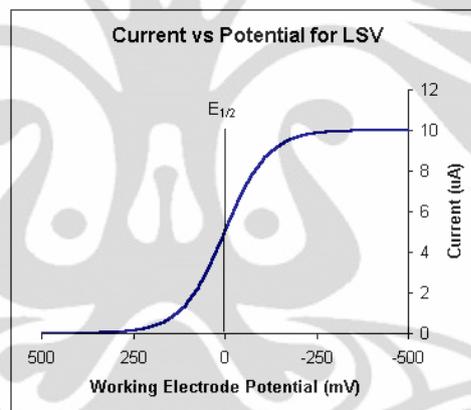


[Sumber : <http://www.cheng.cam.ac.uk/research/groups/>]

Gambar 2.4.: Contoh Voltamogram Siklik

Metode ini digunakan untuk menentukan koefisien difusi dan potensial reduksi sel. Berdasarkan voltamogram, senyawa yang aktif dalam reaksi elektrokimia ini dapat terbaca pada puncak arus. Pada puncak atas merupakan arus katodik dan pada puncak bawah merupakan arus anodik. Potensial pada puncak-puncak arus ini merupakan nilai potensial reduksi dan oksidasi dari analit. Metode stripping voltametri merupakan metode yang sering digunakan untuk penentuan kuantitatif.

Linear sweep voltametry merupakan metode elektrolisis yang dilakukan dengan melakukan pemindaian potensial yang diberikan secara linier terhadap waktu sehingga arus yang dihasilkan pada elektroda kerja berupa garis linier antara potensial terhadap arus. Teknik ini melakukan pemindaian potensial dari batas bawah ke batas atas. berikut voltamogram teknik LSV :



Sumber : <http://www.cheng.cam.ac.uk/research/groups/>

Gambar 2.5.: Contoh Voltamogram Linier

Metode voltametri ini memerlukan instrumen yang berperan sebagai pemberi potensial, yaitu potensiostat. Potensiostat merupakan alat elektronik yang digunakan sebagai pengontrol potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding dalam satu sel.

2.4 Nanopartikel

Nanopartikel merupakan temuan pada masa ilmu pengetahuan modern yang pemanfaatannya dapat diaplikasikan pada berbagai bidang ilmu yaitu secara umum adalah medis, industri dan pengembangan ilmu pengetahuan alam. Tingkatan nanopartikel adalah yang paling terdepan saat ini, baik dalam ilmu

pengetahuan maupun aplikasi di industri. Aplikasi nanopartikel dalam bidang farmasi yaitu aplikasi nanopartikel Au sebagai *treatment* kanker sebab nanopartikel Au mempunyai karakteristik unik yaitu mampu mengubah gelombang frekuensi radio menjadi frekuensi lebih tinggi yang mana hal ini dapat mengakibatkan sel kanker rusak (M, Rajasree P., 2009). Selain itu, Peningkatan performa elektroda C (karbon) sebagai elektroda kerja dapat dilakukan dengan memodifikasi dengan nanopartikel Au-Pt sebagai sensor peroksida. (Park, In-Su et. al., 2008)

Nanopartikel adalah partikel yang berukuran dalam skala nano meter (10^{-9} m) yaitu antara 1-100 nm yang mana memiliki karakteristik istimewa dibandingkan dengan unsur dalam ukuran makro. Sintesis nanopartikel umumnya melakukan modifikasi permukaan dengan melibatkan molekul lain seperti pada gambar 2.6. Salah satu karakteristik dari nanopartikel yaitu terjadinya peningkatan sifat konduktivitas listrik yaitu terjadinya pemisahan antara pita valensi dan pita konduksi sehingga energinya lebih besar. Karakteristik lainnya yaitu pada tingkatan ukuran nanometer, karakteristik fisik maupun kimia dari materi berubah sangat drastis yaitu warna, dan titik leleh. Sebagai contoh, unsur emas dalam ukuran nanopartikel berubah warna menjadi kemerah-merahan, material keramik dan logam dalam ukuran nanopartikel menjadi bersifat semikonduktor. Perubahan karakteristik unsur pada ukuran nanopartikel ini dapat membuka peluang berkembangnya teknologi baru. Contoh lainnya yaitu sifat penghantar listriknya tidak lagi mengikuti hukum Ohm, tetapi mempunyai harga penghantar yang diskrit. Karakteristik unik ini juga tidak ditemukan pada emas berukuran makro.

Nanopartikel dapat disintesis melalui beberapa metode dengan proses menggunakan fasa gas, cair, atau padat. Proses melibatkan fasa gas yaitu *flame pyrolysis*, *furnace flow reaction*, penguapan temperatur tinggi, radiasi dengan gelombang *microwave*. (Nagarajan, R., 2008)

Karakterisasi nanopartikel dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai macam instrumen diantaranya elektron microscopy (TEM, SEM), powder X-ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). Dan untuk memantau kestabilan nanopartikel yang disintesa dapat menggunakan

spektrofotometri UV-Vis dengan cara memantau panjang gelombang serapannya selama beberapa waktu.

2.4.1 Nanopartikel Au

Dalam bentuk *bulk*, emas (Au) yang memiliki nomor atom 79 ini merupakan suatu padatan berwarna kuning berkilau. Salah satu karakteristik kimia dari unsur ini yaitu bersifat inert tetapi dapat bereaksi dengan klorin, fluorin, aqua regia, dan dapat larut dalam merkuri (Hg). Karakteristik fisik dari unsur ini yaitu memiliki titik didih 2856 °C dan titik leleh 1064.18 °C. Emas merupakan suatu konduktor listrik yang baik sehingga tepat penggunaannya sebagai elektoda dalam sel elektrokimia. Nanopartikel Au memiliki karakteristik optik serta karakteristik elektronik unik yang berkaitan dengan ukuran serta bentuk nanopartikel Au hampir sebagian besar ukuran suatu unsur dalam skala nanometer memiliki karakteristik yang unik yaitu nanopartikel Au dalam ukuran nanometer tertentu warna yang terlihat adalah kemerahan atau biru ke abu-abuan tergantung dengan seberapa dekat partikel tersebut bersama yang mana sifat ini tidak dimiliki unsur tersebut dalam skala lebih besar. Pemanfaatan nanopartikel Au dalam bidang elektrokimia yaitu digunakan sebagai elektroda kerja.

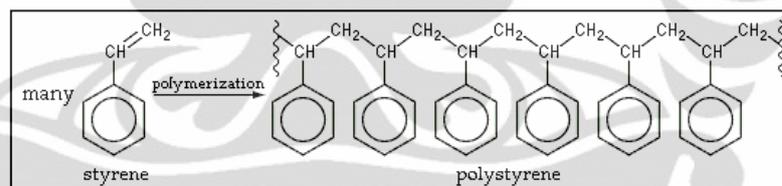
Nanopartikel emas dapat disintesa dengan dua cara yaitu cara fisika dan cara kimia. Pembuatan nanopartikel melalui cara fisika yaitu dengan cara melebur batangan emas hingga mencapai ukuran yang sangat kecil yaitu dalam skala nanometer, sedangkan dengan cara kimia yaitu dengan cara menumbuhkan nanopartikel dari atom logam dimana didapat dari prekursor molekular atau ionik. Sebagai contoh sintesis nanopartikel secara kimia dilakukan melalui reaksi reduksi ion logam. Hasil reduksi ion logam menghasilkan partikel-partikel logam yang terdispersi dalam fasa cair. Oleh karena itu, larutan nanopartikel dikenal juga sebagai koloid. Metode sintesis nanopartikel Au telah banyak ditemukan beberapa diantaranya nanopartikel Au dengan zat penstabil sitrat (Turkevich, J. 1985), dengan zat penstabil alkanatiol (Brust, Mathias et. al., 2005),

Sintesis nanopartikel Au seringkali dilakukan sebab proses sintesis yang mudah, memiliki toksisitas yang rendah, dan mudah dilakukan pelekatan dengan molekul biologi. (Chen, Y., Preece, J. A., Palmer, R. E., 1999).

2.5 Polistirena

Plastik polistirena merupakan polimer yang terdiri dari monomer stirena (IUPAC: 1-feniletana-1,2-diil) yang dibuat secara komersial dari minyak bumi. Dalam temperatur ruang, plastik polistirena ini berwujud padat, tidak berwarna. Salah satu karakteristik dari polimer ini yaitu bersifat termoplastik yaitu jenis plastik yang akan melunak jika dipanaskan dan akan mengeras jika diturunkan temperaturnya. Sehingga pada temperatur tinggi plastik ini akan meleleh. Kemudian bahan ini memiliki nilai konduktivitas listrik yang sangat rendah yaitu 10^{-6} S/m sehingga dapat dikatakan tidak dapat menghantarkan listrik. Karakteristik lain dari polistirena yaitu tahan air, bahan kimia non-organik, dan alkohol. Pemanfaatan polimer ini paling banyak ditemukan sebagai peralatan rumah tangga seperti sapu, sisir, baskom, gantungan baju, ember. Selain itu pemanfaatan lainnya adalah dalam produk-produk elektronik sebagai kotak CD, casing, cabinet dan komponen-komponen lainnya.

Berikut ini merupakan reaksi polimerisasi polistirena :



[<http://www.practicalchemistry.org/>]

Gambar 2.6. Contoh reaksi polimerisasi

Konduktivitas serta hidrofilitas plastik polistirena dapat ditingkatkan dengan memodifikasi permukaan plastik dengan nanopartikel Au (Shiigi et. al., 2003) Peneliti melaporkan bahwa modifikasi permukaan polistirena dengan menggunakan nanopartikel emas dapat dilakukan melalui jembatan tiol sehingga hubungan yang terbentuk yaitu :

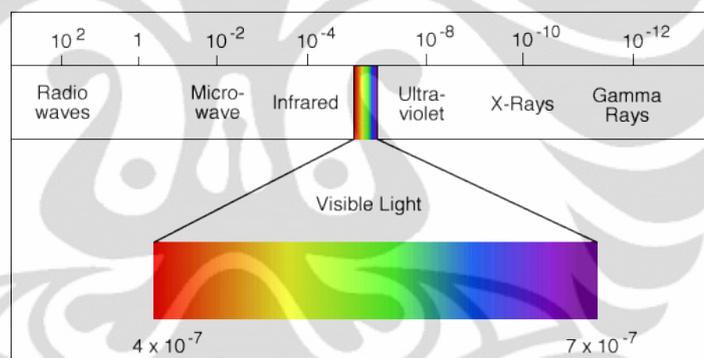


Polistirena memiliki beberapa cara untuk didaur-ulang yaitu diantaranya adalah dengan daur-ulang fisik yaitu dengan pencampuran (E.A.,Gulke. 2004)

sedangkan daur-ulang kimia adalah dengan modifikasi polimer (Karagoz S, et.al., 2003) dan memanfaatkan pemanasan pembakaran.

2.6 Spektrofotometer UV-Visible

Spektrofotometri merupakan salah satu teknik analisis kimia yang berguna dalam memperoleh informasi kualitatif maupun kuantitatif suatu zat. Spektrofotometer merupakan suatu instrumen yang dapat memancarkan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu, pada spektrofotometer UV-Visible, cahaya yang dapat dipancarkan yaitu cahaya tampak yaitu kisaran panjang gelombang 380 nm-780 nm dan cahaya ultraviolet yaitu pada panjang gelombang kurang dari 400 nm. Cahaya ini tidak terlihat oleh kasat mata namun dapat terdeteksi dengan sel foto listrik. Berikut merupakan spektrum gelombang elektromagnetik :



[<http://glossary.periodni.com/>]

Gambar 2.7. Gambar Spektrum UV-Vis

Prinsip kerja dari instrumen ini yaitu sinar yang dipancarkan oleh sumber sinar berupa cahaya monokromatis akan memancar pada sampel yang sedang diteliti. Cahaya monokromatis merupakan cahaya yang terdiri dari panjang gelombang yang tunggal. Kemudian sinar gelombang elektromagnetik yang dipancarkan ini akan berinteraksi dengan sampel. Cahaya yang terpancarkan akan diserap oleh sampel yang mana terdiri dari beberapa senyawa. Sampel yang terdiri dari senyawa atau molekul ini akan mengalami transisi pada struktur elektroniknya. Serapan radiasi sinar ultraviolet ini sering dikenal dengan spektroskopi elektronik. Setiap senyawa memiliki tingkatan energi yang spesifik

sebab pada setiap senyawa terdiri dari orbital ikatan tertentu. Orbital ikatan pada molekul akan mengalami transisi elektronik sehingga sinar yang dipancarkan dari sumber cahaya pada instrumen dapat menyebabkan serapan. Serapan ini menyebabkan adanya sinar yang diserap dan sinar yang diteruskan. Intensitas cahaya yang diteruskan akan ditangkap oleh detektor yang kemudian akan disambungkan pada *transducer* yang berperan sebagai pengubah signal tersebut menjadi informasi yang berguna.

Spektrofotometri UV-Vis dimanfaatkan sebagai analisis kimia kualitatif maupun kuantitatif. Informasi kualitatif dapat diperoleh dari sifat spesifik serapan elektronik yang dihasilkan dari pancaran sinar monokromatis terhadap sampel. Dengan cara menentukan puncak serapan berupa panjang gelombang dari sampel. Selain itu, informasi kuantitatif dapat diperoleh dengan mengikuti hukum Lambert-Beer.

