

## **BAB III**

### **DASAR TEORI**

#### **3.1 Nanopartikel**

*Nano* dalam terminologi ilmiah berarti satu per satu milyar (0,000000001). Satu nanometer adalah seper seribu mikrometer, atau seper satu juta milimeter, atau seper satu milyar meter. Jika panjang pulau Jawa dianggap satu meter, maka diameter sebuah kelereng kira-kira sama dengan 10 nanometer (Arikawati, 2015).

Nanosains didefinisikan sebagai studi tentang fenomena dan manipulasi bahan pada skala molekuler dan makromolekuler, dimana sifatnya berbeda secara signifikan dari bahan yang berada di skala yang lebih besar. Nanoteknologi didefinisikan sebagai desain, karakterisasi, produksi dan penerapan struktur, perangkat dan sistem dengan mengontrol bentuk dan ukuran pada skala nanometer (Haryo, 2010).

Nanopartikel didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 – 100 nm (Abdullah dkk., 2008). Ukuran partikel yang sangat kecil tersebut dimanfaatkan untuk mendesain dan menyusun atau memanipulasi material sehingga dihasilkan material dengan sifat dan fungsi baru. Material nanopartikel telah banyak menarik peneliti karena material nanopartikel menunjukkan sifat fisika dan kimia yang sangat berbeda dari *bulk* materialnya, seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik. Ada dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) yaitu : (a) karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah dkk., 2008).

Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena-fenomena berikut ini. Pertama adalah fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik dan magnetisasi. Kedua adalah perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom. Fenomena ini berimbas pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut diharapkan dapat menjadi keunggulan nanopartikel dibandingkan partikel sejenis dalam keadaan *bulk* (Abdullah dkk., 2008).

Nanopartikel logam mempunyai struktur 3 dimensi berbentuk seperti bola (solid). Partikel ini dibuat dengan cara mereduksi ion logam menjadi logam yang tidak bermuatan (nol). Reaksi yang terjadi adalah (Hakim, Lukmanul; 2008):



$M^{n+}$  adalah ion logam yang akan dibuat menjadi nanopartikel. Contoh: Au, Pt, Ag, Pd, Co, Fe. Sedangkan contoh dari zat pereduksi adalah natrium sitrat, borohidrat,  $\text{NaBH}_4$  dan alkohol. Proses ini terjadi karena adanya transfer elektron dari zat pereduksi menuju ion logam. Faktor yang mempengaruhi dalam sintesis nanopartikel antara lain: konsentrasi reaktan, molekul pelapis (capping agent), temperatur dan pengadukan.

Pembentukan nanopartikel dengan keteraturan yang tinggi dapat menghasilkan pola yang lebih seragam dan ukuran yang seragam pula. Kebanyakan penelitian telah mampu menghasilkan nanopartikel yang lebih bagus dengan menggunakan metoda-metoda yang umum digunakan, seperti: kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, hidrotermal/solvoterma, menggunakan cetakan (templated synthesis), sintesis biomimetik, metode cairan superkritis, dan sintesis cairan ionik. Pada makalah ini, akan difokuskan pada metoda kimia basah (wet chemical method).

Nanoteknologi mempunyai banyak keunikan yang dapat diaplikasikan dalam bidang teknologi informasi, farmasi dan kesehatan, pertanian, industri, dan lain-lain. Selain itu, Nanopartikel memiliki banyak kegunaan antara lain sebagai detektor, katalis, zat pelapis permukaan, dan antibakteri.

