

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat

Seperangkat Alat Gelas Herma dan Iwaki, Cawan Porselen, Pengaduk kaca, Spatula, alu, mortal, Sendok sugu, Oven Memmert, Magnetic stirrer, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) Perkin-Elmer, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Xray* (SEM-EDX) Phenone, *Transmission Electron Microscopy* (TEM), *Diffuse Reflectance UV-Vis* (DR UV-Vis) dan *Cyclic Voltametry* AUTOLABIII/FRA2

4.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bayam merah, aquadest, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ serbuk (Merck), HgCl_2 serbuk (Merck), dan asam klorida 37 % (Merck).

4.3 Cara Kerja

4.3.1 Pembuatan Ekstrak Bayam Merah

Bayam Merah dicuci terlebih dahulu dibersihkan dari sisa pasir dan tanah yang masih menempel, bayam merah dikeringkan hingga air yang menempel pada daun bayam hilang. Dipetik daun dari bayam merah, dikumpulkan dalam suatu wadah. Ditimbang daun bayam merah sebanyak 250 gram, dihancurkan daun bayam merah hingga halus dan ditambah aquadest 50 mL. Langkah selanjutnya, daun bayam hancur diperas dan disaring dengan kertas saring. Hasil saringan berupa ekstrak daun bayam merah.

4.3.2 Sintesis Nanopartikel SnO₂ Menggunakan Ekstrak Daun Bayam Merah

Sumber timah yang digunakan adalah dari SnCl₂.2H₂O 0,1 M yang dilarutkan dalam air. Reaksi terdiri dari 100 mL larutan ekstrak daun bayam merah direaksikan dengan 50 mL larutan SnCl₂. Reaksi berjalan selama 1 jam pada suhu 80-85 °C dan dengan pengadukan. Langkah selanjutnya, diambil 10 mL hasil pencampuran ekstrak daun bayam merah dan larutan SnCl₂, diencerkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambah aquadest hingga tanda batas. Kemudian hasil yang diperoleh bisa dilakukan uji dengan UV-Vis.

Sisa larutan lainnya disaring dengan kertas wattman, diambil endapannya kemudian endapan dikalsinasi pada suhu 400 °C selama 2 jam. Hasil kalsinasi ditumbuk hingga halus sehingga terbentuk serbuk nanopartikel SnO₂ yang akan digunakan untuk uji FTIR, SEM, TEM, XRD, DR UV-Vis dan sisanya diaplikasikan sebagai sensor Hg²⁺.

4.3.3 Aplikasi Nanopartikel SnO₂ sebagai Sensor Hg²⁺

4.3.3.1 Pembuatan Larutan stok HCl 0,1 M

Larutan stok HCl 0,1 M disiapkan dengan cara memipet larutan HCl 37% sebanyak 2,1 ml kemudian diencerkan dengan aquadest dalam labu ukur 250 ml.

4.3.3.2 Pembuatan larutan stok Hg²⁺/HCl

Larutan stok Hg/HCl dibuat dalam konsentrasi 100 ppm. Larutan stok Hg/HCl 100 ppm disiapkan dengan cara ditimbang merkuri (II) klorida sebanyak 0,013 gram kemudian dilarutkan dengan HCl 0,1 M dalam labu ukur 100 ml.

4.3.3.3 Pembuatan larutan Hg/HCl dengan berbagai konsentrasi

Dari larutan Hg/HCl 100 ppm dibuat variasi konsentrasi larutan Hg/HCl yaitu 1 ppm, dengan dipipet larutan stok Hg/HCl 100 ppm sebesar 0,5 mL dan

dilarutkan dengan HCl 0,1 M pada labu ukur 50 mL. Selanjutnya dibuat variasi konsentrasi larutan Hg/HCl yaitu 0,032 ppm, 0,016 ppm, 0,008 ppm, 0,002 ppm dan 0,001 ppm dengan dipipet larutan stok Hg/HCl 250 ppm masing-masing 0,8; 0,4; 0,2; 0,05; dan 12,5 mL. Masing-masing larutan diencerkan dengan larutan HCl 0,1 M sampai volumenya menjadi 25 mL.