Spektrofotometri dapat digunakan untuk menentukan ukuran partikel dan dapat juga untuk karakterisasi nanopartikel logam yang memiliki absorbansi plasmon permukaan terletak dalam daerah *visible* atau cahaya tampak yaitu seperti nanopartikel logam tembaga (Cu), perak (Ag), dan emas (Au).

2.7 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Scanning electron microscope merupakan salah satu instrumen mikroskop elektron dengan prinsip difraksi elektron. Pada mikroskop elektron terdapat 2 jenis elektron yang terlibat yaitu elektron primer dan sekunder elektron. Elektron primer merupakan elektron berenergi tinggi yang dipancarkan oleh katoda biasanya berkisar 20 eV hingga 200 eV atau sampai 1 MeV yang dipancarkan dari katoda yang dipanaskan. Sedangkan elektron sekunder adalah elektron berenergi rendah yang dipancarkan oleh atom pada permukaan. Atom yang akan memancarkan elektron sekunder adalah atom yang disinari berkas elektron primer. Penggunaan instrumen SEM pada perkembangan nanoteknologi juga berperan penting pada karakterisasi nanomaterial dan nanostruktur sampel padatan. Perbedaan instrumen SEM dengan mikroskop elektron lainnya yaitu instrumen SEM ini dimanfaatkan untuk mengkarakterisasi sampel dalam fasa

padatan saja sedangkan instrumen TEM dimanfaatkan untuk fasa padat dan cair. Perbesaran yang dapat dijangkau mikroskop elektron ini mencapai 15 hingga 200.000 kali.



Gambar 2.8. Instrumen SEM

Prinsip kerja instrumen ini adalah difraksi elektron, yaitu dengan cara menembakan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan sampel. Kemudian berkas elektron yang mengenai permukaan sampel akan menghasilkan pantulan berupa berkas elektron sekunder yang memancarkan ke segala arah. Berkas elektron sekunder yang memancar ke segala arah ini akan tertangkap oleh detektor. Kemudian informasi dari detektor dilanjutkan ke *transducer* yang berfungsi mengubah signal menjadi *image*. *Image* yang tergambar diperoleh dari berkas elektron sekunder yang terpancar secara acak sehingga dapat memberikan informasi morfologi permukaan.

2.8 Transmision Elektron Microscopy (TEM)

Pada tahun 1931, TEM pertama kali ditemukan oleh Max Knoll dan Ernst Ruska. Hasil temuan ilmuwan ini memberikan sumbangsih yang sangat berarti dalam perkembangan nanomaterial yang salah satunya pemanfaatannya untuk karakterisasi material dalam skala nanometer.

TEM merupakan instrumen mikroskopi elektron yang memiliki resolusi perbesaran paling tinggi yaitu hingga perbesaran 10^6 .. elek Instrumen ini

digunakan untuk mengkarakterisasi nanomaterial sehingga diperoleh tampilan gambaran dalam skala nanometer dan juga dapat menentukan lokasi atom-atom dalam sampel. Mikroskop elektron mampu mengatur perbesaran tinggi dibandingkan mikroskop cahaya karena prinsip dari persamaan de Broglie yaitu :

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v}$$

dimana m dan q adalah massa dan muatan elektron, h merupakan konstanta planck dan V merupakan beda potensial elektron yang terakselerasi. Oleh karena Panjang gelombang elektron memiliki nilai yang kecil dibandingkan panjang gelombang cahaya oleh sehingga perbesarannya dapat mencapai resolusi yang tertinggi.

Prinsip kerja instrumen TEM yaitu elektron dengan energi sangat tinggi (dipercepat pada tegangan ratusan kV) menembak permukaan sampel yang sangat tipis hingga mentransmisikan berkas elektron sekunder. Berkas elektron sekunder yang ditransmisikan akan ditangkap oleh detektor sebagai signal yang memberikan informasi tampilan partikel-partikel. Kemampuan elektron berinteraksi dengan permukaan sampel memberikan hasil yang berbeda-beda, bergantung pada permukaan sampel, jika elektron yang ditembak mampu menembus permukaan sampel sehingga menghasilkan tidak adanya energi yang berkurang, maka interaksi elastik antara sampel dengan berkas elektron ini menyebabkan signal yang ditransmisikan akan ditangkap oleh detektor sebagai bagian yang “lunak”. Sedangkan pada bagian yang dianggap “keras” adalah jika interaksi sampel dengan berkas elektron primer menghasilkan interaksi inelastik maka menyebabkan absorpsi kompleks dan efek penyebaran yang mana dapat menghasilkan variasi spasial pada intensitas yang ditransmisikan. TEM memiliki kemampuan mengambil gambar dengan resolusi tinggi dibandingkan dengan mikroskop cahaya. Sehingga dapat dikatakan bahwa Instrumen TEM yang berfungsi untuk analisis permukaan berdasarkan serapan elektron pada material, bergantung pada ketebalan dan komposisi dari material yang dianalisis.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan

3.1.1 Bahan

Pada penelitian ini bahan-bahan yang diperlukan adalah larutan hidrogen tetrakloroaurat (HAuCl_4), 1-dodekanatiol ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SH}$), natrium borohidrat (NaBH_4), toluena (C_7H_8), tetraoktilamonium bromida ($\text{N}(\text{C}_8\text{H}_{17})\text{Br}$), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), natrium sitrat ($\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_7\text{Na}$), larutan buffer fosfat, plastik mika mika (Yashica photocop-film, ketebalan : 0,10 mm), tabung gas O_2 , N_2 , aquademin.

3.1.2 Peralatan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu peralatan gelas seperti gelas kimia, buret, erlenmeyer, labu ekstraksi, gelas ukur, botol timbang, batang pengaduk, pipet tetes, pipet ukur. Selain itu, menggunakan alat berupa instrumen potensiostat, sonikator, dan instrumen analisis yaitu spektrofotometer UV-Vis, TEM, SEM, dan FTIR.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Larutan

Tahapan awal yaitu membuat larutan yang dibutuhkan seperti : larutan HAuCl_4 0,01 M, Tetraoktil Amonium Bromida (TOABr) 0,05 M, NaBH_4 0,4 M, Natrium sitrat 0,01 M, buffer fosfat pH 7,0.

3.2.1.1 Larutan HAuCl_4 0,01 M

Larutan HAuCl_4 disiapkan dengan menimbang padatan $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1 g. Kemudian padatan $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 250 mL. Padatan ini harus segera dilarutkan untuk menghindari sifat padatan yang higroskopis.

3.2.1.2 Larutan Tetraoktilammonium bromida 0,05 M

Padatan TOABr ditimbang sebanyak 1,366 gr dan dilarutkan dalam toluena dalam labu ukur 50 mL. Penyimpanan dilakukan dalam temperatur sejuk.

3.2.1.3 Larutan NaBH_4 0,4 M

NaBH_4 ditimbang sebanyak 0,378 g. kemudian padatan ini dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 25 mL. Larutan ini dibuat harus dalam keadaan fresh. Penyimpanan larutan ini menggunakan wadah coklat dan penyimpanan dalam temperatur ruang.

3.2.1.4 Larutan Na-Sitrat 0,1 M

Padatan Na-sitrat ditimbang sebanyak 0,2941 g. Padatan ini dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 10 mL.

3.2.1.5 Larutan Buffer Fosfat pH 7,0

KH_2PO_4 ditimbang sebanyak 0,6804 g dan K_2HPO_4 sebanyak 0,8710 g. Kemudian keduanya dicampur dan dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL.

3.2.1 Sintesis Nanopartikel Au-Na Sitrat

Larutan HAuCl_4 0,01 M sebanyak 0,5 mL ditambahkan dengan aquademin sebanyak 18,5 mL dan disertai dengan pengadukan. Setelah itu campuran tersebut ditambahkan larutan Na-sitrat 0,1 M sebanyak 0,5 mL dan disertai pengadukan selama 5 menit. Kemudian setelah campuran homogen, larutan NaBH_4 0,1 M sebanyak 0,5 mL ditambahkan dengan perlahan dan disertai pengadukan yang lemah.

3.2.2 Sintesis Nanopartikel Au- Tiol

Prosedur sintesis nanopartikel Au-tiol bersumber dari Brust, M. et.al. (1995). Tahapan pertama yaitu mencampurkan 45 mL larutan HAuCl_4 0,01 M dengan 40 mL larutan tetraoktilamonium bromida (TOABr) 0,05 M dalam pengadukan kuat selama ± 15 menit setelah itu memisahkan fasa organik (lapisan atas) dengan fasa air. Kemudian menambahkan 75 mg dodekanatiol ke dalam fasa organik disertai pengadukan hingga homogen. Fasa organik yang telah tercampur dengan dodekanatiol ditambahkan larutan NaBH_4 0,4 M sebanyak 12,5 mL hingga terbentuk 2 fasa. proses pengadukan berlangsung hingga ± 5 jam. Selanjutnya memisahkan fasa organik dengan fasa airnya, kemudian memekatkan fasa organik

tersebut hingga ± 10 mL dengan menggunakan *rotary evaporator* selama 12 jam. Kemudian fasa organik yang telah dipekatkan, ditambahkan dengan etanol 98 dengan temperatur 10° C sebanyak 400 mL. Campuran ini didiamkan hingga 12 jam dalam temperatur penyimpanan 10° C. Endapan coklat yang terbentuk dipisahkan dan dicuci dengan etanol. kemudian endapan coklat dilarutkan dengan toluena.

3.2.3 Mengamati Kurva Kestabilan Nanopartikel Au

Nanopartikel Au-sitrat dan nanopartikel Au-tiol dilakukan pemantauan spektrum serapan pada daerah panjang 800 nm hingga 300 nm dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Pengamatan dilakukan terhadap panjang gelombang serapan maksimum dan absorbansi maksimum selama waktu tertentu.

3.2.4 Modifikasi Plastik dengan Nanopartikel Au

3.2.4.1 Preparasi dan Karakterisasi Plastik Mika

Ukuran plastik mika disesuaikan dengan ukuran 1,5 cm x 2,5 cm. Setelah itu, mencuci permukaan plastik mika dengan menggunakan aquades dan etanol. Dan dikarakterisasi dengan FTIR.

3.2.4.2 Modifikasi Plastik Mika

Plat plastik mika yang telah disesuaikan ukurannya, dilakukan pencucian dengan menggunakan etanol dan air. Setelah itu mengaduk plat plastik mika dalam campuran modifikasi yang terdiri dari campuran larutan yang mengandung dodekanatiol sebanyak 0,1 g, larutan nanopartikel Au sebanyak ± 2 mL serta air dalam labu 25 mL. Perlakuan modifikasi dibagi menjadi 3 perlakuan yakni sebagai berikut :

1. Perlakuan A : modifikasi dengan cara plat plastik mika diaduk dalam campuran modifikasi selama 24 jam.
2. Perlakuan B : modifikasi dengan cara plat plastik mika diaduk dengan campuran modifikasi selama 24 jam dan disertai proses pengeringan yang dilakukan berulang.

3. Perlakuan C : modifikasi dengan cara plat plastik mika direndam dalam larutan KOH 2,5 M selama 2 menit kemudian plastik mika tersebut direndam dalam campuran modifikasi yang diaduk selama 24 jam.

Setelah modifikasi polistirena ini berlangsung kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR dan SEM.

3.2.5 Menentukan Korelasi Waktu Aerasi terhadap Kadar Oksigen

Untuk mengetahui hubungan antara waktu aerasi gas O₂ terhadap kadar gas O₂ terlarut yaitu dengan melakukan aerasi larutan buffer fosfat dengan gas N₂ selama ± 25 detik. Setelah itu, larutan buffer fosfat yang telah diaerasi dengan gas N₂ dilakukan aerasi gas O₂ dengan variasi waktu aerasi 2, 4, 6, 8, 10, s. Setelah dilakukan aerasi O₂, dalam keadaan sistem tertutup pengukuran kadar gas O₂ terlarut dengan menggunakan DO meter.

3.2.6 Uji Sensor Oksigen

Untuk mengetahui kemampuan elektroda plastik mika termodifikasi nanopartikel Au (plastik mika@mika@NPAu) sebagai sensor oksigen, Oleh karena itu diperlukan pengukuran siklik voltametri terhadap variasi waktu aerasi gas O₂.

Pengukuran gas O₂ dilakukan dalam elektrolit buffer fosfat pH 7,0. Larutan buffer fosfat pH 7,0 sebanyak 5 mL dilakukan aerasi dengan gas N₂ selama ± 25 s. Setelah itu melakukan aerasi gas O₂ larutan elektrolit tersebut dengan variasi waktu aerasi gas dengan laju alir gas yang digunakan adalah 1 mL/s.

Pengukuran siklik voltametri sensor gas O₂ dilakukan dengan daerah pindaian potensial -1000 mV hingga 0 mV. Kemudian laju pemindaian potensial dilakukan dengan laju *scan rate* sebesar 100 mV/s. Sistem tiga elektroda yang digunakan yaitu plastik mika@NPAu sebagai elektroda kerja, platina sebagai elektroda pendukung, dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding.

3.2.7 Membandingkan Performa Elektroda Kerja Plastik Mika@NPAu dengan Au sebagai sensor gas O₂

Elektroda kerja Plastik mika@NPAu diaplikasikan sebagai sensor gas O₂ dengan membandingkan respon arus yang dihasilkan dengan metode siklik voltametri.

