



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH POLIETILEN GLIKOL DAN RHODAMIN B
TERHADAP NANOPARTIKEL PERAK
SEBAGAI INDIKATOR LOGAM PENCEMAR
DALAM UDANG WINDU (*Penaeus monodon*)**

SKRIPSI

**SUCI TRISNAENI
0806328120**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JULI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH POLIETILEN GLIKOL DAN RHODAMIN B
TERHADAP NANOPARTIKEL PERAK
SEBAGAI INDIKATOR LOGAM PENCEMAR
DALAM UDANG WINDU (*Penaeus monodon*)**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Farmasi**

**SUCI TRISNAENI
0806328120**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JULI 2012**

ii

SURAT PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME

Saya yang bertanda tangan di bawah ini dengan sebenarnya menyatakan bahwa skripsi ini saya susun tanpa tindakan plagiarisme sesuai dengan peraturan yang berlaku di Universitas Indonesia.

Jika di kemudian hari ternyata saya melakukan plagiarisme, saya akan bertanggung jawab sepenuhnya dan menerima sanksi yang dijatuhkan oleh Universitas Indonesia kepada saya.

Depok, Juli 2012



Suci Trisnaeni

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Suci Trisnaeni

NPM : 0806328120

Tanda Tangan

: 

Tanggal : Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Suci Trisnaeni
NPM : 0806328120
Program Studi : Farmasi
Judul Skripsi : Pengaruh Polietilen Glikol dan Rhodamin B
terhadap Nanopartikel Perak sebagai Indikator
Logam Pencemar dalam Udara (Pneumonia monodon)

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

DEWAN PENGUJI

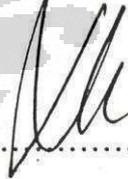
Pembimbing I : Dr. Ing. Cuk Imawan

(..........)

Pembimbing II: Dr. Rani Sauriasari, M.Sc., Apt.

(..........)

Penguji I : Dr. Harmita, Apt.

(..........)

Penguji II : Dr. Herman Suryadi, MS.

(..........)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : Juli 2012

KATA PENGANTAR

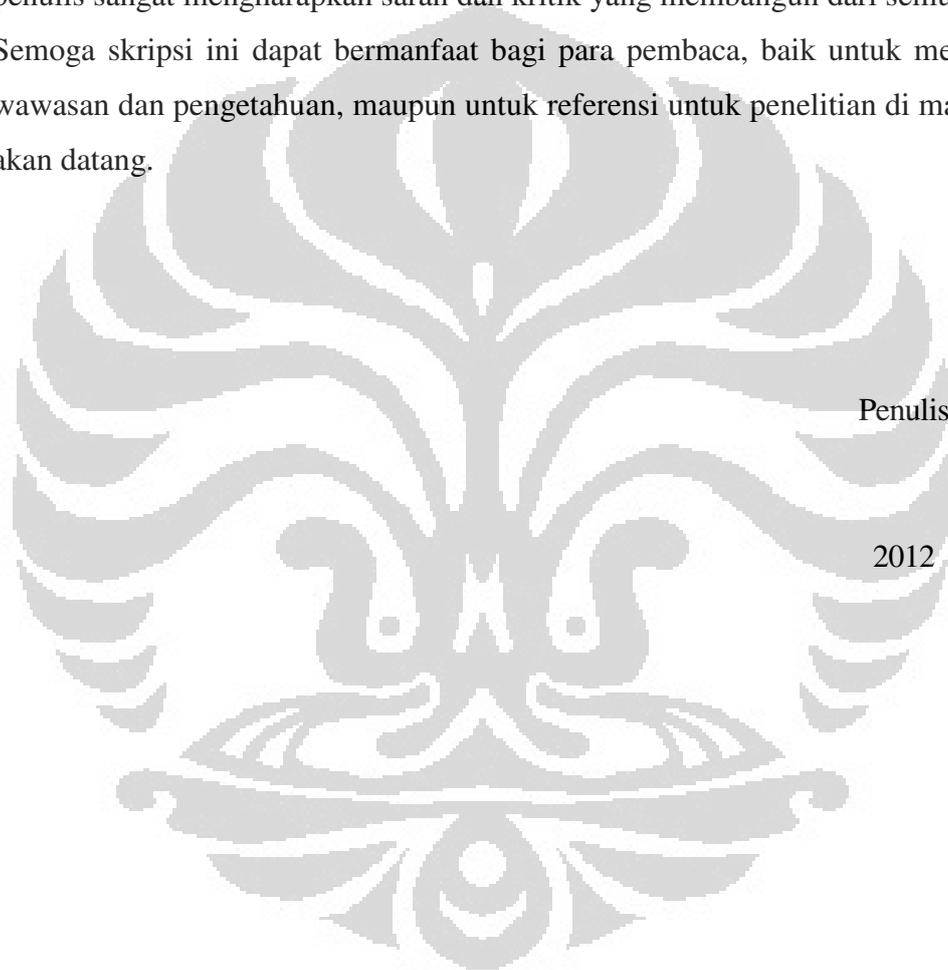
Alhamdulillah, segala puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala nikmat dan rahmat-Nya sehingga penulis akhirnya dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Polietilen Glikol dan Rhodamin B terhadap Nanopartikel Perak sebagai Indikator Logam Pencemar dalam Udara (Penaeus monodon)”.

Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang tidak terhingga kepada berbagai pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini, khususnya kepada:

1. Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS. Apt., selaku Ketua Departemen Farmasi FMIPA UI.
2. Dr. Ing. Cuk Imawan, selaku pembimbing skripsi I, yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, ilmu, serta dukungan moral dan material dalam penyelesaian skripsi ini.
3. Dr. Rani Sauriasari, M.Sc. Apt., selaku pembimbing skripsi II, yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, ilmu, serta dukungan moral dan material dalam penyelesaian skripsi ini.
4. Dra. Maryati Kurniadi, M.Si., Apt., selaku pembimbing akademik, atas bimbingan dan masukannya selama perkuliahan dan dalam penelitian ini.
5. Seluruh staf pengajar, laboran, dan karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah membantu kelancaran dalam masa perkuliahan dan penelitian ini.
6. Dr. Susiani Purbaningsih, DEA, selaku Kepala Laboratorium Fisiologi Tumbuhan Dept. Biologi FMIPA UI, yang telah bersedia meminjamkan alat-alat, fasilitas, dan tempat penelitian yang sangat nyaman dan memadai.
7. Keluarga tercinta, terutama ibu, bapak, serta adik-adikku Didi dan Bima, yang senantiasa memberikan doa, dukungan, dan kasih sayang, serta meniupkan semangat pada jiwa ini untuk selalu melakukan apapun yang terbaik untuk kalian.

8. Tim riset nanopartikel Kak Windri, Ilma, Dita, dan Irfan atas dukungan dan kerjasamanya selama penelitian ini berlangsung, serta teman-teman Farmasi 2008 yang tidak dapat penulis sebut satu per satu, yang telah membuat hari-hari penulis selama empat tahun ini menjadi makin berwarna.
9. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebut satu per satu yang telah memberikan dukungan dan bantuan yang sangat berharga bagi penulis.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pihak. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca, baik untuk menambah wawasan dan pengetahuan, maupun untuk referensi untuk penelitian di masa yang akan datang.



Penulis

2012

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

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

Nama : Suci Trisnaeni
NPM : 0806328120
Program Studi : Farmasi
Departemen : Farmasi
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

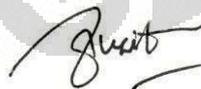
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty Free Right) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Pengaruh Polietilen Glikol dan Rhodamin B terhadap Nanopartikel Perak sebagai Indikator Logam Pencemar dalam Udara (Penaecus monodon)

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juli 2012
Yang menyatakan



(Suci Trisnaeni)

ABSTRAK

Nama : Suci Trisnaeni
Program Studi : Farmasi
Judul : Pengaruh Polietilen Glikol dan Rhodamin B terhadap Nanopartikel Perak sebagai Indikator Logam Pencemar dalam Udang Windu (Penaeus monodon)

Nanopartikel perak memiliki kemampuan untuk mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} hingga konsentrasi 500 ppm, dimana nanopartikel berubah warna dari coklat menjadi tidak berwarna. Pada penelitian ini, nanopartikel perak dimodifikasi dengan polietilen glikol dan rhodamin B untuk mengetahui pengaruh kedua modifikator tersebut terhadap nanopartikel perak. Nanopartikel disintesis menggunakan daun *Diospyros discolor* (Willd.), lalu dimodifikasi dengan polietilen glikol 1%; 2%; dan 5% dan rhodamin B 0,01; 0,05; 0,1; dan 1 mM. Nanopartikel termodifikasi diamati stabilitasnya hingga beberapa minggu. Penelitian ini menunjukkan bahwa polietilen glikol berperan sebagai penstabil larutan nanopartikel perak, sedangkan rhodamin B berperan untuk mempermudah pengamatan terjadinya perubahan warna pada waktu pengujian logam dimana perubahan warna yang terjadi yaitu dari coklat menjadi merah muda. Nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,1 mM dapat mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada 100 ppm. Penambahan NaCl 1 M meningkatkan sensitivitas nanopartikel hingga dapat mendeteksi Cu^{2+} pada 1 ppm dengan LOD 0,153 ppm. Selanjutnya, nanopartikel perak termodifikasi yang ditambahkan NaCl diaplikasikan untuk mendeteksi Cu^{2+} dalam udang windu (*Penaeus monodon*). Sebelum logam diuji dengan nanopartikel perak termodifikasi tersebut, sampel udang windu perlu didestruksi menggunakan asam pekat. Hasilnya filtrat udang hasil destruksi yang ditambahkan logam memberikan perubahan warna yang sama dengan larutan analit Cu^{2+} pada konsentrasi 1 ppm atau lebih.

Kata Kunci : logam, nanopartikel perak, polietilen glikol, rhodamin B, udang windu

xvi + 90 halaman: 36 gambar; 4 tabel; 23 lampiran

Daftar Pustaka : 58 (1992-2012)

ABSTRACT

Name : Suci Trisnaeni
Program Study : Pharmacy
Title : The Effect of Polyethylene Glycol and Rhodamine B on Silver Nanoparticles as Indicator of Metal Contaminants in Giant Tiger Prawn (*Penaeus monodon*)

Silver nanoparticles can detect the presence of Cu^{2+} and Hg^{2+} at 500 ppm, that color of silver nanoparticles changes from brown to clear. In this study, silver nanoparticles were modified with polyethylene glycol and rhodamine B to investigate the effect of that modifiers on silver nanoparticles. Nanoparticles synthesized with *Diospyros discolor* (Willd.) leaves and modified with polyethylene glycol 1%; 2%; dan 5% and rhodamine B 0,01; 0,05; 0,1; and 1 mM. Stability of modified nanoparticles observed in some weeks. This study shown that polyethylene glycol plays a part as stabilizer of silver nanoparticles. Rhodamine B facilitates in observing change of color that occurs at analysis of metal ion, that color of silver nanoparticles changes from brown to pink. Nanoparticles modified with rhodamine B 0,1 mM can detect the presence of Cu^{2+} and Hg^{2+} at 100 ppm. Addition of NaCl 1 M increases sensitivity of nanoparticles, which can detect the presence of Cu^{2+} and Hg^{2+} at 1 ppm, which LOD is 0,153 ppm. Then, modified silver nanoparticles were applied to detect metal in giant tiger prawn (*Penaeus monodon*). Before metal analyzed with the modified silver nanoparticles, samples of giant tiger prawn were destructed with concentrated acid. The result is products of destruction containing metal cause color change which is same with metal solutions at 1 ppm or more.

Key Words : giant tiger prawn, metal, polyethylene glycol, rhodamine B, silver nanoparticles
xvi + 90 pages : 36 pictures; 4 tables; 23 appendices
Bibliography : 58 (1992-2012)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN BEBAS PLAGIARISME	iii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iv
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
KATA PENGANTAR	vi
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	viii
ABSTRAK	ix
ABSTRACT.....	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Tujuan penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Nanopartikel	4
2.2 Nanopartikel perak sebagai indikator logam	5
2.3 Modifikasi nanopartikel perak.....	13
2.4 Logam berat	20
2.5 Udang dan hubungannya dengan logam.....	25
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	29
3.1 Lokasi dan waktu penelitian.....	29
3.2 Peralatan	29
3.3 Bahan	29
3.4 Cara kerja.....	34
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	40
4.1 Sintesis nanopartikel perak.....	40
4.2 Nanopartikel perak sebagai indikator logam	42
4.3 Pengaruh rhodamin B dan konsentrasinya terhadap kemampuan nanopartikel perak dalam pengujian larutan analit logam.....	44
4.4 Peran polietilen glikol sebagai penstabil nanopartikel perak	48
4.5 Pengaruh anion dan konsentrasinya terhadap peningkatan sensitivitas nanopartikel perak dalam mendeteksi logam	53
4.6 Pengaruh NaCl terhadap ketidakstabilan nanopartikel perak.....	57
4.7 Pengujian logam tembaga (Cu^{2+}) dalam udang windu dengan nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B.....	60
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	64
5.1 Kesimpulan.....	65
5.2 Saran	65
DAFTAR ACUAN.....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi reduksi Ag^+ menjadi Ag oleh senyawa terpenoid geraniol	10
Gambar 2.2	Localized Surface Plasmon Resonance (LSPR).....	11
Gambar 2.3	Spektrum serapan dari nanopartikel perak dengan berbagai ukuran diameter partikel.....	12
Gambar 2.4	Rumus struktur polietilen glikol (PEG)	14
Gambar 2.5	Kemungkinan reaksi yang terjadi antara nanopartikel perak (Ag) dengan PEG.....	16
Gambar 2.6	Reaksi antara nanopartikel emas (Au) termodifikasi oligoetilen glikol dengan Pb^{2+}	16
Gambar 2.7	Reaksi yang mungkin terjadi antara nanopartikel perak (Ag) termodifikasi polietilen glikol dengan Cu^{2+}	17
Gambar 2.8	Rumus struktur rhodamin B	17
Gambar 2.9	Reaksi antara nanopartikel perak (Ag) dengan rhodamin B	18
Gambar 2.10	Reaksi yang mungkin terjadi antara nanopartikel perak (Ag) termodifikasi rhodamin B dengan Cu^{2+}	19
Gambar 3.1	Skema modifikasi nanopartikel dengan modifikator polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B.....	37
Gambar 4.1	Spektrum serapan nanopartikel perak (NPP) yang disintesis dari AgNO_3 + air rebusan daun Bisbul (<i>Diospyros blancoi</i>).....	41
Gambar 4.2	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan (a) Cd^{2+} ; (b) Pb^{2+} ; (c) Mn^{2+} dengan berbagai konsentrasi	43
Gambar 4.3	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan (a) Cu^{2+} ; (b) Hg^{2+} ; (c) Zn^{2+} dengan berbagai konsentrasi	44
Gambar 4.4	Foto dan spektrum serapan hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan Cu^{2+} dan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi.....	44
Gambar 4.5	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B (a) 0,01 mM; dan (b) 0,05 mM; (c) 0,1 mM; dan (d) 1 mM terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi	46
Gambar 4.6	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B (a) 0,01 mM; dan (b) 0,05 mM; (c) 0,1 mM; dan (d) 1 mM terhadap larutan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi	46
Gambar 4.7	Spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B dengan berbagai konsentrasi.....	47
Gambar 4.8	(a) Larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,1 mM (umur 2 hari) yang mengalami agregasi; (b) spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,1 mM sampai dengan 3 hari	47
Gambar 4.9	Spektrum serapan yang menunjukkan pertumbuhan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator dan (b) termodifikasi PEG 400 2% selama 2 minggu	49
Gambar 4.10	Spektrum serapan yang menunjukkan pertumbuhan nanopartikel perak termodifikasi polietilen glikol (PEG) 400 2%.....	49

Gambar 4.11	Spektrum serapan nanopartikel perak tanpa dan termodifikasi PEG 400 2 % pada waktu (a) 1 hari; (b) 1 minggu; (c) 2 minggu; dan (d) 3 minggu.	51
Gambar 4.12	Spektrum serapan NPP-rhodamin B tanpa dan dengan PEG 400 2 % pada waktu (a) 1 hari; (b) 1 minggu; (c) 2 minggu; dan (d) 3 minggu	51
Gambar 4.13	Grafik perbandingan SBW vs umur NPP antara nanopartikel perak tanpa atau dengan dimodifikasi PEG 400 2%.	52
Gambar 4.14	Grafik perbandingan SBW vs umur NPP antara nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 1 %; 2 %; dan 5 %.	52
Gambar 4.15	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) termodifikasi Na ₂ SO ₄ 1 M terhadap berbagai larutan logam	54
Gambar 4.16	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) termodifikasi Na ₂ SO ₄ 1 M terhadap larutan Cu ²⁺ dengan berbagai konsentrasi	54
Gambar 4.17	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) Na ₂ SO ₄ 1 M terhadap larutan Hg ²⁺ dengan berbagai konsentrasi	55
Gambar 4.18	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) termodifikasi NaCl 1 M terhadap berbagai larutan logam	56
Gambar 4.19	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) NaCl 1 M terhadap larutan Cu ²⁺ dengan berbagai konsentrasi	56
Gambar 4.20	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) NaCl 1 M dan terhadap larutan Hg ²⁺ dengan berbagai konsentrasi	57
Gambar 4.21	Foto larutan nanopartikel termodifikasi rhodamin B 0,05 mM (a) tanpa NaCl; (b) dengan NaCl 1 M	58
Gambar 4.22	Spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,05 mM tanpa dan dengan NaCl 1 M sampai dengan 12 hari	58
Gambar 4.23	Hasil pengujian larutan NPP termodifikasi PEG 400 2 %-rhodamin B 0,05 mM dan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap Cu ²⁺	59
Gambar 4.24	(a) Foto dan (b) spektrum serapan pengujian larutan analit Cu ²⁺ menggunakan nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B serta ditambahkan NaCl 1 M.....	62
Gambar 4.25	(a) Foto dan (b) spektrum serapan pengujian Cu dalam sampel udang windu menggunakan nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B serta ditambahkan NaCl 1 M.....	63

DAFTAR TABEL

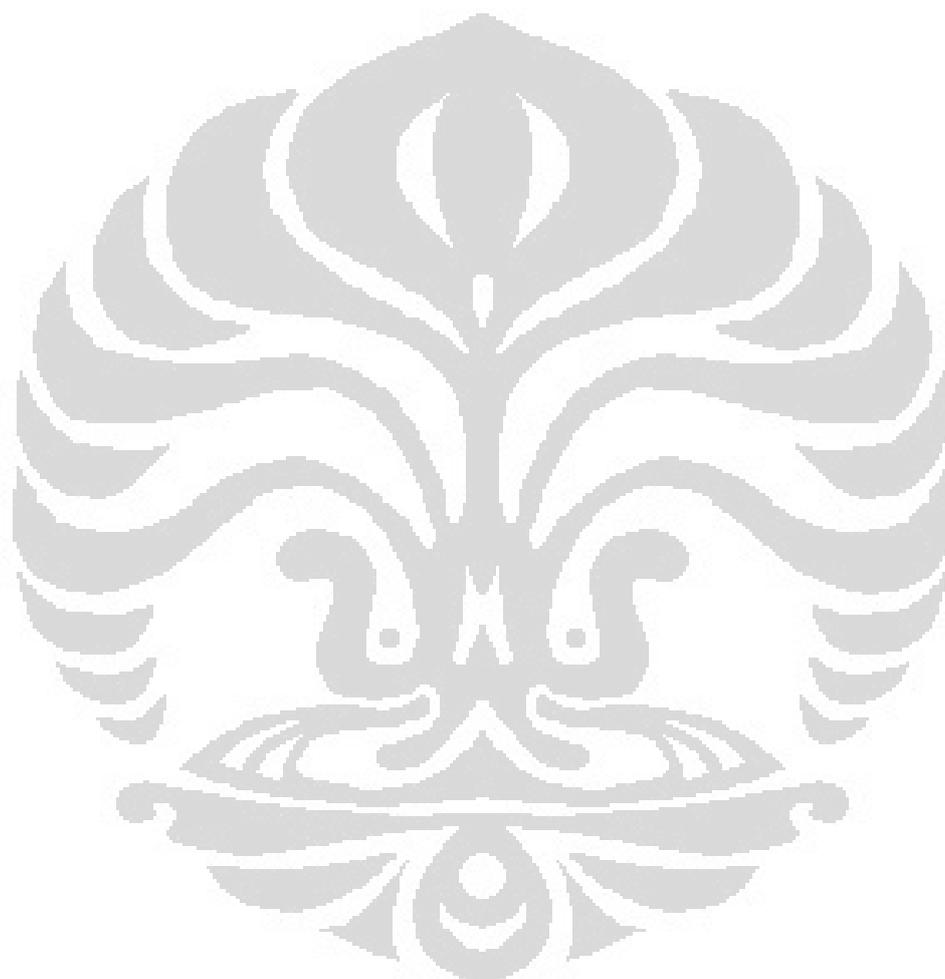
Tabel 2.1	Contoh aplikasi nanopartikel di beberapa bidang dan manfaatnya....	5
Tabel 2.2	Hubungan antara ukuran partikel, λ max, dan spectral bandwidth dari nanopartikel perak	12
Tabel 2.3	Modifikator nanopartikel perak yang berhasil untuk mendeteksi logam.....	14
Tabel 2.4	Batas maksimum cemaran logam pada udang	28



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Spektrum serapan yang merupakan perbandingan antara campuran AgNO_3 dan air rebusan daun Bisbul dengan dan tanpa dilakukan pengadukan	72
Lampiran 2	Gambar dari larutan (a) AgNO_3 1 mM; (b) air rebusan daun Bisbul (<i>Diospyros discolor</i>); dan (c) nanopartikel perak dalam fungsi waktu	72
Lampiran 3	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi rhodamin B 0,01 mM; dan (c) termodifikasi rhodamin B 0,05 mM terhadap berbagai larutan logam	73
Lampiran 4	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap berbagai larutan logam	73
Lampiran 5	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi	74
Lampiran 6	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi	74
Lampiran 7	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak yang ditambahkan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi	75
Lampiran 8	Hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B yang ditambahkan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi.....	75
Lampiran 9	Gambar larutan (a) nanopartikel perak yang berumur 24 jam; (b) polietilenglikol (PEG) 400 2%; (c) rhodamin B 0,05 mM; dan(d) modifikasi nanopartikel perak dengan PEG 2 % dan rhodamin B 0,05 mM	76
Lampiran 10	Spektrum serapan larutan nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 2 % dan rhodamin B 0,05 mM.....	76
Lampiran 11	Gambar udang windu (<i>Penaeus monodon</i>)	77
Lampiran 12	Gambar filtrat udang windu, baik yang non-spiked maupun ditambahkan Cu dengan berbagai konsentrasi.	77
Lampiran 13	Tabel rangkuman hasil pengujian logam dengan nanopartikel perak	78
Lampiran 14	Perhitungan nilai LOD dan LOQ dari kurva kalibrasi Cu^{2+} (diuji dengan nanopartikel termodifikasi PEG dan rhodamin B, ditambahkan NaCl 1 M) menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.....	79
Lampiran 15	Hasil pengukuran ukuran partikel nanopartikel perak oleh alat Particle Size Analyzer (PSA).....	80
Lampiran 16	Hasil determinasi daun Bisbul (<i>Diospyros discolor</i> Willd.) oleh LIPI.....	81

Lampiran 17	Sertifikat analisis $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$	82
Lampiran 18	Sertifikat analisis $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	83
Lampiran 19	Sertifikat analisis NaCl	84
Lampiran 20	Sertifikat analisis $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	86
Lampiran 21	Sertifikat analisis HgCl_2	87
Lampiran 22	Sertifikat analisis $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	88
Lampiran 23	Sertifikat analisis ZnCl_2	90



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Beberapa tahun terakhir ini, nanoteknologi menjadi salah satu garis terdepan yang paling penting dan menarik dalam dunia fisika, kimia, biologi, teknik, dan medis. Hal ini dikarenakan nanoteknologi sangat menjanjikan untuk mengubah arah dari perkembangan teknologi di masa depan (Poole dan Owens, 2003). Nanopartikel sebagai “building blocks” dari nanoteknologi memiliki banyak aplikasi potensial dalam bidang energi, medis, lingkungan, industri, elektronik, dan komputer (Nagarajan dan Hatton, 2008).

Salah satu aplikasi dari nanopartikel yang sangat potensial di bidang analisis kimia dan biologi adalah sebagai indikator warna. Beberapa tahun terakhir ini, telah diteliti indikator warna yang sangat selektif dan sensitif berbasis nanopartikel logam, terutama nanopartikel perak dan emas (Li, Tian, dan Yao, 2009). Nanopartikel perak dan emas telah sukses digunakan untuk mendeteksi analit, seperti ion logam, lektin, dan antibodi (Li, Cui, dan Han, 2009). Indikator warna berbasis nanopartikel perak mengalami perkembangan sangat signifikan karena faktor ekonomisnya dan sifat optik yang lebih baik jika dibandingkan dengan nanopartikel emas (Chumanov dan Evanoff, 2005; Zhou, Zhao, He, Ding, dan Cao, 2011).

Metode analisis dengan nanopartikel berdasarkan perubahan warna ini banyak diteliti dan dikembangkan untuk analisis karena metode ini dapat mendeteksi secara kualitatif atau kuantitatif dengan tidak membutuhkan instrumen analisis yang mahal dan rumit (Li, Zheng, dan Han, 2010; Zhou, Zhao, He, Ding, dan Cao, 2011). Metode uji kuantitatif yang paling banyak digunakan untuk analisis logam selama ini adalah metode spektrofotometri serapan atom (SSA) yang memerlukan instrumen yang mahal. Selain itu, indikator warna memiliki kelebihan-kelebihan dalam analisisnya diantaranya mudah diamati perubahan warnanya, cepat, dan mudah dalam analisisnya (Li, Cui, dan Han, 2009).

Nanopartikel cenderung tidak stabil. Nanopartikel cenderung mengalami agregasi karena luas permukaannya yang luas (Tian, Yan, Jing, dan Zi, 2008).

Nanopartikel perak perlu dimodifikasi dengan modifikator untuk meningkatkan stabilitasnya sebagai indikator logam (Yao, Tian, dan Li, 2010). Modifikator yang digunakan dapat berupa DNA, enzim, protein, amin, polimer (Li, Yao, Zhan, 2009), dan gugus karboksilat (Cui, Han, Li, 2011). Perlu dilakukan penelitian apakah ada pengaruh penambahan polimer (PEG) dan gugus karboksilat (rhodamin B) terhadap stabilitas dan sifat lain dari nanopartikel perak sebagai indikator warna logam. Polietilen glikol (PEG) telah banyak digunakan sebagai penstabil nanopartikel. PEG merupakan polimer yang ekonomis dan ramah lingkungan (Tian, Yan, Jing, Zi, 2008).