### 3.2 Tin Dioksida (SnO<sub>2</sub>)

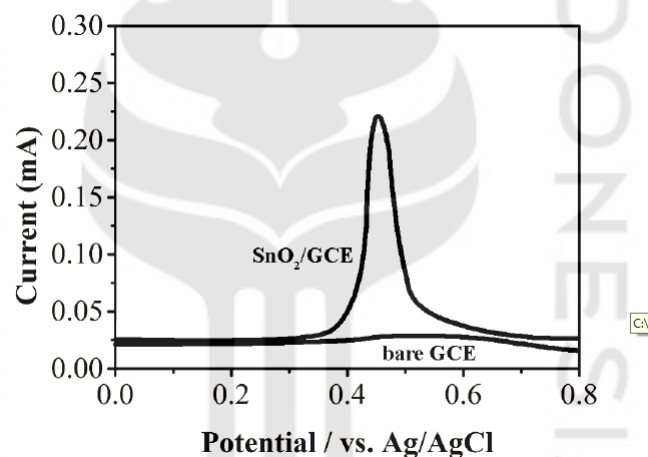
Timah atau *Stannum* (Sn) merupakan unsur golongan IVA (grup 14) dan periode 5 dalam tabel periodik, bersama dengan karbon, silikon, germanium dan timbal. Timah memiliki nomor atom 50 dan masa atom relatif 118,71 sma (Daintith, 1990). Timah dalam bentuk senyawanya memiliki tingkat oksidasi +2 dan +4, tingkat oksidasi +4 lebih stabil dari pada +2. Pada tingkat oksidasi +4, timah menggunakan seluruh elektron valensinya, yaitu 5s<sup>2</sup> 5p<sup>2</sup> dalam ikatan, sedangkan pada tingkat oksidasi +2, timah hanya menggunakan elektron valensi 5p<sup>2</sup> saja. Tetapi perbedaan energi antara kedua tingkat ini rendah (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Tin dioksida yang secara alami berwarna putih dan berwujud cairan ionik dan sering digunakan sebagai pigmen dalam cat dan keramik. Beberapa keunggulan yang dimilikinya, diantaranya: memiliki sifat optik yang baik, tidak beracun, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, semikonduktor dengan bandgap yang kecil, memiliki permukaan yang luas, stabilitas mekanik dan termal yang tinggi, stabilitas fisikokimia yang tinggi, daya adsorpsi yang tinggi, dan ramah lingkungan (Sivakumar dkk. 2015; Miyake dkk. 2015; Koppenol dkk. 2010). Secara umum, tin dioksida sering ditemui dalam bentuk struktur rutil. Tin oksida berpotensi sebagai fotokatalis, sel surya, pewarna makanan, fotoelektroda, sensor gas, alat optik, LED, adsorben, dan sebagainya (Sivakumar dkk. 2015; Miyake dkk. 2015; Koppenol dkk. 2010).

Oksida timah murni meleleh pada suhu yang relatif rendah (232 °C), memiliki titik didih yang tinggi (2270 °C). SnO<sub>2</sub> telah digunakan sebagai pigmen dalam pembuatan gelas, dan keramik berglasur. SnO<sub>2</sub> murni memberikan warna putih susu; warna lain dapat diperoleh dari campurannya dengan oksida logam lainnya, misalnya V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (kuning); Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (merah muda) dan Sb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (biru abu-abu)

(Holleman dan Wiberg, 2001).  $\text{SnO}_2$  telah digunakan sebagai serbuk pemoles (Holleman dan Wiberg, 2001) dan kadang-kadang dikenal sebagai "serbuk dempul" (Taylor, 1942).  $\text{SnO}_2$  juga digunakan dalam sensor gas yang mudah terbakar (Joseph Watson), sensor alkohol (Mishra, 2002).

Teknologi *nano* memungkinkan diproduksinya timah oksida ( $\text{SnO}_2$ ) dalam ukuran sangat sangat kecil dengan permukaan yang relatif besar sehingga sangat efektif bagi aplikasi katalis. Katalis  $\text{SnO}_2$  sebagai material *struktur nano* akhir-akhir ini banyak digunakan dalam teknologi sensor dan juga detektor gas. Misalnya  $\text{SnO}_2$  telah terbukti dapat digunakan untuk mendeteksi gas  $\text{H}_2\text{S}$  dalam jumlah renik (Chowdhuri, 2009).