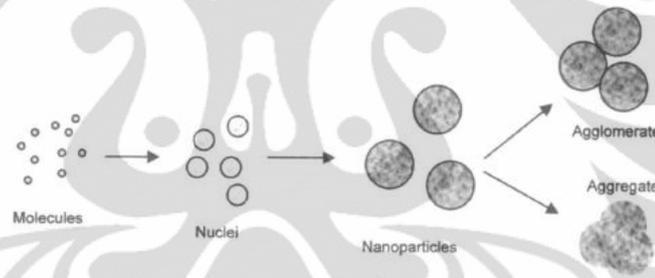


BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Au

Sintesis nanopartikel logam dapat dilakukan melalui reaksi reduksi ion logam dengan menggunakan NaBH_4 yang berfungsi sebagai pendonor elektron. NaBH_4 merupakan reduktor kuat yang memiliki kemampuan mereduksi dengan cepat sehingga diperoleh bentuk nanopartikel dengan ukuran lebih kecil (Cao Guozhang, 2003 p. 67). Pada sintesis nanopartikel logam, modifikasi permukaan sering kali dilakukan untuk memfasilitasi serta menstabilkan partikel sebab ukuran nanometer ini membuat partikel tersebut secara kimia menjadi mudah teragregasi. (Nagarajan, R., 2008). Berikut ini merupakan proses sintesis nanopartikel hingga teragregasi.



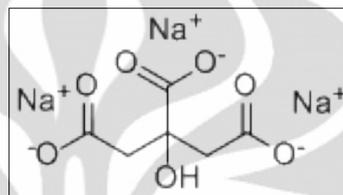
[Sumber : Nagarajan, R. 2003]

Gambar 4.1 Mekanisme agregasi nanopartikel

Pada gambar 4.1 terlihat bahwa ukuran partikel logam dalam skala nanometer semakin lama akan mengalami agregasi sehingga akan menghasilkan partikel logam yang membesar. Untuk mengatasi hal ini diperlukan modifikasi permukaan dengan menggunakan zat penstabil agar diperoleh ukuran nanopartikel yang stabil sebab proses agregasi yang terkontrol. Zat penstabil berperan sebagai pencegah terjadinya interaksi antar partikel sehingga dapat menghindari proses agregasi. Pada penelitian ini sintesis nanopartikel Au menggunakan zat penstabil Na-sitrat (nanopartikel Au-sitrat) dan menggunakan zat penstabil dodekanatiol (nanopartikel Au-tiol).

4.1.1 Nanopartikel Au-Sitrat

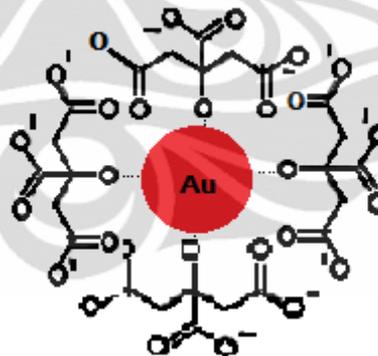
Pada sintesis nanopartikel Au-sitrat, molekul Na-sitrat berperan sebagai zat penstabil yaitu memiliki gugus fungsi berupa 3 gugus karboksilat ($R-CO-O^-$) dan gugus hidroksi ($R-OH$) seperti terlihat pada gambar 4.2. Peranan gugus fungsi pada zat penstabil sangat penting karena partikel Au berikatan dengan gugus fungsi pada ion sitrat yaitu gugus hidroksi sehingga permukaan partikel Au diselimuti oleh ion-ion sitrat yang bermuatan negatif.



[sumber : www.chemicalbook.com]

Gambar 4.2. Struktur Molekul Na-sitrat

Muatan negatif dari ion sitrat yang menyelimuti permukaan partikel Au dapat mencegah terjadinya agregasi akibat dari gaya tolak-menolak antar nanopartikel Au. Gambar 4.3 merupakan ilustrasi interaksi kimia antara nanopartikel Au dengan molekul Na-sitrat :



Gambar 4.3. Ilustrasi interaksi nanopartikel Au dengan ion sitrat

Sintesis nanopartikel Au dilakukan dengan menambahkan larutan Na-sitrat terlebih dahulu ke dalam larutan $HAuCl_4$. Penambahan ini dilakukan dengan pengadukan yang kuat agar ion sitrat dapat tercampur merata. Penambahan ini tidak memberikan perubahan warna larutan $HAuCl_4$ yang berwarna kuning. Tetapi selanjutnya pada penambahan larutan *fresh* $NaBH_4$ secara perlahan serta

pengadukan yang lemah terjadi perubahan warna larutan menjadi merah ruby. Hasil warna larutan nanopartikel Au ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Wijaya, L., 2006 dan Rocky, 2007 dan Maryani, F., 2010).

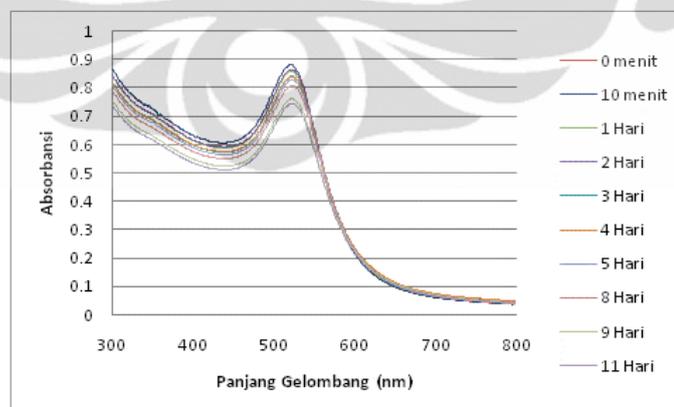
Perubahan warna larutan menjadi merah ruby mengindikasikan Au^{3+} (HAuCl_4) mengalami reduksi menjadi Au. Reaksi reduksi berlangsung dengan pelepasan elektron-elektron oleh NaBH_4 yang ditangkap oleh Au^{3+} yang berperan sebagai reduktor, berikut ini merupakan reaksi redoks :

..(1)

..(2)

O ..(3)

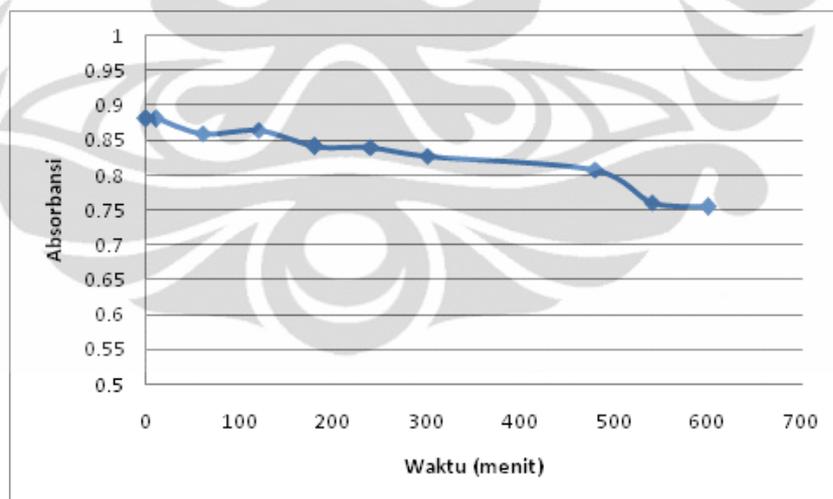
Nanopartikel Au yang telah berinteraksi dengan zat penstabil tetap saja memiliki kecenderungan untuk teragregasi. Oleh karenanya, kestabilan ukuran nanopartikel dan persebaran ukuran partikel perlu diamati. Pengamatan dilakukan dengan cara mengamati spektrum UV-Visible pada daerah panjang gelombang 300 nm hingga 800 nm selama waktu tertentu. Berikut ini merupakan spektrum UV-Visible nanopartikel Au-sitrat:



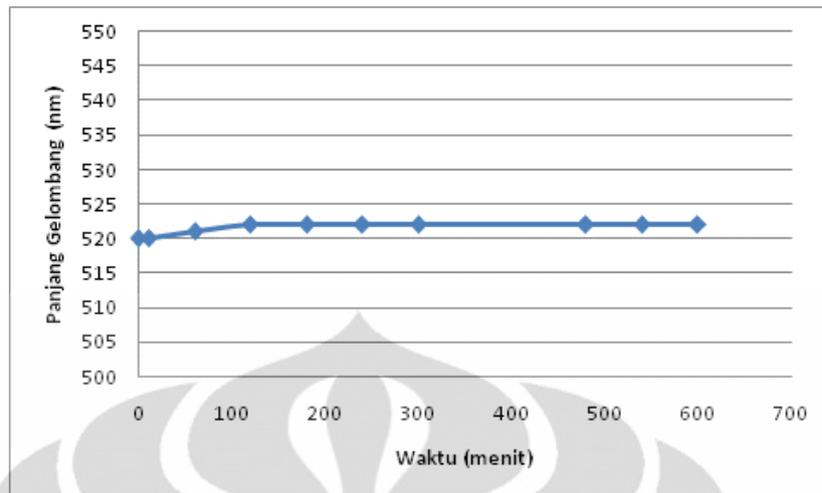
Gambar 4.4 Spektrum UV-Visible nanopartikel Au-sitrat

Serapan maksimum nanopartikel Au-sitrat terjadi pada bilangan gelombang 520 nm. Panjang gelombang serapan maksimum nanopartikel Au dapat menunjukkan ukuran partikel. Pada gambar 4.5, pengamatan spektra selama 11 hari, nilai absorbansi maksimum semakin lama semakin menurun dengan bertambahnya waktu hal ini mengindikasikan bahwa jumlah partikel yang memiliki serapan pada panjang gelombang tersebut menurun akibat terjadinya agregasi. Pada gambar 4.6 terlihat peningkatan nilai λ maksimum seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini menunjukkan terjadinya perbesaran partikel. Diketahui bahwa semakin besar ukuran partikel, energi elektron akan semakin kecil yang berarti elektron mengalami transisi ke tingkat energi lebih rendah. Foton memancarkan energi yang kecil, berarti panjang gelombang semakin besar (Z.H., Astuti, 2007). Hal ini sesuai dengan persamaan de Broglie yang menyatakan bahwa energi berbanding terbalik dengan nilai panjang gelombang, berikut persamaannya:

... (4)

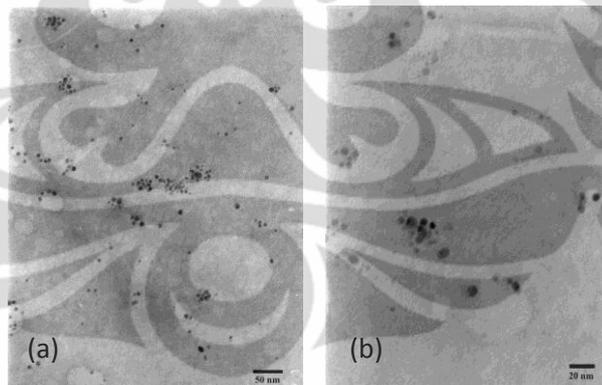


Gambar 4.5 Kurva pergeseran absorbansi nanopartikel Au-sitrat terhadap waktu



Gambar 4.6 Kurva pergeseran panjang gelombang nanopartikel Au-sitrat terhadap waktu

Karakterisasi dengan TEM diperlukan untuk mengetahui ukuran dan bentuk nanopartikel Au. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa nanopartikel Au-sitrat yang terbentuk memiliki bentuk partikel bulat dan berukuran sekitar 5 nm.



Gambar 4.7. Hasil foto TEM nanopartikel Au-sitrat (a) perbesaran 50.000 x 80 KV (b) perbesaran 100.000 x 80 KV

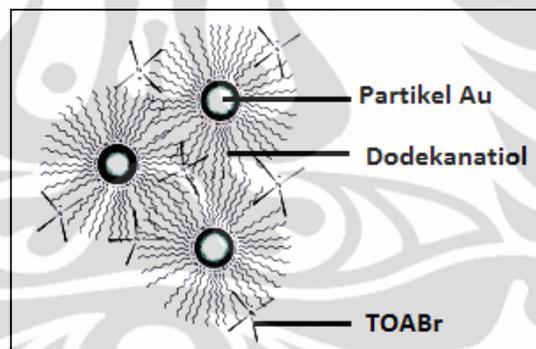
4.1.2 Nanopartikel Au-tiol

Pada sintesis nanopartikel Au-tiol, zat yang berperan sebagai zat penstabil adalah dodekanatiol. Dodekanatiol merupakan salah satu senyawa alkanatiol yang memiliki struktur molekul sebagai berikut :



Gambar 4.8. Struktur molekul dodekanatiol

Dodekanatiol memiliki gugus alkil rantai panjang yang terdiri dari 12 atom C berikatan kovalen satu sama lain dan di akhiri dengan ikatan kovalen pada gugus S-H (tiol). Peranan sebagai zat penstabil ini terletak pada gugus S-H. Secara teoritis, Au memiliki kecenderungan berinteraksi dengan unsur S, dengan Au bertindak sebagai asam lewis yaitu sebagai penerima pasangan elektron sedangkan gugus S-H bertindak sebagai basa lewis yaitu pendonor pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh atom S. Kecenderungan berinteraksi ini menjadi penyebab partikel Au dapat terselimuti oleh zat penstabil ini. Gambar 4.9. berikut ini merupakan gambaran nanopartikel Au yang menggunakan zat penstabil dodekanatiol :

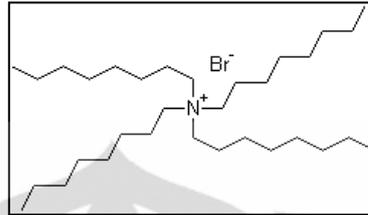


[Sumber :Waters, Cecilia A et. al. 2003]

Gambar 4.9. Gambaran nanopartikel Au dengan zat penstabil dodekantiol dan TOABr

Peranan untuk menstabilkan nanopartikel dari agregasi tidak hanya dilakukan pada dodekanatiol saja melainkan didukung oleh tetraoktil amonium bromida (TOABr). Senyawa ini merupakan jenis surfaktan yang memiliki gugus polar dan gugus nonpolar dalam kesatuan molekul. Gugus polar terletak pada gugus amonium (N^+) sedangkan gugus nonpolar terletak pada gugus oktil. Selain itu, TOABr memiliki peranan utama adalah sebagai pengekstrak ion $AuCl_4^-$ yang

berada di fasa air ke fasa organik. Struktur molekul TOABr dapat dilihat pada gambar 4.10.