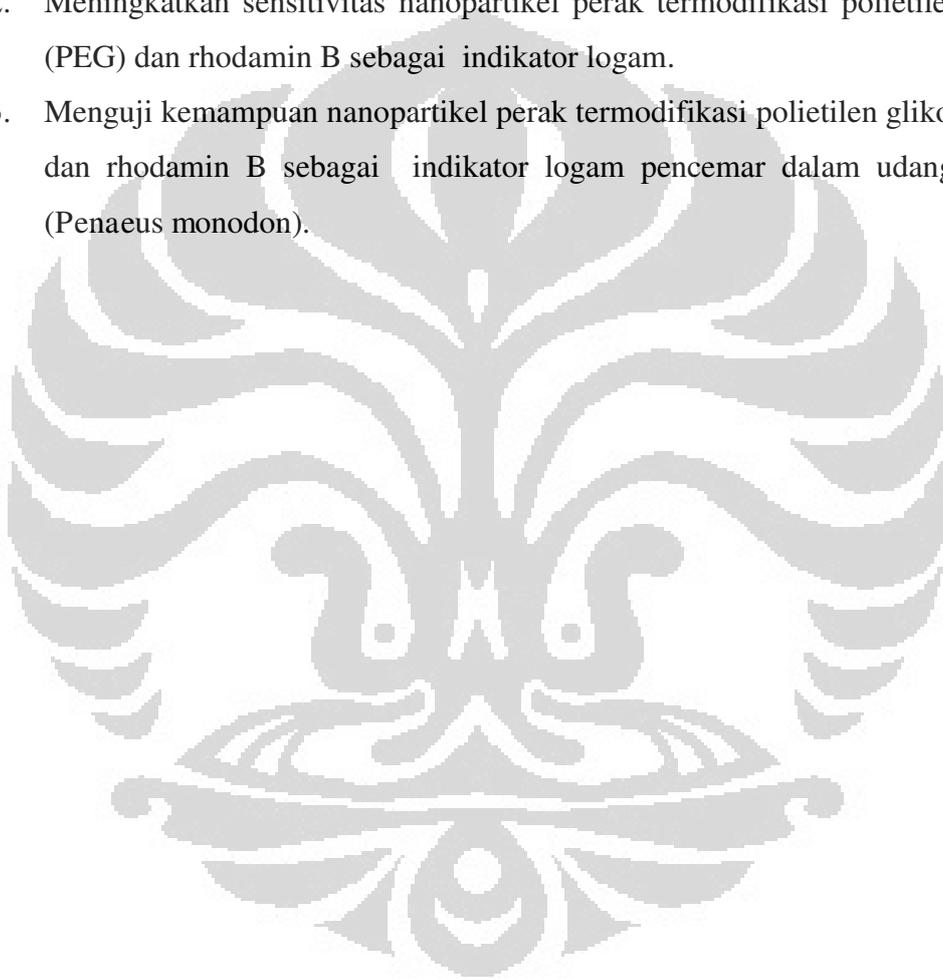
Nanopartikel perak pada akhirnya diharapkan dapat diaplikasikan pada sampel yang cukup berpotensi tercemar logam. Hasil penelitian-penelitian yang dilakukan di beberapa daerah di Indonesia, contohnya di Jakarta (Lestari dan Edward, 2004; Febriyeni, 2011), menunjukkan bahwa udang di perairan daerah tersebut telah terpapar oleh logam berat (Pb, Cd, dan Cu). Walaupun kadar logam-logam tersebut masih dalam ambang batas yang ditetapkan BPOM. Udang merupakan salah satu jenis makanan laut yang paling banyak digemari dan dikonsumsi oleh masyarakat. Hal ini dikarenakan udang mudah didapatkan dan harganya terjangkau oleh lapisan masyarakat pada umumnya. Selain itu, udang merupakan komoditas ekspor andalan dan sumber perolehan devisa bagi Indonesia. Oleh karena itu, daya saing udang dari Indonesia dapat turun karena adanya cemaran logam berat di dalamnya. Dari sekian banyak jenis udang yang terdapat di perairan Indonesia, *Penaeus monodon* (udang windu) termasuk jenis udang laut yang dikategorikan memiliki nilai ekonomis penting (Sembiring, 2008). Di masa mendatang, larutan nanopartikel perak diharapkan dapat diaplikasikan sebagai solusi alternatif untuk skrining logam dalam udang windu (*Penaeus monodon*), yang selektif, praktis, cepat, bersifat semikuantitatif, serta memungkinkan untuk analisis langsung di lapangan.

Handayani (2011) telah melakukan penelitian mengenai sintesis nanopartikel perak dari campuran AgNO_3 dengan air rebusan daun Bisbul dan berhasil mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada konsentrasi 1000 ppm. Namun, belum dicoba penambahan senyawa-senyawa modifikator yang dapat meningkatkan selektivitas, sensitivitas, dan stabilitas nanopartikel perak. Oleh karena itu, perlu

dilakukan penelitian mengenai modifikasi nanopartikel perak menggunakan modifikator polietilen glikol dan rhodamin B, yang diharapkan dapat meningkatkan selektivitas, sensitivitas, dan stabilitas nanopartikel perak.

1.2 Tujuan penelitian

1. Mengetahui pengaruh penambahan polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B terhadap selektivitas, sensitivitas, dan stabilitas nanopartikel perak.
2. Meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak termodifikasi polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B sebagai indikator logam.
3. Menguji kemampuan nanopartikel perak termodifikasi polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B sebagai indikator logam pencemar dalam udang windu (*Penaeus monodon*).



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel

Nanopartikel secara umum didefinisikan sebagai atom atau molekul yang berukuran <100 nm. Nanometer yaitu sama dengan 10^{-9} m atau 10 Å sehingga partikel dengan ukuran <1000 Å dianggap sebagai nanopartikel (Poole dan Owens, 2003). Nanopartikel dapat dibuat dari bahan dengan berbagai sifat kimia, yang paling umum yaitu dari logam, logam oksida, silikat, seramik non-oksida, polimer, bahan organik, karbon, dan biomolekul. Nanopartikel terdapat dalam beberapa morfologi, antara lain bulat, silinder, platelet, tabung, dll. Umumnya permukaan nanopartikel akan dimodifikasi untuk menghasilkan aplikasi yang spesifik (Nagarajan dan Hatton, 2008).

Nanopartikel merupakan “building blocks” untuk nanoteknologi. Nanopartikel memiliki banyak aplikasi potensial dalam bidang energi dan tenaga, kesehatan dan biomedis, elektronik dan computer, lingkungan, dan industri (Nagarajan dan Hatton, 2008). Beberapa tahun terakhir ini, nanoteknologi menjadi salah satu garis terdepan yang paling penting dan menarik dalam dunia fisika, kimia, teknik dan biologi. Hal itu dikarenakan nanoteknologi sangat menjanjikan untuk masa depan melalui banyak terobosan yang akan merubah arah dari perkembangan teknologi dalam aplikasi yang sangat luas (Poole dan Owens, 2003). Contoh aplikasi nanopartikel di beberapa bidang diperlihatkan dalam Tabel 2.1.

Proses pembuatan nanopartikel dibagi ke dalam dua metode yaitu metode kimia (bottom-up) dan metode fisika (top-down) (Miller, Serrato, Cardenas, dan Kundahl, 2005). Suatu pendekatan untuk pembuatan nanopartikel disebut dengan pendekatan bottom-up, yang artinya mengumpulkan, menggabungkan, dan memodifikasi atom atau molekul ke dalam struktur. Proses ini berlangsung melalui serangkaian reaksi kimia yang dikontrol oleh katalis. Lawan dari pendekatan ini disebut metode top-down, dimana molekul berukuran besar secara bertahap dikurangi ukuran atau dimensinya. (Poole dan Owens, 2003).

Tabel 2.1 Contoh aplikasi nanopartikel di beberapa bidang dan manfaatnya

No	Bidang Aplikasi	Manfaat
1	Kesehatan/Medis	<ul style="list-style-type: none"> ○ Sistem penghantaran obat ○ Antibakteri (Ag) ○ Deteksi dan biolabeling (Au, Ag) ○ Bioindikator (logam oksida, NP polimer) ○ Diagnosis kanker dan penghantaran obat tertarget ○ Penghantaran gen ○ Fungisida (ZnO, Cu₂O) ○ MRI contrast agents (Fe₂O₃, Fe₃O₄)
2	Elektronik dan computer	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Bahan penyalut untuk fiber optik (Si) ➤ Sirkuit elektronik (Cu, Al) ➤ Ferro-fluids (Fe, FeCo, Fe₃₀₄) ➤ Partikel magnetik untuk penyimpanan data (Fe) ➤ Alat optoelektronik
3	Industri	<ul style="list-style-type: none"> ○ Anti-scattering layers pada film fotografi ○ Indikator kimia ○ Penyalutan dengan teknik semprot (TiO₂, TiC-Co) ○ Lubrikan dan bahan aditif (Cu MoS₂) ○ Ayakan molekuler ○ Pigmen (logam dan logam oksida)
4	Makanan	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Penambah rasa dan pewarna untuk makanan (nanokapsul) ➤ Bahan kemasan makanan (SiO₂, TiO₂, Ag) ➤ Penghantaran nutrasetikal (liposom)
5	Energi	<ul style="list-style-type: none"> ○ Bahan anoda dan katoda pada sel bahan bakar (nanoclays, CNT) ○ Dye-sensitized solar cells (TiO₂, ZnO, Au) ○ Katalis lingkungan (TiO₂, CeO₂) ○ Katalis sel bahan bakar ○ Penyimpanan hidrogen (metal hidrida) ○ Fluida pengontrol suhu (Cu)
6	Lingkungan	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Penghantaran terkendali herbisida dan pestisida ➤ Remediasi tanah (Fe) ➤ Pengolahan limbah cair (TiO₂)

[Sumber: Nagarajan dan Hatton, 2008, telah diolah kembali]

2.2 Nanopartikel perak sebagai indikator logam

Metode uji kuantitatif yang banyak digunakan untuk analisis logam berat yaitu dengan spektrofotometri serapan atom (AAS), dan inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES). Namun, metode tersebut memerlukan biaya tidak sedikit dan juga preparasi sampelnya rumit. Banyak metode analisis dengan nanopartikel berdasarkan perubahan warna yang beberapa

tahun terakhir ini sedang dikembangkan untuk analisis karena metode ini merupakan deteksi kualitatif atau kuantitatif yang tidak membutuhkan instrumen analisis yang mahal dan rumit (Li, Zheng, dan Han, 2010; Zhou, Zhao, He, Ding, dan Cao, 2011). Selain itu, indikator warna memiliki kelebihan-kelebihan dalam deteksinya diantaranya mudah diamati perubahan warnanya, cepat, sensitivitas tinggi dan mudah dalam pengukurannya (Li, Cui, dan Han, 2009).

Beberapa tahun terakhir ini, telah diteliti indikator warna yang sangat selektif dan sensitif berbasis nanopartikel logam, terutama nanopartikel perak dan emas (Li, Tian, dan Yao, 2009). Nanopartikel perak dan emas telah sukses digunakan untuk mendeteksi analit seperti ion logam, lektin, antibodi, dan analit lain (Li, Cui, dan Han, 2009). Indikator warna berbasis nanopartikel perak telah mengalami perkembangan sangat signifikan karena faktor ekonomisnya dan sifat optik yang lebih baik jika dibandingkan dengan nanopartikel emas (Chumanov dan Evanoff, 2005; Zhou, Zhao, He, Ding, dan Cao, 2011).

Prinsip dari indikator warna berbasis nanopartikel perak adalah sifat LSPR (Localized Surface Plasmon Resonance) dari nanopartikel logam dan kemampuannya beragregasi (Caro, Castillo, Klippstein, Pozo, dan Zaderenko, 2010). Larutan koloid nanopartikel perak berwarna kuning dan memperlihatkan pita absorpsi LSPR pada daerah 400-600 nm. Pita LSPR ini tidak hanya bergantung pada ukuran partikel dan indeks refraktif dari media, tetapi juga dipengaruhi secara signifikan oleh perubahan bentuk dan jarak interpartikel. Jika terjadi pertumbuhan agregasi nanopartikel perak, maka jarak interpartikel akan semakin berkurang. Dengan demikian, pita absorpsi LSPR akan berubah dan menyebabkan perubahan warna larutan nanopartikel perak (Jian, You, dan Cheng, 2008).

Hal tersebut memungkinkan untuk diaplikasikan dalam analisis biomolekuler dan ion logam dengan memodifikasi nanopartikel perak menggunakan modifikator yang tepat (Caro, Castillo, Klippstein, Pozo, dan Zaderenko, 2010; Wang, Yang, dan Yang, 2010). Modifikator tersebut dapat berupa asam amino, DNA atau senyawa organik lainnya (Li, Yao, Zhan, 2009), anion, dan polimer (Caro, Castillo, Klippstein, Pozo, dan Zaderenko, 2010). Selanjutnya, nanopartikel perak termodifikasi akan mendeteksi keberadaan ion

logam berat tertentu dengan cara bereaksi (beragregasi) dengan ion logam berat tersebut dan diperlihatkan dengan terjadinya pergeseran LSPR dan perubahan warna dari larutan nanopartikel.

2.2.1 Sintesis nanopartikel perak menggunakan daun bisbul

Metode yang paling umum untuk sintesis nanopartikel perak adalah dengan metode kimia yaitu dengan reduksi AgNO_3 dengan NaBH_4 (Chumanov dan Evanoff, 2005). Metode sintesis ini secara konsisten menghasilkan perak koloidal kuning yang stabil, jika kondisi percobaan dikontrol secara tepat (Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007). Sintesis nanopartikel menggunakan metode fisika atau kimia pada umumnya tidak ramah lingkungan (Kesharwani, Yoon, Hwang, dan Rai, 2009). Dibandingkan metode fisika atau kimia, selain ramah lingkungan, metode green-synthesis juga lebih ekonomis dan tidak membutuhkan tekanan tinggi, energi, temperatur, dan bahan kimia yang toksik (Jain, Daima, Kachhwaha, dan Kothari, 2009).

Beberapa penelitian sebelumnya telah berhasil melakukan sintesis nanopartikel perak menggunakan tumbuhan (green-synthesis), diantaranya dari ekstrak daun *Datura metel* (Kesharwani, Yoon, Hwang, dan Rai, 2009), daun *Geranium* (*Pelargonium graveolens*) (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2004), dan buah Pepaya (Jain, Daima, Kachhwaha, dan Kothari, 2009). Green-synthesis nanopartikel diduga melibatkan senyawa-senyawa organik seperti enzim (superoksida dismutase, katalase, glutation, dan peroksidase), protein (metalotionin, fitokelatin) (Jha, Prasad, Prasad, dan Kulkarni, 2009), dan karbohidrat (gula-gula pereduksi) ataupun kelompok senyawa metabolit sekunder dari tumbuhan, seperti flavonoid dan terpenoid (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2004).

Sintesis nanopartikel perak menggunakan tumbuhan terjadi melalui proses reduksi ion Ag^+ menjadi Ag. Reaksi reduksi tersebut berlangsung dengan cepat dan menghasilkan nanopartikel perak yang stabil (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2004; Kesharwani, Yoon, Hwang, dan Rai, 2009). Terjadinya reduksi hingga terbentuknya nanopartikel perak tidak lepas dari peran senyawa tertentu sebagai agen pereduksi yang terkandung dalam tumbuhan yang digunakan.

Menurut Jha, Prasad, Prasad, dan Kulkarni (2009), senyawa yang berperan dalam proses reduksi terdiri atas beberapa senyawa metabolit sekunder tumbuhan seperti senyawa terpenoid jenis citronellol dan geraniol, lalu keton, aldehid, amida dan asam karboksilat. Hasil tersebut diperoleh dari analisis IR spektrofotometri (Jha, Prasad, Prasad, dan Kulkarni, 2009). Sementara Khesarwani, Yoon, Hwang, dan Rai (2009) berhipotesis bahwa senyawa yang diduga berperan dalam reduksi ion Ag^+ adalah plastohidrokuinon atau kuinol.

Handayani (2011) telah berhasil melakukan sintesis nanopartikel perak menggunakan air rebusan daun bisbul (*Diospyros discolor*) menjadi larutan indikator logam. Larutan indikator yang diujikan terhadap larutan ion-ion logam Cu^{2+} , Hg^{2+} , Pb^{2+} , Mn^{2+} , dan Zn^{2+} pada beberapa konsentrasi menghasilkan perubahan warna pada deteksi Cu^{2+} , Zn^{2+} , dan Hg^{2+} pada kadar 1000 ppm. Hasil yang diperoleh menunjukkan adanya kecenderungan sensitivitas dan selektivitas dari larutan indikator terhadap keberadaan ketiga ion logam tersebut (Handayani, 2011).

2.2.1.1 Uraian tentang daun bisbul

Kingdom	: Plantae
Superdivisi	: Spermatophyta
Divisi	: Magnoliophyta
Kelas	: Magnoliopsida
Subkelas	: Dilleniidae
Ordo	: Ebenales
Famili	: Ebenaceae
Genus	: Diospyros
Spesies	: Diospyros discolor Willd.

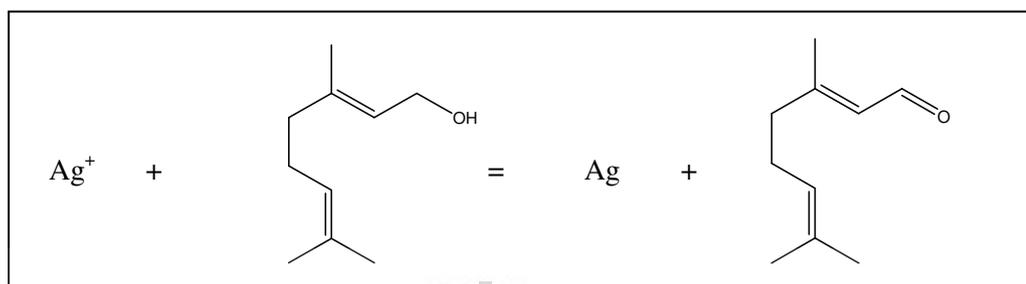
Sinonim *Diospyros discolor* dalam berbagai bahasa antara lain sebagai berikut: Indonesia: buah mentega, bisbul, mabolo; Malaysia: buah Lemak, buah mentega; Filipina: mabolo, kamagong, Tabang; Thailand: Marit; dan Indo-China: Hong Nhung. *Diospyros discolor* berasal dari Filipina terdistribusi luas di hutan primer dan sekunder pada ketinggian rendah dan menengah, serta dapat juga dibudidayakan di pekarangan. Tanaman ini telah diperkenalkan di negara-negara

tropis lainnya. *Diospyros discolor* tumbuh baik di daerah dengan iklim musim hujan dari permukaan laut sampai 800 m diatas permukaan laut, dan di hampir semua jenis tanah. Tanaman ini sangat tahan terhadap angin topan. *Diospyros blancoi* memiliki kayu halus, tahan lama dan hitam dan banyak digunakan di Filipina untuk membuat kerajinan

Diospyros discolor Willd. merupakan pohon buah yang sangat produktif. Buahnya berasa agak manis, tetapi agak kering, sehingga kurang populer daripada banyak buah-buahan tropis lainnya. Buah ini biasanya dimakan segar saat matang. Buah ini dapat dikombinasikan dengan buah-buahan lain dalam salad. Buah ini memiliki bagian yang dapat dimakan 60-73% yang berisi, per 100 g: air 83,0-84,3 g, protein 2,8 g, lemak 0,2 g, karbohidrat 11,8 g, serat 1,8 g, abu 0,4-0,6 g, kalsium 46 mg, fosfor 18 mg, besi 0,6 mg, vitamin A IU 35, tiamin 0,02 mg, riboflavin dan niasin 0,03 mg, vitamin C 18 mg. Rata-rata nilai energi 332 kJ/100 g (Verheij dan Coronel, 1997).

Handayani (2011) melakukan analisis kandungan kelompok senyawa metabolit sekunder secara kualitatif dari daun Bisbul dan beberapa tumbuhan lain yang memiliki kemampuan membentuk nanopartikel perak, serta daun Mahkota Dewa yang tidak memiliki kemampuan membentuk nanopartikel perak. Senyawa yang diuji antara lain alkaloid, flavanoid, terpenoid, saponin, dan fenol. Hasil pengujian menunjukkan bahwa yang membedakan kandungan metabolit sekunder antara daun Mahkota Dewa dengan tumbuhan-tumbuhan yang mampu membentuk nanopartikel perak terletak pada adanya senyawa terpenoid (Handayani, 2011). Terpenoid yang terkandung dalam tumbuhan diduga mampu mereduksi ion Ag^+ menjadi Ag dan berperan dalam pembentukan nanopartikel perak (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2003; Jha, Prasad, Prasad, dan Kulkarni, 2009). Selain itu, diduga bahwa terpenoid dari air rebusan daun memfasilitasi terjadinya reduksi karena memiliki surface active molecule stabilizing. Menurut Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry (2003), senyawa terpenoid yang berperan dalam proses reduksi ion Ag^+ menjadi Ag adalah citronellol dan geraniol. Kedua terpenoid tersebut berperan dalam reduksi ion Ag^+ menjadi Ag melalui oksidasi gugus hidroksil menjadi gugus karbonil (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2003).

Pada Gambar 2.1, diperlihatkan reaksi reduksi Ag^+ menjadi Ag oleh senyawa terpenoid jenis geraniol.



Sumber: [Duran et al., 2011]

Gambar 2.1 Reaksi reduksi Ag^+ menjadi Ag oleh senyawa terpenoid geraniol

2.2.2 Karakterisasi nanopartikel perak

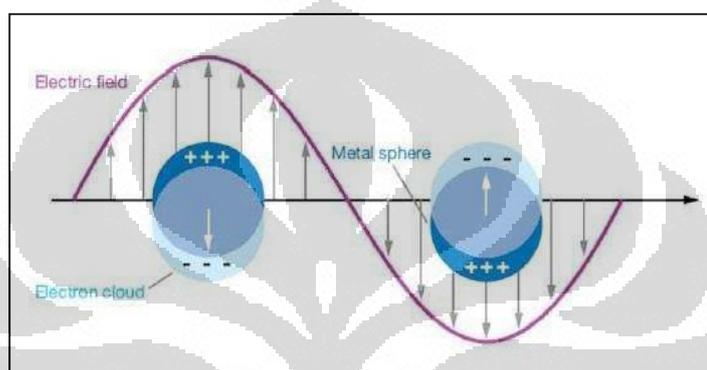
Karakterisasi dilakukan untuk mendeteksi apakah nanopartikel perak benar-benar berhasil disintesis atau tidak. Karakterisasi nanopartikel untuk memeriksa ukuran, bentuk, dan kuantitas juga penting. Teknik karakterisasi nanopartikel dapat dilakukan menggunakan berbagai macam alat, diantaranya Atomic Force Microscopy (AFM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Absorbance Spectroscopy, dan Dynamic Light Scattering (DLS) (Silver Nanoparticles, 2005). Selain itu, nanopartikel perak dapat dikarakterisasi dengan Transmission Electron Microscopy (TEM) atau X-Ray Diffraction (XRD) (Varshney, Mishra, Bhadauria, Gaur, 2009).

2.2.2.1 Karakterisasi nanopartikel perak secara spektrofotometri UV-Vis

Pada penelitian ini karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengkonfirmasi terbentuknya nanopartikel perak. Karakterisasi secara spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada sifat optik nanopartikel perak yang unik, yang membedakannya dari larutan perak nitrat biasa (Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007). Larutan nanopartikel berwarna kuning merupakan manifestasi dari sifat localized surface plasmon resonance (LSPR) (Shankar, Rai, Ahmad, dan Sastry, 2004). LSPR merupakan osilasi koheren gabungan dari elektron dengan muatan positif nanopartikel sebagai hasil dari interaksi osilasi medan elektromagnetik antara sinar dengan nanopartikel logam (Caro, Castillo, Klippstein, Pozo, dan Zaderenko, 2010).

Universitas Indonesia

Gambaran dari peristiwa LSPR diperlihatkan dalam Gambar 2.2. Ketika sinar mengenai nanopartikel logam, akan terjadi awan elektron pada permukaan logam dan terjadi osilasi. Kemudian, elektron-elektron tersebut mengalami resonansi. Peristiwa tersebut menyebabkan elektron mengalami eksitasi. Penyerapan energi dari sinar yang datang membuat intensitas sinar yang diteruskan menjadi berkurang. Oleh karena itu, serapan yang terdeteksi pada alat spektrofotometer UV-Vis meningkat dan muncul puncak pada spektrum serapan (Merwe, 2012).



[Sumber: Badia, 2007]

Gambar 2.2 Localized Surface Plasmon Resonance (LSPR)

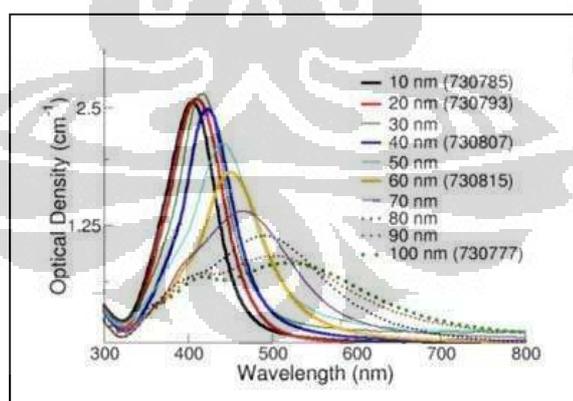
Resonansi plasmon menghasilkan puncak pada spektrum serapan di daerah 400 nm dengan spectral bandwidth (lebar pada setengah tinggi puncak) 50-70 nm. Panjang gelombang maksimum absorpsi plasmon yang diberikan larutan nanopartikel perak dapat digunakan untuk mengindikasikan berapa ukuran partikelnya. Nilai spectral bandwidth menunjukkan nilai dari lebar setengah puncak yang terbentuk. Bersama dengan hasil spektrum panjang gelombang, keduanya dapat menunjukkan kecenderungan distribusi dan ukuran nanopartikel yang dihasilkan. Tabel 2.1 memperlihatkan bahwa nilai spectral bandwidth yang rendah dapat menunjukkan bahwa distribusi dan ukuran nanopartikel yang dihasilkan cenderung seragam (Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007).

Tabel 2.2 Hubungan antara ukuran partikel, λ max, dan spectral bandwidth dari nanopartikel perak

Ukuran Partikel (nm)	λ max (nm)	SBW (nm)
10-14	395-405	50-70
35-60	420	100-110
60-80	438	140-150

[Sumber: Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007]

Hubungan antara spektrum nanopartikel perak dengan diameter partikel secara teoretis diperlihatkan dalam Gambar 2.3. Ketika diameter lebih dari 80 nm, puncak menjadi bergeser ke panjang gelombang yang lebih pendek. Panjang gelombang dan lebar puncak menghasilkan spektrum unik yang menggambarkan ukuran dan bentuk spesifik nanopartikel. Selain itu, spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk memonitor perubahan nanopartikel selama waktu tertentu. Ketika nanopartikel perak mengalami agregasi, partikel-partikel logam akan mengalami coupling secara elektronik sehingga LSPRnya akan berbeda dari partikel individual .



[Sumber: Oldenburg, 2012]

Gambar 2.3 Spektrum serapan dari nanopartikel perak dengan berbagai ukuran diameter partikel.

2.2.2.2 Karakterisasi nanopartikel perak dengan Particle Size Analyzer (PSA)

Untuk mengukur ukuran dan distribusi ukuran nanopartikel perak secara lebih kuantitatif, dilakukan pengukuran menggunakan Particle Size Analyzer (PSA) seri zetasisizer. PSA seri zetasisizer (Malvern) paling banyak digunakan untuk pengukuran ukuran nanopartikel, koloid, dan protein, zeta potensial, dan bobot molekul. Alat ini mampu mengukur ukuran partikel dan molekul yang berada dalam rentang 0,15 nm sampai 10 μm .

Prinsip kerja dari alat ini adalah hamburan cahaya dinamis atau dynamic light scattering (DLS). Dengan teknik DLS ini, PSA dapat diaplikasikan untuk mengukur ukuran dan distribusi ukuran dari partikel dan molekul yang terdispersi atau terlarut di dalam sebuah larutan, contohnya antara lain protein, polimer, misel, karbohidrat, nanopartikel, dispersi koloid, emulsi, dan mikroemulsi (Malvern, 2012).

Partikel, emulsi, dan molekul di dalam suspensi pada dasarnya memiliki gerak Brown, yang diinduksi oleh pengeboman oleh molekul pelarut. Molekul pelarut bergerak karena energi termal. Jika partikel atau molekul tersebut disinari cahaya, intensitas dari cahaya yang dihamburkan oleh partikel akan berfluktuasi dengan kecepatan yang bergantung pada ukuran partikel tersebut. Partikel-partikel yang lebih kecil akan berfluktuasi lebih cepat daripada partikel-partikel besar (Holler, Skoog, dan Crouch, 2007).

2.3 Modifikasi nanopartikel perak

Nanopartikel cenderung tidak stabil karena luas permukaannya yang luas sehingga akan cenderung mengalami agregasi (Tian, Yan, Jing, Zi, 2008). Untuk dapat meningkatkan efektivitas nanopartikel perak sebagai indikator warna untuk mendeteksi logam, diperlukan strategi untuk mengendalikan ukuran dan bentuk nanopartikel yang secara signifikan mempengaruhi sifat optik, fisika, dan kimianya. Beberapa teknik yang dapat digunakan antara lain reduksi kimiawi, kondensasi gas, iradiasi laser, deposisi sonokimia (Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang, 2004). Selain itu, nanopartikel perak dapat dimodifikasi dengan ditambahkan modifikator pada permukaannya untuk meningkatkan stabilitas kompleks dengan logam sehingga diperoleh sensitivitas dan selektivitas pengujian yang lebih baik (Yao, Tian, dan Li, 2010). Penambahan modifikator pada

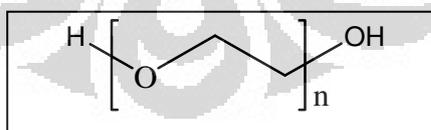
permukaan nanopartikel perak juga bertujuan untuk mencegah terjadinya agregasi interpartikelnya (Caro, Castillo, Klippstein, Pozo, dan Zaderenko, 2010).