Gambar 1 DPV pada elektroda karbon dimodif dengan  $\text{SnO}_2$  dan GCE

Berdasarkan Gambar 2, Pada penelitian Hu (2015) dilakukan biosintesis nanopartikel  $\text{SnO}_2$  dengan ekstrak daun Tin untuk deteksi  $\text{Hg(II)}$  dalam sampel air sevara elektrokimia, menunjukkan bahwa pada elektroda karbon yang dimodif dengan nanopartikel  $\text{SnO}_2$  menghasilkan elektroda yang lebih sensitifitas dibuktikan dengan voltammogram dengan arus yang tinggi dan puncak lancip.

### 3.3 Bayam Merah

Bayam (*Amaranthus spp.*) merupakan tanaman semusim yang berasal dari daerah Amerika Tropis. Di Indonesia hanya dikenal dua jenis bayam budidaya, yaitu bayam cabut (*Amaranthus tricolor*) dan bayam kakap (*Amaranthus hybridus*)

). Bayam kakap disebut juga sebagai bayam tahun, bayam turus atau bayam bathok, dan ditanam sebagai bayam petik. Bayam cabut terdiri dari dua varietas, yang salah satunya adalah bayam merah (Saparinto, 2013).

### 3.3.1 Taksonomi Bayam Merah



Gambar 2. Tanaman bayam merah

Menurut klasifikasi dalam tata nama (sistematika) tumbuhan, tanaman bayam merah termasuk ke dalam :

Kingdom	: <i>Plantae</i>
Sub kingdom	: <i>Tracheobionta</i>
Super Divisi	: <i>Spermatophyta</i>
Divisi	: <i>Magnoliophyta</i>
Kelas	: <i>Magnoliopsida</i>
Sub Kelas	: <i>Hamamelidae</i>
Ordo	: <i>Caryphyllales</i>
Famili	: <i>Amaranthaceae</i>
Genus	: <i>Amaranthus</i>
Spesies	: <i>Amaranthus tricolor</i> L ( Saparinto, 2013).

### 3.3.2 Morfologi Bayam Merah

Bayam merupakan tanaman yang berbentuk perdu dan tingginya dapat mencapai  $\pm 1\frac{1}{2}$  meter. Bayam merah memiliki ciri- ciri berdaun tunggal, ujung runcing, lunak, dan lebar. Batangnya lunak dan berwarna putih kemerah-merahan. Bunga bayam merah ukurannya kecil mungil dari ketiak daun dan ujung batang pada rangkaian tandan. Buahnya tidak berdaging, tetapi bijinya banyak, sangat

kecil, bulat, dan mudah pecah. Tanaman ini memiliki akar tunggang dan berakar samping. Akar sampingnya kuat dan agak dalam (Sunaryono, 1990).

Alat reproduksi bayam yaitu secara generatif (biji), dan dari setiap tandan bunga dapat dihasilkan ratusan hingga ribuan biji. Bayam merah, dipanen pada saat tanaman berumur muda, sekitar 40 hari setelah sebar, dengan tinggi sekitar 20 cm. Bayam ini dicabut bersama akarnya yang kemudian dijual dalam bentuk ikatan (Bandini, 2001).

### 3.3.3 Kandungan Bayam Merah

Bayam memiliki rasa yang hambar ketika dimakan. Namun, sayur bayam memiliki kandungan gizi yang tinggi. Dengan mengonsumsi sayur bayam maka nutrisi dalam tubuh kita akan memberikan banyak perlindungan. Berikut kandungan nutrisi yang lengkap dalam sayuran bayam (Sulihandri, 2013).