[Sumber : www.chemblink.com]

Gambar 4.10. Struktur molekul tetraoktil amonium bromida (TOABr)

Pada sintesis nanopartikel Au ini, nanopartikel Au terlarut dalam pelarut organik yaitu toluena. Oleh karena itu, tahap awal sintesis ini adalah larutan HAuCl_4 yang terionisasi menjadi AuCl_4^- diekstrak ke fasa organik dengan menggunakan larutan TOABr yang terlarut dalam toluena. Fasa air yang terdiri dari larutan HAuCl_4 yang berwarna kuning berubah menjadi putih bening setelah proses ekstraksi AuCl_4^- , hal ini mengindikasikan bahwa AuCl_4^- telah terekstrak ke fasa organik. Interaksi AuCl_4^- dengan TOABr yaitu dalam bentuk TOA^+ (kation tetraoktil ammonium) (Seok Shon, 2009).

Kemudian, proses pengadukan berlangsung hingga muncul warna merah jingga yang merata (Seok Shon, 2009). Setelah itu memisahkan campuran yang terbentuk dengan menggunakan labu ekstraksi. Kemudian AuCl_4^- yang telah terekstrak ke fasa organik direaksikan dengan penambahan dodekanatiol. Selanjutnya larutan NaBH_4 dalam fasa air ditambahkan dengan perlahan ke dalam fasa organik tersebut dan disertai pengadukan kuat agar dapat mereduksi Au (III) dalam fasa organik. Proses pengadukan berlangsung hingga ± 4 jam agar interaksi antara Au(III) yang berada di fasa berbeda dengan NaBH_4 dapat berlangsung optimal. Reaksi redoks yang berlangsung pada sintesis ini sama halnya dengan reaksi redoks yang terjadi pada sintesis nanopartikel Au-sitrat yaitu menggunakan BH_4^- sebagai sumber elektron. Keseluruhan reaksi terangkum dalam persamaan (4) dan persamaan (5).

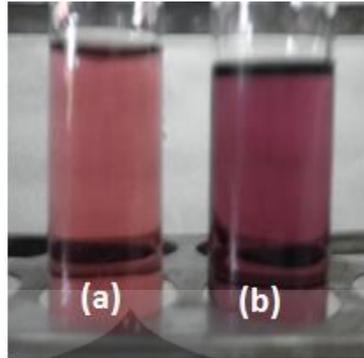
..(5)

..(6)

(Brust, Mathias et. al., 1995)

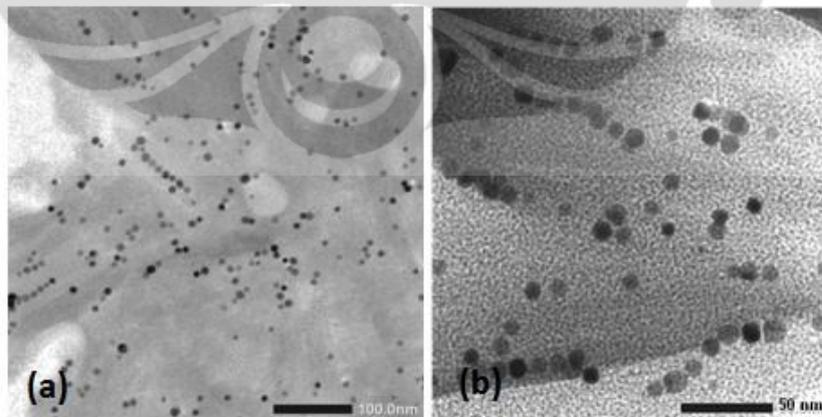
Setelah reaksi reduksi berjalan selama pengadukan ± 4 jam, nanopartikel Au yang telah terbentuk dipisahkan dari fasa air. Produk kasar yang diperoleh ini dilakukan pemekatan dengan *rotary evaporator* selama ± 12 jam. Proses pemekatan ini berlangsung lama karena titik didih pelarut (toluena) tinggi yaitu 110°C . Penguapan dilakukan dalam sistem *vacuum* untuk membantu penguapan pelarut (toluena). Pemekatan dilakukan dengan jumlah produk

10 mL dicampurkan etanol dengan temperatur 10°C sebanyak 400 mL. Kemudian campuran tersebut disimpan selama 18 jam lebih dalam temperatur 10°C . Endapan berwarna coklat kehitaman dapat diperoleh sebab kelarutan nanopartikel Au dalam etanol rendah. Endapan ini selanjutnya dipisahkan dengan cara dekantasi dan dicuci kembali dengan etanol sebanyak 2-3 kali. Sisa etanol yang terdapat pada endapan hitam diuapkan dengan cara dialiri udara dalam temperatur ruang. Setelah sisa etanol menguap, endapan ini dilarutkan dalam toluena hingga volume 10 mL kemudian diperoleh larutan nanopartikel Au pekat berwarna merah kecoklatan. Selanjutnya dilakukan pengenceran dengan memipet sebanyak 1 mL larutan nanopartikel Au pekat dalam toluena sebanyak 10 mL sehingga diperoleh larutan nanopartikel Au berwarna merah keunguan. Hasil warna larutan nanopartikel ini sesuai dengan yang diperoleh Berios-Garcia, Egardo et.al. (2010), Guerrero, E et.al. (2008), dan Cecilia, A. Waters et.al. (2003). Foto hasil sintesis nanopartikel Au-sitrat dan nanopartikel Au-tiol dapat dilihat pada gambar 4.11.



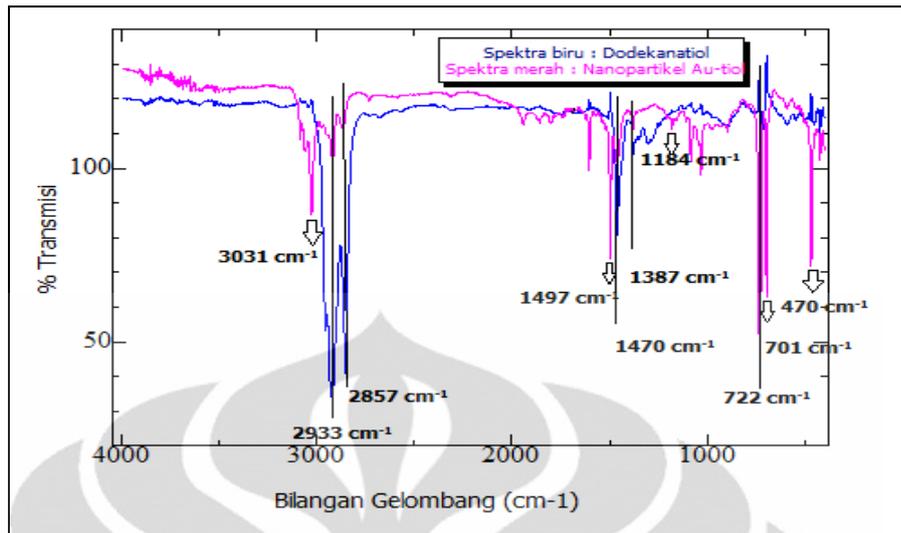
Gambar 4.11. Foto larutan nanopartikel Au dengan zat penstabil (a) sitrat, (b) dodekanatiol.

Karakterisasi nanopartikel Au-tiol dilakukan dengan TEM untuk mengetahui bentuk serta ukuran nanopartikelnya. Selain itu, karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengamati spektra serapan IR partikel Au yang terselimuti dengan dodekanatiol. Karakterisasi ukuran serta bentuk nanopartikel Au dengan menggunakan TEM (JEM 1400). Hasil TEM nanopartikel Au-tiol menunjukkan terbentuknya partikel berbentuk bulat dan berukuran 5-10 nm (Gambar 4.12). Pengamatan dilakukan pada hari ke 8 setelah sintesis. Berdasarkan hasil foto TEM, nanopartikel-tiol terlihat partikel-partikel mulai berkumpul, mengindikasikan partikel akan mulai teragregasi.

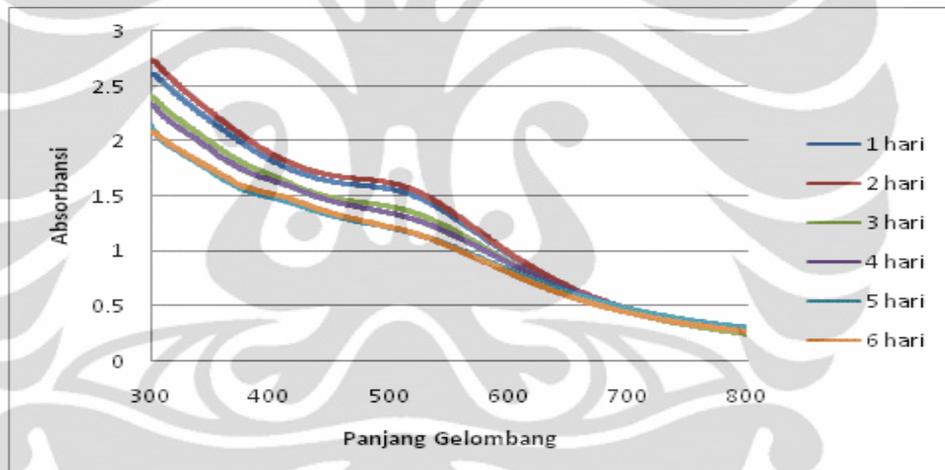


Gambar 4.12. Hasil foto TEM nanopartikel Au-tiol dengan perbesaran (a) 40000 x dan (b) 150000 x

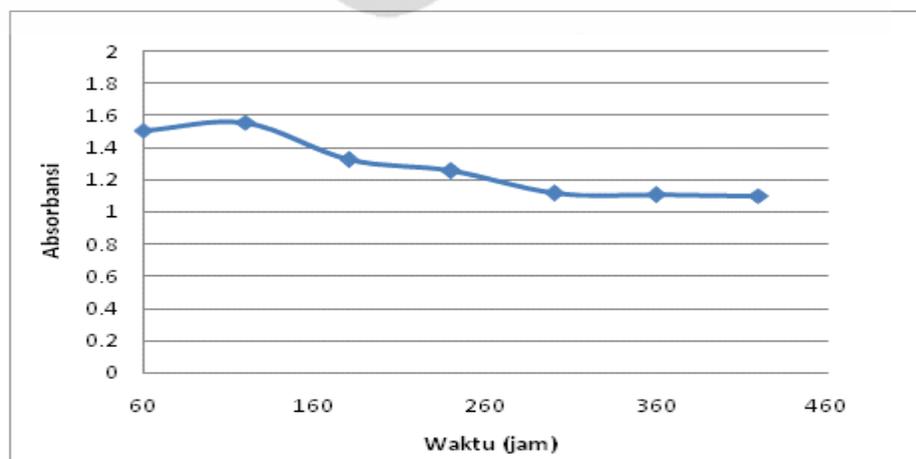
Karakterisasi selanjutnya dilakukan dengan mengamati spektrum serapan IR. Pengamatan spektrum serapan dilakukan pada dodekanatiol dan nanopartikel Au-tiol (Gambar 4.12) dengan menggunakan toluena sebagai *background* pengukuran. Hasil pengamatan memberikan puncak serapan serupa pada bilangan gelombang 2933, 2857, 1470, 1380 dan 722 cm^{-1} . Berdasarkan literatur (Coates, J., 2000, p.8-16). Gugus fungsi yang mewakili nilai serapan pada bilangan gelombang 2933 cm^{-1} dan 2857 cm^{-1} merupakan indikasi dari serapan gugus CH dengan vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Selanjutnya, pada bilangan gelombang 1470 dan 1380 cm^{-1} merupakan serapan gugus metil atau metilen dan serapan lemah gugus metil. Kemudian pada 722 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi *rocking* gugus metil. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 701 cm^{-1} merupakan serapan bagi gugus C-S dengan vibrasi ulur. Serapan ini mengindikasikan gugus S-H pada dodekanatiol yang menyelimuti partikel Au tidak ada, melainkan atom S berikatan dengan Au sehingga muncul serapan gugus C-S. Kemudian pada bilangan gelombang 470 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus deformasi C-C-C (Petroski, J. et. al., 2008). Serapan-serapan IR tersebut menunjukkan keberadaan molekul dodekanatiol pada nanopartikel Au-tiol. Namun % transmittan pada spektrum IR puncak serapannya lebih kecil. Hal ini mengindikasikan bahwa nanopartikel Au telah termodifikasi dengan dodekanatiol. Selanjutnya, pada spektrum nanopartikel Au-tiol, bilangan gelombang 3031, 1497, dan 1184 cm^{-1} merupakan serapan kuat dan lemah gugus ion ammonium dan serapan vibrasi ulur gugus C-N. Serapan pada bilangan gelombang ini memberikan informasi bahwa molekul TOABr terkandung pada nanopartikel Au .