Modifikator nanopartikel perak yang digunakan dapat berupa anion (contoh: Cl^- , sitrat³⁻), DNA, enzim, protein, amin, polimer, garam ammonium kuarterner, surfaktan (Li, Yao, Zhan, 2009) atau gugus karboksil (Cui, Han, dan Li, 2011). Beberapa contoh modifikator nanopartikel perak yang berhasil untuk mendeteksi logam ditunjukkan pada tabel 2.3. Secara umum, modifikator atau penstabil nanopartikel yang paling banyak digunakan adalah polimer, contohnya polivinil alkohol (PVA), polivinil pirolidon (PVP), dan polietilen glikol (PEG).

Tabel 2.3 Modifikator nanopartikel perak yang berhasil untuk mendeteksi logam

Modifikator	Logam yang Terdeteksi	Perubahan Warna	Sumber
Glutation	Ni	kuning – merah	(Li, Cui, dan Han, 2009)
Triazol ester	Cd	kuning – ungu	(Li, Yao, Zhan, 2009)
MSO (mercury-specific oligonucleotides)	Hg	kuning – merah	(Wang, Yang, dan Yang, 2010)
Asam galat	Pb	kuning – coklat	(Yoosaf, Ipe, Suresh, dan Thomas, 2007)
4-mercaptobenzoic acid	Cu	kuning – ungu	(Zhou, Zhao, He, Ding, dan Cao, 2011)

2.3.1 Polietilen glikol (PEG) 400



[sumber: Wade, Weller, 1994]

Gambar 2.4 Rumus struktur polietilen glikol (PEG)

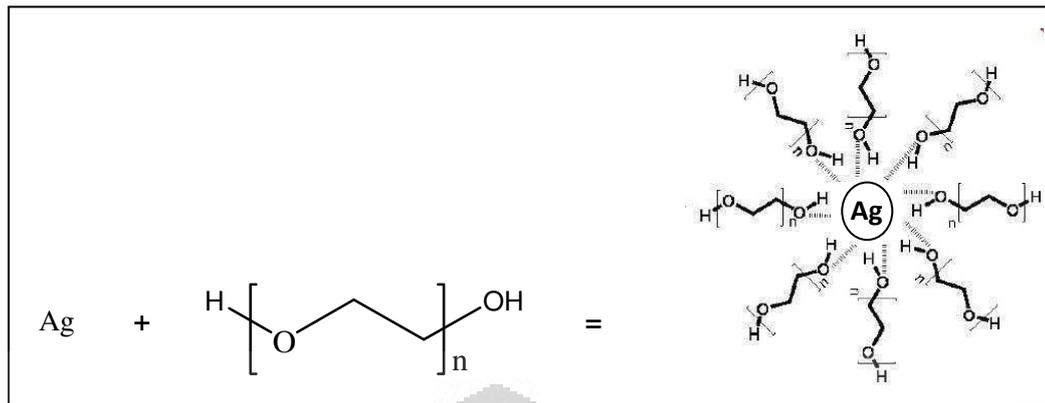
Nama kimia : α -hydro- ω -hydroxy- Poly(oxy-1,2-ethanediyl)
 Nama lain : macrogol 400, macrogolum 400, polioksietilen glikol, carbowax

Rumus empiris	: $H(OCH_2CH_2)_nOH$ dimana n merupakan jumlah rata-rata dari gugus oxietilen. Pada PEG 400, $n= 9,7$
BM rata-rata	: 95,0-105,0 % dari 380-420
Viskositas	: 90,0 mm ² /s (cSt) pada 25° C
Kegunaan	: sebagai lubrikan, plastisizer, surfaktan

Polietilen glikol (PEG) 400 berupa cairan kental, jernih, tidak berwarna (Wade, Weller, 1994). Polietilen glikol (PEG) telah banyak digunakan penstabil nanopartikel. PEG merupakan polimer yang ekonomis dan ramah lingkungan (Tian, Yan, Jing, Zi, 2008).

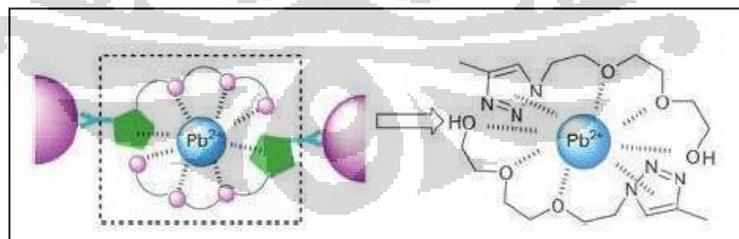
PEG dapat meningkatkan stabilitas nanopartikel perak karena atom-atom oksigen pada gugus hidroksil PEG berikatan dengan permukaan nanopartikel perak (Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang, 2004; Shamel et al., 2012). Ikatan yang terjadi merupakan ikatan koordinasi, dimana oksigen bertindak sebagai donor elektron. Namun, efek donor elektron yang dimiliki oksigen tidak sekuat gugus amina atau tiol (Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang (2004).

Kemungkinan mekanisme reaksi yang mungkin terjadi antara nanopartikel perak (Ag) dengan PEG ditunjukkan pada gambar 2.5. Beberapa atom O dari rantai PEG terikat pada permukaan Ag. Berdasarkan mekanisme pengikatan Ag pada modifikator-modifikator lain, seperti sistein dan triazol ester, modifikator bertindak sebagai donor elektron (Li dan Bian, 2009; Ravindran et al., 2011). Menurut Ravindran et al. (2011), satu nanopartikel Ag terikat pada 4 gugus tiol sistein, sedangkan menurut Li dan Bian (2009), satu nanopartikel Ag terikat pada 6 gugus tiol sistein. Menurut Li, Yao, Han, dan Zhan (2009), satu nanopartikel Ag terikat pada 8 gugus triazol ester. Pada nanopartikel Ag yang disintesis sekaligus dimodifikasi dengan PEG, satu nanopartikel Ag terikat pada 8 atom O (Shamel et al., 2012).



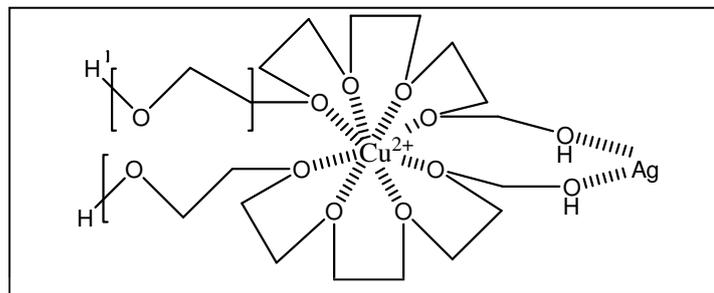
Gambar 2.5 Kemungkinan reaksi yang terjadi antara nanopartikel perak (Ag) dengan PEG

Berdasarkan penelitian oleh Li, Zheng, dan Han (2010), nanopartikel emas yang dimodifikasi dengan oligoetilen glikol dapat mendeteksi ion Pb^{2+} dengan berikatan dengan ion tersebut pada atom O dan N yang memiliki elektron bebas (Gambar 2.6). Satu ion Pb^{2+} dapat terikat pada lebih dari satu modifikator nanopartikel. Kemungkinan reaksi yang terjadi antara nanopartikel perak termodifikasi PEG dengan ion logam Cu^{2+} diasumsikan seperti pada Gambar 2.7. Ion Cu^{2+} terikat dengan atom O pada PEG. Namun, jumlah rantai PEG yang berikatan dengan setiap ion Cu^{2+} belum diketahui secara pasti. Pada Gambar 2.7, satu ion Cu^{2+} berikatan dengan dua rantai PEG.



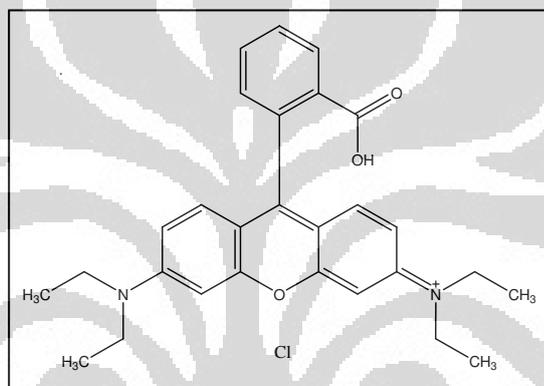
[Sumber: Li, Zheng, dan Han, 2010]

Gambar 2.6 Reaksi antara nanopartikel emas (Au) termodifikasi oligoetilen glikol dengan Pb^{2+}



Gambar 2.7 Reaksi yang mungkin terjadi antara nanopartikel perak (Ag) termodifikasi polietilen glikol dengan Cu^{2+}

2.3.2 Rhodamin B



[sumber: The Merck Index, 2001]

Gambar 2.8 Rumus struktur rhodamin B

Nama kimia : [9-(2-carboxyphenyl)-6-diethylamino-3-xanthenylidene]-diethylammonium chloride

Sinonim : Tetraethylrhodamine, Brilliant pink B

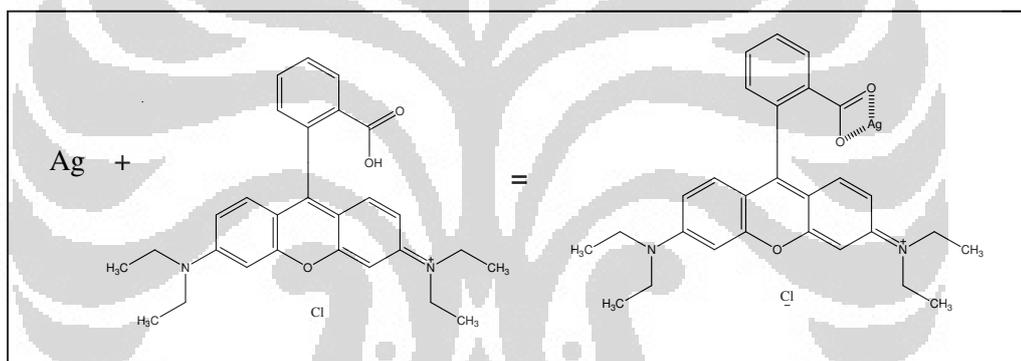
Rumus kimia : $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{ClN}_2\text{O}_3$

Massa molar : 479.02 g/mol

Massa jenis : 250 kg/m^3

Rhodamin B digunakan secara umum sebagai pewarna (magenta-merah pekat) terutama untuk kertas; biomarker; serta merupakan suatu reagen untuk antimon, bismuth, kobalt, niobium, emas, mangan, merkuri, molibdenum, tantalum, thallium, tungsten. Rhodamin B diklasifikasikan ke dalam grup 3 karena terbukti karsinogen pada tikus (IARC, 1998).

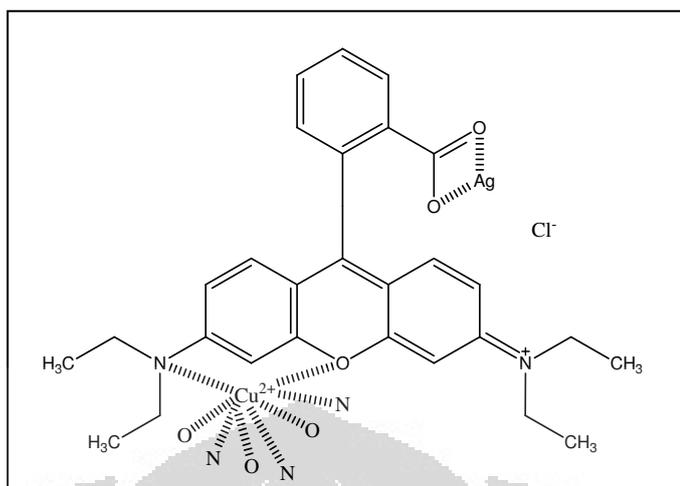
Rhodamin B dapat digunakan sebagai modifikator nanopartikel karena fungsinya sebagai pewarna dan kemampuannya berfluoresensi. Berdasarkan penelitian oleh Zhang, Wang, dan Jiang (2011), nanopartikel emas yang dimodifikasi dengan rhodamin B memiliki kemampuan untuk mendeteksi DNA. Selain itu, nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B mampu mendeteksi pestisida fenamithion dalam sampel air dan sayuran (Cui, Han, dan Li, 2011). Berdasarkan penelitian oleh Cui, Han, dan Li, (2011), rhodamin B berikatan dengan permukaan nanopartikel melalui gugus karboksilnya. Ikatan yang terjadi bukanlah merupakan ikatan kovalen sehingga ikatannya relatif lemah. Demikian halnya dengan atom O pada PEG, gugus karboksil pada rhodamin B bertindak sebagai donor elektron pada ikatan dengan permukaan nanopartikel perak (Cui, Han, dan Li, 2011).



[sumber: Cui, Han, Li, 2011, telah diolah kembali]

Gambar 2.9 Reaksi antara nanopartikel perak (Ag) dengan rhodamin B

Berdasarkan penelitian oleh Li, Zheng, dan Han (2010), nanopartikel emas yang dimodifikasi dengan oligoetilen glikol dapat mendeteksi ion Pb^{2+} dengan berikatan melalui atom O dan N yang memiliki elektron bebas (Gambar 2.6). Kemungkinan reaksi yang terjadi antara nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B dengan ion logam Cu^{2+} diasumsikan seperti pada Gambar 2.10. Ion Cu^{2+} kemungkinan terikat dengan atom O dan N pada rhodamin B.



Keterangan: ion Cu^{2+} terikat dengan rhodamin B pada atom O dan N

Gambar 2.10 Reaksi yang mungkin terjadi antara nanopartikel perak (Ag) termodifikasi rhodamin B dengan Cu^{2+}

Selain polimer, dapat juga digunakan senyawa garam anorganik, misalnya NaCl, untuk memodifikasi nanopartikel perak. NaCl dapat digunakan untuk memodifikasi nanopartikel perak karena ion Cl^- dapat berfungsi untuk mengubah sifat kimia dari permukaan nanopartikel perak. Afinitas ion Cl^- pada permukaan perak lebih kuat dibandingkan anion lain, seperti SO_4^{2-} dan NO_3^{2-} . Penambahan NaCl tidak mengubah spektrum serapan secara drastis, tetapi hanya menyebabkan penurunan serapan pada daerah resonansi plasmonnya. Tidak nampaknya pita serapan baru pada daerah panjang gelombang yang lebih besar menunjukkan bahwa tidak terjadi agregasi nanopartikel perak (Dong, Gu, Kang, Yuan, dan Wu, 2010).

NaCl dapat mengecilkan ukuran partikel dari nanopartikel. Konsentrasi yang umumnya digunakan untuk nanopartikel dalam rentang 0,01-3,0 M. Berdasarkan penelitian oleh Park et al. (2010), makin tinggi konsentrasi yang digunakan, ukuran partikelnya akan semakin kecil. Namun, penambahan konsentrasi ion garam (NaCl) dapat menurunkan stabilitas koloid. Makin tinggi konsentrasi NaCl, maka makin rendah zeta potensialnya. Zeta potensial mengindikasikan besarnya muatan permukaan partikel.

Ketidakstabilan nanopartikel ditunjukkan dengan adanya sedimentasi pada larutan nanopartikel. Terjadinya sedimentasi akan semakin cepat dengan peningkatan konsentrasi garam (NaCl). Berdasarkan penelitian Park et al. (2010),

Universitas Indonesia

ion Cl^- akan teradsorpsi ke nanopartikel, yang mengakibatkan penurunan muatan permukaan dan stabilitas dari nanopartikel.

Penurunan stabilitas koloid semacam ini juga dapat diamati dalam beberapa sistem nanokoloid. Dalam sistem ini, zeta potensial akan menurun seiring dengan meningkatnya kekuatan ionik. Hal ini digunakan dalam memperkirakan energi repulsi antara nanokoloid dengan menggunakan teori DLVO. Berdasarkan teori tersebut, ketebalan dari lapisan ganda difusi dan energi repulsi antara nanokoloid akan menurun dengan meningkatnya kekuatan ion, sehingga menghasilkan penurunan stabilitas koloid (contohnya agregasi partikel) (Park et al., 2010; Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007).

2.4 Logam berat

Logam berat adalah komponen alami dari lapisan kulit bumi yang dapat masuk ke air dan rantai makanan melalui berbagai proses kimia dan geokimia (Gbaruko dan Friday, 2006). Istilah logam berat mengacu pada beberapa unsur logam yang memiliki densitas relatif tinggi dan bersifat toksik atau racun meskipun dalam konsentrasi rendah. Beberapa contoh unsur logam berat antara lain timbal (Pb), kadmium (Cd), zink (Zn), merkuri (Hg), arsen (As), perak (Ag), kromium (Cr), tembaga (Cu), dan besi (Fe). Beberapa logam berat, seperti Fe, Zn, Ca, dan Mg penting dalam sistem biologi makhluk hidup. Namun, kadarnya dalam tubuh harus tetap dikontrol supaya tidak toksik. Beberapa logam berat lainnya seperti As, Cd, Pb, dan Hg telah dilaporkan tidak memiliki manfaat dalam biokimia dan fisiologi manusia dan bahkan konsumsi pada kadar sangat rendah pun dapat menimbulkan efek toksik (Duruibe, Ogwuegbu, dan Egwurugwu, 2007).

Manajemen limbah yang kurang baik oleh negara-negara industri mengakibatkan bahan-bahan kimia beracun termasuk logam berat akhirnya memasuki ekosistem laut. Logam berat tersebut sering kali memasuki rantai makanan di laut dan berpengaruh pada hewan-hewan yang hidup di laut. Beberapa biota laut juga diketahui dapat mempertinggi pengaruh racun tersebut karena memiliki kemampuan untuk mengakumulasi logam berat di tubuhnya jauh di atas

kandungan di perairan sekitarnya. Faktor-faktor lainnya yang cenderung membantu meningkatkan pengaruh unsur kimia terhadap sistem kehidupan yaitu magnifikasi biologis (biological magnification). Pada situasi ini, konsentrasi bahan kimia di tubuh jasad hidup meningkat dengan adanya perubahan tingkat trofik. Logam berat tidak mengalami metabolisme di dalam tubuh. Oleh karena itu, jumlah logam berat yang terakumulasi pada jaringan-jaringan tubuh akan semakin bertambah. Apabila beberapa biota laut dimangsa oleh karnivora dari tingkat trofik di atasnya atau oleh manusia, maka karnivora atau manusia tersebut akan mengandung logam berat yang berasal dari hewan yang dimakan (Nybakken, 1992).

2.4.1. Tembaga (Cu)

Tembaga yang digunakan di pabrik biasanya berbentuk organik dan anorganik. Logam ini banyak digunakan pada pabrik yang memproduksi alat-alat listrik, gelas, dan zat warna yang biasanya bercampur dengan logam lain sebagai aloi dengan perak (Ag), kadmium (Cd), timah putih (Sn), dan seng (Zn). Sedangkan garam tembaga banyak digunakan dalam bidang pertanian, misalnya larutan "Bordeaux" yang mengandung 1-3% tembaga sulfat (CuSO_4) digunakan untuk membasmi jamur pada buah-buahan. Tembaga sulfat ini juga sering digunakan sebagai moluskisida yakni untuk membasmi siput sebagai inang dari parasit cacing, serta untuk mengobati penyakit kuku (Foot rote) pada domba.

Tembaga (Cu) merupakan logam esensial yang dibutuhkan oleh makhluk hidup termasuk manusia dalam proses biokimiawi dalam membantu proses fisiologis. Cu termasuk mikroelemen yaitu ditemukan dalam tubuh dalam jumlah relatif kecil ($< 0,005\%$ dari berat badan). Jika tubuh kekurangan Cu, maka akan terjadi malnutrisi, anemia, neutropenia, serta gangguan otot dan saraf. Namun, kelebihan Cu juga dapat menimbulkan *Wilson's disease*, bahkan dapat terjadi toksisitas Cu akut (Darmono, 1995).

2.4.2. Kadmium (Cd)

Kadmium merupakan logam berwarna putih keperakan menyerupai aluminium. Logam ini digunakan untuk melapisi logam lain seperti seng.

Kadmium juga banyak digunakan sebagai bahan pigmen untuk industri cat, enamel, dan plastik, biasanya dalam bentuk sulfida yang dapat memberi warna kuning sampai coklat sawo matang. Bentuk garam kadmium dari asam lemah sangat bagus untuk stabilisator pada pembuatan PVC atau plastik untuk mencegah radiasi dan oksidasi. Kadmium dan nikel juga dapat digunakan untuk pembuatan aki (baterai) Cd-Ni.

Logam kadmium biasanya selalu terdapat dalam campuran dengan logam lain, terutama dalam pertambangan seng (Zn) dan timah hitam yang selalu ditemukan kadmium dengan kadar 0,2-0,4%. Sifat dan kegunaan logam ini antara lain:

- Mempunyai sifat tahan panas sehingga sangat bagus untuk campuran pembuatan bahan-bahan keramik, enamel, dan plastik
- Sangat tahan terhadap korosi sehingga bagus untuk melapisi pelat besi dan baja.

Kadmium merupakan logam penyebab toksisitas kronis. Logam ini mungkin tidak menunjukkan gejala pada penderita selama bertahun-tahun. Keracunan Cd dalam jangka waktu lama ini bersifat toksik terhadap beberapa organ, yaitu paru-paru, tulang, hati, dan ginjal.

Penelitian lainnya pada manusia dan hewan percobaan menunjukkan bahwa logam ini bersifat neurotoksik. Pada hewan percobaan, kadmium menyebabkan gangguan saraf pusat dan saraf perifer. Tikus yang diberi kadmium klorida pada air minumnya dalam dosis tertentu dan dalam waktu beberapa lama menyebabkan gejala neuropati termasuk kelemahan kaki belakang otot, atropi, dan degenerasi myelin. Pada pemberian dosis akut menyebabkan timbulnya lesi hemorhagik dalam ganglion indikatoris. Hal ini disebabkan oleh rusaknya sel-sel saraf yang diakibatkan kerusakan vaskuler. Kadmium juga dapat menghambat transmisi kimia dari persambungan neuromuskuler. Pengaruh ini mengakibatkan penghambatan fungsi dari kalsium (Ca) pada terminal saraf presinaptik dan menyebabkan berkurangnya pembebasan asetil kolin sebagai neurotransmitter dari ujung saraf.

Kadmium kemungkinan bersifat teratogenik. Kesalahan bentuk tubuh/organ pada janin terjadi jika Cd diberikan pada individu yang sedang hamil

yaitu kesalahan bentuk rahang atas dan muka, rusuk dan kaki. Kadmium juga berpengaruh terhadap perkembangan sistem saraf dan mengakibatkan gangguan pada otak seperti hidrocefalus dan eksocefalus. Toksisitas Cd setelah kelahiran juga menyebabkan gangguan seperti kurang refleks terhadap respons, hipoaktivitas, gangguan koordinasi tubuh dan penurunan dalam aktivitas belajar (Darmono, 1995).

2.4.3. Timbal (Pb)

Timbal atau timah hitam adalah sejenis logam yang lunak dan berwarna coklat kehitaman, serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Dalam pertambangan, logam ini berbentuk sulfida logam (PbS), yang sering disebut galena. Senyawa ini banyak ditemukan dalam pertambangan-pertambangan di seluruh dunia. Sifat-sifat dan kegunaan logam timbal antara lain:

- Mempunyai titik lebur yang rendah sehingga mudah digunakan dan murah biaya operasinya
- Mudah dibentuk karena logam ini lunak
- Memiliki sifat kimia yang aktif sehingga dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan
- Jika dicampur logam lain, maka akan membentuk logam campuran yang lebih bagus daripada logam murninya
- Kepadatannya tinggi jika dibandingkan logam lain

Timbal mungkin berpengaruh negatif pada semua organ yaitu dengan mengganggu enzim oksidase. Dengan demikian, ia menghambat sistem metabolisme sel, salah satu diantaranya adalah menghambat sintesis Hb dalam sumsum tulang. Timbal menghambat enzim sulfhidril untuk mengikat delta-aminolevulinic acid (ALA) menjadi porporpobilinogen, serta protoforfirin-9 menjadi Hb. Hal ini menyebabkan anemia dan adanya basofilik stipling dari eritrosit yang merupakan ciri khas keracunan Pb. Basofilik stipling terjadi karena retensi dari DNA ribosom dalam sitoplasma eritrosit sehingga mengganggu sintesis protein.

Keracunan Pb atau disebut dengan plumbism dapat menimbulkan suatu gejala keracunan pada setiap orang, baik pada anak-anak maupun orang dewasa.

Gejala keracunan biasanya berbeda antara anak dan orang dewasa. Asal dan jenis kontaminasi Pb tersebut juga berpengaruh terhadap gejalanya. Gejala khas dari keracunan Pb pada orang dewasa ialah pucat, sakit perut, konstipasi, muntah, anemia, sakit kepala, lemah dan lesu, neuropati saraf perifer dan yang paling sering adalah terlihat warna atau garis biru pada gusi. Gejala yang terlihat pada anak-anak antara lain:

- ✓ Nafsu makan berkurang
- ✓ Sakit perut dan muntah
- ✓ Kaku saat bergerak
- ✓ Sempoyongan bila bergerak
- ✓ Lemah
- ✓ Peka terhadap rangsangan
- ✓ Sulit berbicara
- ✓ Hasil tes psikologik sangat rendah
- ✓ Gangguan pertumbuhan otak (enselofati)
- ✓ Koma

2.4.4. Merkuri (Hg)

Merkuri merupakan sebuah unsur logam yang sangat penting dan telah digunakan sejak zaman dahulu. Bentuk fisik dan kimianya sangat menguntungkan untuk digunakan dalam industri dan penelitian. Bentuk-bentuk yang menguntungkan itu antara lain:

- Satu-satunya logam yang berbentuk cair dalam suhu kamar (25 °C), titik bekunya paling rendah (-39 °C)
- Memiliki kecenderungan menguap lebih besar
- Mudah dicampur dengan logam lain menjadi logam campuran (amalgam/alloy)
- Mudah mengalirkan arus listrik sehingga baik digunakan sebagai konduktor.

Logam merkuri paling banyak digunakan oleh pabrik-pabrik alat listrik. Selain itu lampu-lampu merkuri digunakan untuk penerangan jalan raya. Mungkin hal ini disebabkan biaya pemasangan dan operasi yang murah dan arus listriknya dapat dialiri dengan voltase yang tinggi. Merkuri juga digunakan pada pembuatan

baterai karena baterai dengan bahan merkuri dapat tahan lama dan tahan terhadap kelembapan yang tinggi.

Keracunan merkuri pada manusia merupakan keracunan logam pertama yang pernah dilaporkan dan merupakan kasus pertama penyakit keracunan yang masuk dalam daftar undang-undang kesehatan industri. Dalam perkembangan teknologi industri sejak ratusan tahun yang lalu, logam ini telah ditemukan terkandung dalam limbah dan mengakibatkan pencemaran sungai, danau, dan lautan.

Toksisitas merkuri dibedakan menjadi dua bagian yaitu toksisitas anorganik dan organik. Bentuk anorganik ini dibedakan menurut bentuk elemen, merkuro, dan merkuri. Pada bentuk anorganik tersebut, merkuri berikatan dengan satu atom karbon atau lebih. Sedangkan pada bentuk organik, merkuri berikatan dengan rantai alkil yang pendek. Senyawa tersebut sangat stabil dalam proses metabolisme dan mudah menginfiltrasi jaringan yang sulit ditembus, misalnya otak dan plasenta. Senyawa tersebut mengakibatkan kerusakan jaringan yang ireversibel baik pada orang dewasa maupun anak-anak (Darmono,1995).