Tabel 1. kandungan nutrisi pada 100 gram bayam (*Amaranthus tricolor L*)

NO	KOMPONEN GIZI	NILAI GIZI	SATUAN
1.	Air	88,5	g
2.	Energi	41,2	kkal
3.	Protein	2,2	g
4.	Lemak	0,8	g
5.	KH	6,3	g
6.	Serat	2,2	g
7.	Abu	2,2	g
8.	Kalsium	520	mg
9.	Fosfor	80	mg
10.	Besi	7	mg
11.	Natrium	20	mg
12.	Kalium	60	mg

13.	Seng	0,8	mg
14.	$\beta$ Karoten	7325	ug
15.	Tiamin	0,2	mg
16.	Riboflavin	0,1	mg
17.	Niasin	0,1	mg
18.	Vitamin C	62	mg

Bayam merah selain mengandung nutrisi diatas (Tabel komposisi pangan, 2009), juga memiliki pigmen antosianin. Antosianin adalah pigmen merah keunguan yang menandai warna merah pada bayam merah dan antosianin berperan sebagai antioksidan (Lingga, 2010). Bayam merah (*Amaranthus tricolor L.*) merupakan famili *Aranthaceae* yang memiliki kandungan beragam seperti vitamin, niacin, mineral (kalsium, mangan, fosfor dan zat besi), serat, karotenoid, klorofil, alkaloid, flavonoid, saponin pada daun serta polifenol pada batang. Bayam merah mempunyai empat manfaat utama yakni menurunkan kolesterol, melancarkan pencernaan, sebagai antidiabetes dan menurunkan resiko penyakit kanker (Wiranto, 2004). Bayam merah memiliki aktiitas antioksidan karena mempunyai senyawa flavonoid (Samsul, 2013).

### 3.4 Biosintesis

Secara umum, nanopartikel logam dapat dipreparasi dan distabilkan menggunakan metode fisika dan kimia. Metode kimia seperti reduksi kimia, teknik elektrokimia dan reduksi fotokimia merupakan beberapa metode yang banyak digunakan. Reduksi kimia merupakan metode yang digunakan untuk melakukan preparasi nanopartikel perak yang stabil dan membentuk dispersi koloid dalam air atau pelarut organik lainnya. Bahan kimia yang paling umum digunakan dalam proses reduksi adalah borohidrat, sitrat, askorbat dan elemen hidrogen (Sharma, *et al.*, 2009).

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode *top-down* dan metode *bottom-up*. Pendekatan *top-down* dimulai dengan material besardan upaya untuk memecahnya menjadi material nano melalui metode fisik. Metode *bottom-up* merupakan metode yang paling berkembang saat ini. Karena dalam metode ini, nanopartikel dapat dikendalikan secara kimiawi dalam fasa larutan (Lalena *et al.*, 2008).

Proses sintesis nanopartikel dengan memanfaatkan makhluk hidup dikenal sebagai biosintesis (Kumar, et al., 2009). Metode sintesis nanopartikel secara biologi dengan menggunakan tumbuhan atau ekstrak tumbuhan (Shankar, et al., 2004) yang mengusulkan teknologi alternatif yang lebih ramah lingkungan dibanding metode fisika dan kimia. Salah satu agen biologi yang dapat dijadikan reduktor untuk mendukung proses sintesis nanopartikel timah secara biologi (biosintesis) adalah ekstrak daun bayam merah.

Sintesis biologis memberikan kemajuan atas metode kimia dan fisika karena biaya yang murah, ramah lingkungan, dapat digunakan dalam sintesis skala besar dan dalam metode ini tidak perlu menggunakan tekanan tinggi, energi, suhu dan bahan kimia beracun (Elumalai *et al.*, 2011). Beberapa faktor yang mempengaruhi proses reduksi ion logam menjadi nanopartikel logam seperti suhu, pH dan lain-lain. Suhu memiliki efek penting pada pembentukan nanopartikel.

Pemanfaatan tumbuhan sebagai bioreduktor dalam sintesis nanopartikel berkaitan dengan kandungan senyawa metabolit sekunder yang memiliki aktifitas antioksidan. Beberapa jenis tumbuhan tertentu mengandung senyawa kimia tertentu yang dapat berperan sebagai agen pereduksi (Handayani *et al.*, 2010).