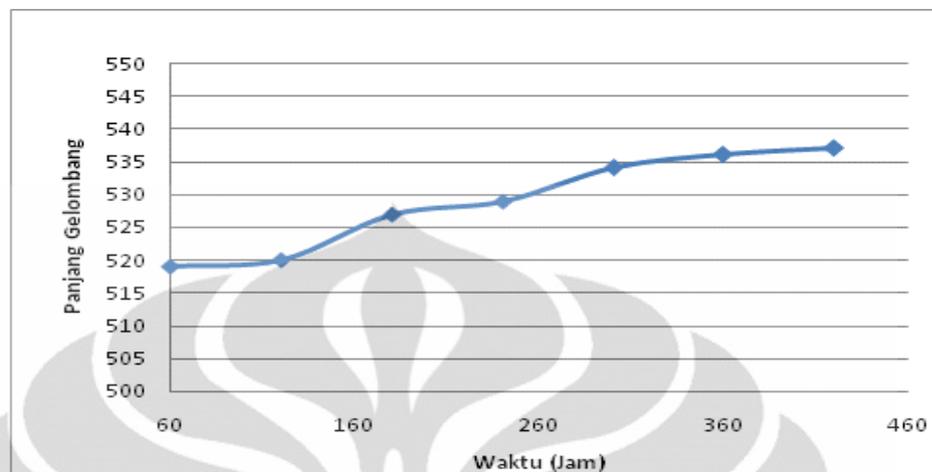
Gambar 4.13. Spektrum FTIR dodekanatiol dan nanopartikel Au-tiol



Gambar 4.14. Spektrum UV-Vis nanopartikel Au-tiol terhadap waktu



Gambar 4.15. Kurva pergeseran absorbansi nanopartikel Au-tiol terhadap waktu



Gambar 4.16 Kurva pergeseran panjang gelombang maksimum nanopartikel Au-tiol terhadap waktu

Pengamatan spektrum nanopartikel Au selama beberapa hari menunjukkan penurunan nilai absorbansi dan pergeseran panjang gelombang maksimum (Gambar 4.15 dan 4.16) seperti halnya dengan nanopartikel Au-sitrat (Gambar 4.5 dan 4.6) walaupun perubahan tidak terjadi secara signifikan. Nanopartikel Au-tiol mengalami penurunan absorbansi dan pergeseran panjang gelombang teramati pada jam ke-180.

Kurangnya kestabilan nanopartikel Au-tiol dapat terjadi karena pada proses sintesis. Pada saat proses reduksi ion logam Au^{3+} dengan penambahan NaBH_4 terjadi kurang optimal, yaitu waktu pengadukan kurang lama atau karena Au(III) berada pada fasa organik sedangkan NaBH_4 berada pada fasa air sehingga interaksi Au (III) dengan NaBH_4 kurang optimal walaupun perbedaan fasa ini telah dijumpai oleh surfaktan TOABr. Pengaruh keberadaan anion Br^- (TOABr) diketahui dapat mempengaruhi kestabilan nanopartikel Au (Seok Shon, 2009) sebab anion Br^- dapat bereaksi dengan partikel Au yang terpapar oleh udara sehingga mengalami reaksi oksidasi parsial menjadi Au^{3+} . Selain itu, kurang stabilnya nanopartikel Au ini disebabkan oleh bentuk molekul dodekanatiol yang

panjang rantai C-nya sehingga memungkinkan terjadinya pelepasan interaksi antara partikel Au dengan dodekanatiol. Pengamatan kestabilan nanopartikel Au-tiol setelah lebih dari 2 minggu menunjukkan terjadi perubahan warna larutan menjadi kuning dan terdapat endapan hitam.

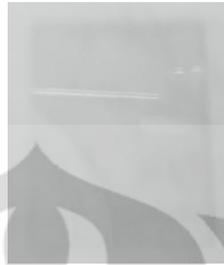
4.2 Karakterisasi Plastik Mika

Spesifikasi ukuran plastik yang digunakan adalah plastik mika dengan ukuran 15 mm x 25 mm x 0,10 mm. Plastik mika dikarakterisasi dengan mengamati spektrum serapan FTIR diperoleh serapan pada bilangan gelombang 3056, 2981, 2906 merupakan serapan gugus fungsi CH₃ dengan vibrasi ulur C-H, Selanjutnya, terdapat indikasi keberadaan gugus fungsi aromatik dengan muncul serapan pada bilangan gelombang 1680 hingga 1296 cm⁻¹ yaitu gugus fungsi (C=C-C). Kemudian, pada bilangan gelombang 3638 cm⁻¹, 3556 cm⁻¹ yang merupakan serapan gugus hidroksi yang terhalangi sehingga sterik dengan gugus OH dan bentuk spektrum yang tajam pada daerah bilangan gelombang ini juga memberikan informasi keberadaan senyawa anorganik seperti mineral (Coates, J., 2000 p. 22). Hal ini memberikan konfirmasi keberadaan komposit mika yang berupa senyawa anorganik alumina silikat. Spektrum dapat dilihat pada lampiran 8.

4.3 Preparasi Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au

Proses modifikasi permukaan plastik mika dengan nanopartikel Au menggunakan plastik mika (Yashica photocop-film, ketebalan : 0,10 mm). Plastik diperkirakan tersusun dari komposit polistirena-mika. Mika adalah jenis mineral alumina silikat yang seringkali digunakan sebagai bahan pengisi plastik untuk memperoleh sifat mekanik yang lebih kaku. Tahap pertama yang dilakukan adalah mencuci permukaan plastik dengan air dan etanol. Pencucian dengan menggunakan air bertujuan untuk membersihkan permukaan plastik dari pengotor yang bersifat polar seperti garam-garam sedangkan pencucian dengan menggunakan etanol adalah bertujuan mencuci permukaan plastik dari pengotor

yang bersifat non polar. Berikut merupakan foto tampilan plastik mika setelah dilakukan preparasi.



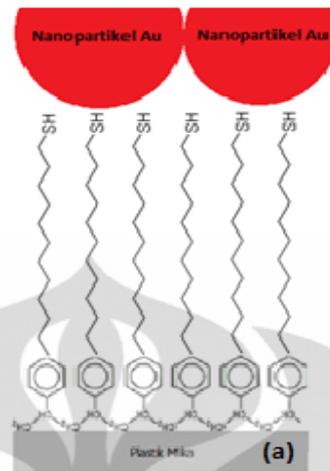
Gambar 4.17 Foto tampilan plastik mika setelah preparasi

4.4 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au

Proses modifikasi permukaan plastik mika dilakukan dengan menggunakan nanopartikel Au-sitrat dan nanopartikel Au-tiol untuk mempelajari modifikasi permukaan yang terbaik. Proses modifikasi dilakukan dengan cara merendam plastik yang telah dipreparasi ke dalam campuran larutan yang terdiri dari dodekanatiol dan larutan nanopartikel Au dalam pelarut aquades. Untuk mencapai hasil modifikasi yang terbaik maka proses modifikasi permukaan divariasikan dengan 3 jenis perlakuan yaitu :

- Jenis perlakuan A: modifikasi dengan perendaman selama 24 jam
- Jenis perlakuan B: modifikasi dengan perendaman selama 24 jam disertai proses pengeringan berulang-ulang
- Jenis perlakuan C: modifikasi dengan melakukan pencelupan ke dalam larutan KOH terlebih dahulu selama 2 menit dan perendaman selama 24 jam

Diharapkan struktur plastik akan termodifikasi seperti pada gambar 4.17



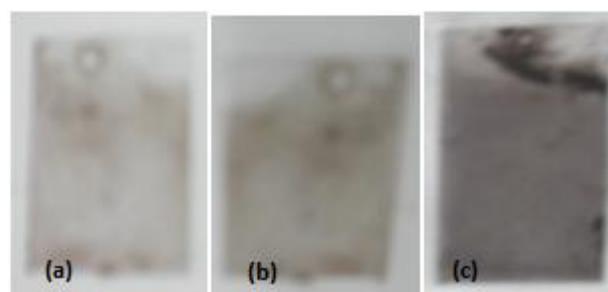
Gambar 4.18 : Ilustrasi modifikasi permukaan plastik dengan nanopartikel Au

4.4.1 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au-sitrat

Modifikasi permukaan plastik dengan nanopartikel Au-sitrat tidak memberikan hasil yang memuaskan. Modifikasi tidak dapat dilakukan karena perbedaan fasa antara zat pengikat yaitu dodekanatiol yang merupakan senyawa nonpolar dengan nanopartikel Au-sitrat yang berada di fasa air, sehingga kontak antara zat pengikat sulit terjadi dengan nanopartikel Au.

4.4.2 Modifikasi Permukaan Plastik Mika dengan Nanopartikel Au-tiol

Modifikasi permukaan plastik mika dengan nanopartikel Au-tiol berhasil dilakukan. Berikut ini tampilan permukaan plastik yang termodifikasi dengan jenis perlakuan A, B, dan C dapat dilihat pada gambar 4.18.



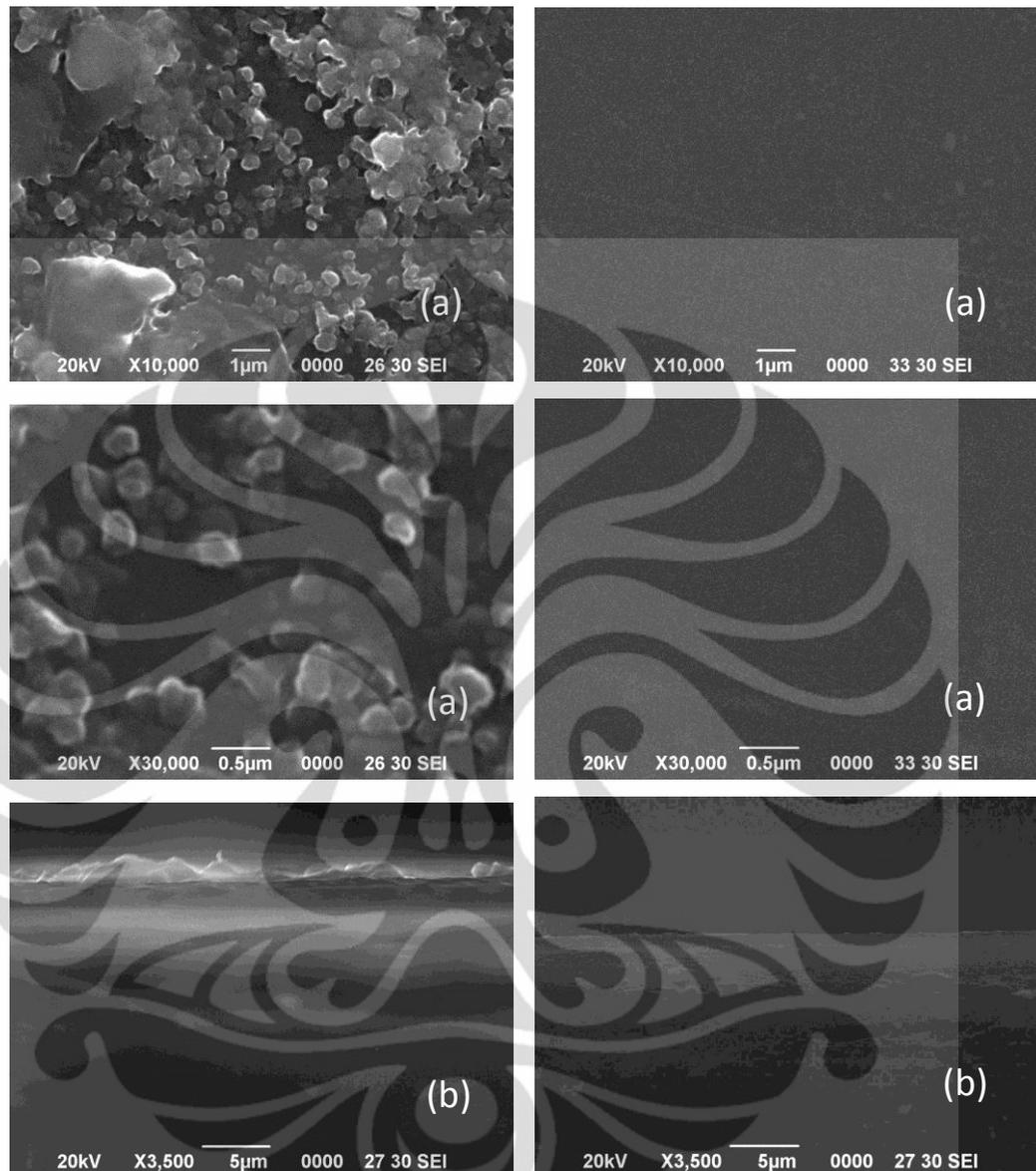
Gambar 4.19 Foto plastik mika yang termodifikasi nanopartikel Au-tiol dengan (a) perlakuan A, (b) perlakuan B, dan (c) perlakuan C

Gambar 4.19 menunjukkan bahwa permukaan plastik termodifikasi nanopartikel Au-tiol dengan hasil paling tipis adalah modifikasi A. Sedangkan modifikasi C menghasilkan modifikasi permukaan yang paling tebal.