2.5 Udang dan hubungannya dengan logam

Udang merupakan hewan air yang diklasifikasikan ke dalam filum arthropoda, kelas crustacea, subkelas malacostraca, ordo dekapoda (Sumich, 1992). Bentuk tubuhnya cenderung silinder dengan perut yang berkembang baik dan cephalothorax yang bentuknya terbalik. Walaupun udang dapat hidup di laut dengan berbagai kedalaman (pelagik), sebagian besar udang ditemukan pada zona epipelagik dan mesopelagik (di atas 1000 m) dan dapat berpindah ke 100 sampai lebih dari 800 m ke atas pada malam hari (Ruppert & Bornes, 1994).

Ciri-ciri morfologis udang menurut Fast & Lester (1992), udang mempunyai tubuh bilateral simetris yang terdiri atas sejumlah ruas yang dibungkus oleh kitin sebagai eksoskeleton. Tiga pasang maksilliped yang terdapat di bagian dada digunakan untuk makan. Udang memiliki lima pasang kaki jalan sehingga disebut hewan berkaki sepuluh (decapoda). Tubuh biasanya beruas dan sistem sarafnya berupa tangga tali. Dilihat dari luar, tubuh udang terdiri dari dua bagian, yaitu bagian depan dan bagian belakang. Bagian depan disebut bagian

kepala, yang sebenarnya terdiri dari bagian kepala dan dada yang menyatu. Bagian kepala tertutup kerapak, bagian perut terdiri dari lima ruas yang masing-masing ruas mempunyai sepasang pleopod dan ruas terakhir terdiri dari bagian ruas perut, dan ruas telson serta uropod (ekor kipas). Tubuh udang memiliki rostrum, sepasang mata, sepasang antena, sepasang antenula bagian dalam dan luar, tiga buah maksiliped, lima pasang chelae (periopod), lima pasang pleopod, sepasang telson dan uropod (Sembiring, 2008).

Menurut Fast & Lester (1992), daur hidup udang terdiri atas beberapa tahapan yang membutuhkan habitat yang berbeda pada setiap tahapan. Udang melakukan perbenihan di perairan yang relatif dalam. Setelah menetas, larvanya yang bersifat planktonis terapung-apung dibawa arus, kemudian berenang mencari air dengan salinitas rendah di sekitar pantai atau muara sungai. Di kawasan pantai, larva udang tersebut berkembang. Menjelang dewasa, udang tersebut berupaya kembali ke perairan yang lebih dalam dan memiliki tingkat salinitas yang lebih tinggi, untuk kemudian melakukan perbenihan. Tahapan-tahapan tersebut berulang untuk membentuk siklus hidup. Udang Penaeid dalam pertumbuhan dan perkembangannya mengalami beberapa fase, yaitu: nauplius, zoea, mysis, post larva, juvenile (udang muda) dan udang dewasa (Sembiring, 2008).

Udang hidup di semua jenis habitat perairan dengan 89% di antaranya hidup di perairan laut, 10% di perairan air tawar dan 1% di perairan terestrial. Udang laut merupakan tipe yang tidak mampu atau mempunyai kemampuan terbatas dalam mentolerir perubahan salinitas. Kelompok ini biasanya hidup terbatas pada daerah terjauh dari estuaria yang umumnya mempunyai salinitas 30‰ atau lebih. Kelompok yang mempunyai kemampuan untuk mentoleransi variasi penurunan salinitas sampai di bawah 30‰ hidup di daerah terestrial dan menembus hulu estuaria dengan tingkat kejauhan bervariasi sesuai dengan kemampuan spesies untuk mentoleransi penurunan tingkat salinitas. Kelompok terakhir adalah udang air tawar. Udang dari kelompok ini biasanya tidak dapat mentoleransi salinitas di atas 5‰. Udang menempati perairan dengan berbagai tipe pantai seperti: pantai berpasir, berbatu ataupun berlumpur. Spesies yang dijumpai pada ketiga tipe pantai ini berbeda-beda sesuai dengan kemampuan masing-masing spesies menyesuaikan diri dengan kondisi fisik-kimia perairan (Nybakken, 1992).

Dari sekian banyak jenis udang yang terdapat di perairan Indonesia, *Penaeus monodon* (udang windu) termasuk jenis udang laut yang dikategorikan memiliki nilai ekonomis penting, selain *Penaeus merguensis* (udang putih) dan *Metapenaeus monoceros* (udang dogol) (Sembiring, 2008).

Klasifikasi Udang windu	
Kingdom	: Protista
Filum	: Arthropoda
Kelas	: Crustacea
Subkelas	: Malacostraca
Ordo	: Decapoda
Family	: Penaidae
Genus	: <i>Penaeus</i>
Spesies	: <i>Penaeus monodon</i>
(Sumich, 1992)	

Dari hasil identifikasi dengan buku acuan Fast & Lester (1992), ciri-ciri udang *Penaeus monodon* adalah sebagai berikut: tubuh memanjang berkisar 4-17 cm, berwarna hijau dengan garis tebal berwarna hitam dan kuning melintang di sepanjang tubuh hingga ke ujung ekor. Kepala dengan restrum yang pendek melengkung ke atas. Kaki renang berwarna merah dan kuning secara bergantian, sedangkan pada kaki jalan berwarna hitam dengan pangkal dan ujung berwarna kuning. Ujung ekor kipas berwarna hitam. Kulit agak keras tapi tidak kaku.

Udang ini biasanya hidup di daerah pantai muara sungai atau di teluk-teluk dengan dasar pasir atau lumpur. Juvenilnya hidup di perairan estuaria yang dangkal, setelah dewasa berpindah ke perairan yang lebih dalam (Sembiring, 2008).

Udang termasuk jenis krustasea dimana pergerakannya relatif tidak secepat jenis ikan untuk dapat menghindar dari pengaruh polusi logam dalam air. Karena bergerak dan mencari makan di dasar air, sedangkan lokasi tersebut merupakan tempat endapan dari berbagai jenis limbah, maka jenis krustasea ini merupakan indikator yang baik untuk mengetahui terjadinya polusi lingkungan.

Logam berat masuk ke tubuh udang melalui penyerapan pada permukaan tubuh secara difusi dari lingkungan perairan. Hal ini dimungkinkan karena permukaan tubuh udang mengandung senyawa kitin dan kitosan yang dapat berfungsi sebagai absorben terhadap logam berat dalam air laut. Selain itu, makanan udang yang berupa organisme detritus dimungkinkan telah mengabsorpsi logam berat dari sedimen di dasar laut yang merupakan habitatnya (Ahmad, 2009).

Beberapa penelitian melaporkan bahwa logam berat dapat terakumulasi dalam jaringan setelah diabsorpsi, baik melalui air maupun melalui makanan. Derajat akumulasi logam ke dalam jaringan udang bergantung pada konsentrasi logam dalam air dan kondisi air lingkungannya, yaitu sifat fisik dan kimia air, misalnya kadar garam, pH, dan suhu (Darmono, 2001).

Berdasarkan SK Dirjen POM No. 0375/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan, batas maksimum kadar logam berat Cu yang diperbolehkan, yaitu 20 mg/kg. Berdasarkan SNI 7387:2009 tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan, batas maksimum cemaran logam berat Cd, Pb, dan Hg yang diperbolehkan terkandung di dalam udang, yaitu untuk Cd 1,0 mg/kg, Pb 0,5 mg/kg, dan Hg 1,0 mg/kg.

Tabel 2.4 Batas maksimum cemaran logam pada udang

Logam	Batas maksimum (mg/kg)
Arsen (As)	1,0
Kadmium (Cd)	1,0
Merkuri (Hg)	1,0
Timbal (Pb)	0,5

[sumber: Badan Standardisasi Nasional, 2009]

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium penelitian Fisiologi Tumbuhan Departemen Biologi dan laboratorium Kimia Farmasi Analisis Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia (FMIPA UI) Depok, dari bulan Februari sampai dengan bulan Juni 2012.

3.2 Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian meliputi Oven (LAB LINE), timbangan analitik (Shimadzu LIBROR AEL-200), Spektrofotometer UV-Vis (Thermo UV-Vis 10S Genesys), Particle Size Analyzer (Malvern), mikropipet 0,5-5 mL (BOECO), hot plate dan magnetic stirrer (IKAMAG RCT). Alat-alat gelas yang digunakan antara lain Erlenmeyer, beaker glass, labu ukur, gelas ukur, corong, batang pengaduk, vial 30 mL, vial 5 mL, dan pipet tetes. Selain itu, digunakan kamera digital (Olympus), indikator pH universal (Merck), kuvet disposable 280-700 nm (Kartel), plat tetes, corong, blender, kertas saring Whatman no. 1, dan botol semprot.

3.3 Bahan

Bahan yang digunakan adalah udang windu (*Penaeus monodon*), yang diperoleh dari Pasar Pelelangan Ikan (PPI) Muara Angke di Jakarta Utara, serta daun Bisbul (*Diospyros discolor* Willd.) yang diperoleh di lingkungan FMIPA UI. Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain AgNO_3 (Dhucefa Biochemistries), polietilen glikol 400, Rhodamin B, HNO_3 65 % (Merck), NaCl (Merck), Na_2SO_4 , Na_2EDTA , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm (Merck), $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck), $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Merck), HgCl_2 (Merck), $\text{ZnCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Merck), dan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (Merck). Selain itu, digunakan aquabidest (Ikapharmindo Putramas) dan aquadest (Brataco).

3.3.1 Larutan stok AgNO_3

Larutan stok AgNO_3 dengan konsentrasi 1 mM dibuat dengan menimbang 0,017 gram serbuk AgNO_3 . Serbuk tersebut dilarutkan dengan aquabidest hingga 100 mL.

3.3.2 Larutan PEG 400

Larutan PEG 400 1 % dibuat dengan cara PEG 400 dipipet sebanyak 1,0 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, dan ditambahkan aquabidest hingga garis batas. Larutan PEG 400 2 % dibuat dengan cara PEG 400 dipipet sebanyak 1,0 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL, dan ditambahkan aquabidest hingga garis batas. Larutan PEG 400 5 % dibuat dengan cara PEG 400 dipipet sebanyak 5,0 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, dan ditambahkan aquabidest hingga garis batas.

3.3.3 Larutan rhodamin B

Larutan rhodamin B 0,01 mM; 0,05 mM; dan 0,1 mM dibuat dari larutan rhodamin B 1 mM. Larutan rhodamin B 1 mM dibuat dengan cara menimbang dengan seksama rhodamin B sebanyak 47,9 mg. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan rhodamin B dengan konsentrasi 1 mM. Larutan rhodamin B 1 mM dipipet 1,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,01 mM. Larutan rhodamin B 1 mM dipipet 5,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,05 mM. Larutan rhodamin B 0,1 mM dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,1 mM.

3.3.4 Larutan analit Cu^{2+}

Larutan induk Cu^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,2705 gram. Kemudian dimasukkan

dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1008,3 ppm.

Larutan induk Cu^{2+} dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,1354 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 504,7 ppm.

Larutan induk 1008,3 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 100,83 ppm. Larutan 100,83 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,083 ppm. Larutan 10,083 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 1,0083 ppm. Larutan 1,0083 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,10083 ppm.

3.3.5 Larutan analit Cd^{2+}

Larutan induk Cd^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,2296 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1005,9 ppm.

Larutan induk Cd^{2+} dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,1148 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 502,9 ppm.

Larutan induk 1005,9 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 100,59 ppm. Larutan 100,59 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,059 ppm. Larutan 10,059 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu

ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 1,0059 ppm. Larutan 1,0059 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,10059 ppm.

3.3.6 Larutan analit Pb^{2+}

Larutan induk Pb^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $Pb(NO_3)_2$ sebanyak 0,1603 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 999,8 ppm.

Larutan induk Pb^{2+} dengan konsentrasi 502,7 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $Pb(NO_3)_2$ sebanyak 0,0806 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 502,9 ppm.

Larutan induk 999,8 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 99,98 ppm. Larutan 99,98 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 9,998 ppm. Larutan 9,998 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,9998 ppm. Larutan 0,9998 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,09998 ppm.

3.3.7 Larutan analit Hg^{2+}

Larutan induk Hg^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $HgCl_2$ sebanyak 0,1359 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1004,2 ppm.

Larutan induk Hg^{2+} dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $HgCl_2$ sebanyak 0,0681 gram. Kemudian dimasukkan dalam

labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 503,2 ppm.

Larutan induk 1004,2 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 100,42 ppm. Larutan 100,42 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,042 ppm. Larutan 10,042 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 1,0042 ppm. Larutan 1,0042 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,10042 ppm.

3.3.8 Larutan analit Zn^{2+}

Larutan induk Zn^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $ZnCl_2$ sebanyak 0,2105 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1007,5 ppm.

Larutan induk Zn^{2+} dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $ZnCl_2$ sebanyak 0,1056 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 506,6 ppm.

Larutan induk 1007,5 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 100,75 ppm. Larutan 100,75 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,075 ppm. Larutan 10,075 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 1,0075 ppm. Larutan 1,0075 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,10075 ppm.

3.3.9 Larutan analit Mn^{2+}

Larutan induk Mn^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $MnSO_4 \cdot H_2O$ sebanyak 0,3107 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1009,9 ppm.

Larutan induk Mn^{2+} dengan konsentrasi 500 ppm dibuat dengan menimbang serbuk $MnSO_4 \cdot H_2O$ sebanyak 0,1553 gram. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest sampai batas labu ukur sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 504,8 ppm.

Larutan induk 1009,9 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 100,99 ppm. Larutan 100,99 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,099 ppm. Larutan 10,099 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 1,0099 ppm. Larutan 1,0099 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan aquabidest hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 0,10099 ppm.

3.4 Cara kerja

3.4.1 Sintesis nanopartikel perak

Nanopartikel perak diperoleh melalui proses sintesis dengan cara mencampurkan $AgNO_3$ dengan air rebusan daun *Diospyros discolor* Willd. (Bisbul). Daun dipetik dari pohon Bisbul yang tumbuh di lingkungan kampus FMIPA UI. Waktu pengambilan daun dilakukan pada bulan Februari 2012. Daun yang telah dipetik dicuci hingga bersih dengan aquadest. Kemudian daun tersebut dikeringanginkan hingga air cucian tiris. Selanjutnya, daun dikeringkan di dalam oven suhu 40 °C. Daun yang telah kering diblender hingga halus, lalu diayak sehingga diperoleh serbuk. Serbuk sebanyak 2 gram dicampur dengan 100 mL aquabidest dalam Erlenmeyer 100 mL, ditutup, lalu dipanaskan di atas hot plate

selama 5 menit terhitung mulai suhu mencapai 100 °C. Kemudian cairan air rebusan diangkat dari hot plate. Setelah mencapai suhu ruang, air rebusan dituang dan disaring dengan menggunakan kertas Whatman no.1, lalu disimpan dalam botol tertutup kedap.

Sintesis nanopartikel perak dilakukan dengan cara mencampurkan AgNO_3 1 mM dan air rebusan dengan rasio volume larutan (10:1) 80:8 mL (v:v). Campuran AgNO_3 1 mM dan air rebusan tersebut diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Kemudian, larutan indikator ini dapat digunakan untuk pengujian logam setelah 24 jam (Handayani, 2011).

3.4.2 Modifikasi nanopartikel perak

Modifikasi nanopartikel perak menjadi larutan indikator logam dilakukan melalui beberapa tahap, antara lain percampuran larutan nanopartikel perak dan modifikator; pengadukan larutan tersebut selama 2 jam; kemudian digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam (Handayani, 2011). Parameter yang diubah-ubah dalam memodifikasi larutan indikator ini diantaranya jenis modifikator dan konsentrasi modifikator. Modifikator yang ditambahkan adalah PEG 400 dan Rhodamin B.

Cara memodifikasi nanopartikel perak secara skematis diperlihatkan pada Gambar 3.1 dan dapat dijelaskan sebagai berikut:

Indikator 1: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan PEG 400 1% dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 2: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan PEG 400 2% dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 3: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan PEG 400 5% dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

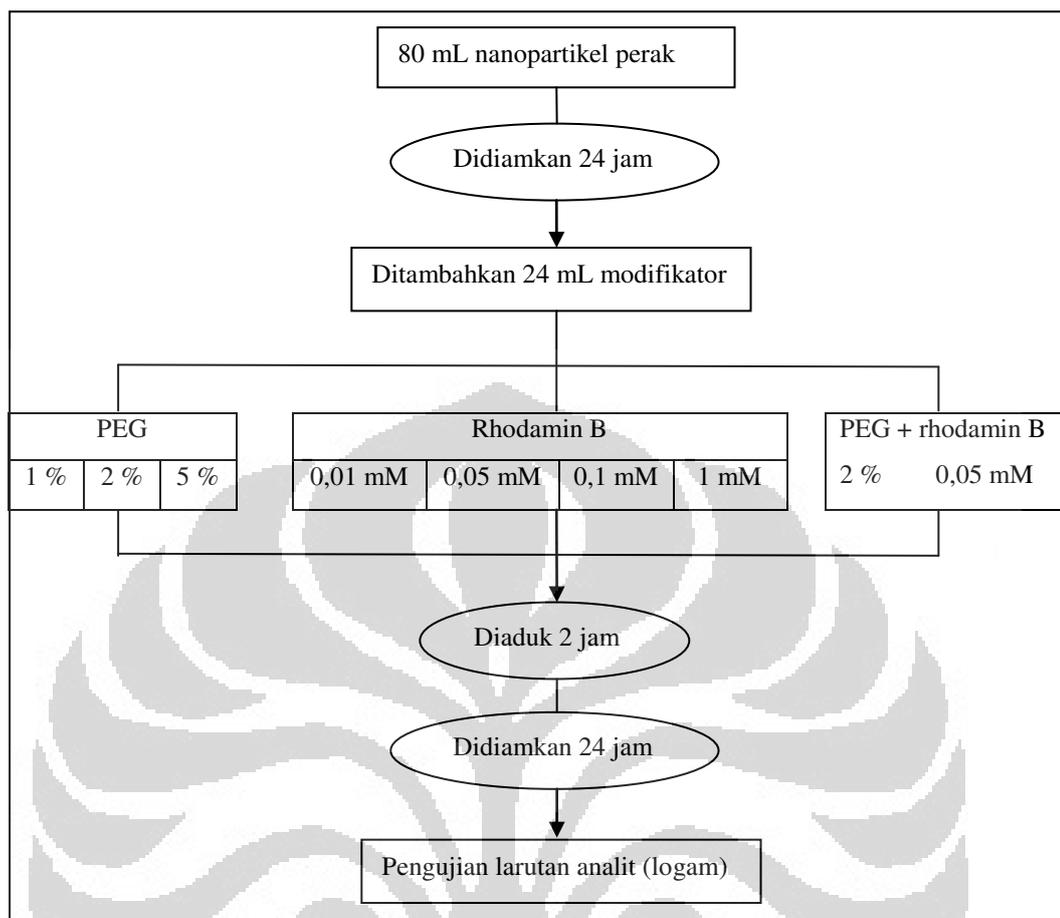
Indikator 4: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan rhodamin B 0,01 mM dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 5: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan rhodamin B 0,05 mM dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 6: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan rhodamin B 0,1 mM dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 7: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan rhodamin B 1 mM dengan rasio (10:3) 80:24 mL (v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.

Indikator 8: Larutan nanopartikel perak yang telah berumur 24 jam ditambahkan dengan PEG 400 2% dan rhodamin B 0,05 mM dengan rasio (10:3:3) 80:24:24 mL (v:v:v). Setelah penambahan ligan, larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Larutan digunakan untuk deteksi analit (logam) setelah 24 jam.



Gambar 3.1 Skema modifikasi nanopartikel dengan modifikator polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B

3.4.3 Karakterisasi larutan nanopartikel perak

Larutan nanopartikel perak (indikator warna) diamati mulai dari proses sintesis hingga sesaat sebelum dan setelah penambahan modifikator. Setelah penambahan modifikator, indikator dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis (Thermo UV-Vis 10S Genesys) pada resolusi 1 nm dengan rentang λ 280—700 nm. Waktu-waktu karakterisasi ialah saat 5 menit, 1 jam (saat pengadukan), 2 jam (tepat setelah pengadukan), dan 24 jam (Handayani, 2011). Sebelum pengukuran larutan, aquabidest dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur sebagai baseline.

Selain itu, dilakukan karakterisasi menggunakan Particle Size Analyzer (PSA) seri zetasizer (Malvern) untuk melihat ukuran partikel nanopartikel perak dan distribusinya di dalam larutan. Sebelum pengukuran sampel, aquadest

dimasukkan ke dalam fluid tank sebagai baseline. Sampel dimasukkan ke dalam fluid tank tetes demi tetes hingga konsentrasi mencukupi. Distribusi ukuran dalam sampel akan terukur melalui grafik yang dihasilkan.

3.4.4 Pengujian larutan analit logam dengan nanopartikel perak

Setiap larutan analit $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$; $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$; HgCl_2 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; dan $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1 mL dengan konsentrasi 0,1; 1; 10; 100; 500; dan 1000 ppm ditambahkan dengan 2 mL larutan indikator. Kemudian, diamati perubahan warna larutan yang terjadi. Selanjutnya larutan hasil pengujian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis (Thermo UV-Vis 10S Genesys) pada resolusi 1 nm di rentang panjang gelombang 280—700 nm. Untuk meningkatkan sensitivitas indikator pada waktu pengujian terhadap larutan logam, dilakukan penambahan garam pada nanopartikel perak dengan cara menambahkan larutan NaCl sebanyak 1 mL, sehingga diperoleh perbandingan volume nanopartikel perak : larutan analit logam : NaCl = 2:1:1.

3.4.5 Pengujian logam (tembaga) dalam sampel udang windu dengan nanopartikel perak termodifikasi

Sampel berupa udang windu (*Penaeus monodon*) segar yang diambil dari Pasar Pelelangan Ikan (PPI) Muara Angke, Jakarta Utara. Udang yang diambil memiliki ukuran yang seragam.

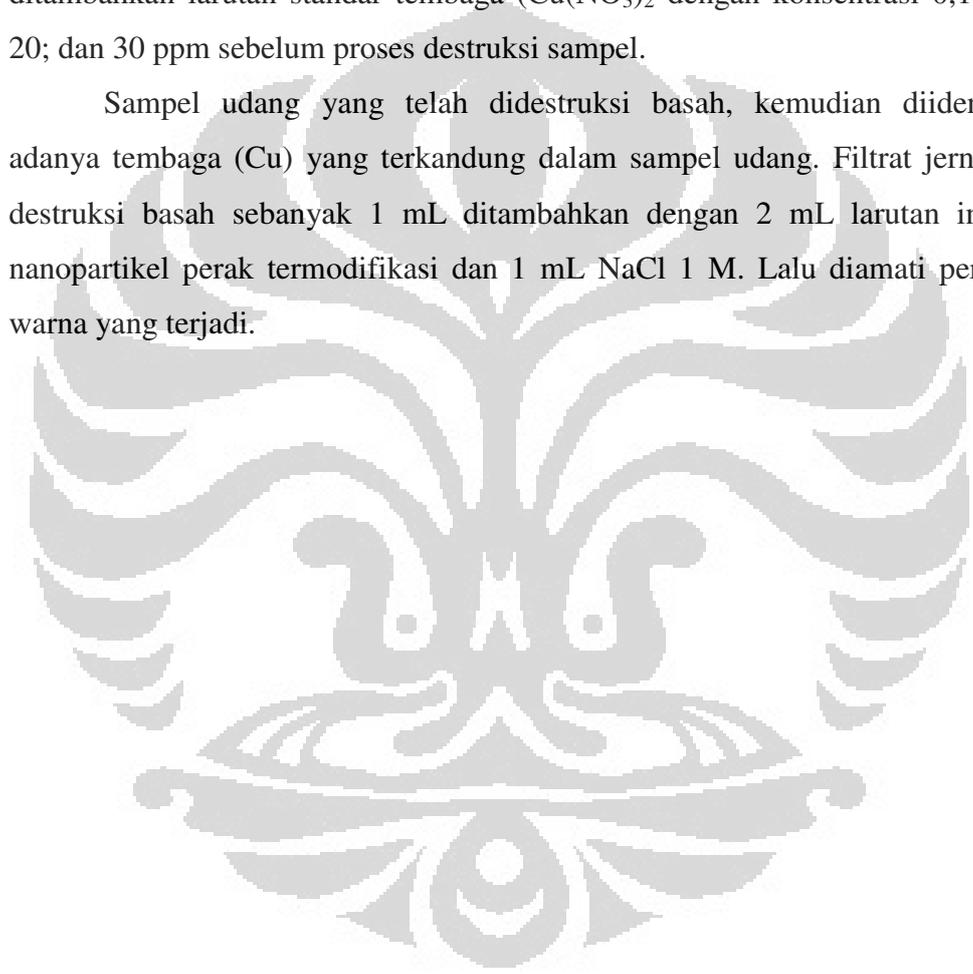
Seluruh sampel udang dicuci terlebih dahulu. Sampel udang, yang akan dianalisis logam (tembaga)nya, dihaluskan hingga homogen. Sampel dimasukkan ke dalam cawan penguap, lalu berat sampel basah dan cawan penguap ditimbang. Kemudian, cawan penguap ditutup dengan aluminium foil untuk mengurangi kontaminasi dari debu selama pengeringan (Febriyeni, 2010). Sampel dalam cawan penguap tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C (Rahman, 2006). Setelah sampel menjadi kering, didinginkan dalam desikator selama 30 menit, lalu dilakukan penimbangan dan penghitungan susut pengeringan.

Metode destruksi yang digunakan untuk sampel udang adalah destruksi cara basah. Sampel serbuk ditimbang secara seksama sebanyak 0,5 gram menggunakan cawan penguap, ditambahkan HNO_3 pekat (65%) sebanyak 10 mL,

dipanaskan di atas hot plate, dan dibiarkan hingga volume menyusut dan larutan jernih (Rahman, 2006). Setelah proses destruksi basah selesai, larutan didinginkan hingga mencapai suhu kamar. Kemudian, larutan hasil destruksi basah disaring dengan kertas saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume labu ukur dicukupkan dengan aquabidest hingga garis batas (Febriyeni, 2010).

Untuk melihat pengaruh matriks sampel terhadap perubahan warna yang terjadi pada pengujian logam dengan indikator warna, maka terdapat sampel yang ditambahkan larutan standar tembaga ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$) dengan konsentrasi 0,1; 1; 10; 20; dan 30 ppm sebelum proses destruksi sampel.

Sampel udang yang telah didestruksi basah, kemudian diidentifikasi adanya tembaga (Cu) yang terkandung dalam sampel udang. Filtrat jernih hasil destruksi basah sebanyak 1 mL ditambahkan dengan 2 mL larutan indikator nanopartikel perak termodifikasi dan 1 mL NaCl 1 M. Lalu diamati perubahan warna yang terjadi.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh polietilen glikol (PEG) dan rhodamin B terhadap sifat nanopartikel perak sebagai indikator logam pencemar pada udang windu (*Penaeus monodon*). Sampel udang windu diambil dari Pasar Pelelangan Ikan (PPI) Muara Angke, Jakarta Utara. Udang windu yang dianalisis dipilih dari tempat tersebut karena berdasarkan penelitian oleh Febriyeni (2011), udang windu yang berasal dari teluk Jakarta tersebut terbukti tercemar logam tembaga, kadmium, dan timbal, meskipun masih dalam ambang batas yang diizinkan.

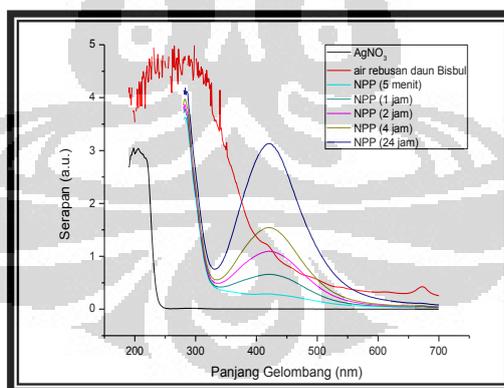
Tujuan jangka panjang dari penelitian ini adalah dapat mengaplikasikan nanopartikel perak sebagai metode alternatif untuk menguji kandungan logam dalam udang windu (*Penaeus monodon*). Sampel udang windu sebelum diuji kandungan logamnya menggunakan indikator nanopartikel perak perlu dipreparasi dengan proses destruksi basah menggunakan asam pekat. Tahapan-tahapan yang dilakukan untuk menghasilkan indikator antara lain sintesis nanopartikel perak menggunakan air rebusan daun bisbul (*Diospyros discolor* Willd.); modifikasi nanopartikel perak dengan polietilen glikol (PEG) 400 dan rhodamin B; serta penambahan NaCl ketika pengujian larutan yang mengandung logam.