Antioksidan alami yang terkandung dalam tumbuhan umumnya merupakan senyawa fenolik atau polifenolik yang dapat berupa golongan flavonoid, turunan asam sinamat, kumarin, tokoferol, dan asam-asam polifungsional. Golongan flavonoid yang memiliki aktivitas antioksidan



meliputi flavon, flavonol, flavanon, isoflavon, katekin, dan kalkon (Markham, 1988).

Senyawa fenolik merupakan antioksidan alami yang umumnya bersifat polar sehingga lebih mudah larut dalam pelarut polar. Metanol dan etanol merupakan pelarut yang paling umum digunakan untuk mengekstrak komponen antioksidan karena polaritasnya dan kemampuannya melarutkan komponen antioksidan (Margaretta *et al.*, 2011).

### **3.5 Karakterisasi Nanopartikel SnO<sub>2</sub>**

Karakterisasi nanopartikel yang digunakan adalah

#### **3.5.1 Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrofotometer UV-Vis adalah salah satu alat yang digunakan untuk karakteristik suatu material. Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengkaji sifat absorpsi material dalam rentang panjang gelombang ultraviolet (mulai sekitar 200 nm) hingga mencakup semua panjang gelombang cahaya tampak (sampai sekitar 700 nm). Spektrofotometer ultraviolet–visibel digunakan untuk analisis kualitatif ataupun kuantitatif suatu senyawa. Absorpsi cahaya ultraviolet maupun cahaya tampak mengakibatkan transisi elektron, yaitu perubahan elektron-elektron dari orbital dasar berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi. Penyerapan radiasi ultraviolet atau sinar tampak tergantung pada mudahnya transisi elektron. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk transisi elektron, akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih pendek. Molekul-molekul yang memerlukan energi lebih sedikit akan menyerap panjang gelombang lebih panjang (Amiruddin & Titik, 2013).

Penyerapan sinar tampak atau ultraviolet oleh suatu molekul dapat menyebabkan terjadinya eksitasi molekul tersebut dari tingkat energi dasar (*ground stated*) ke tingkat energi yang lebih tinggi (*exited stated*). Pengabsorpsiannya sinar ultraviolet atau sinar tampak oleh suatu molekul umumnya

menghasilkan eksitasi elektron bonding, akibatnya panjang gelombang absorpsi maksimum dapat dikorelasikan dengan jenis ikatan yang ada di dalam molekul yang sedang diselidiki. Oleh karena itu spektroskopi serapan molekul berharga untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang ada dalam suatu molekul. Akan tetapi yang lebih penting adalah penggunaan spektroskopi serapan ultraviolet dan sinar tampak untuk penentuan kuantitatif senyawa-senyawa yang mengandung gugus-gugus pengabsorpsi (Hendayana *et al.*, 1994).

Ariyanta *et al.* (2014) menyebutkan keadaan optimal yang diharapkan saat karakterisasi nanopartikel perak menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah munculnya puncak absorbansi pada panjang gelombang  $\pm 410$  nm yang mengindikasikan bahwa nanopartikel perak telah terbentuk. Pada percobaan ini spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengukur absorbansi dan panjang gelombang dari masing-masing sampel koloid nanopartikel perak dengan variasi jenis pelarut dalam pembuatan bioreduktor untuk sintesis nanopartikel perak. Hasil analisis spektrofotometer UV-Vis ini masih perlu diperkuat dengan analisis yang lain seperti PSA dan TEM.

### **3.5.2 Transmission Electron Microscope (TEM)**

*Transmission Electron Microscope* (TEM) merupakan suatu teknik mikroskopi yang bekerja dengan prinsip menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi tentang komposisi struktur dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut. Bahkan dari analisa lebih detail, bisa diketahui deretan struktur atom dan ada tidaknya cacat (*defect*) pada struktur tersebut. Sampel harus ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer untuk observasi menggunakan TEM (Apriandanu, 2013).