Perlakuan modifikasi A diperoleh modifikasi yang paling tipis karena partikel-partikel yang telah melekat pada permukaan plastik tidak direkatkan lagi dengan pengeringan berulang sehingga partikel yang melekat hanya sebagian. Sedangkan pada modifikasi permukaan dengan perlakuan B, permukaan lebih tebal karena setelah proses pengeringan menghasilkan tekstur permukaan plastik yang lebih kasar sehingga memungkinkan nanopartikel Au melekat pada permukaan plastik diperoleh hasil modifikasi lebih tebal dibandingkan perlakuan A. Kemudian perlakuan C menghasilkan permukaan modifikasi paling tebal karena pengaruh pencelupan plastik yang telah dipreparasi ke dalam larutan KOH 2,5 M. Diperkirakan gugus hidroksil dari KOH berinteraksi dengan komposit mika pada plastik sehingga nanopartikel Au-tiol dapat melekat pada permukaan plastik.

Untuk memastikan modifikasi telah terjadi pada permukaan plastik mika, Karakterisasi pada permukaan plastik dilakukan dengan menggunakan instrumen SEM (JEOL JSM 6390A). Sebelum melakukan penembakan berkas elektron, plastik mika di-*coating* dengan logam Pb sebab sampel yang ditembak dengan berkas elektron harus bersifat konduktor sehingga dapat memantulkan berkas elektron untuk ditangkap sebagai pencitraan permukaan sampel. Foto SEM diambil dengan menggunakan plastik modifikasi perlakuan A (Gambar 4.20). Foto SEM dilakukan pada plastik termodifikasi dan plastik tanpa modifikasi untuk membandingkan permukaan keduanya. Kemudian masing-masing plastik ditembak dengan 2 titik permukaan yaitu permukaan atas dan permukaan samping.

Foto SEM yang diperoleh menunjukkan bahwa partikel-partikel berukuran ± 100 nm menyelimuti permukaan plastik mika. Ukuran partikel yang membesar ini disebabkan oleh proses agregasi. Hal ini dapat disebabkan karena waktu perendaman yang lama. Hasil foto SEM dapat dilihat pada gambar 4.20

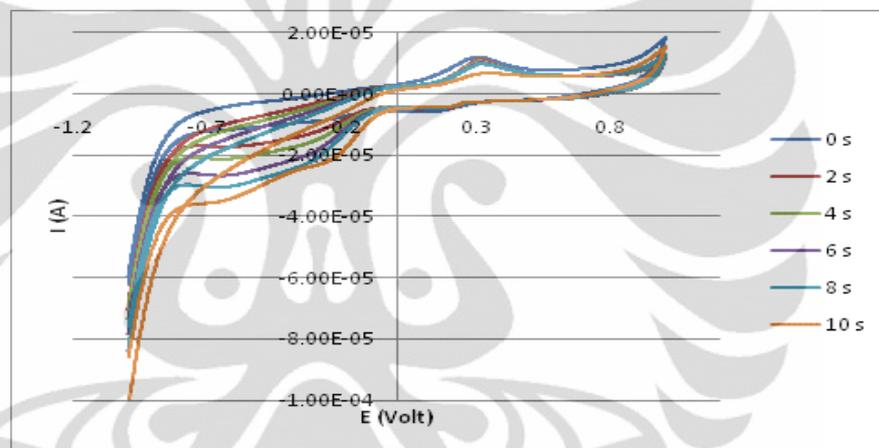


Gambar 4.20 Perbandingan Foto SEM (kiri) permukaan plastik mika yang termodifikasi nanopartikel Au-tiol, (kanan) permukaan plastik mika. (a) posisi permukaan, (b) posisi samping

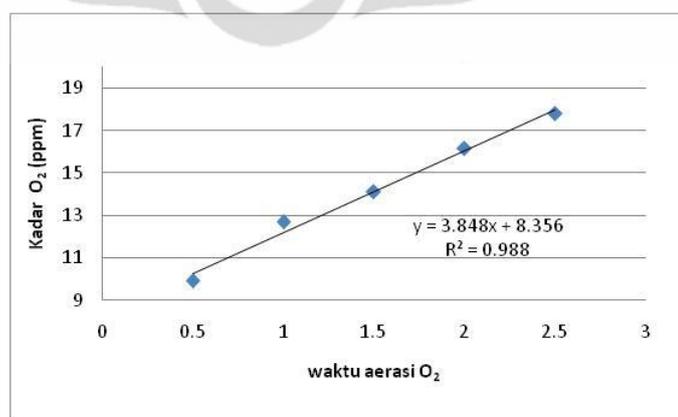
4.5 Membandingkan Performa Elektroda kerja Au dengan Elektroda Kerja Plastik Mika@NPAu sebagai Sensor Oksigen.

Untuk mengetahui kemampuan mika termodifikasi nanopartikel Au sebagai elektroda kerja pada sensor O_2 dilakukan perbandingan hasil pengukuran arus reduksi terhadap hasil pengukuran arus reduksi dengan menggunakan

elektroda kerja Au. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan teknik siklik voltametri dengan menggunakan instrumen eDAC *potensiostat*. Larutan elektrolit yang digunakan adalah buffer fosfat pH 7,0, elektroda pembanding Ag/AgCl KCl no. seri AS 002058 RE-1C buatan BAS Inc, Jepang dan elektroda pendukung platina. Sebelum pengukuran, larutan buffer diaerasi terlebih dahulu dengan gas N₂ selama 25 detik untuk menghilangkan gas O₂ yang telah terlarut. Pada pengukuran dengan menggunakan elektroda kerja Au dilakukan pada daerah potensial -1000 mV hingga 1000mV dan *scan rate* 100 mV/s. Variasi pengukuran dilakukan dengan variasi waktu aerasi gas O₂ yaitu 2, 4, 6, 8, 10 s, diperoleh grafik (Gambar 4.21) sebagai berikut :



Gambar 4.21 Voltamogram siklik Au dalam buffer fosfat pH 7 dengan variasi waktu aerasi O₂

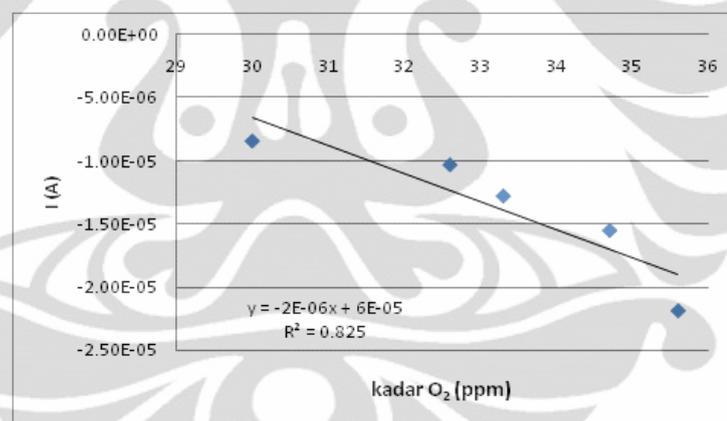


Gambar 4.22 Kurva kalibrasi arus reduksi terhadap variasi waktu aerasi O₂ pada elektroda Au

Pengukuran respon arus dengan menggunakan elektroda kerja Au adalah sebagai pembanding terhadap elektroda plastik mika yang termodifikasi nanopartikel Au. Pada pengukuran diperoleh puncak arus reduksi pada potensial -568 mV (Gambar 4.21). Arus puncak reduksi yang terukur dengan bertambahnya waktu aerasi gas O₂ menghasilkan penurunan nilai arus reduksi sebab semakin lama waktu aerasi gas O₂ maka kadar gas O₂ terlarut dalam larutan buffer akan semakin meningkat (Gambar 4.22). Kemudian keberadaan gas O₂ jika diberikan potensial negatif akan menyebabkan terjadinya reaksi reduksi (pers. 7) menjadi H₂O, dengan reaksi sebagai berikut :

..(7)

Sehingga semakin besar kadar gas O₂ terlarut dalam larutan elektrolit akan menghasilkan arus reduksi yang semakin kecil. Hasil tersebut tidak jauh berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh Yu (2008).

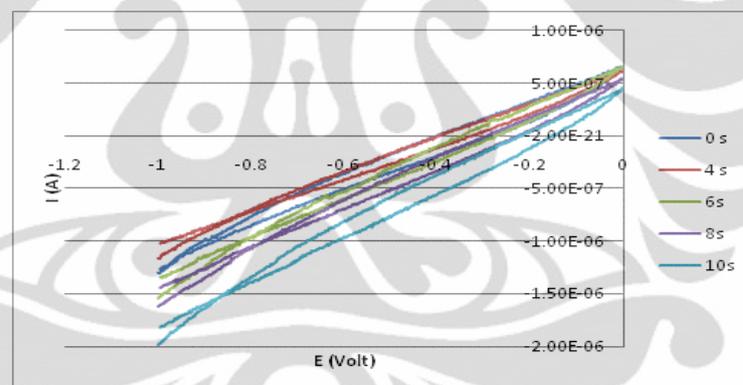


Gambar 4.23. Kurva arus reduksi terhadap variasi waktu aerasi gas O₂ dengan elektroda Au

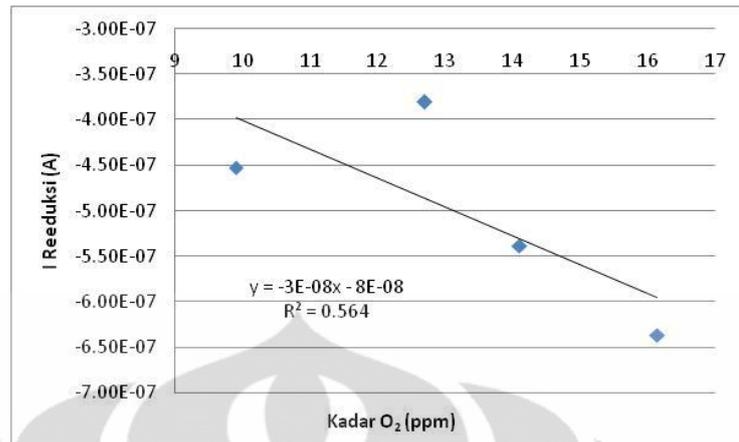
Selanjutnya pengukuran respon arus dengan variasi waktu aerasi gas O₂ dilakukan dengan menggunakan elektroda kerja plastik mika termodifikasi dengan nanopartikel Au. Pada elektroda kerja plastik mika termodifikasi perlakuan A tidak diperoleh puncak arus reduksi sama halnya dengan perlakuan B dan C, namun variasi waktu aerasi gas O₂ memberikan pengaruh yaitu respon arus semakin menurun dengan bertambahnya kadar O₂ (Gambar 4.24). Penentuan nilai arus reduksi pada penggunaan elektroda kerja plastik mika yaitu dengan

menentukan arus yang sesuai pada potensial reduksi yang terukur dengan menggunakan elektroda kerja Au yaitu pada -568 mV. Linieritas arus reduksi terhadap kadar O_2 terlarut sangat rendah yaitu $0,564$, hal ini mengindikasikan kemampuannya merespon O_2 terlarut lebih rendah selain itu, bentuk voltamogram siklik yang dihasilkan tidak sigmoid. Hal ini disebabkan hasil modifikasi permukaan yang tidak merata dan terlalu tipis (Gambar 4.19) jika dibandingkan dengan modifikasi permukaan dengan perlakuan B dan C.

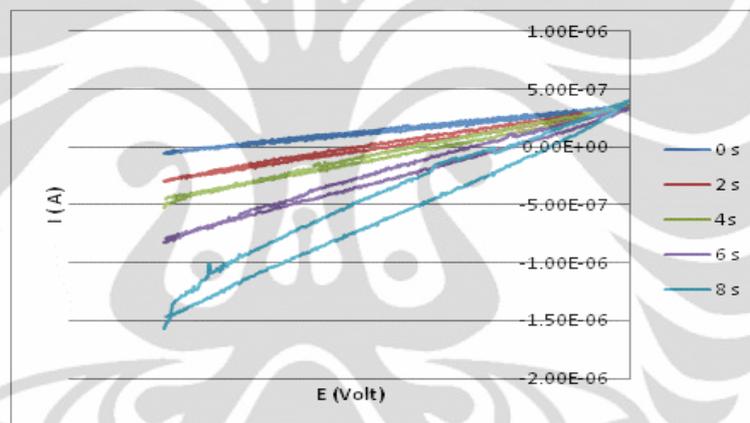
Selanjutnya elektroda plastik mika termodifikasi dengan perlakuan B diperoleh penurunan arus reduksi yang lebih besar yaitu terlihat pada gambar 4.26. Bentuk siklik tampak masih kurang baik, kemungkinan disebabkan oleh kecilnya konduktivitas listrik plastik mika termodifikasi. Modifikasi yang lebih homogen dengan ukuran partikel yang lebih kecil dilaporkan dapat meningkatkan konduktivitas listrik (Shiigi, 2003). oleh karena itu, diperoleh linieritas respon arus terhadap kadar O_2 yang paling baik yaitu $0,875$.