4.3.3.4 Preparasi Elektroda Emas *Screen-Printed* termodifikasi nanopartikel SnO₂

Endapan nanopartikel SnO₂ ditimbang 0,05 gram dan dilarutkan dalam 2 mL asam klorida. Elektroda yang digunakan pada aplikasi sensor Hg²⁺ ini adalah Elektroda emas *screen-printed*. Elektroda emas *screen-printed* dimodifikasi dengan tambahan 1 tetes campuran endapan nanopartikel SnO₂ dan asam klorida pada area sensing elektroda dan langsung dioven pada suhu 50 °C selama 15 menit.

4.3.3.5 Pengujian Deteksi Elektrokimia ion Hg²⁺ dengan Potensiostat

Elektroda emas *screen-printed* dihubungkan potensiostat dengan memperhatikan elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda pendukung. Diatur dengan metode *cyclic voltametry* potensiostat dengan kondisi start potensial 0,35 volt, stop potensial 0,35 volt, upper -0,25 volt, lower 0,35 volt, step potensial 0,01 volt dan scan rate 0,1 V/s. Elektroda emas *screen-printed* yang belum dimodifikasi diuji pada HCl 0,1 M sebagai larutan elektrolit, lalu elektroda emas *screen-printed* yang sudah dimodifikasi diuji pada HCl 0,1 M dan selanjutnya elektroda emas *screen-printed* yang sudah dimodifikasi dengan nanopartikel SnO₂ diuji pada campuran Hg/HCl 100 ppm, diamati hasilnya.

Setelah itu, dilakukan variasi *scan rate* 0,025; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; dan 0,25 V/s pada larutan Hg/HCl 100 ppm, variasi larutan Hg/HCl konsentrasi 0,032; 0,016; 0,008; 0,002 dan 0,001 ppm dengan scan rate 0,1 V/s. Selanjutnya, diuji performa elektroda tersebut dengan ditentukan parameter linieritas, LOD dan LOQ, presisi, serta pengujian akurasi (*recovery*) dengan sampel ion logam Hg²⁺ dalam air keran dengan metode *spike*.

4.3.3.6 Penentuan Linieritas dan LOD dan LOQ

Variasi larutan Hg/HCl konsentrasi 0,032; 0,016; 0,008; 0,002 dan 0,001 ppm yang telah dibuat, selanjutnya diuji masing-masing larutan dengan metode voltametri siklik pada kondisi star potensial 0,35 volt, stop potensial 0,35 volt, upper -0,25 volt, lower 0,35 volt, step potensial 0,01 volt dan scan rate 0,1 V/s. Linieritas diperoleh dengan membuat grafik antara konsentrasi dan arus puncak masing-masing konsentrasi. Dari grafik tersebut diperoleh persamaan yang selanjutnya digunakan untuk menghitung LOD dan LOQ. Dihitung data yang diperoleh dengan rumus :

$$\text{LOD} = \frac{3 \cdot Sa}{b} \text{ dan } \text{LOQ} = \frac{10 \cdot Sa}{b}$$

4.3.3.7 Penentuan Presisi

Dilakukan pengujian presisi dengan cara menguji larutan Hg/HCl 0,032 ppm sebanyak 10 kali secara bergantian dengan metode voltametri siklik pada kondisi star potensial 0,35 volt, stop potensial 0,35 volt, upper -0,25 volt, lower 0,35 volt, step potensial 0,01 volt dan scan rate 0,1 V/s. Arus puncak yang dihasilkan pada setiap pengujian 10 kali digunakan untuk mencari nilai standar deviasi. Nilai presisi dapat diketahui dengan rumus :

$$\text{RSD (\%)} = \frac{\text{SD}}{\text{rata - rata}} \times 100\%$$

4.3.3.8 Penentuan Akurasi (*Recovery*)

Dibuat HCl 0,1 M dengan pelarut air kran, selanjutnya dibuat larutan Hg/HCl 0,01 ppm dalam HCl 0,1 M dengan pelarut air kran yang telah dibuat. Larutan Hg/HCl 0,01 ppm diuji dengan metode voltametri siklik pada kondisi star potensial 0,35 volt, stop potensial 0,35 volt, upper -0,25 volt, lower 0,35 volt, step potensial 0,01 volt dan scan rate 0,1 V/s. Arus puncak yang diperoleh digunakan

untuk mencari konsentrasi Hg^{2+} praktek dari persamaan linieritas yang diperoleh. Selanjutnya nilai recovery dapat diketahui dengan rumus :

$$Recovery = \frac{Konsentrasi\ Hg^{2+}\ praktek}{Konsentrasi\ Hg^{2+}\ teori} \times 100\ %$$