TEM berbeda dengan SEM, EPMA, EDS, AES dan CL, yang berbasis teknik refleksi. Dengan TEM, kedua pola difraksi dan perbesaran gambar dapat diperoleh dari daerah sampel yang sama, pola difraksi memberikan sel satuan

dan ruang informasi kelompok dan dengan menggunakan *High-resolution electron microscope* (HREM), dapat digunakan untuk tujuan pencitraan kisi. Dalam moduspencitraan, TEM memberikan informasi morfologi pada sampel (West, 2014).

Informasi mengenai morfologi, struktur kristal, cacat, fasa kristal, komposisi dan mikrostruktur secara magnetik dapat diperoleh dengan mengombinasikan antara *electron-optical imaging*, *electron diffraction* dan kemampuan dari *smallprobe* (pendeteksian ukuran kecil). Semua informasi tersebut itu sangat pentingbergantung pada kemampuan sampel untuk ditembus electron gun. TEM dapat diaplikasikan baik untuk sampel biologi maupun nonbiologi. Keduanya harus berada dalam bentuk yang sangat tipis agar cahaya atau sinar yang berasal dari *electron gun* dapat berpenetrasi ke dalam sampel. Kondisi pengukuran dilakukandalam keadaan vakum untuk mencegah penghamburan elektron oleh udara yang mengakibatkan tidak terfokusnya sinar elektron yang mengenai sampel (Apriandanu, 2013).

Dalam pengoperasian TEM, salah satu tahap yang paling sulit dilakukan adalah mempersiapkan sampel. Sampel harus dibuat setipis mungkin sehingga dapat ditembus elektron. Sampel ditempatkan di atas grid TEM yang terbuat dari tembaga atau karbon. Jika sampel berbentuk partikel, biasanya partikel didispersi di dalam zat cair yang mudah menguap seperti etanol lalu ditetaskan ke atas grid TEM. Jika sampel berupa komposit partikel di dalam material lunak seperti polimer, komposit tersebut harus diiris tipis (beberapa nanometer). Alat pengiris yang digunakan adalah *microtome* (Abdullah dan Khaerurijjal, 2010).

### **3.5.3 X-Ray Diffraction (XRD)**

*X-ray diffraction* (XRD) salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin. Sinar X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu).

Sinar-X ditembak ke arah sampel kemudian sinar terdifraksi ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut konstan untuk mendeteksi sinar yang terdifraksi oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg:

$$n\lambda = 2 d \sin \Theta$$

Dengan;  $n$  : ord difraksi

$d$  : Jarak kisi

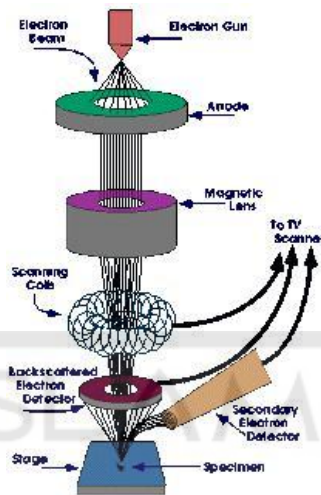
$\lambda$  : Panjang sinar-X

$\Theta$  : Sudut difraksi

#### 3.5.4 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan jenis mikroskopi elektron yang mencitrakan permukaan sampel oleh pemindaian dengan pancaran tinggi elektron (Rajaritham, 2007). Elektron yang berinteraksi dengan atom yang membentuk sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang sampel dari permukaan (topografi), komposisi dan sifat lainnya seperti daya konduksi listrik (Winefordner, 2003). SEM berfungsi untuk mempelajari topografi permukaan dan komposisi unsur pada material logam, keramik, polimer, dan komposit serta material biologis (Rajaritham, 2007).

Prinsip kerja SEM yaitu dengan menembakkan suatu sinar elektron berenergi tinggi, biasanya dengan energy dari 1-20 keV, melewati sampel dan kemudian mendeteksi "*secondary electron*" dan "*backscattered electron*" yang dikeluarkan (Gergely, 2010). "*Secondary electron*" berasal dari 5-15 nm dari permukaan sampel dan memberikan informasi topografi dan untuk tingkat yang kurang, pada variasi unsur dalam sampel. "*Backscattered electron*" terlepas dari daerah sampel yang lebih dalam dan memberikan informasi terutama pada jumlah atom rata-rata dari sampel (Saleha, 2015).