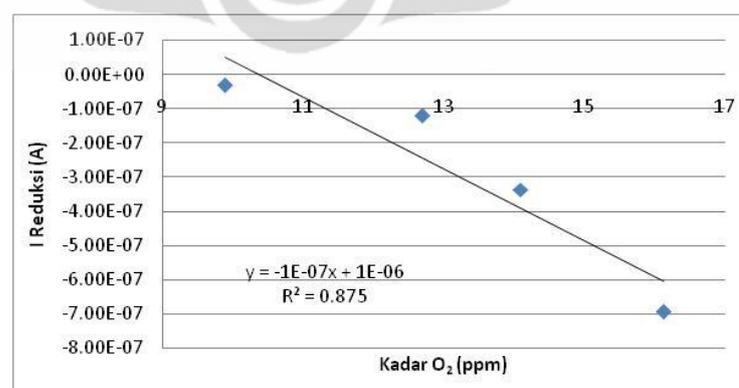
Gambar 4.24. Voltamogram siklik plastik@NPAu (A) dengan variasi waktu aerasi O_2



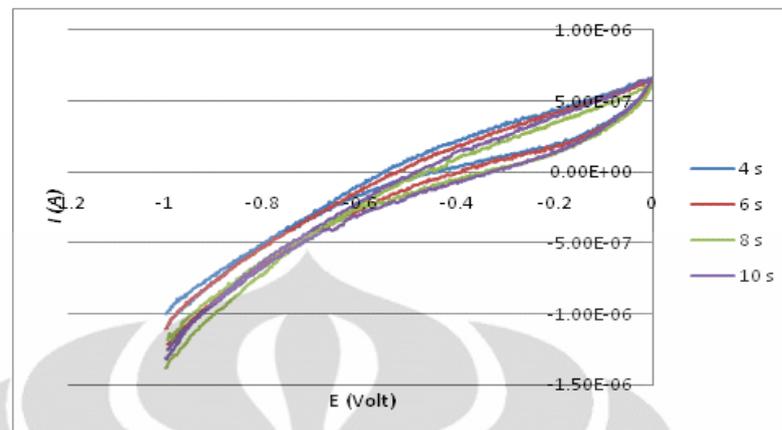
Gambar 4.25. kurva arus reduksi terhadap variasi kadar gas O₂ dengan elektroda plastik@NPAu (A)



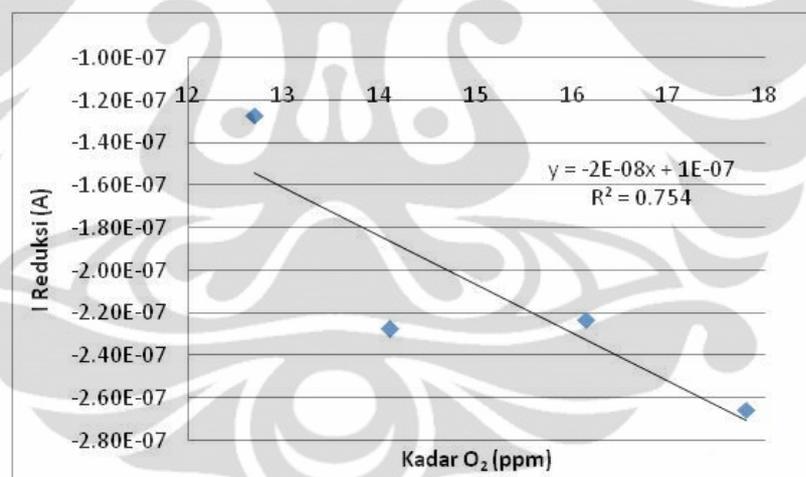
Gambar 4.26. Voltamogram siklik plastik@NPAu (B) dengan variasi waktu aerasi O₂



Gambar 4.27. Kurva arus reduksi terhadap variasi kadar O₂ dengan elektroda plastik@NPAu (B)



Gambar 4.28. Voltamogram siklik plastik@NPAu (C) dengan variasi waktu aerasi O₂



Gambar 4.29 Kurva arus reduksi terhadap kadar gas O₂ dengan elektroda Au plastik mica @NPAu (C)

Pada voltamogram siklik dengan elektroda kerja plastik termodifikasi perlakuan C (Gambar 4.28) menghasilkan bentuk yang hampir menyerupai voltamogram siklik dengan elektroda kerja Au sebab permukaan termodifikasi lebih homogen dibandingkan dengan perlakuan modifikasi lain. Namun linieritas penurunan arus reduksi terhadap variasi waktu aerasi O₂ masih kurang sesuai yaitu diperoleh nilai $R^2 = 0,754$.

Secara umum, respon arus yang kurang sesuai dengan pengukuran dengan elektroda Au disebabkan karena elektroda plastik yang memiliki sifat isolator yang seharusnya penjepit elektroda kerja dihubungkan langsung pada elektroda plastik mika termodifikasi.



BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Nanopartikel Au berhasil disintesis dengan menggunakan zat penstabil sitrat (Au-Sitrat) dan dodekanatiol (Au-tiol). Hasil karakterisasi dengan spektrum *uv-visible* menunjukkan bahwa nanopartikel Au-sitrat dan Au-tiol memiliki λ maksimum 520 nm. Tetapi penurunan kestabilan nanopartikel Au-sitrat tidak terjadi secara signifikan, sedangkan nanopartikel Au-tiol menunjukkan kestabilan yang lebih rendah. Hasil karakterisasi menggunakan TEM menunjukkan bahwa kedua jenis nanopartikel tersebut memiliki ukuran partikel 5-10 nm.

Modifikasi permukaan plastik mika dilakukan dengan melakukan perendaman plastik ke dalam suspensi nanopartikel Au. Karakterisasi dilakukan menggunakan SEM dan pengujian elektrokimia. Secara visual terlihat bahwa modifikasi berhasil dapat berhasil dilakukan dengan menggunakan nanopartikel Au-tiol sedangkan nanopartikel Au-sitrat tidak memberikan hasil. Perlakuan modifikasi yang memberikan respon pengukuran yang paling baik adalah perlakuan perendaman langsung. Namun, tampilan permukaan plastik mika termodifikasi lebih merata dan lebih tebal jika sebelum perendaman dilakukan pencucian dengan KOH. Karakterisasi dengan SEM menunjukkan bahwa plastik mika telah termodifikasi oleh nanopartikel Au yang teragregasi hingga ukuran 100 nm.

Pengujian secara elektrokimia sebagai sensor oksigen tidak menghasilkan puncak reduksi, namun variasi waktu aerasi O_2 menghasilkan penurunan arus reduksi seiring dengan lamanya waktu aerasi. Pada pengukuran dengan potensial -568 mV yang merupakan potensial puncak reduksi dengan elektroda kerja Au diperoleh korelasi antara puncak arus reduksi terhadap kadar O_2 (ppm) sebesar $R^2 = 0.928$.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya diharapkan dapat memvariasikan jenis plastik serta perlakuan modifikasi agar dapat mempelajari modifikasi nanopartikel Au sehingga diperoleh hasil modifikasi permukaan yang diharapkan.

Pada saat pengukuran respon arus dengan menggunakan potensiostat, keadaan temperatur ruang perlu diperhatikan sebab sensor O_2 sensitif terhadap temperatur, jika temperatur ruang berbeda-beda maka dapat terjadi perbedaan kadar gas yang terlarut sehingga hasil pengukuran tidak sesuai.



DAFTAR PUSTAKA

- Harmayani, K. D. dan Konsukartha, G. M. (2007). Pencemaran Air Tanah Akibat Pembuangan Limbah Domestik di Lingkungan Kumuh
- SITH ITB,(2009). *Power Point* Teknologi Pengelolaan Kualitas Air. Program Alih Jenjang D4 Bidang Akuakultur.
- Sastrawijya, T. (1991). Pencemaran Lingkungan. Jakarta. Rineka Cipta
- Zulfa F. (2010). Imobilisasi lapisan Tipis Khamir *candida fukuyamaensis* UICC Y-247 pada Permukaan Elektroda Glassy Carbon Termodifikasi Nanopartikel Emas dan Studi Pendahuluan Aplikasi sebagai Sensor BOD. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI.
- Brust, M. et. al. (1995). Synthesis of Thiol-derivatised Gold Nanoparticles in a Two-phase Liquid-Liquid System. *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, 801-802.
- Shiigi et. al. (2002). Electrical Property and Water Reppelency of A Networked Monolayer Film Prepared from Au Nanoparticles. *Chem Commun*, 1038-1039.
- Carvahal et. al. (2010). Electrochemical Detection in a Paper-Based Separation Device. *Anal Chem*, 82, 1162-1165.
- Lumanto, A. (2010). Studi fabrikasi Sensor Kimia untuk Analisis Ion Logam : Variasi Jenis Elektroda dan Konsentrasi Ligan. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI.

Dewangga, N. (2010). Studi Pengembangan Sensor BOD Berbasis *Rhodotorula Mucilaginosa* UICC Y – 18.

Thevenot, D. R., Toth K., Durst, R. A., Wilson G. A. (1999). Electrochemical Biosensors: Recommended Definitions and Classification. Pure Appl. Chem., Vol. 71, No. 12, pp. 2333-2348

Wijaya, L. (2008). Modifikasi Elektroda Karbon dengan Nanopartikel Emas dan Aplikasinya sebagai Sensor Arsen (III). Karya Utama Sarjana Kimia. Departemen Kimia. FMIPA UI

Bagotsky, V. S. (2006). Fundamental of Electrochemistry: second edition . John Wiley & Sons.

Hamdani, S. (2008), <http://catatankimia.com/catatan/elektrokimia.html>. 13 Juni 2011. pk. 06.00.

..http://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S001671692009000200005&script=sci_arctext. 13 Juni 2011. pk. 6.41

CREST Laboratory. (2005) <http://www.cheng.cam.ac.uk/research/groups/electrochem/JAVA/electrochemistry/ELEC/14html/cv.html>. 15 Januari 2011 pk. 20.05

The Nuffield Foundation and Royal Society of Chemistry. (2011). <http://www.practicalchemistry.org/experiments/addition-polymerisation,263,EX.html>

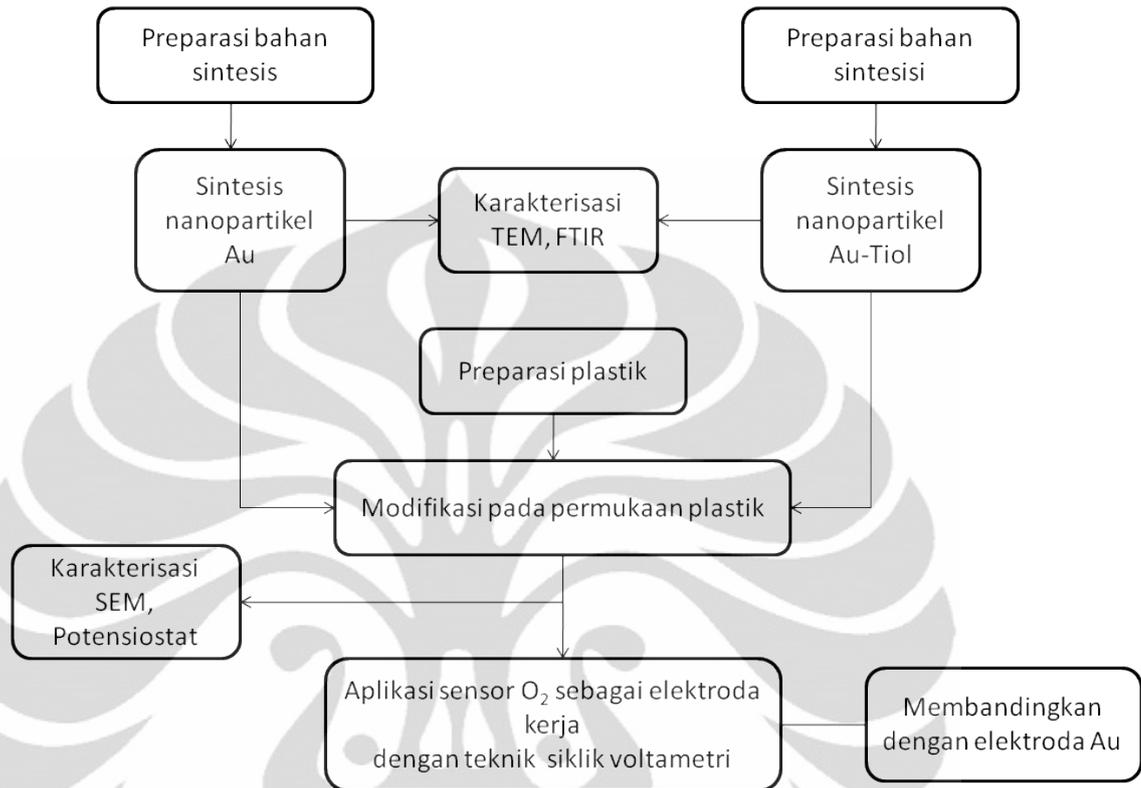
- Chemistry Glosary. (2011). <http://glossary.periodni.com/glossary.php?en=electromagnetic+radiation+spectrum>. 16 Januari 2011.
- Chemical Book. (2010) http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB7360958.htm. 16 April 2011. pk. 19.00
- Waters, Cecilia A et. al. (2003). Purification of Dodecanathiol Derivatized Gold Nanoparticles. Chem Commun. 540-541.
- Chem Blink. (2011). <http://www.chemblink.com/products/14866-33-2.htm>. 6 Juni 2011 Pk. 23.05
- Berios-Garcia, Egardo et.al. (2010), Response versus Chain Length of Alkanethiol-capped Nanoparticle Chemiresistive. J phys. Chem. C. 114. 21914-21920
- Coates, J., (2000). Interpretation of Infra Red Spectra, a Practical Approach. John Wiley & Sons Ltd, Chichester.p.8-16
- Seok S., Chuc, S., dan Voundi, P. (2009). Stability of Tetraoctylammonium Bromide-Protected Gold Nanoparticles: Effects of Anion Treatments. Physicochem. Eng. Aspects 352. 12–17
- Yu, Jinsong. (2008).Development Of Microfabricated Electrochemical Sensors For Environmental Parameter Measurements Applicable To Corrosion Evaluation And Gaseous Oxygen Detection. Department of Chemical Engineering. Case Western Reserve University
- Chikae. Miyuki et. al.,(2006). Direct fabrication of catalytic metal nanoparticles onto the surface of a screen-printed carbon electrode. Electrochemistry communication.