4.1 Sintesis nanopartikel perak

Sintesis nanopartikel perak dilakukan dengan cara mencampurkan AgNO_3 1 mM dan air rebusan daun Bisbul dengan perbandingan 10:1 (v:v). Campuran AgNO_3 1 mM dan air rebusan tersebut diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam (Handayani, 2011). Berdasarkan penelitian oleh Handayani (2011), perlakuan mekanik berupa pengadukan selama 2 jam dalam proses sintesis nanopartikel perak menunjukkan adanya kenaikan nilai serapan yang cukup signifikan. Jika dibandingkan dengan campuran air rebusan dengan AgNO_3 tanpa pengadukan atau statis, nilai serapan yang diperoleh melonjak cukup jauh (Lampiran 1).

Karakterisasi spektrum serapan nanopartikel perak dilakukan seiring orde waktu saat 5 menit, 1 jam, 2 jam, 4 jam, dan 24 jam setelah pencampuran.

Spektrum serapan (Gambar 4.1) menggambarkan reaksi pembentukan dan pertumbuhan nanopartikel, yang ditunjukkan oleh nilai serapan yang cenderung semakin meningkat mulai dari 5 menit hingga 24 jam setelah pencampuran AgNO_3 1 mM dan air rebusan daun Bisbul. Hasil karakterisasi spektrum serapan menunjukkan bahwa campuran AgNO_3 1 mM dan air rebusan daun Bisbul membentuk puncak serapan baru di kisaran 400-450 nm. Spektrum serapan tersebut membuktikan bahwa hasil reaksi antara AgNO_3 1 mM dengan air rebusan daun Bisbul menghasilkan larutan nanopartikel perak, yang diperlihatkan oleh munculnya pita serapan LSPR di dalam rentang daerah 400-450 nm. (Jian, You, dan Cheng, 2008). Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) yang diberikan larutan nanopartikel perak tersebut juga dapat digunakan untuk mengindikasikan berapa ukuran partikelnya. Jika λ_{maks} pada spektrum serapan berada pada kisaran 430 nm, maka ukuran partikelnya berada dalam rentang 60-80 nm (Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007). Berdasarkan hasil pengukuran oleh Particle Size Analyzer (PSA), nanopartikel perak yang dihasilkan dari reaksi antara AgNO_3 1 mM dengan air rebusan daun Bisbul (rasio 10:1) berukuran 61,07 nm (Lampiran 25).



Gambar 4.1 Spektrum serapan nanopartikel perak (NPP) yang disintesis dari AgNO_3 dan air rebusan daun Bisbul (*Diospyros discolor*)

Selain dilakukan karakterisasi terhadap spektrum serapan, hasil reaksi antara AgNO_3 1 mM dan air rebusan daun Bisbul juga dikarakterisasi secara visual. Pada waktu 5 menit, 1 jam, 2 jam, 4 jam larutan berwarna kuning cerah, sedangkan setelah 24 jam warna larutan berubah menjadi coklat (Lampiran 2).

Warna kuning tersebut mengindikasikan bahwa AgNO_3 1 mM dan air rebusan daun Bisbul telah bereaksi menghasilkan larutan nanopartikel perak (Jian, You, dan Cheng, 2008; Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007). Warna kuning dari larutan nanopartikel perak merupakan manifestasi dari sifat localized surface plasmon resonance (LSPR) (Shankar, Rai, Ahmad dan Sastry, 2004).

4.2 Nanopartikel perak sebagai indikator logam

Tujuan dari penelitian ini yaitu dapat mengaplikasikan nanopartikel perak, yang merupakan hasil sintesis menggunakan air rebusan daun Bisbul, sebagai indikator logam pencemar dalam udang windu (*Penaeus monodon*). Sebelum diujicobakan ke sampel udang windu, percobaan pendahuluan yang dilakukan adalah menguji nanopartikel perak pada larutan analit yang mengandung ion logam, diantaranya Cu^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} , Zn^{2+} , dan Mn^{2+} . Larutan analit yang digunakan antara lain $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, HgCl_2 , $\text{ZnCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dan $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, yang masing-masing dibuat dengan variasi konsentrasi 0,1 ppm; 1 ppm; 10 ppm; 100 ppm; 500 ppm; dan 1000 ppm.

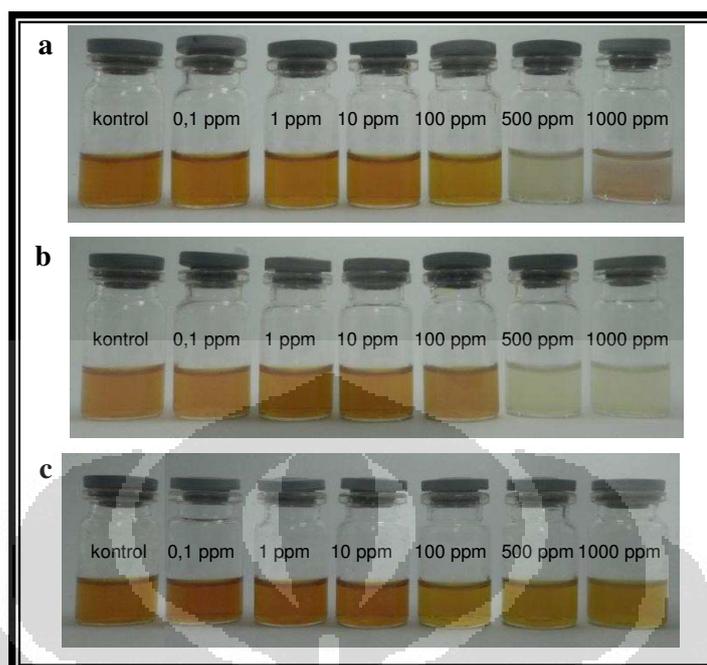
Percobaan untuk pengujian ion logam dilakukan dengan meneteskan 2 mL nanopartikel perak ke dalam 1 mL larutan logam, lalu dilakukan pengamatan terhadap perubahan warna yang terjadi dan karakterisasi terhadap spektrum serapan. Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, nanopartikel perak tidak berubah warna ketika diuji pada ion logam Cd^{2+} , Pb^{2+} , dan Mn^{2+} (Gambar 4.2). Sementara itu, nanopartikel perak memperlihatkan perubahan warna ketika diujikan ke larutan analit yang mengandung ion logam Cu^{2+} , Hg^{2+} , dan Zn^{2+} . Hasil pengujian larutan nanopartikel perak pada variasi konsentrasi Cu^{2+} , Hg^{2+} , dan Zn^{2+} 0; 0,1; 1; 10; 100; 1000 ppm diperlihatkan pada Gambar 4.3. Pada Cu^{2+} dan Hg^{2+} konsentrasi 500 ppm dan 1000 ppm, larutan nanopartikel perak mengalami perubahan warna dari coklat menjadi tidak berwarna (Gambar 4.3.a dan 4.3.b). Perubahan warna yang ditimbulkan karena Hg^{2+} terjadi lebih cepat daripada Cu^{2+} , tetapi keduanya sama-sama terjadi dalam waktu kurang dari 1 menit. Selain menunjukkan perubahan warna pada pengujian ion Cu^{2+} dan Hg^{2+} , larutan nanopartikel perak juga berubah warna ketika diteteskan ke larutan yang

mengandung ion Zn^{2+} , walaupun tidak signifikan. Pada Zn^{2+} konsentrasi 100 ppm; 500 ppm; dan 1000 ppm, larutan nanopartikel perak mengalami perubahan warna dari coklat menjadi coklat muda atau cenderung memudar (Gambar 4.3.c).

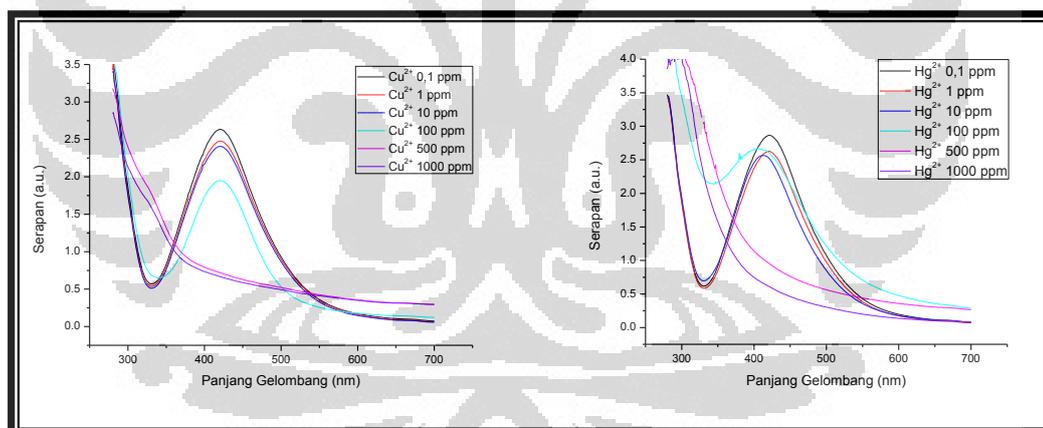


Gambar 4.2 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan (a) Cd^{2+} ; (b) Pb^{2+} ; (c) Mn^{2+} dengan berbagai konsentrasi

Adanya ion logam dalam larutan nanopartikel perak ternyata menurunkan serapan dari nanopartikel perak, terutama oleh logam Cu^{2+} dan Hg^{2+} . Semakin pudar warna, serapannya cenderung semakin rendah dan tidak terbentuk puncak serapan pada panjang gelombang 430 nm (Gambar 4.4). Hal ini diduga karena pada konsentrasi dimana terjadi perubahan warna (500 ppm dan 1000 ppm), logam Cu^{2+} atau Hg^{2+} membuat nanopartikel mengalami agregasi. Jika terjadi agregasi nanopartikel perak, maka jarak antar partikel akan semakin berkurang. Dengan demikian, pita serapan LSPR pada 400-500 nm akan berubah dan menyebabkan perubahan warna larutan nanopartikel perak (Jian, You, dan Cheng, 2008).



Gambar 4.3 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan (a) Cu^{2+} ; (b) Hg^{2+} ; (c) Zn^{2+} dengan berbagai konsentrasi



Gambar 4.4 Spektrum serapan hasil pengujian larutan nanopartikel perak terhadap larutan Cu^{2+} dan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi

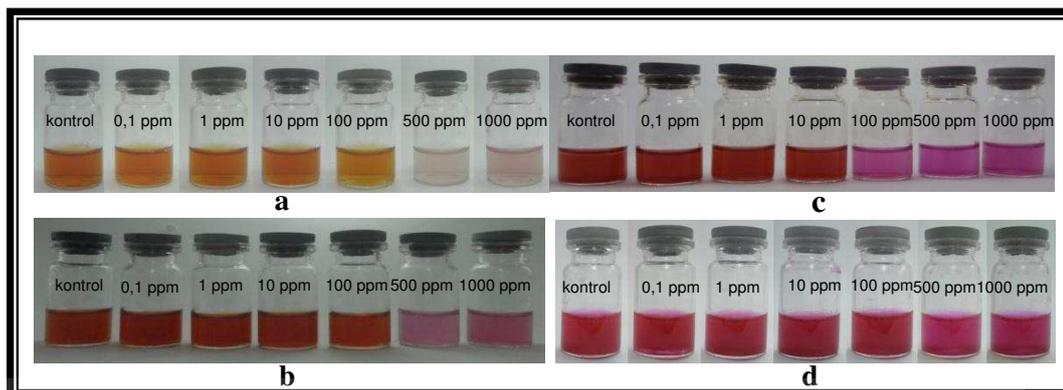
4.3 Pengaruh penambahan rhodamin B dan konsentrasinya terhadap kemampuan nanopartikel perak dalam pengujian larutan analit logam

Nanopartikel perak, hasil sintesis menggunakan air rebusan daun bisbul, memiliki kemampuan mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada konsentrasi masing-masing 500 ppm dalam larutan. Larutan nanopartikel perak (2 mL) yang diteteskan ke 1 mL larutan Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada konsentrasi masing-masing 500 ppm dan 1000

ppm mengalami perubahan warna dari coklat menjadi tidak berwarna (Gambar 4.3.a dan 4.3.b).

Nanopartikel perak yang dimodifikasi dengan rhodamin B 0,05 mM memiliki kemampuan untuk mendeteksi pestisida fenamithion (Cui, Han, dan Li, 2011). Pada penelitian ini, diperiksa apakah rhodamin B dapat memodifikasi nanopartikel perak sehingga dapat meningkatkan sensitivitas dan selektivitas dalam mendeteksi larutan analit logam.

Proses modifikasi nanopartikel perak dilakukan dengan menambahkan larutan rhodamin B ke dalam larutan nanopartikel perak, yang telah berumur 24 jam, dengan perbandingan volume 10:3 (v:v). Konsentrasi rhodamin yang digunakan antara lain 0,01 mM; 0,05 mM; 0,1 mM; dan 1 mM. Kemudian, campuran tersebut diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam. Nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B dapat digunakan untuk pengujian larutan analit logam setelah 24 jam. Hasilnya, penambahan rhodamin B 0,01 mM dan 0,05 mM tidak memiliki pengaruh dalam meningkatkan selektivitas dan sensitivitas nanopartikel perak dalam mendeteksi larutan analit logam. Perbedaan antara larutan nanopartikel perak tanpa modifikator dan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,01 mM dan 0,05 mM dalam mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} terletak pada perubahan warna yang muncul. Larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B sebanyak 2 mL yang ditetaskan ke dalam 1 mL larutan Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada konsentrasi masing-masing 500 ppm dan 1000 ppm mengalami perubahan warna dari coklat menjadi merah muda (Gambar 4.5 dan 4.6). Warna merah muda yang ditimbulkan oleh rhodamin B 0,05 mM terlihat lebih jelas dibandingkan dengan rhodamin B 0,01 mM.



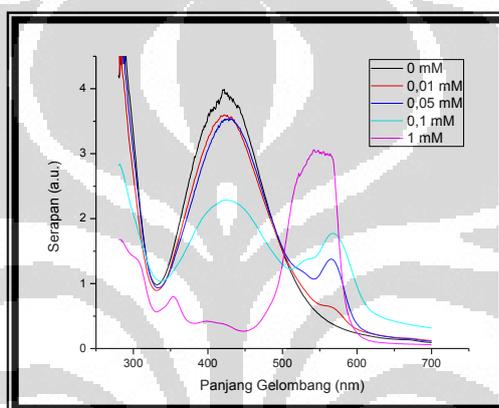
Gambar 4.5 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B (a) 0,01 mM; dan (b) 0,05 mM; (c) 0,1 mM; dan (d) 1 mM terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi



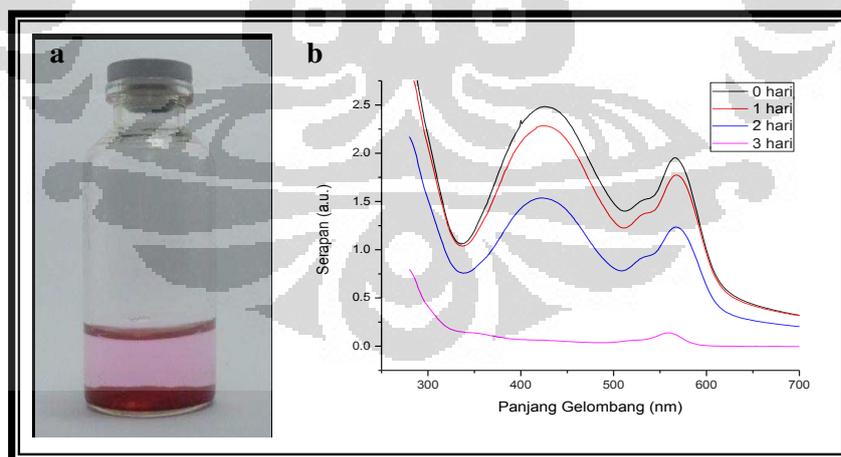
Gambar 4.6 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B (a) 0,01 mM; dan (b) 0,05 mM; (c) 0,1 mM; dan (d) 1 mM terhadap larutan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi

Dengan penambahan rhodamin B 0,1 mM, selain perubahan warna larutan pada pengujian Cu^{2+} dan Hg^{2+} menjadi lebih jelas, ternyata sensitivitas nanopartikel perak terhadap Cu^{2+} dan Hg^{2+} meningkat dari 500 ppm menjadi 100 ppm (Gambar 4.5.c dan 4.6.c). Namun, penambahan rhodamin B dengan konsentrasi lebih dari 0,1 mM tidak menyebabkan peningkatan sensitivitasnya, justru akan merusak nanopartikel perak (NPP). Hal ini ditunjukkan oleh spektrum serapan pada Gambar 4.7, dimana serapan NPP pada kisaran λ 400-450 nm menjadi tidak nampak akibat modifikasi NPP dengan rhodamin B 1 mM. Walaupun modifikasi NPP dengan rhodamin 0,1 mM dapat meningkatkan sensitivitas NPP terhadap Cu^{2+} dan Hg^{2+} , penggunaan konsentrasi rhodamin B

tersebut menyebabkan terjadinya agregasi nanopartikel perak dengan cukup cepat. Gambar 4.8.a memperlihatkan bahwa larutan nanopartikel perak mengalami pengendapan dan warna coklatnya menjadi hilang. Agregasi nanopartikel juga ditunjukkan oleh spektrum serapan, dimana serapan NPP pada kisaran λ 400-450 nm mengalami penurunan signifikan akibat modifikasi NPP dengan rhodamin B 0,1 mM hingga akhirnya puncak serapan hilang pada hari ke-4 (Gambar 4.8.b). Oleh karena itu, dapat diambil kesimpulan bahwa konsentrasi rhodamin B yang optimum untuk modifikasi NPP adalah 0,05 mM.



Gambar 4.7 Spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B dengan berbagai konsentrasi



Gambar 4.8 (a) Larutan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,1 mM (umur 2 hari) yang mengalami agregasi; (b) spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,1 mM sampai dengan 3 hari

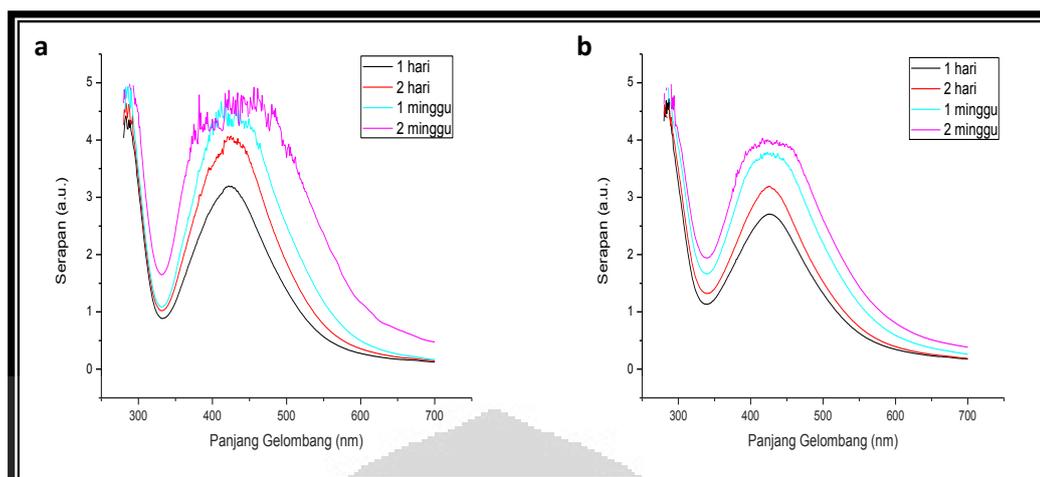
Berdasarkan karakterisasi dengan spektrofotometri UV-Vis, modifikasi nanopartikel perak dengan rhodamin B menimbulkan adanya puncak baru pada

λ_{maks} 560 nm yang kemungkinan merupakan sisa rhodamin B yang tidak bereaksi dengan nanopartikel perak (Gambar 4.7). Semakin tinggi konsentrasi rhodamin B, maka semakin tinggi puncak serapan pada λ_{maks} 560 nm (Gambar 4.7). Pada waktu ditambahkan ke Cu^{2+} atau Hg^{2+} 500 ppm, nanopartikel perak mengalami agregasi sehingga berubah warna dari coklat menjadi merah muda. Kemungkinan karena sisa rhodamin B tersebut, pada Cu^{2+} ; Hg^{2+} 500 dan 1000 ppm perubahan warna yang terjadi yaitu dari coklat menjadi merah muda.

4.4 Peran polietilen glikol sebagai penstabil nanopartikel perak

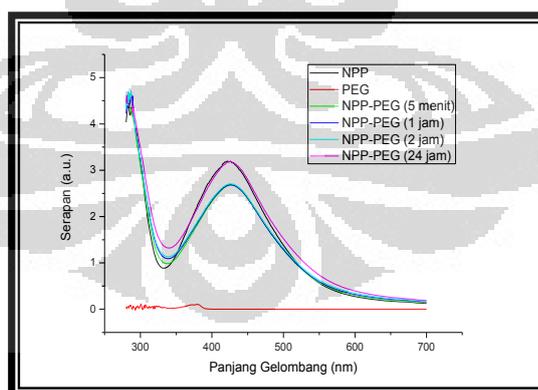
Proses pembentukan nanopartikel perak dari air rebusan daun bisbul dan AgNO_3 merupakan reaksi yang berjalan secara kontinu. Pada proses tersebut terjadi pertambahan nilai serapan dari waktu ke waktu pada λ_{maks} 430 nm yang merupakan spektrum serapan NPP (Gambar 4.9.a). Reaksi pertumbuhan nanopartikel perak yang terus berlangsung dalam fungsi waktu membuat larutan nanopartikel perak sebagai indikator warna ini tidak stabil.

Untuk dapat meningkatkan efektivitas nanopartikel perak sebagai indikator warna untuk mendeteksi logam, diperlukan strategi untuk mengendalikan ukuran dan bentuk nanopartikel (Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang, 2004). Salah satu teknik yang dapat dilakukan dengan memodifikasi nanopartikel perak dengan ditambahkan penstabil (Yao, Tian, dan Li, 2010). Secara umum, penstabil nanopartikel yang paling banyak digunakan adalah polimer, salah satunya adalah polietilen glikol (Tian, Yan, Jing, Zi, 2008).



Gambar 4.9 Spektrum serapan yang menunjukkan pertumbuhan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator dan (b) termodifikasi PEG 400 2% selama 2 minggu

PEG yang digunakan untuk memodifikasi nanopartikel perak adalah PEG 400. Pada waktu larutan PEG 400 2% ditambahkan ke larutan nanopartikel perak (perbandingan 10:3 (v:v)), serapan spektrum serapan mengalami penurunan secara spontan, tetapi tidak signifikan (Gambar 4.10). Berdasarkan hasil tersebut diduga bahwa penambahan PEG 400 menjadikan konsentrasi nanopartikel perak menjadi lebih rendah, sehingga serapannya turun. Namun, serapan naik seperti semula setelah 24 jam pencampuran (Gambar 4.10).



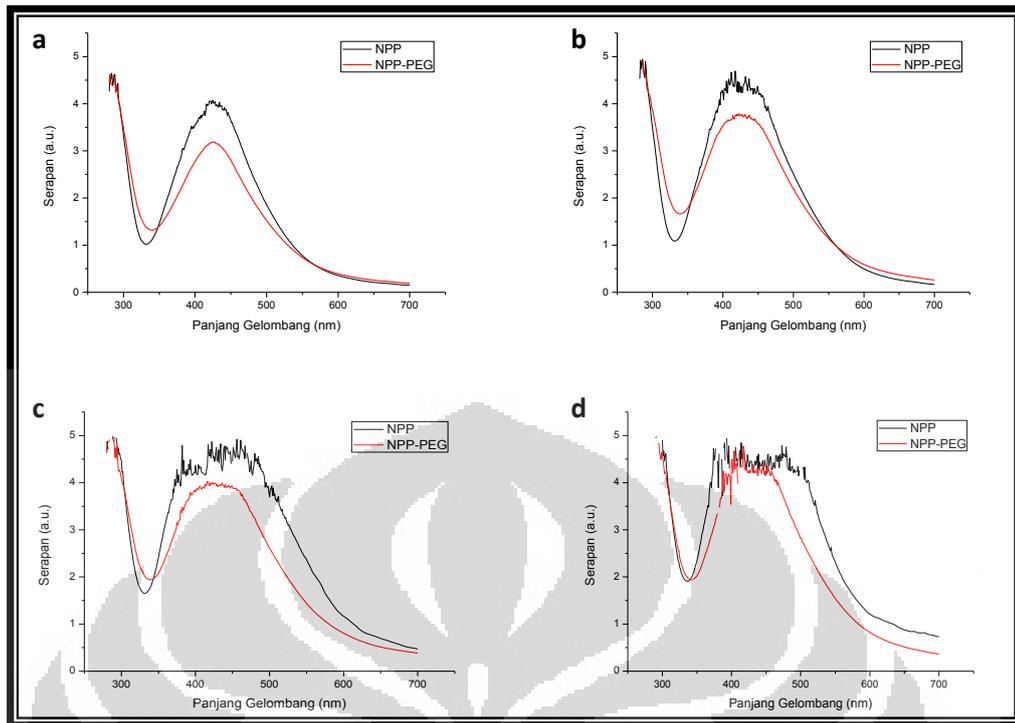
Gambar 4.10 Spektrum serapan yang menunjukkan pertumbuhan nanopartikel perak termodifikasi polietilen glikol (PEG) 400 2%

Selanjutnya, nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 mengalami laju pembentukan nanopartikel perak yang sama dengan nanopartikel perak tanpa modifikator. Kedua indikator ini mengalami peningkatan serapan pada λ_{maks} 430

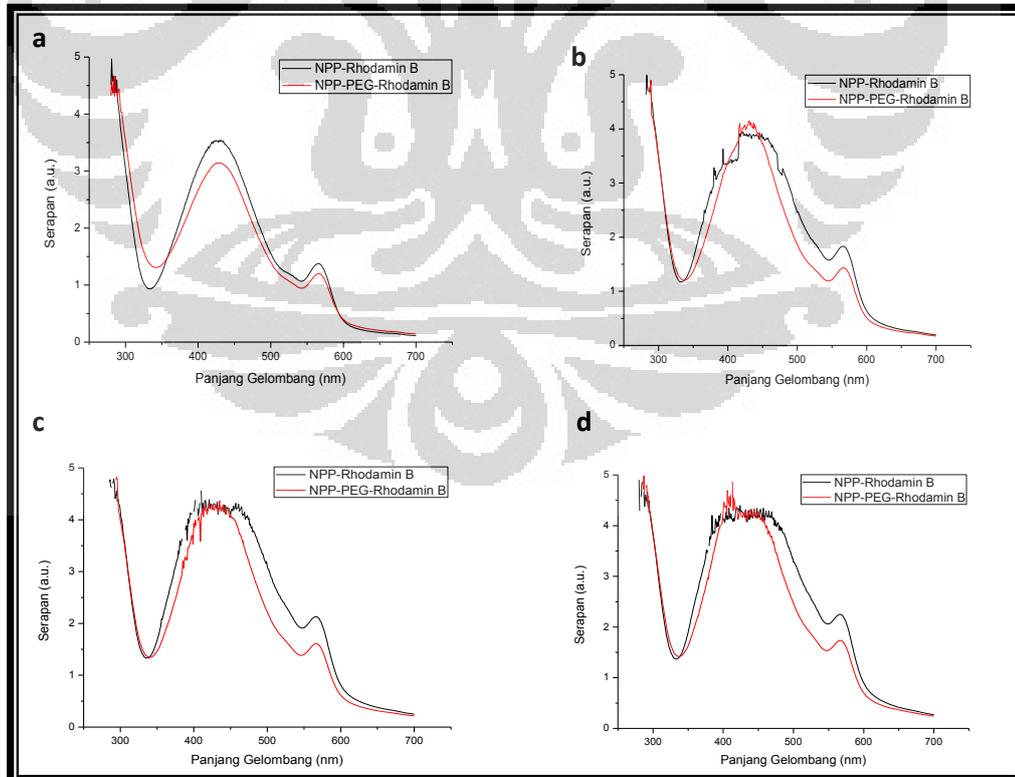
nm seiring bertambahnya waktu. Secara keseluruhan, nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 memiliki nilai serapan lebih rendah dan lebar puncak yang lebih sempit daripada nanopartikel perak tanpa penambahan PEG 400 (Gambar 4.11). Demikian halnya dengan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B dan PEG 400, indikator ini memiliki serapan yang lebih rendah dan lebar puncak yang lebih sempit daripada nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B tanpa PEG 400 (Gambar 4.12).