Gambar 3. Bagian instrumen SEM

Instrumen SEM ini terdiri dari beberapa bagian-bagian penyusun :

1. Electron Gun (Penembak elektron berkecepatan tinggi)
2. Condenser lenses
3. Objective Len
4. Scanning Coils
5. Sampel Holder (tempat sampel)
6. Detector
7. Amplifier
8. Monitor

SEM sendiri tidak dapat menganalisis kandungan unsur total apa yang terdapat pada material. Untuk itu SEM pasti digabung dengan alat khusus untuk melihat kandungan dan penyebaran suatu unsur pada material yaitu Energy Dispersive X-Ray (EDX).

Prinsip kerja EDX yaitu sinar energy yang tinggi yang bermuatan partikel seperti elektron atau proton, atau berkas sinar X, difokuskan ke specimen yang akan diteliti. Sinar yang dihasilkan dapat mengeksitasi elektron di kulit dalam dan mengeluarkannya dari kulit, sehingga terdapat lubang elektron dimana elektron itu berada sebelumnya. Sebuah elektron dari luar kulit yang berenergi

tinggi kemudian mengisi lubang dan perbedaan energi antara kulit yang berenergi yang lebih tinggi dengan kulit yang berenergi lebih rendah dapat dirilis dalam bentuk sinar X (Rajaratham, 2007). Energi sinar X yang dihasilkan merupakan karakteristik dari perbedaan energi antara dua kulit, dan juga karakteristik struktur atom dari unsur yang terpecah, sehingga memungkinkan komposisi unsur dan specimen dapat diukur (Manso, 2011).

Hasil analisis EDX yaitu presentasi kemunculan unsur total pada suatu material yang di analisis dengan SEM-EDX. Tidak semua sampel material dapat di analisis menggunakan SEM-EDX, syarat material dapat dianalisis dengan SEM-EDX yaitu:

1. Sampel kering, homogen, konduktor dan stabil.
2. Bila sampel powder/polimer harus direkatkan dengan selotip karbon pada sampel holder.
3. Bila sampel berupa cairan, sampel tersebut harus dipadatkan dengan cara dibekukan kemudian dianalisis
4. Bila sampel biologis, sampel tersebut diberi *Dry Agents* kemudian dianalisis (Gergely, 2015).
5. Sampel dengan bahan isolator harus diberi logam-logam inert (Au, Pt, In, Sb). Bertujuan sebagai aktivitas elektronik (Wardani, 2015).

### **3.6 Voltammetri**

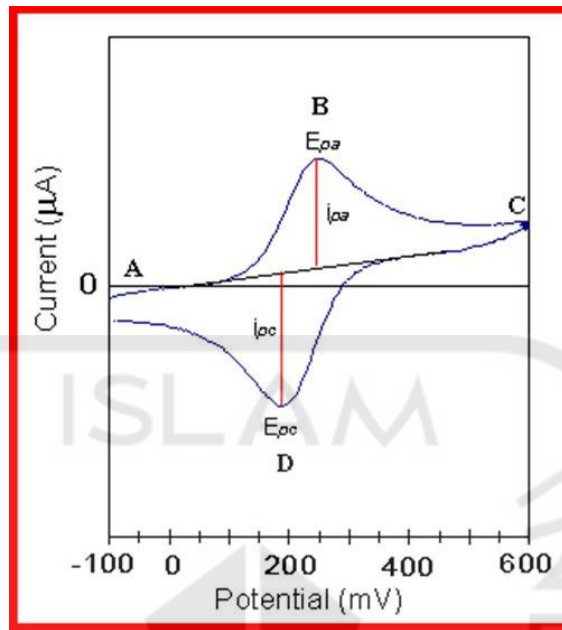
Voltametri merupakan salah satu metoda elektroanalisis dimana informasi tentang analit diperoleh dari pengukuran respon arus sebagai fungsi sapuan potensial kerja yang diberikan. Plot antara arus yang diukur dengan potensial kerja yang diterapkan disebut voltamogram. Pada metoda voltametri, reaksi elektrokimia biasanya dilakukan dalam jumlah mikro. Oleh karena itu elektroda kerja yang digunakan mempunyai ukuran mikro. Arus yang dihasilkan dari reaksi reduksi disebut arus katodik dan yang dihasilkan dari reaksi oksidasi disebut arus anodik.