Nagarajan, R. (2006). *Nanoparticles: Building Blocks for Nanotechnology*. American chemistry society. U. S. Government work.

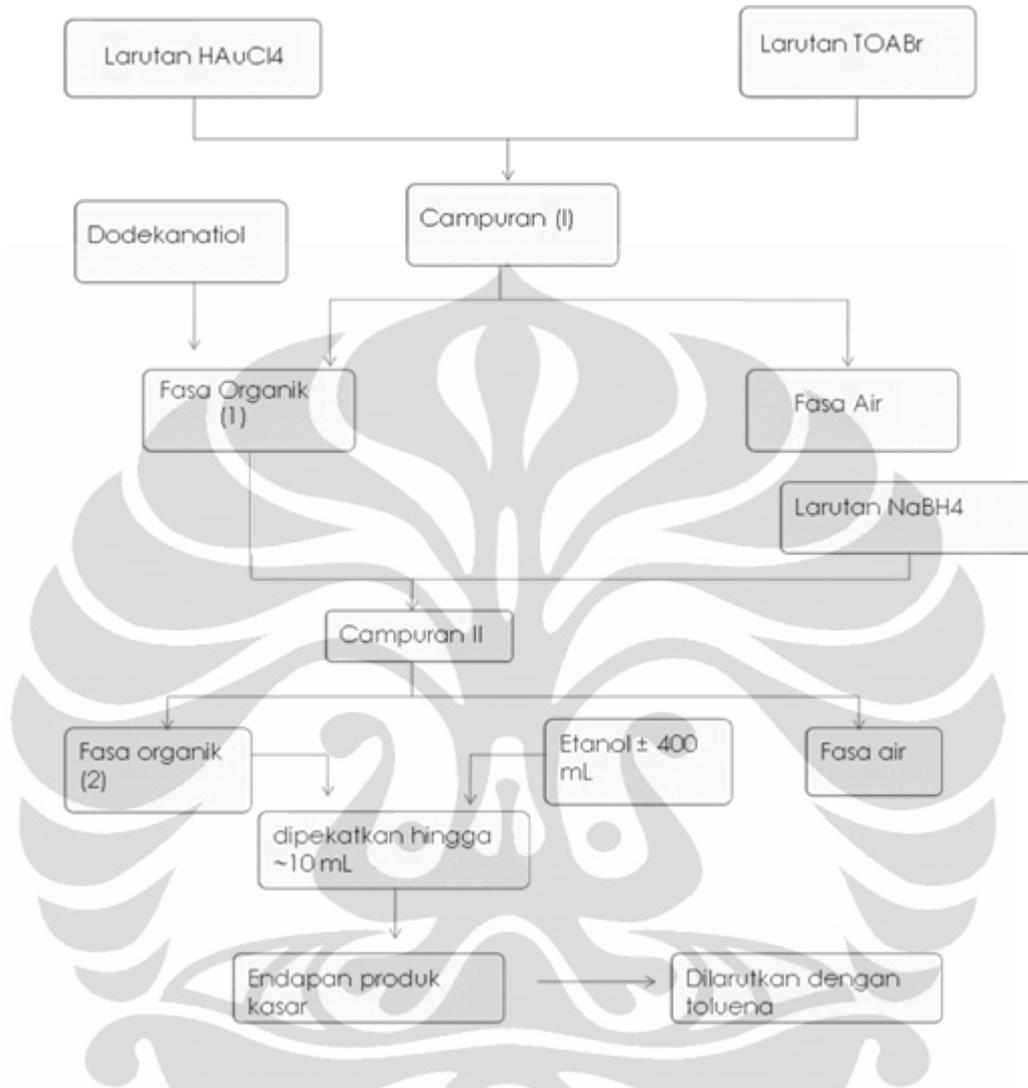
Chen, Y. et. al., (2003) Processing and characterization of Au nanoparticles for use in plasmon probe spectroscopy and microscopy of biosystems. Dept physic.



Lampiran 1. Bagan alir penelitian



Lampiran 2. Bagan sintesis nanopartikel Au-Tiol



Lampiran 3. Data karakterisasi larutan nanopartikel Au-Sitrat dengan Spektrofotometri UV-Visible selang waktu tertentu

a. Data kestabilan nanopartikel Au terhadap waktu

| Waktu (menit) | Absorbansi |
|---------------|------------|
| 0 | 0.881 |
| 10 | 0.881 |
| 60 | 0.859 |
| 120 | 0.865 |

| | |
|-----|-------|
| 180 | 0.841 |
| 240 | 0.84 |
| 300 | 0.828 |
| 480 | 0.808 |
| 540 | 0.761 |
| 600 | 0.754 |

b. Data pergeseran λ maksimum nanopartikel Au terhadap waktu

| Waktu (menit) | λ maks (nm) |
|---------------|---------------------|
| 0 | 520 |
| 10 | 520 |
| 60 | 521 |
| 120 | 522 |
| 180 | 522 |
| 240 | 522 |
| 300 | 522 |
| 480 | 522 |
| 540 | 522 |
| 600 | 522 |

Lampiran 4. Data karakterisasi nanopartikel Au-Tiol dengan spektrofotometri UV-Visible selang waktu tertentu

a. Data kestabilan nanopartikel Au terhadap waktu

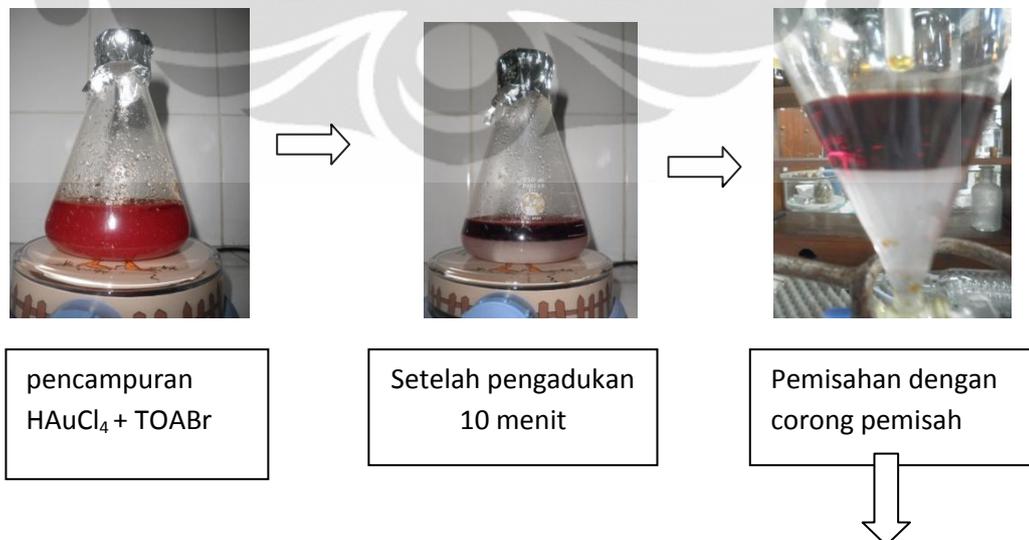
| Waktu (menit) | Absorbansi |
|---------------|------------|
| 60 | 1.506 |
| 120 | 1.553 |

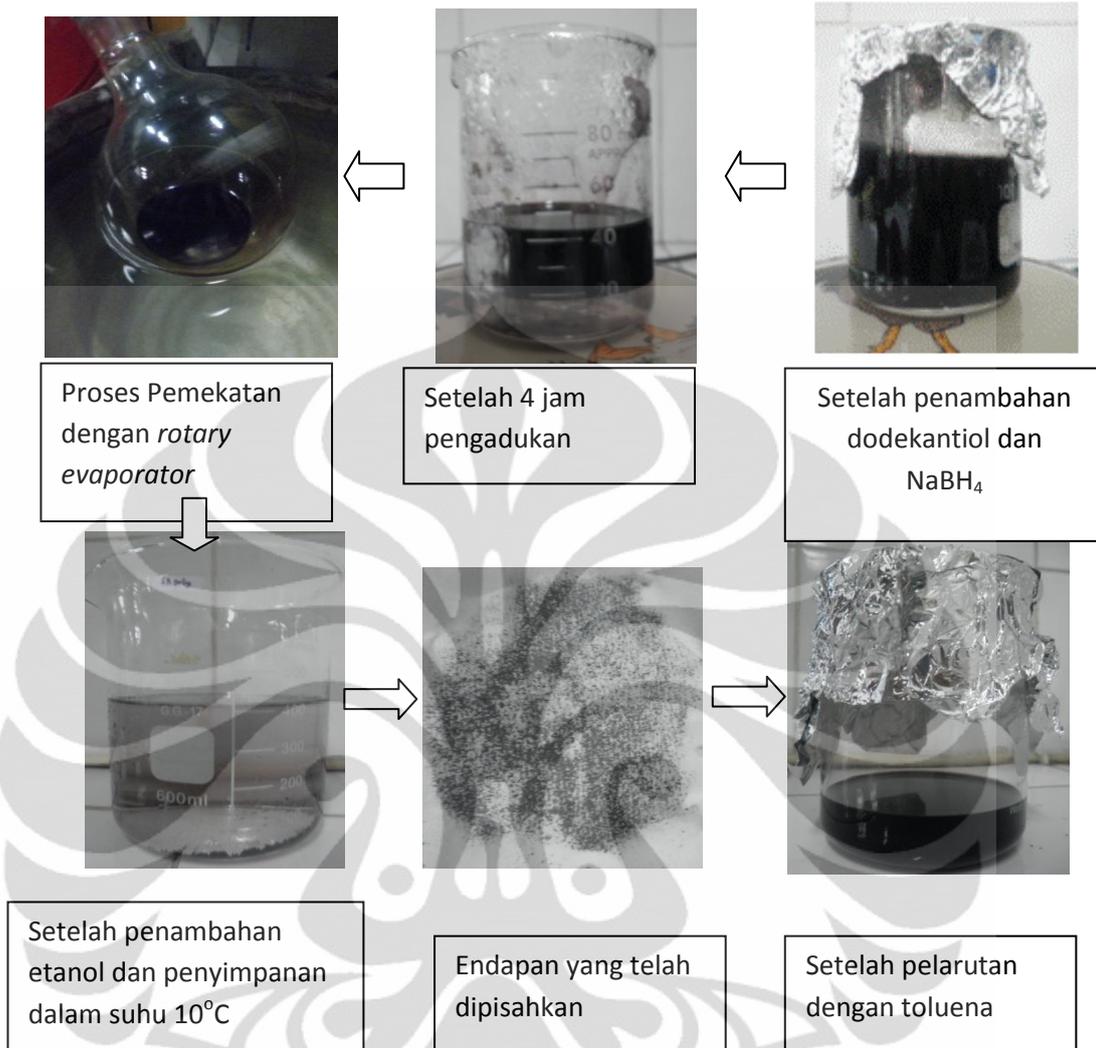
| | |
|-----|-------|
| 180 | 1.321 |
| 240 | 1.254 |
| 300 | 1.114 |
| 360 | 1.104 |
| 420 | 1.099 |

b. Data pergeseran λ maksimum nanopartikel Au terhadap waktu

| Waktu (menit) | λ maks |
|---------------|----------------|
| 60 | 519 |
| 120 | 520 |
| 180 | 527 |
| 240 | 529 |
| 300 | 534 |
| 360 | 536 |
| 420 | 537 |

Lampiran 5. Tampilan proses sintesis nanopartikel Au





Lampiran 6. Data kaporasi waktu aerasi gas O_2 terhadap kadar O_2

| Waktu aerasi O_2 (s) | Kadar O_2 (ppm) |
|-------------------------------|--------------------------|
| 2 | 30 |
| 4 | 32.6 |
| 6 | 33.3 |
| 8 | 34.7 |
| 10 | 35.6 |

Lampiran 7. Data arus puncak reduksi O_2 terhadap variasi waktu aerasi

a. Elektroda Au

| Waktu Aerasi O ₂ (s) | I (A) |
|------------------------------------|-----------|
| 2 | -8.44E-06 |
| 4 | -1.03E-05 |
| 6 | -1.28E-05 |
| 8 | -1.55E-05 |
| 10 | -2.18E-05 |

b. Elektroda Plastik Mika@NPAu (A)

| Waktu Aerasi O ₂ (s) | I (A) |
|------------------------------------|-----------|
| 4 | -3.81E-07 |
| 6 | -5.38E-07 |
| 8 | -6.36E-07 |
| 10 | -9.04E-07 |

c. Elektroda Plastik Mika@NPAu (B)

| Waktu Aerasi O ₂ (s) | I (A) |
|------------------------------------|-----------|
| 2 | -3.19E-08 |
| 4 | -1.22E-07 |
| 6 | -3.36E-07 |
| 8 | -6.94E-07 |

d. Elektroda Plastik Mika@NPAu (C)

| Waktu Aerasi O ₂ (s) | I (A) |
|------------------------------------|-----------|
| 4 | -1.27E-07 |

| | |
|----|-----------|
| 6 | -2.27E-07 |
| 8 | -2.23E-07 |
| 10 | -2.66E-07 |

Lampiran 8. Spektrum plastik mika