Berdasarkan karakterisasi spektrum serapan, diperoleh data bahwa spectral bandwidth (lebar pada setengah tinggi puncak) spektrum nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 lebih rendah daripada nanopartikel perak tanpa 4.13). Nilai spectral bandwidth menunjukkan nilai dari lebar setengah puncak yang terbentuk. Nilai spectral bandwidth yang rendah menunjukkan bahwa distribusi ukuran nanopartikel yang dihasilkan cenderung homogen (Solomon, Bahadory, Jeyarajasingam, Rutkowsky, dan Boritz, 2007). Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan PEG 400 menjaga homogenitas (distribusi) ukuran nanopartikel. Hal tersebut diduga karena adanya repulsi sterik antara rantai polimer dan permukaan termodifikasi, Peningkatan stabilitas dicapai karena adanya rantai polimer bebas dalam larutan yang secara sterik menghalangi pembentukan agregat (Shkillnyy, Souce, Dubois, Warmont, Saboungi, Chourpa, 2009).

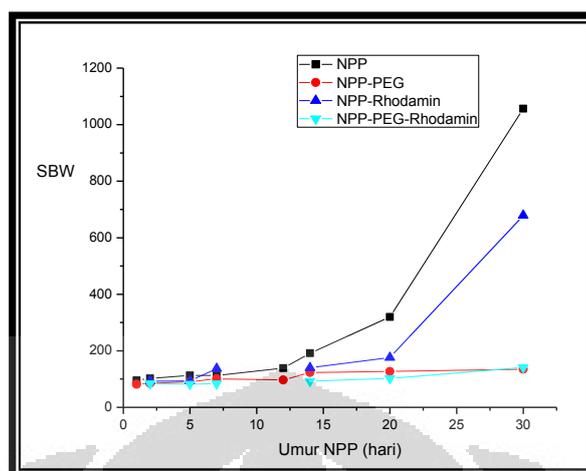
Menurut Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang (2004), serta Shameli et al. (2012) PEG dapat meningkatkan stabilitas nanopartikel perak karena atom-atom oksigen pada gugus hidroksil PEG berikatan dengan permukaan nanopartikel perak. Ikatan yang terjadi merupakan ikatan koordinasi, dimana oksigen bertindak sebagai donor elektron (Luo, Zhang, Zeng, Zeng, dan Wang (2004).



Gambar 4.11 Spektrum serapan nanopartikel perak tanpa dan termodifikasi PEG 400 2 % pada waktu (a) 1 hari; (b) 1 minggu; (c) 2 minggu; dan (d) 3 minggu.

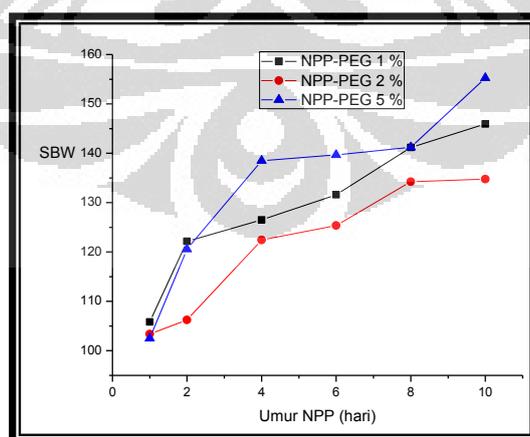


Gambar 4.12 Spektrum serapan NPP-rhodamin B tanpa dan dengan PEG 400 2 % pada waktu (a) 1 hari; (b) 1 minggu; (c) 2 minggu; dan (d) 3 minggu.



Gambar 4.13 Grafik perbandingan spectral bandwidth vs umur NPP antara nanopartikel perak tanpa atau dengan dimodifikasi PEG 400 2%.

Beberapa konsentrasi PEG 400 diujicobakan untuk memodifikasi nanopartikel perak (NPP), antara lain 1 %, 2 %, dan 5 % (v/v). Berdasarkan karakterisasi spektrum serapan, λ_{maks} maupun spectral bandwidth dari ketiga larutan NPP tidak berbeda signifikan (Gambar 4.14). Namun, konsentrasi PEG 400 2 % memperlihatkan spectral bandwidth yang paling rendah dibandingkan PEG 400 1 % dan 5 %, yang mengindikasikan bahwa PEG dengan konsentrasi tersebut cenderung paling optimum sebagai penstabil NPP.

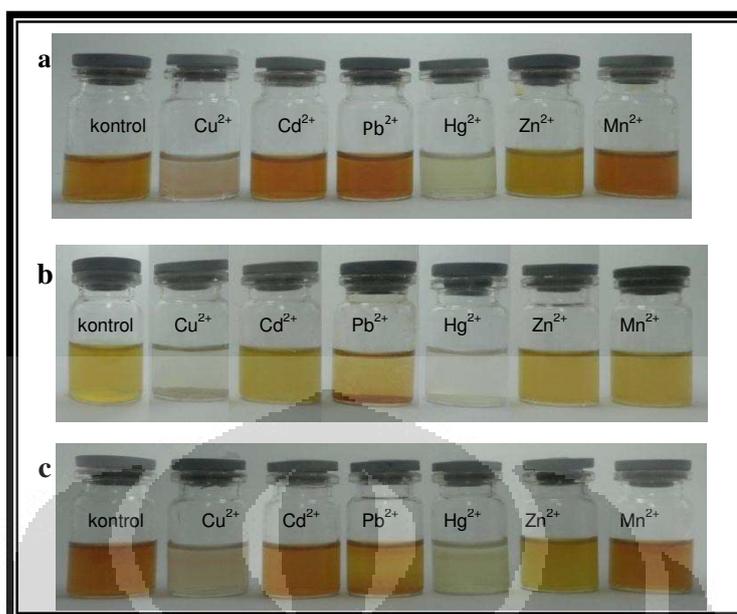


Gambar 4.14 Grafik perbandingan spectral bandwidth vs umur NPP antara nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 1 %; 2 %; dan 5 %.

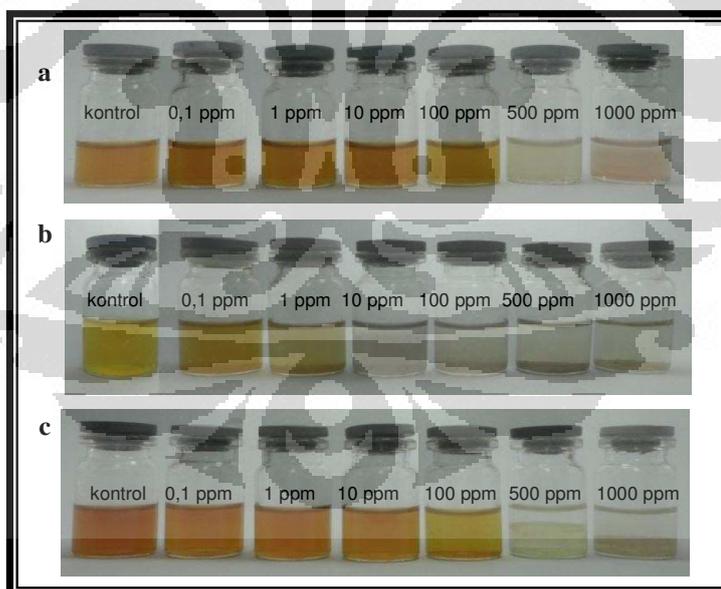
4.5 Pengaruh anion dan konsentrasinya terhadap peningkatan sensitivitas nanopartikel perak dalam mendeteksi logam

Sesuai pembahasan di atas, penambahan modifikator PEG 400 dan rhodamin B ternyata tidak mengubah sensitivitas dari larutan nanopartikel perak sebagai indikator logam. Oleh karena itu, diujicobakan strategi lain untuk meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak terhadap logam, yaitu dengan menambahkan senyawa garam anorganik. NaCl dan juga senyawa garam anorganik lain dapat digunakan untuk memodifikasi nanopartikel perak karena anion-anion dapat berfungsi untuk mengubah sifat kimia dari permukaan nanopartikel perak (Dong, Gu, Kang, Yuan, dan Wu, 2010).

Berdasarkan hasil percobaan, penambahan larutan NaCl 1 M maupun Na₂SO₄ 1 M pada nanopartikel perak ternyata tidak mengubah selektivitas nanopartikel perak dalam pengujian larutan logam, yaitu sama-sama dapat mendeteksi Cu²⁺ dan Hg²⁺ (Gambar 4.15). Namun, penambahan NaCl 1 M dapat meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak dalam pengujian Cu²⁺ dari 500 ppm menjadi 1 ppm (Gambar 4.16.b) dan Hg²⁺ dari 500 ppm menjadi 100 ppm (Gambar 4.17.b). Penambahan Na₂SO₄ 1 M dapat meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak dalam pengujian Cu²⁺ dari 500 ppm menjadi 100 ppm (Gambar 4.16.c), sedangkan sensitivitas terhadap Hg²⁺ tidak berubah (Gambar 4.17.c).



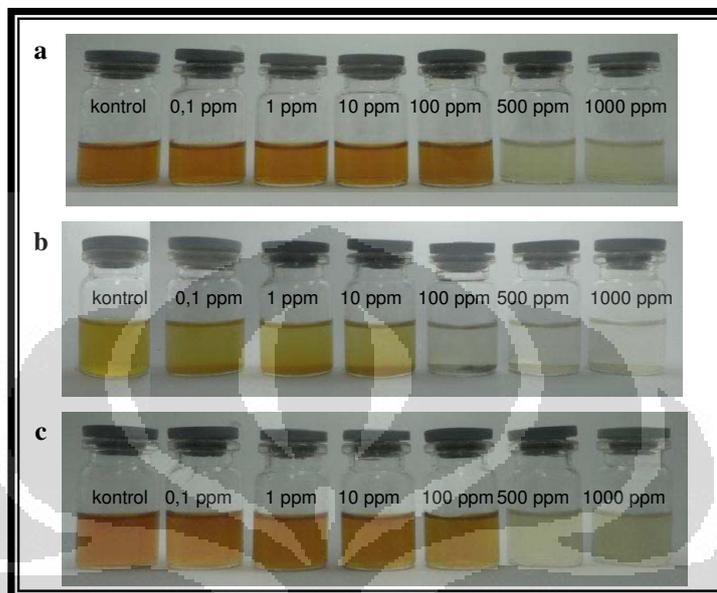
Gambar 4.15 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) termodifikasi Na₂SO₄ 1 M terhadap berbagai larutan logam



Gambar 4.16 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) termodifikasi Na₂SO₄ 1 M terhadap larutan Cu²⁺ dengan berbagai konsentrasi

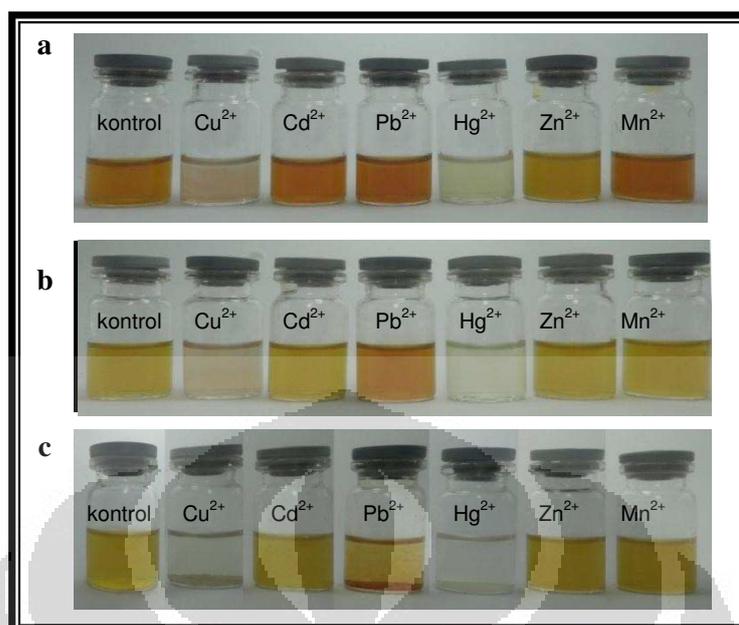
Penambahan larutan NaCl 1 M pada nanopartikel perak dibandingkan dengan Na₂SO₄ 1 M ternyata lebih efektif dalam meningkatkan sensitivitas

nanopartikel perak dalam pengujian Cu^{2+} dan Hg^{2+} . Hal tersebut dikarenakan afinitas ion Cl^- pada permukaan perak lebih kuat dibandingkan dengan ion SO_4^{2-} dan anion lain (Dong, Gu, Kang, Yuan, dan Wu, 2010).



Gambar 4.17 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 1 M; dan (c) Na_2SO_4 1 M terhadap larutan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi

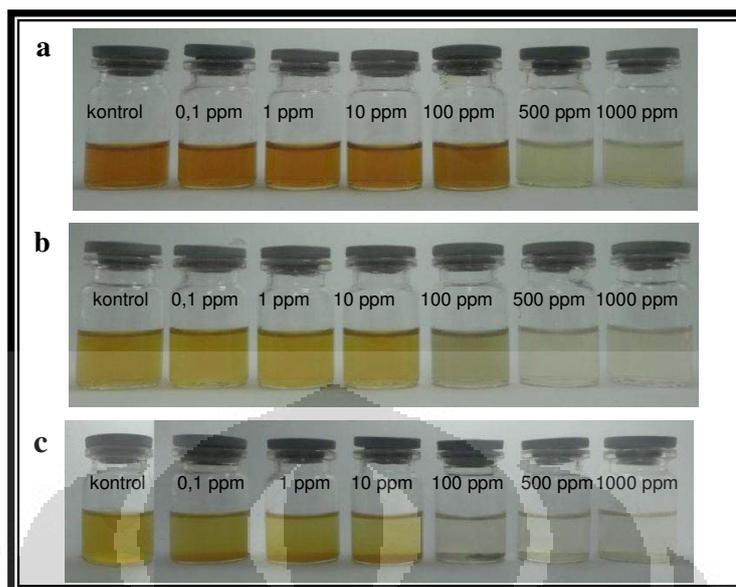
NaCl dapat mengecilkan ukuran partikel dari nanopartikel. Konsentrasi yang umumnya digunakan untuk nanopartikel dalam rentang 0,01-3,0 M. Berdasarkan penelitian oleh Park et al. (2010), makin tinggi konsentrasi yang digunakan, ukuran partikelnya akan semakin kecil. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaCl terhadap sensitivitas nanopartikel perak dalam pengujian Cu^{2+} dan Hg^{2+} , ditambahkan NaCl 0,1 M dan NaCl 1 M pada larutan nanopartikel perak. Hasilnya, ternyata tidak ada perubahan selektivitas nanopartikel perak terhadap logam (Gambar 4.18), tetapi terdapat perbedaan sensitivitas jika konsentrasi NaCl diubah. Pada nanopartikel perak yang ditambahkan NaCl 0,1 M dapat mendeteksi Cu^{2+} sampai dengan 100 ppm sedangkan yang ditambahkan NaCl 1 M dapat mendeteksi Cu^{2+} sampai dengan 1 ppm (Gambar 4.19). Namun dalam pengujian Hg^{2+} , nanopartikel perak yang ditambahkan NaCl 0,1 M maupun NaCl 1 M sama-sama hanya dapat mendeteksi Hg^{2+} sampai dengan 100 ppm (Gambar 4.20).



Gambar 4.18 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) termodifikasi NaCl 1 M terhadap berbagai larutan logam



Gambar 4.19 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) NaCl 1 M terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi



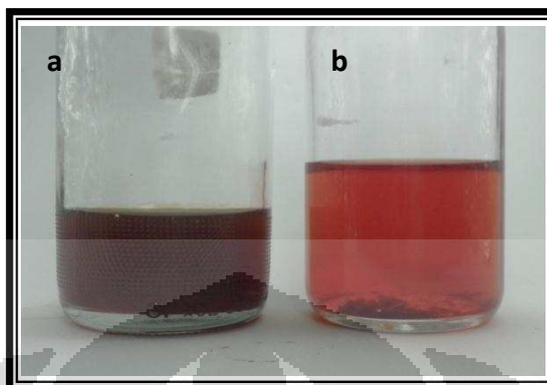
Gambar 4.20 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak tanpa modifikator; (b) termodifikasi NaCl 0,1 M; dan (c) NaCl 1 M dan terhadap larutan Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi

4.6 Pengaruh NaCl terhadap ketidakstabilan nanopartikel perak

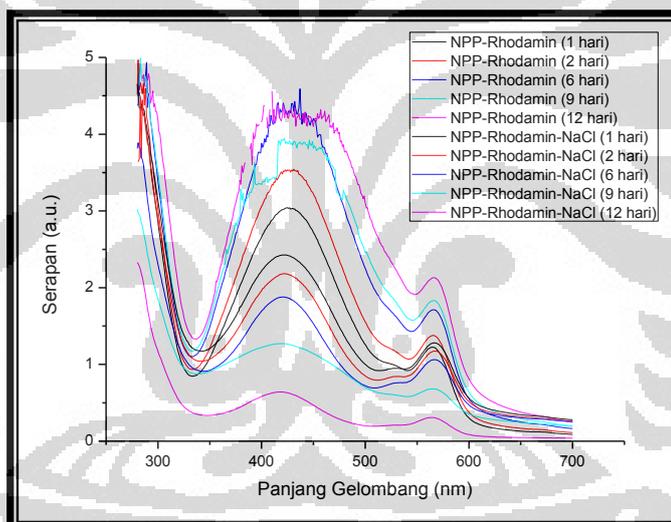
Penambahan NaCl terbukti dapat meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak dalam mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} . Semakin tinggi konsentrasi NaCl yang ditambahkan, maka nanopartikel perak akan semakin sensitif terhadap Cu^{2+} dan Hg^{2+} . Namun, penambahan garam (NaCl) dapat menurunkan stabilitas koloid. Ketidakstabilan nanopartikel ditunjukkan dengan adanya sedimentasi pada larutan nanopartikel (Gambar 4.21). Terjadinya sedimentasi akan semakin dipercepat dengan peningkatan konsentrasi NaCl. Berdasarkan penelitian oleh Park et al. (2010), ion Cl^- teradsorpsi ke nanopartikel, yang mengakibatkan penurunan muatan permukaan yang ditunjukkan dengan makin rendahnya nilai zeta potensial. Makin tinggi konsentrasi NaCl, maka makin rendah zeta potensialnya, yang mengakibatkan penurunan stabilitas dari nanopartikel (Park et al., 2010).

Berdasarkan karakterisasi spektrum serapan, dapat diamati bahwa larutan nanopartikel termodifikasi rhodamin B 0,05 mM tanpa NaCl mengalami pertumbuhan dari hari ke hari ditandai dengan peningkatan serapan pada λ_{maks} 430 nm. Sebaliknya, nanopartikel termodifikasi rhodamin B 0,05 mM yang mengandung NaCl 1 M justru mengalami penurunan serapan yang cukup drastis dari hari ke hari (Gambar 4.22). Penurunan serapan tersebut mengindikasikan

bahwa adanya NaCl dalam larutan nanopartikel mempercepat terjadinya agregasi nanopartikel perak.



Gambar 4.21 Larutan nanopartikel termodifikasi rhodamin B 0,05 mM (a) tanpa NaCl; (b) dengan NaCl 1 M

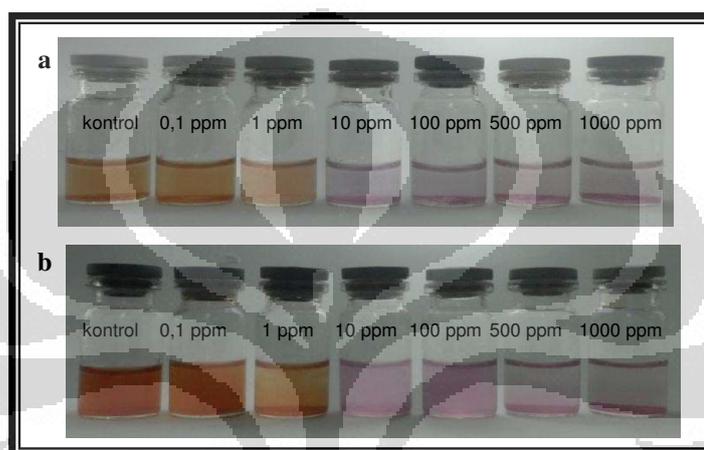


Gambar 4.22 Spektrum serapan nanopartikel perak termodifikasi rhodamin B 0,05 mM tanpa dan dengan NaCl 1 M sampai dengan 12 hari

Karena NaCl mempercepat terjadinya agregasi nanopartikel perak, maka hasil modifikasi nanopartikel perak dengan NaCl tidak dapat disimpan dalam jangka waktu lama. Modifikasi nanopartikel perak dengan NaCl 1 M dilakukan sesaat sebelum pengujian terhadap logam, dengan cara mencampurkan nanopartikel perak dan NaCl 1 M dengan perbandingan 10:2 (v:v), lalu dilakukan pengadukan dengan magnetic stirrer selama 15 menit. Selain itu, modifikasi nanopartikel perak dengan NaCl juga dapat dilakukan dengan cara meneteskan

NaCl 1 M pada waktu pengujian terhadap larutan logam, dengan volume 2 mL nanopartikel perak : 1 mL larutan logam : 1 mL NaCl (2:1:1).

Berdasarkan percobaan, kedua prosedur penambahan NaCl tersebut tidak mempengaruhi sensitivitas nanopartikel perak secara signifikan. Perubahan warna yang timbul akibat modifikasi dengan bantuan pengadukan terjadi lebih cepat. Hal tersebut karena nanopartikel perak (NPP) telah bereaksi terlebih dahulu dengan NaCl sebelum diteteskan ke larutan analit logam.



Gambar 4.23 Hasil pengujian larutan NPP termodifikasi PEG 400 2 % dan rhodamin B 0,05 mM ditambahkan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi

Pada pengujian logam Cu^{2+} , NPP yang ditambahkan NaCl dengan bantuan pengadukan menimbulkan perubahan warna pada larutan Cu^{2+} 1 ppm setelah 20 menit sedangkan tanpa pengadukan menimbulkan perubahan warna setelah 70 menit. Namun, untuk nanopartikel yang sebelumnya telah termodifikasi rhodamin B, perubahan warna yang terjadi akibat modifikasi NaCl dengan atau tanpa pengadukan tidak berbeda signifikan. Pada pengujian logam Cu^{2+} , NPP termodifikasi rhodamin B yang ditambahkan NaCl dengan atau tanpa bantuan pengadukan sama-sama menimbulkan perubahan warna pada Cu^{2+} 1 ppm setelah 20 menit. Demikian pula untuk nanopartikel yang sebelumnya telah termodifikasi PEG dan rhodamin B yang ditambahkan NaCl, perubahan warna pada Cu^{2+} 1 ppm sama-sama terjadi setelah 30 menit. Namun demikian, perubahan warna yang terjadi akibat modifikasi NaCl tanpa pengadukan lebih mudah diamati pada

larutan Cu^{2+} 1 ppm karena perubahan warna yang terjadi yaitu dari coklat ke coklat muda (Gambar 4.23).

Berdasarkan pembahasan di atas, nanopartikel perak yang digunakan untuk pengujian logam dalam udang windu adalah nanopartikel termodifikasi rhodamin B 0,05 mM dan PEG 400 2 % dengan perbandingan volume 10:3:3 (v:v:v). Rhodamin B ditambahkan untuk mempermudah pengamatan terjadinya perubahan warna pada waktu pengujian logam, sedangkan PEG ditambahkan sebagai penstabil nanopartikel perak. Untuk meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak pada waktu pengujian logam, perlu ditambahkan NaCl 1 M.

4.7 Pengujian logam tembaga (Cu^{2+}) dalam udang windu dengan nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B

Tujuan jangka panjang dari penelitian ini adalah dapat mengaplikasikan nanopartikel perak sebagai metode alternatif untuk menguji kandungan logam pencemar dalam udang windu (*Penaeus monodon*). Diharapkan metode pengujian logam dengan nanopartikel perak ini dapat diaplikasikan untuk analisis langsung di lapangan secara praktis, cepat, dan bersifat semikuantitatif. Oleh karena itu, perlu diteliti lebih lanjut mengenai prosedur preparasi sampel yang praktis dan cepat sebelum diuji dengan larutan nanopartikel perak. Sebagai pijakan awal, preparasi sampel udang windu (*Penaeus monodon*) dilakukan sesuai dengan metode preparasi sampel untuk SSA, yaitu dengan destruksi basah menggunakan asam pekat. Destruksi basah sampel dilakukan dengan tujuan untuk memutuskan ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga bereaksi dengan nanopartikel perak.

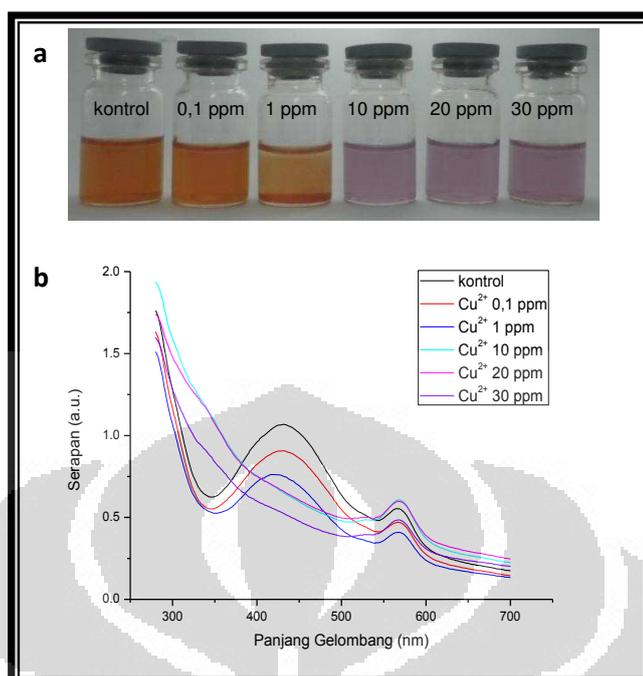
Sampel berupa udang windu (*Penaeus monodon*) segar diambil dari Pasar Pelelangan Ikan (PPI) Muara Angke, Jakarta Utara. Udang windu yang dianalisis dipilih dari tempat tersebut karena berdasarkan penelitian sebelumnya, udang windu yang berasal dari teluk Jakarta tersebut terbukti telah tercemar logam tembaga meskipun masih dalam ambang batas yang diizinkan BPOM (Febriyeni, 2010).

Preparasi sampel dilakukan dengan cara seluruh sampel udang dicuci terlebih dahulu. Kemudian, sampel udang dihaluskan hingga homogen. Sampel

dimasukkan ke dalam cawan penguap, lalu berat sampel basah dan cawan penguap ditimbang. Kemudian, cawan penguap ditutup dengan aluminium foil untuk mengurangi kontaminasi dari debu selama pengeringan (Febriyeni, 2010). Sampel dalam cawan penguap tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 105° C (Rahman, 2006). Setelah sampel menjadi kering, didinginkan dalam desikator selama 30 menit, lalu dilakukan penimbangan dan penghitungan susut pengeringan.