Di dalam sel voltametri biasanya menggunakan sistem tiga buah elektroda. Pada sistem tiga buah elektroda ini, arus dialirkan antara elektroda kerja dan elektroda pendukung. Pada elektroda pembanding diberikan hambatan yang sangat besar (arus yang sangat kecil) sehingga potensialnya tetap. Hal ini dilakukan untuk menghindari polarisasi internal elektroda pembanding dengan tetap membuat sistem menjadi suatu rangkaian yang tertutup sehingga perubahan arus tetap dapat diamati.

Berdasarkan sapuan potensial kerja yang diterapkan, teknik voltametri dibagi menjadi dua, yaitu *Linier Sweep Voltammetry* (LSV) dan *Cyclic Voltammetry* (CV). Pada LSV hanya dilakukan satu kali sapuan saja sehingga informasi yang diperoleh hanya berupa informasi reduksi atau oksidasi saja. Sedangkan pada CV dilakukan sapuan bolak-balik sehingga informasi reduksi dan oksidasi dapat diamati dengan baik (Yuliwarni, 2010).

### **3.7 Voltametri Siklik**

Siklik voltametri merupakan salah satu teknik voltametri yang paling banyak digunakan untuk memperoleh informasi kuantitatif tentang reaksi elektrokimia. Pada metode ini akan diamati perubahan arus dan potensial. Potensial divariasikan secara sistematis sehingga zat kimia tersebut mengalami oksidasi dan reduksi di permukaan elektroda. Arus diukur selama *scanning* (penyapuan) dari potensial awal ke potensial akhir dan kemudian kembali ke potensial awal lagi. Dengan demikian, arus katodik dan arus anodik dapat terukur. Arus katodik terukur pada saat *scanning* dari potensial yang besar ke potensial yang kecil, dan sebaliknya. Pada katoda akan terjadi reaksi reduksi dan pada anoda terjadi reaksi oksidasi. Plot arus dan potensial yang dihasilkan dari hasil pengukuran tersebut disebut voltamogram siklik (Experiment, n.d) (Yuliwarni, 2010). Contoh voltamogram siklik bisa dilihat pada gambar 3.3



Gambar 4. Siklik voltamogram

Keterangan :

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

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

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

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

### 3.8 Elektr

Penggunaan teknologi *screen-printing* dalam produksi berkelanjutan elektroda *screen-printed* yang sekali pakai dan murah untuk penentuan elektrokimia sedang mengalami pertumbuhan luas. Elektroda *screen-printed* mempunyai kelebihan yaitu **Cepat, murah, handal, dan fleksibel**. Elektroda *screen-printed* dapat melakukan suatu eksperimen dengan volume sampel rendah dan tanpa perlakuan sebelumnya atau perawatan elektroda. Elektroda ini dilengkapi elektroda *interdigitated* untuk pengukuran impedansi atau konduktivitas dan untuk pengembangan biosensor. Sensor *screen-printed* terdapat berbagai bahan elektroda kerja, seperti karbon, emas, platinum, dan logam lain. Dengan kemampuan reproduktifitas yang tinggi antar elektroda, sensor ini sesuai untuk berbagai aplikasi, seperti DNA, enzim, biosensor berbasis imun dan pada pengembangan platform sensor dalam klinik, lingkungan, makanan, atau analisis industri.





Gambar 5. Elektroda *screen-printed*