Metode destruksi yang digunakan untuk sampel udang adalah destruksi basah. Sampel serbuk ditimbang secara seksama sebanyak 0,5 gram menggunakan cawan penguap, ditambahkan HNO₃ pekat (65%) sebanyak 10 mL, dipanaskan di atas hot plate, dan dibiarkan hingga volume menyusut dan larutan jernih (Rahman, 2006). Setelah proses destruksi basah selesai, larutan didinginkan hingga mencapai suhu kamar. Lalu, larutan hasil destruksi basah disaring dengan kertas saring ke dalam labu ukur 100,0 mL. Volume labu ukur dicukupkan dengan aquabidest hingga garis batas (Febriyeni, 2010). Filtrat jernih hasil destruksi basah kemudian digunakan untuk pengujian tembaga (Cu²⁺) dengan nanopartikel perak.

Jika filtrat jernih hasil destruksi basah diuji dengan nanopartikel dengan nanopartikel perak, maka akan terjadi perubahan warna yang diharapkan asalkan kadar Cu²⁺ dalam sampel udang windu minimal 1 ppm. Namun, kadar Cu²⁺ dalam sampel udang windu diasumsikan sangat rendah, yaitu kurang dari 1 ppm. Dengan demikian, tidak dapat dilihat pengaruh matriks sampel udang windu terhadap perubahan warna dalam pengujian Cu²⁺ menggunakan nanopartikel perak. Untuk dapat mengetahui pengaruh matriks sampel, maka udang windu yang dianalisis harus mengandung Cu²⁺ minimal 1 ppm. Oleh karena itu, sampel udang windu sebelum didestruksi perlu ditambahkan Cu²⁺ dengan berbagai konsentrasi, yaitu 0,1 ppm; 1 ppm; 10 ppm; 20 ppm; dan 30 ppm.

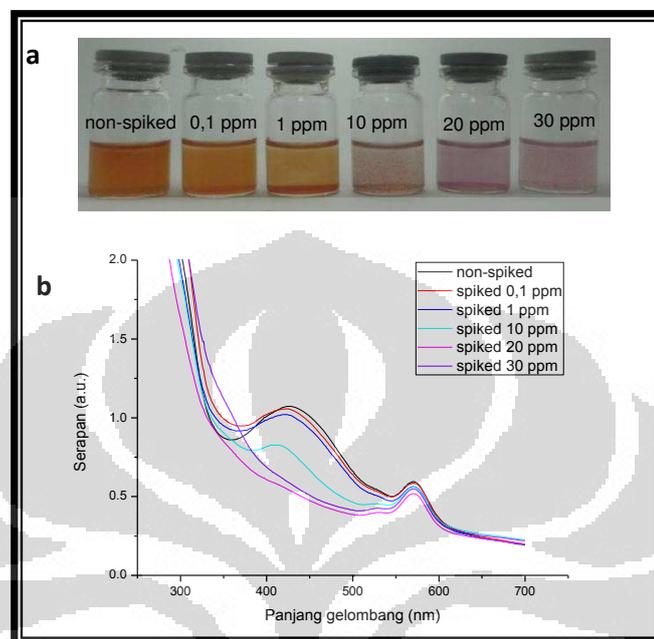


Gambar 4.24 (a) Foto dan (b) spektrum serapan pengujian larutan analit Cu^{2+} menggunakan nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 dan rhodamin B serta ditambahkan NaCl 1 M

Sebelum diujikan ke filtrat hasil destruksi basah, nanopartikel perak diujikan terlebih dahulu ke larutan analit Cu^{2+} dengan konsentrasi yang tersebut di atas, yaitu 0,1 ppm; 1 ppm; 10 ppm; 20 ppm; dan 30 ppm. Hasilnya, pada Cu^{2+} 10 ppm; 20 ppm; dan 30 ppm mengalami perubahan warna dari coklat menjadi merah muda, sedangkan pada Cu^{2+} 1 ppm terjadi pengendapan sehingga terbentuk warna coklat muda (Gambar 4.24).

Pada sampel udang windu yang ditambahkan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi, dilakukan destruksi basah, kemudian diuji dengan nanopartikel perak termodifikasi PEG-rhodamin B dan ditambahkan NaCl. Hasilnya ternyata sesuai dengan pengujian pada larutan analit Cu dengan konsentrasi yang sama. Pada filtrat udang windu yang ditambahkan Cu^{2+} 10 ppm; 20 ppm; dan 30 ppm mengalami perubahan warna dari coklat menjadi merah muda, sedangkan pada filtrat yang ditambahkan Cu^{2+} 1 ppm terbentuk warna coklat muda (Gambar 4.25). Hal ini menunjukkan bahwa destruksi basah sampel menggunakan HNO_3 pekat yang dibantu dengan pemanasan dapat diaplikasikan untuk preparasi sampel

udang windu untuk pengujian Cu dikarenakan proses destruksi basah tersebut mampu melepaskan Cu yang terikat dalam matriks sampel menjadi Cu bebas yang akan bereaksi dengan nanopartikel perak.



Gambar 4.25 (a) Foto dan (b) spektrum serapan pengujian Cu dalam sampel udang windu menggunakan nanopartikel perak termodifikasi PEG 400 dan rhodamin B serta ditambahkan NaCl 1 M

BAB 5

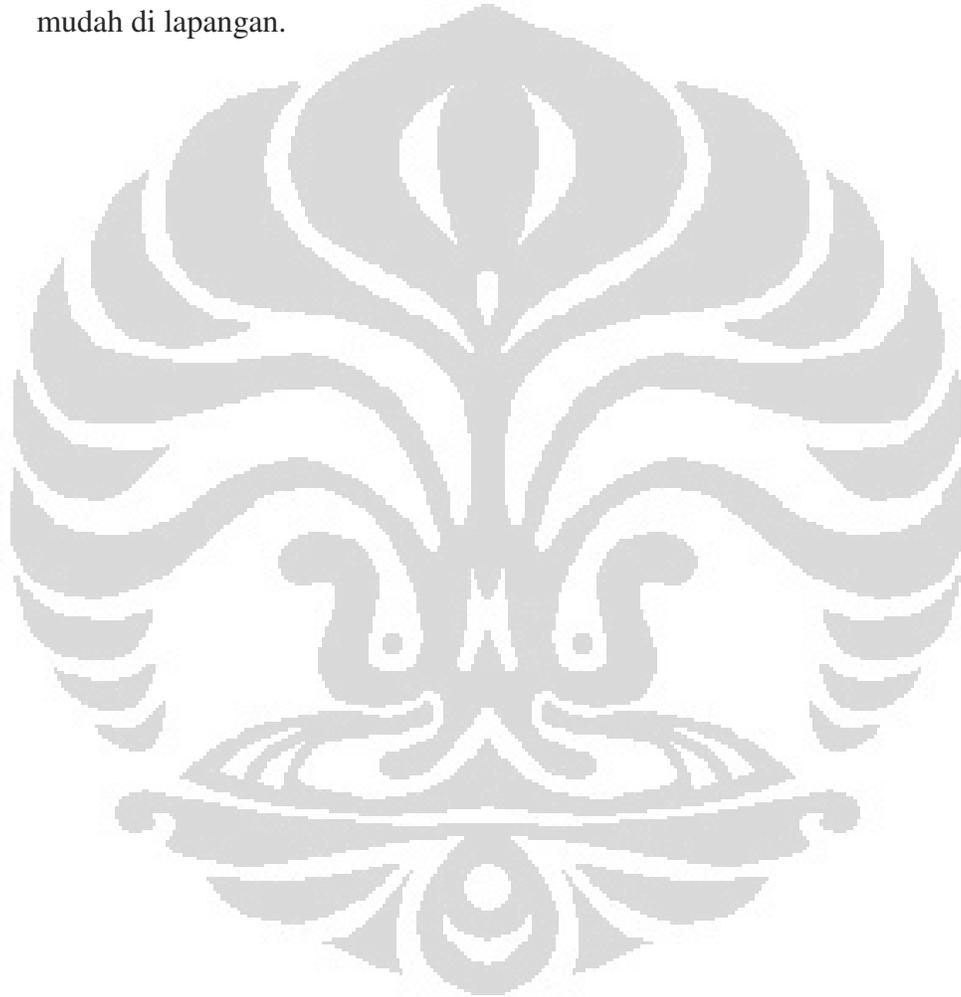
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Nanopartikel perak (NPP) memiliki kemampuan untuk mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} hingga konsentrasi 500 ppm, dimana perubahan warna yang terjadi yaitu dari coklat menjadi tidak berwarna. Penambahan PEG dan rhodamin B tidak meningkatkan selektivitas NPP. Modifikasi NPP dengan rhodamin B 0,01 atau 0,05 mM membuat pengamatan terjadinya perubahan warna pada waktu pengujian Cu^{2+} dan Hg^{2+} menjadi lebih mudah karena perubahan warna yang terjadi, yaitu dari coklat menjadi merah muda. Rhodamin B 0,1 mM meningkatkan sensitivitas nanopartikel, yaitu dari mendeteksi Cu^{2+} dan Hg^{2+} pada 500 ppm menjadi 100 ppm. Namun, rhodamin B dengan konsentrasi 0,1 mM atau lebih dapat mempercepat terjadinya agregasi nanopartikel. Berdasarkan karakterisasi secara spektrofotometri UV-Vis, PEG 400 berperan dalam meningkatkan stabilitas NPP dengan menjaga homogenitas dari distribusi ukuran nanopartikel. Dari tiga konsentrasi PEG 400 yang diujicobakan, yaitu 1 %; 2 %; dan 5 %, konsentrasi PEG 400 2 % cenderung yang paling optimal dalam meningkatkan stabilitas NPP.
2. Peningkatan sensitivitas nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B dicapai dengan penambahan senyawa garam anorganik. Penambahan NaCl 1 M meningkatkan sensitivitas nanopartikel perak termodifikasi, yaitu dapat mendeteksi Cu^{2+} 1 ppm dan Hg^{2+} 100 ppm.
3. Sampel udang windu (*Penaeus monodon*) perlu didestruksi menggunakan asam pekat, sebelum kandungan logamnya dianalisis menggunakan nanopartikel perak termodifikasi PEG dan rhodamin B yang ditambahkan NaCl 1 M. Filtrat hasil destruksi dari sampel udang windu yang telah ditambahkan logam tembaga memberikan perubahan warna yang sesuai dengan larutan analit Cu^{2+} pada konsentrasi 1 ppm atau lebih.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian mengenai pengaruh panjangnya rantai polietilen glikol (PEG) terhadap nanopartikel perak sebagai indikator logam.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai metode preparasi sampel udang windu (*Penaeus monodon*) yang lebih praktis dan cepat agar aplikasi nanopartikel perak sebagai indikator logam dalam sampel dapat dilakukan secara mudah di lapangan.



DAFTAR ACUAN

- Ahmad, F. (2009). Tingkat Pencemaran Logam Berat dalam Air Laut dan Sedimen di Perairan Pulau Muna, Kabaena, dan Butan Sulawesi Tenggara. *Makara Sains* 13(2): 117-124
- Badan Standardisasi Nasional. (2006). SNI 01-2354.6-2006. Cara uji kimia – Bagian 6: Penentuan kadar logam berat merkuri (Hg) pada produk perikanan. Jakarta: BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2009). SNI 6989.6:2009. Air dan limbah - Bagian 6: Cara uji tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala. Jakarta: BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2009). SNI 7387:2009. Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan. Jakarta: BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2011). SNI 2354.5:2011. Cara uji kimia – Bagian 5: Penentuan kadar logam berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada produk perikanan. Jakarta: BSN.
- Caro, C., Castillo, P.M., Klippstein, R., Pozo, D., dan Zaderenko, A.P. (2010). Silver nanoparticles: sensing and imaging applications. Januari 5, 2012. <http://www.scribd.com/doc/94619311/Silver-Nano-Particles>
- Chumanov, G. dan Evanoff, D.D. (2005). Synthesis and Optical Properties of Silver Nanoparticles and Arrays. *ChemPhysChem* 2005, 6, 1221 – 1231 Januari 14, 2012. <http://www.chemphyschem.org>
- Cui, Z., Han, C., Li, H. (2011, Februari). Dual-signal fenamithion probe by combining fluorescence with colorimetry based on Rhodamine B modified silver nanoparticles. *Analyst*, 136, 1351–1356. Juni 24, 2012. <http://www.pubs.rsc.org/>
- Darmono. (1995). *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Darmono. (2001). *Lingkungan Hidup dan Pencemaran: Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam*. Jakarta: UI-Press.
- De, S., Pal, A., Jana, N.R., dan Pal, T. (1999, Agustus). Anion effect in linear silver nanoparticle aggregation as evidenced by efficient fluorescence quenching and SERS enhancement. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 131 (2000), 111–123. Januari 20, 2012. <http://www.elsevier.nl/locate/jphotochem>

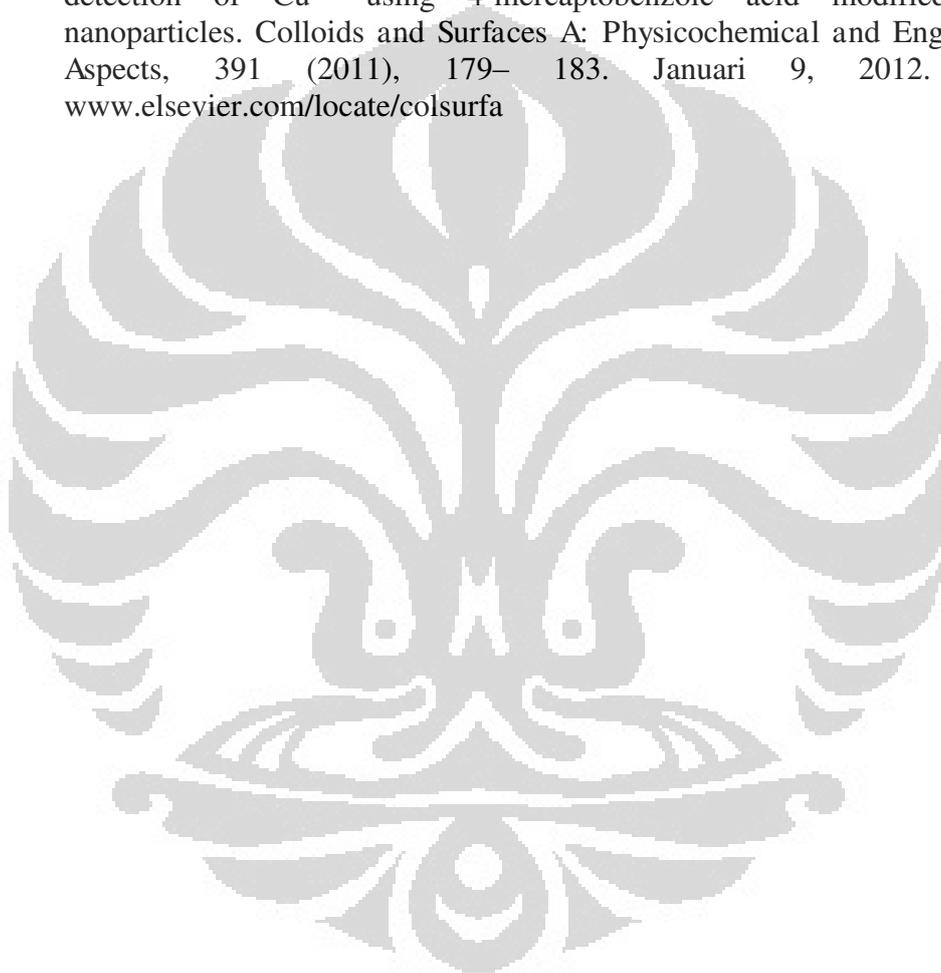
- Dong, X., Gu, H., Kang, J., Yuan, X., dan Wu, J. (2010). Comparative study of surface-enhanced Raman scattering activities of three kinds of silver colloids when adding anions as aggregating agents. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 368 (2010), 142–147. Januari 20, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/colsurfa>
- Dong, X., Gu, H., dan Liu, F. (2011, Juli). Study of the surface-enhanced Raman spectroscopy of residual impurities in hydroxylamine-reduced silver colloid and the effects of anions on the colloid activity. *Spectrochimica Acta Part A*, 88 (2012), 97–101. Desember 4, 2011. <http://www.elsevier.com/locate/saa>
- Duruibe, J. O., Ogwuegbu, M. O. C., dan Egwurugwu, J. N. (2007, April). Heavy Metal Pollution and Human Biotoxic Effect. *International Journal of Physical Sciences*, 2 (5), 112-118. Januari 12, 2012. <http://www.academicjournals.org/IJPS>
- Febriyeni, N.D. (2010). Analisis Tembaga, Kadmium, dan Timbal dalam Udang Jerbung dan Udang Pacet secara Spektrofotometri Serapan Atom. Depok: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
- Gbaruko, B. C., Friday, O. U. (2006, September). Bioaccumulation of heavy metals in some fauna and flora. *International Journal of Environment and Science Technology*, 4 (2), 197-202. Januari 20, 2012. <http://www.ceers.org/ijest/issues/full/v4/n2/402005.pdf>
- Handayani, W. (2011). Pemanfaatan Tumbuhan Tropis untuk Biosintesis Nanopartikel Perak dan Aplikasinya sebagai Indikator Kolorimetri Keberadaan Logam Berat. Depok: Departemen Biologi FMIPA Universitas Indonesia.
- Holler, F. J., Skoog, D. A., dan Crouch, S. R. (2007). *Principles of Instrumental Analysis* (6th ed.). hal 955-957. USA: Brooks/Cole.
- Institute for Physics and Nanotechnology, Aalborg University. (2005). *Silver Nanoparticles*. Aalborg: Institute for Physics and Nanotechnology, Aalborg University. Januari 4, 2012. <http://epetit.dk/files/projects/p3.pdf>
- Jain, D., Daima, H.K., Kachhwaha, S., dan Kothari, S.L. (2009). Synthesis of Plant-Mediated Silver Nanoparticles Using Papaya Fruit Extract and Evaluation of Their Anti Microbial Activities. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 4 (3), 557 – 563. Desember 15, 2011. http://www.chalcogen.infim.ro/557_Jain.pdf
- Jha, A.K., Prasad, K., Prasad, K. dan Kulkarni, A.R. (2009, Mei). Plant sistem: Nature's nanofactory. *Colloids and Surface B: Biointerfaces* 73, 219—223. Januari 27, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/colsurfb>

- Jian, L., You, S., dan Cheng Z.H. (2008) Visual colorimetric detection of berberine hydrochloride with silver nanoparticles. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 47 (2008), 860–864. Januari 24, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/jpba>
- Kesharwani, J., Yoon, K.Y., Hwang, J., dan Rai, M. (2009). Phytofabrication of Silver Nanoparticles by Leaf Extract of Datura metel: Hypothetical Mechanism Involved in Synthesis. *Journal of Bionanoscience*, 3 (1), 1–6. Januari 9, 2012. http://www.aspbs.com/jbns/contents_job2009.htm
- Lestari dan Edward. (2004). Dampak pencemaran logam berat terhadap kualitas air laut dan sumber daya perikanan (Studi kasus kematian massal ikan-ikan di Teluk Jakarta). *Makara Sains* 8(2): 52—58. Januari 9, 2012. <http://journal.ui.ac.id/science/article/view/414/410>
- Li, H. dan Bian, Y. (2009). Selective colorimetric sensing of histidine in aqueous solutions using cysteine modified nanoparticles in the presence of Hg^{2+} . *Nanotechnology*, 20, 145502. Juni 27, 2012.
- Li, H., Zheng, Q., & Han, C. (2010, Maret). Click synthesis of podand triazole-linked gold nanoparticles as highly selective and sensitive colorimetric probes for lead(II) ions. *The Royal Society of Chemistry* 135: 1360-1364. Desember 21, 2011. <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2010/an/c0an00023j>
- Li, H., Tian, D., dan Yao, Y. (2009, Oktober). Cooperative Binding of Biofunctionalized and Click-Synthesized Silver Nanoparticles for Colorimetric Co^{2+} Sensing. *American Chemical Society*. 2 (3), 684-690. Februari 15, 2012. <http://www.acsami.org>
- Li, H., Yao, Y., Han, C., dan Zhan, J. (2009, Juni). Triazole-ester modified silver nanoparticles: click synthesis and Cd^{2+} colorimetric sensing. *Chemical Community*, 2009, 4812–4814. Januari 7, 2012. <http://www.rsc.org/chemcomm>.
- Li, H., Cui, Z., dan Han, C. (2009, Maret). Glutathione-stabilized silver nanoparticles as colorimetric indikator for Ni^{2+} ion. *Indicators and Actuators B*, 143 (2009), 87–92. Desember 17, 2011. <http://www.elsevier.com/locate/snb>
- Luo, C., Zhang, Y., Zeng, X., Zeng, Y., dan Wang, Y. (2004, Juni). The role of poly(ethylene glycol) in the formation of silver nanoparticles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 288 (2005), 444–448. April 16, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/jcis>.
- Malvern. (2012). Zetasizer Range. Mei 29, 2012. <http://www.malvern.com/labeng/products/zetasizer/zetasizer.htm>
- Merwe, P. A. (2012). Surface Plasmon Resonance. Mei 28, 2012. <http://users.path.ox.ac.uk/~vdmerwe/internal/spr.pdf>

- Miller, J. C., Serrato, R., Cardenas, J. M. R., dan Kundahl, G. (2005). *The Handbook of Nanotechnology*. Kanada: John Wiley & Sons, Inc.
- Nagarajan, R. dan T. A. Hatton (Eds.). (2008). *Nanoparticles: synthesis, stabilization, passivation, and functionalization*. American Chemical Society: 1—14. London: Oxford University Press.
- Nybakken, J.W. (1992). *Biologi Laut: Suatu Pendekatan Biologis*. (Muhammad Eidman, Penerjemah). Jakarta: PT Gramedia.
- Oldenburg, S.J. (2012). *Silver nanoparticles: Properties and Applications*. Mei 27, 2012. <http://www.sigmaaldrich.com/materials-science/nanomaterials/silver-nanoparticles.html>
- Park et al. (2010). Salt effects on the physical properties of magnetite nanoparticles synthesized at different NaCl concentrations. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 367 (2010), 41–46. April 22, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/colsurfa>
- Poole Jr., C.P. & F.J. Owens. (2003). *Introduction to nanotechnology*. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey : xii + 388 hlm.
- Polysciences, Inc. (2008, September). *Bio and Chemical Attributes of Polyethylene Glycol Coated Gold Nanoparticles*. 780, 1-2. Juni 24, 2012.
- Rahman, A. (2006). Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Beberapa Jenis Krustasea Di Pantai Batakan dan Takisung Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan. *Bioscientiae* 3: 93-101. Januari 9, 2012. <http://www.scribd.com/doc/67970610/v3n2-rahman-3>
- Ravindran et al. (2011). Selective colorimetric sensing of cysteine in aqueous solutions using silver nanoparticles in the presence of Cr³⁺. *Talanta*, 85, 533-540. Juni 27, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/talanta>
- Ruppert, E.E. & Bornes, R.D. (1994). *Invertebrate Zoology* (6th ed.). Florida: Saunders College Publishing.
- Sembiring, H. (2008). *Keanekaragaman dan Distribusi Udang Serta Kaitannya dengan Faktor Fisik Kimia di Perairan Pantai Labu Kabupaten Deli Serdang*. Medan: Sekolah Pascasarjana USU. Januari 9, 2012. <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/5809/1/09E00129.pdf>
- Shameli et al. (2012). Synthesis and Characterization of Polyethylene Glycol Mediated Silver nanoparticles by the Green Method. *International Journal of Molecular Sciences*, 13, 6639-6650. Juni 27, 2012. <http://www.mdpi.com/journal/ijms>

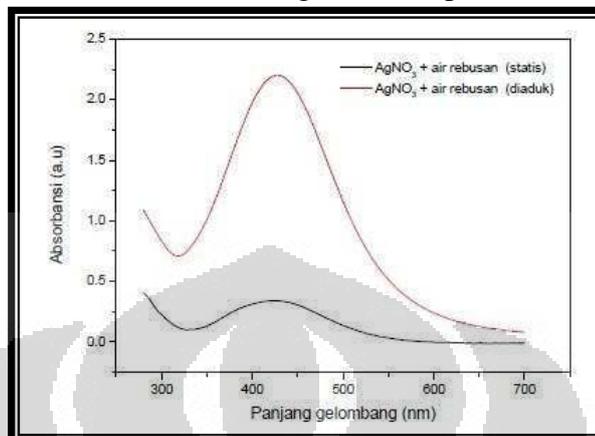
- Shankar, S.S., Ahmad, A., dan Sastry, M. (2003, Januari). Geranium Leaf Assisted Biosynthesis of Silver Nanoparticles. *Biotechnology Prog.*, 19, 1627-1631. Desember 30, 2011. <http://www.mendeley.com/research/geranium-leaf-assisted-biosynthesis-of-silver-nanoparticles/>
- Shankar, S.S., Rai, A., Ahmad, A., dan Sastry, M. (2004). Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core–Ag shell nanoparticles using Neem (*Azadirachta indica*) leaf broth. *Journal of Colloid and Interface Science* 275(4): 496–502. Desember 28, 2011. <http://www.mendeley.com/research/rapid-synthesis-au-ag-bimetallic-au-coreag-shell-nanoparticles-using-neem-azadirachta-indica-leaf-broth/>
- Shkillnyy, A., Souce, M., Dubois P, Warmont, F., Saboungi, M., Chourpa, I. (2009, Juli). Poly(ethylene glycol)-stabilized silver nanoparticles for bioanalytical applications of SERS Spectroscopy. *The Royal Society of Chemistry 2009*, 134, 1868-1872. Mei 25, 2012. <http://rsc.org/analyst>
- Solomon, S.D., Bahadory, M., Jeyarajasingam, A.V., Rutkowsky, S.A., dan Boritz, C. (2007). Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. *Journal of Chemical Education*, 84 (2), 321-325. Februari 9, 2012. <http://www.JCE.DivCHED.org>
- Sumich, James L. (1992). *An Introduction to the Biology of Marine Life* (5th ed.). USA: Wm. C. Brown Publishers.
- The Merck Index, *An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biological* (12th Ed.). (1996). New Jersey: Merck & Co, Inc.
- Tian, S.H., Yan, H. W., Jing, Y. J., Zi, L. J. (2007, Juli). PEG-stabilized palladium nanoparticles: An efficient and recyclable catalyst for the selective hydrogenation of 1,5-cyclooctadiene in thermoregulated PEG biphasic system. *Chinese Chemical Letters*, 19 (2008), 102–104. April 14, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/ccllet>.
- Varshney, R., Mishra, A.N., Bhadauria, S., dan Gaur, M.S. (2009). A Novel Microbial Route to Synthesize Silver Nanoparticles Using Fungus *Hormoconis Resinae*. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructure*, 4 (2), 349 – 355. Desember, 2011. http://www.chalcogen.infim.ro/349_Ratnika-Varshney.pdf
- Verheij, E.W.M. dan R.E. Coronel (eds.). (1997). *Plant Resources of South-East Asia 2: Buah-buahan yang dapat dimakan*. Jakarta: Gramedia.
- Wade, A. dan Weller, P. J., (Ed.) (1994). *Handbook of Pharmaceutical Excipients* (2nd ed). Washington: American Pharmaceutical Association.
- Wang, Y., Yang, F., dan Yang, X. (2010). Colorimetric Detection of Mercury(II) Ion Using Unmodified Silver Nanoparticles and Mercury-Specific Oligonucleotides. *American Chemical Society*, 2 (2), 339–342. Desember 2, 2011. <http://www.acsami.org>.

- Yoosaf, K., Ipe, B.I., Suresh, C.H. dan Thomas, K.G. (2007). In Situ Synthesis of Metal Nanoparticles and Selective Naked-Eye Detection of Lead Ions from Aqueous Media. *J. Phys. Chem. C*, 111 (34), 12839-12847. Agustus 8, 2011. <http://www.pubs.acs.org>.
- Zhang, W., Wang, L., dan Jiang, W. (2011, April). Label free DNA detection based on gold nanoparticles quenching fluorescence of Rhodamine B. *Talanta*, 85 (2011), 725–729. April 29, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/talanta>
- Zhou, Y., Zhao, H., He, Y., Ding, N., dan Cao, Q. (2011, Januari). Colorimetric detection of Cu^{2+} using 4-mercaptobenzoic acid modified silver nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 391 (2011), 179– 183. Januari 9, 2012. <http://www.elsevier.com/locate/colsurfa>



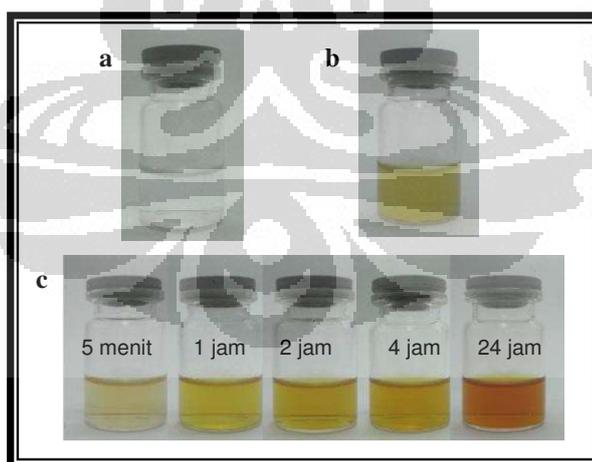


Lampiran 1 Spektrum serapan yang merupakan perbandingan antara campuran AgNO_3 dan air rebusan daun Bisbul dengan dan tanpa dilakukan pengadukan

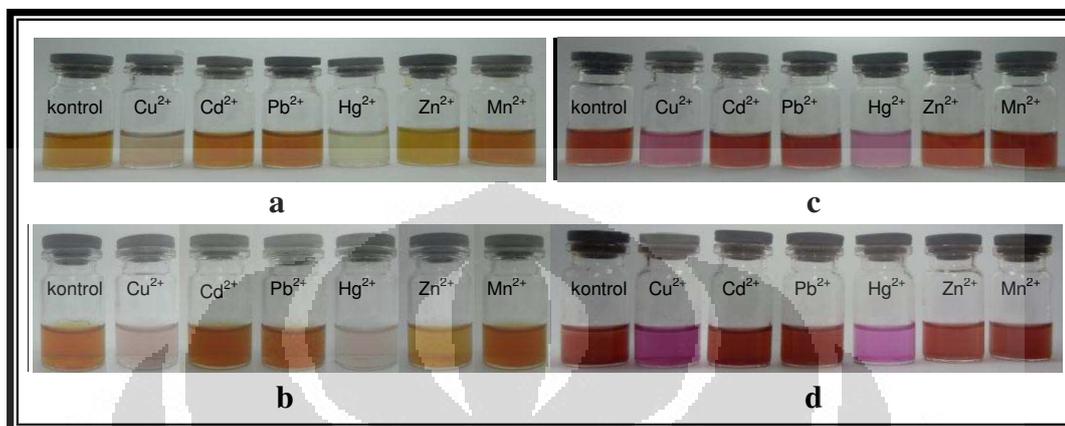


[Sumber: Handayani, 2011]

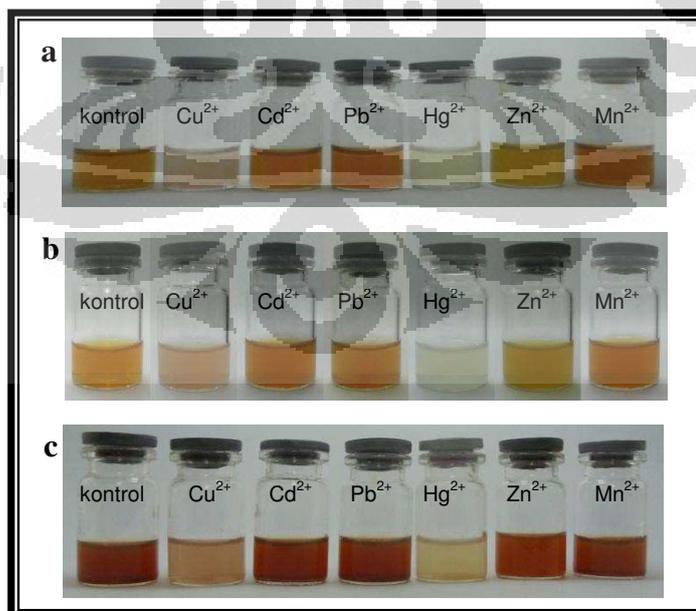
Lampiran 2 Gambar larutan (a) AgNO_3 1 mM; (b) air rebusan daun bisbul (*Diospyros discolor*); dan (c) nanopartikel perak dalam fungsi waktu



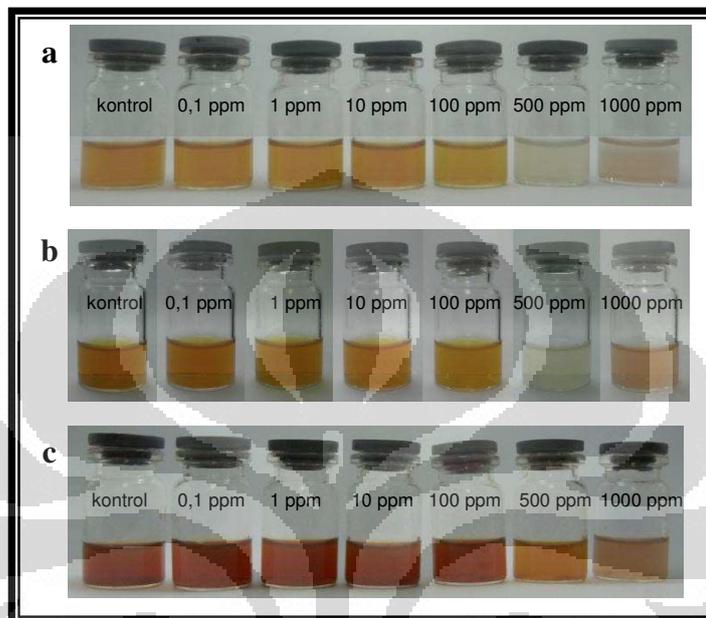
Lampiran 3 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi rhodamin B 0,01 mM; dan (c) termodifikasi rhodamin B 0,05 mM terhadap berbagai larutan logam



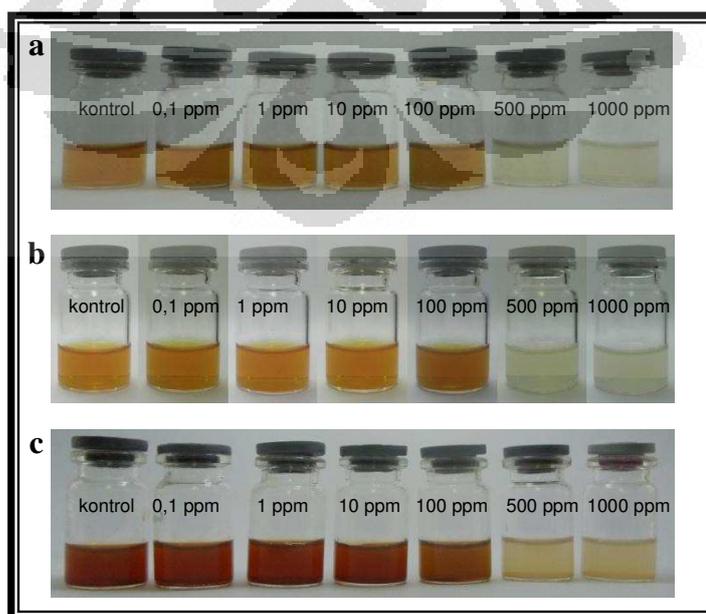
Lampiran 4 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap berbagai larutan logam



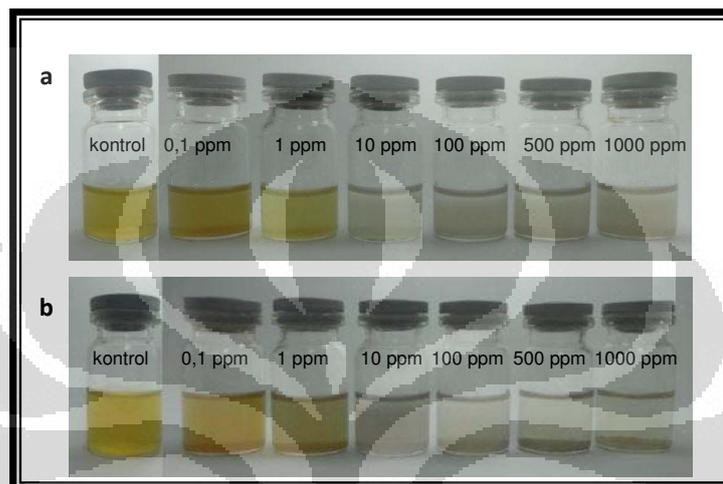
Lampiran 5 Hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi



Lampiran 6 Foto hasil pengujian larutan nanopartikel perak (a) tanpa modifikator; (b) termodifikasi PEG 1 %; dan (c) termodifikasi PEG 2 % terhadap Hg^{2+} dengan berbagai konsentrasi



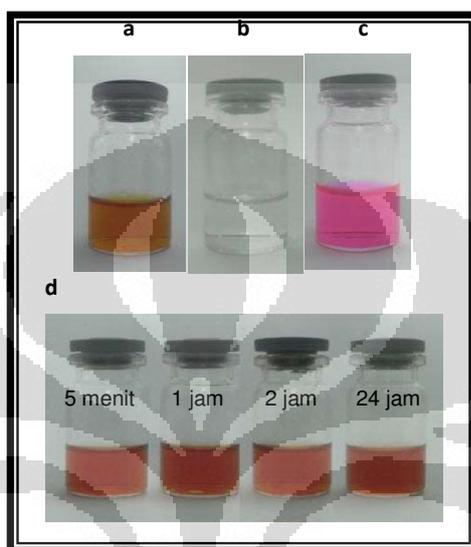
Lampiran 7 Foto hasil pengujian larutan nanopartikel perak yang ditambahkan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi



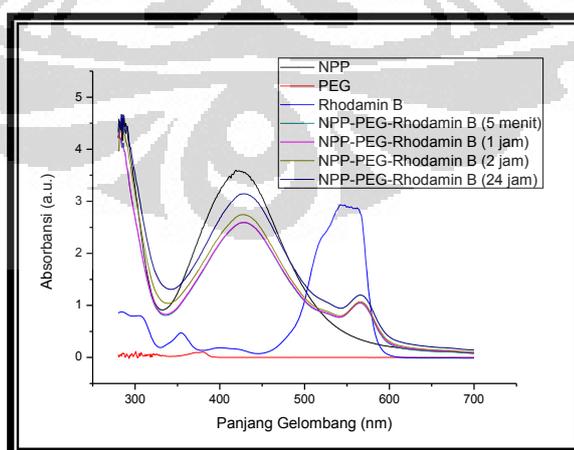
Lampiran 8 Foto hasil pengujian larutan nanopartikel perak termodifikasi Rhodamin B yang ditambahkan NaCl 1 M (a) dengan pengadukan; (b) tanpa pengadukan terhadap larutan Cu^{2+} dengan berbagai konsentrasi



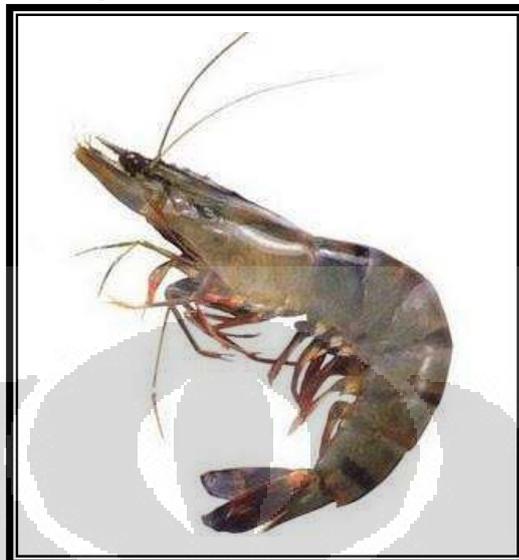
Lampiran 9 Gambar larutan (a) nanopartikel perak yang berumur 24 jam; (b) polietilenglikol (PEG) 400 2%; (c) rhodamin B 0,05 mM; dan (d) modifikasi nanopartikel perak dengan PEG 2 % dan rhodamin B 0,05 mM



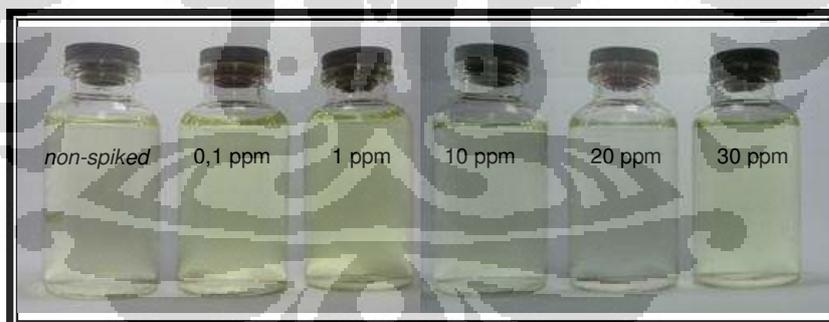
Lampiran 10 Spektrum serapan larutan nanopartikel perak termodifikasi PEG 2 % dan rhodamin B 0,05 mM



Lampiran 11 Gambar udang windu (*Penaeus monodon*)



Lampiran 12 Gambar filtrat udang windu, baik yang non-spiked maupun ditambahkan Cu dengan berbagai konsentrasi.

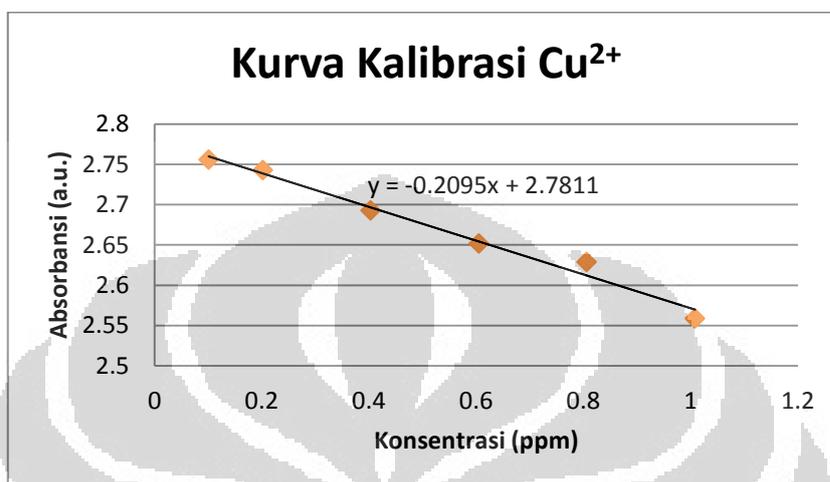


Lampiran 13 Tabel rangkuman hasil pengujian logam dengan nanopartikel perak

Nanopartikel Perak Termodifikasi	Logam yang mampu terdeteksi (ppm)					
	Cu ²⁺	Hg ²⁺	Cd ²⁺	Pb ²⁺	Zn ²⁺	Mn ²⁺
Tanpa modifikator	500	500	-	-	-	-
➤ PEG 1%	500	500	-	-	-	-
➤ PEG 2 %	500	500	-	-	-	-
➤ PEG 5 %	500	500	-	-	-	-
➤ Rhodamin B 0,01 mM	500	500	-	-	-	-
➤ Rhodamin B 0,05 mM	500	500	-	-	-	-
➤ Rhodamin B 0,1 mM	100	100	-	-	-	-
➤ Rhodamin B 1 mM	-	-	-	-	-	-
PEG 2 % dan rhodamin B 0,05 mM	500	500	-	-	-	-
NaCl 0,1 M	100	100	-	-	-	-
NaCl 1 M	1	100	-	-	-	-
Na ₂ SO ₄ 1 M	100	100	-	-	-	-
Rhodamin B 0,05 mM dan NaCl 1 M	1	100	-	-	-	-
PEG 2 %, rhodamin B 0,05 mM dan NaCl 1 M	1	100	-	-	-	-

Keterangan: Hasil di atas didasarkan pada pengamatan perubahan warna nanopartikel perak, yaitu dari coklat menjadi tidak berwarna. Namun, pada larutan nanopartikel perak yang mengandung rhodamin B, perubahan warna yang terjadi adalah dari coklat menjadi merah muda.

Lampiran 14 Perhitungan nilai LOD dan LOQ dari kurva kalibrasi Cu^{2+} (diuji dengan nanopartikel termodifikasi PEG dan rhodamin B, ditambahkan NaCl 1 M) menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis



Keterangan: $\lambda_{\text{maks}} = 438 \text{ nm}$

Persamaan kurva kalibrasi $y = -0,2095x + 2,7811$

$R = -0,991766$

Konsentrasi (x)	Absorbansi (y)	Yi	$(y-y_i)^2$
1,008	2,559	2,570	0,000121
0,806	2,629	2,612	0,000289
0,605	2,652	2,654	0,000004
0,403	2,693	2,696	0,000009
0,202	2,743	2,739	0,000016
0,101	2,756	2,760	0,000016
$\Sigma =$			0,000455

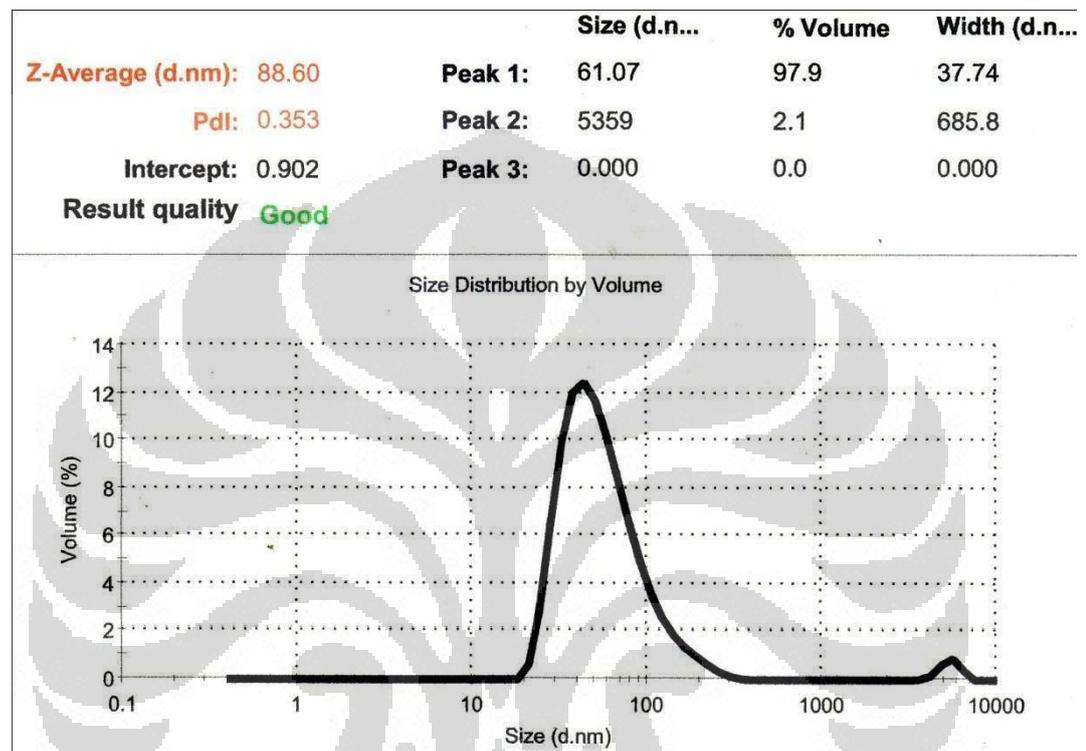
$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}}$$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{0,000455}{4}} = 0,010665$$

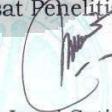
$$\text{LOD} = \frac{3 S(y/x)}{b} = \frac{3 \times 0,010665}{0,2095} = 0,153 \text{ ppm}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 S(y/x)}{b} = \frac{10 \times 0,010665}{0,2095} = 0,509 \text{ ppm}$$

Lampiran 15 Hasil pengukuran ukuran partikel nanopartikel perak oleh alat Particle Size Analyzer (PSA)



Lampiran 16 Hasil determinasi daun Bisbul (*Diospyros discolor* Willd.) oleh LIPI

		LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA (Indonesian Institute of Sciences) PUSAT PENELITIAN BIOLOGI (Research Center for Biology) Jl. Raya Jakarta - Bogor Km. 46 Cibinong 16911, Indonesia P.O Box 25 Cibinong Telp. (021) 87907636 - 87907604 Fax. 87907612	
		Cibinong, 8 Maret 2012	
Nomor	: 348/IPH.1.02/If.8/III/2012		
Lampiran	: -		
Perihal	: Hasil identifikasi/determinasi Tumbuhan		
Kepada Yth. Bpk./Ibu/Sdr(i). Suci Trisnaeni Mhs. Univ. Indonesia Jakarta			
Dengan hormat, Bersama ini kami sampaikan hasil identifikasi/determinasi tumbuhan yang Saudara kirimkan ke "Herbarium Bogoriense", Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi-LIPI Bogor, adalah sebagai berikut :			
No.	No. Kol.	Jenis	Suku
1	Bisbul	<i>Diospyros discolor</i> Willd.	Ebenaceae
Demikian, semoga berguna bagi Saudara.			
		Kepala Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi-LIPI,  Dr. Joeni Setijoe Rahajoe NIP. 196706241993032004	
D:\Ident 2012\Suci Trisnaeni.doc\IS-DG		Page 1 of 1	

Lampiran 17 Sertifikat analisis $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$

Certificate of Analysis

M

1.19788.0500 Copper standard solution traceable to SRM from NIST
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ in HNO_3 0,5 mol/l 1000 mg/l Cu CertiPUR®

Batch HC753098

Batch Value

Concentration: β (Cu)

1000 mg/l

Determination method: Complexometric titration
 (traceable to NIST - SRM 682)

Accuracy of the method: ± 2 mg/l

Test date (DDMMYYYY): 27.04.2007

Minimum shelf life (DDMMYYYY): 30.04.2010

Wolfgang Gerzard

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature

Lampiran 18 Sertifikat analisis $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Certificate of Analysis



1.07398.0100 Lead(II) nitrate for analysis EMSURE®
ACS, Reag. Ph. Eur.

Batch A0241088

	Spec. Values		Batch Values	
	Value	Unit	Value	Unit
Assay (complexometric)	≥ 99.5	%	99.7	%
Insoluble substances	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Chloride (Cl)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Ca (Calcium)	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Cu (Copper)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Fe (Iron)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
K (Potassium)	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Na (Sodium)	≤ 0.02	%	≤ 0.02	%

Test date (DD.MM.YYYY): 28.11.2010
Minimum shelf life (DDMM.YYYY): 30.11.2015

Dr. Matthias Ohm

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature

Lampiran 19 Sertifikat analisis NaCl

Certificate of Analysis

M

1.06400.1000 Sodium chloride EMPROVE® Ph Eur, BP, USP
 Batch K91081300

	Spec. Values		Batch Values	
Assay (spectrometric; calculated on dried substance)	99.5 - 100.5	%	99.9	%
Identity	passes test		passes test	
Appearance of solution	passes test		passes test	
Acidity or alkalinity	passes test		passes test	
Bromide (Br)	< 0.005	%	< 0.005	%
Hexacyanoferrate (Fe(CN) ₆)	passes test		passes test	
Iodide (I)	passes test		passes test	
Nitrate (NO ₃)	passes test		passes test	
Phosphate (PO ₄)	< 0.0025	%	< 0.0025	%
Sulphate (SO ₄)	< 0.01	%	< 0.01	%
Heavy metals (as Pb)	< 0.0005	%	< 0.0005	%
As (Arsenic)	< 0.0001	%	< 0.0001	%
Ba (Barium)	passes test		passes test	
Cu (Copper)	< 0.002	%	< 0.002	%
Fe (Iron)	< 0.0002	%	< 0.0002	%
K (Potassium)	< 0.01	%	< 0.003	%
Mg (Magnesium)	< 0.001	%	< 0.001	%
NH ₄ (Ammonium)	< 0.002	%	< 0.002	%
Organic volatile impurities (according to USP)	Excluded by manufacture, handling and storage		Excluded by manufacture, handling and storage	
Loss on drying (130 °C)	< 0.5	%	< 0.1	%

Lampiran 20 Sertifikat analisis $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Specification

M

1.02733.0250 Copper(II) chloride dihydrate for analysis EMSURE®
ACS.Reag. Ph Eur

	Specification Values
Assay (iodometric)	min 99.0 %
Insoluble matter	max 0.01 %
pH-value (5 %; water)	3.0 - 3.8
Sulphate (SO_4)	max 0.005 %
Nitrate (NO_3)	max 0.015 %
Total nitrogen (N)	max 0.003 %
As (Arsenic)	max 0.0001 %
Cd (Cadmium)	max 0.005 %
Fe (Iron)	max 0.003 %
K (Potassium)	max 0.01 %
Na (Sodium)	max 0.02 %
Ni (Nickel)	max 0.001 %
Pb (Lead)	max 0.004 %

Conforms ACS, Reag Ph Eur.

Dr Matthias Oltm

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature

Lampiran 21 Sertifikat analisis HgCl₂

Specification

M

1.04419.0050 Mercury(II) chloride for analysis EMSURE®
Reag. Ph Eur, ACS

	Spec. Value
Assay	
complexometric	≥ 99.5 %
complexometric, calculated on dried substance	99.5 - 100.5 %
Identity	passes test
Appearance of solution	passes test
Solution in Et ₂ O	passes test
Acidity or alkalinity	passes test
Mercury(II)-chloride	passes test
Fe (less)	≤ 0.002 %
Residue after reduction	≤ 0.02 %
Loss on drying (24 h in Vacuum)	≤ 1.0 %

Corresponds to Reag. Ph Eur, AC

Dr. Matthias Ohm

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

Lampiran 22 Sertifikat analisis $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 

Certificate of Analysis

EMD Chemicals Inc.
480 Democrat Road
08027 GIBBSTOWN
USA

<http://certificates.merck.de>

Customer no.: 179228

Date of print: 19.03.2009

1.05999.9028 Manganese(II) sulfate monohydrate spray dried
EMPROVE® Ph Eur, USP, FCC

Batch F1508799

	Spec. Values	Batch Values
Assay		
complexometric, $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	98.0 - 102.0 %	99.7 %
mercurimetric, calc. on the ignited basis	99.0 - 101.0 %	100.2 %
Moisture	passes test	passes test
Appearance of solution	passes test	passes test
Chloride (Cl)	≤ 0.005 %	≤ 0.005 %
Heavy metals (as Pb)	≤ 0.002 %	≤ 0.002 %
As (Arsenic)	≤ 0.0003 %	≤ 0.0003 %
Ca (Calcium)	≤ 0.01 %	0.003 %
Fe (Iron)	≤ 0.001 %	≤ 0.001 %
Pb (Lead)	≤ 0.0004 %	≤ 0.0004 %
Se (Selenium)	≤ 0.003 %	≤ 0.003 %
Zn (Zinc)	≤ 0.005 %	≤ 0.005 %
Substances not precipitated by ammonium sulfide	≤ 0.5 %	≤ 0.5 %
Residual solvents (Ph. Eur./USP/ICH)	excluded by manufacturing process	excluded by manufacturing process
Organic volatile impurities (according to USP)	conforms	conforms
Loss on ignition (500 °C)	10.5 - 12.0 %	11.1 %

Lampiran 23 Sertifikat analisis ZnCl₂

Specification



1.08816.0250 Zinc chloride for analysis EMSURE®
ACS,ISO,Reag. Ph Eur

	Spec. Value	
Assay (complexometric, ZnCl ₂)	98.0 - 100.5	%
Identity	passes test	
Insoluble substances	≤ 0.005	%
pH-value (10 %, water)	4.6 - 5.5	
Nitrite (NO ₂)	≤ 0.003	%
Oxide chloride (as ZnO)	≤ 1.2	%
Sulfate (SO ₄)	≤ 0.002	%
Total nitrogen (N)	≤ 0.002	%
Aluminium, Calcium, Magnesium, Heavy metals, Iron	passes test	
Cd (Cadmium)	≤ 0.001	%
Cd (Cadmium)	≤ 0.0005	%
Cu (Copper)	≤ 0.001	%
Fe (Iron)	≤ 0.0005	%
K (Potassium)	≤ 0.02	%
Mg (Magnesium)	≤ 0.01	%
Na (Sodium)	≤ 0.005	%
NH ₄ (Ammonium)	≤ 0.005	%
Pb (Lead)	≤ 0.001	%

Dr. Andreas Lang

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature