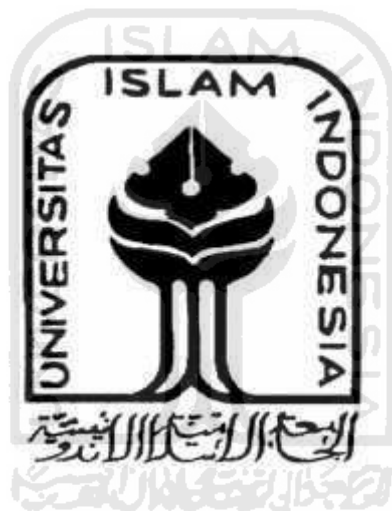


LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN *BISPHENOL-B* PADA
PLASTIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *GRAPHENE OXIDE* (EPK/GO)**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh
derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia
Program Studi DIII Analisis Kimia**



Disusun oleh:

**Desia Nurul Eryani
NIM: 17231022**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN *BISPHENOL-B* PADA
PLASTIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *GRAPHENE OXIDE* (EPK/GO)**

**VALIDATION METHOD OF BISPHENOL B IN PLASTICS
USING GRAPHENE OXIDE MODIFIED CARBON PASTE
ELECTRODE**



Disusun oleh:

Desia Nurul Eryani

NIM: 17231022

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN *BISPHENOL-B* PADA
PLASTIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *GRAPHENE OXIDE* (EPK/GO)**



Dipersiapkan dan disusun oleh:

Desia Nurul Eryani

NIM: 17231022

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal DD MM YY

Menyetujui,
البحوث الأستلا الأندونيسية

Ketua Program Studi

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Tri Esti Purbaningtias'.

**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102**

Pembimbing

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Ganjar Fadillah'.

**Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si
NIK. 182310101**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN *BISPHENOL-B* PADA
PLASTIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *GRAPHENE OXIDE* (EPK/GO)**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Desia Nurul Eryani

NIM: 17231022

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji



Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si

NIK. 182310101

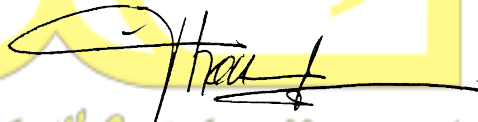
Penguji I



Dr. Tatang Shabur Julianto, S.Si., M.Si

NIK.016120102

Penguji II



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc

NIK. 052316003

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Science atau gelar lainnya disuatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta,
Penyusun



Desia Nurul Eryani

Desia Nurul Eryani



MOTTO

“Jadikanlah sabar dan sholat sebagai penolongmu sesungguhnya Allah beserta orang-orang yang sabar” Q.S. Al-Baqarah : 153

“The intelligent people can lose of the tenacity of the fools”

“Kill then with your success, then bury then with a smile”

“Stop underestimating your self”



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil 'alamin...

Sujud serta syukur kepada Allah *Subhanahu wa Ta'ala* atas Rahmat dan Hidayah-Nya yang telah memberikan ketabahan, kekuatan, kesehatan, yang luar biasa, serta membekali dengan ilmu dan kecerdasan yang tak bisa saya katakana.

Teristimewa Ibu, Bapak, Abang dan Adik tercinta

Ku persembahkan karya ilmiah yang sederhana ini sebagai tanda bukti, cinta, hormat, dan tanda rasa kasih yang tidak terhingga. Kasih yang tidak terhingga ini kepada kalian yang telah memberikan segalanya. Dukungan moral dan material selalu diberikan, agar aku menjadi anak yang tumbuh dengan pribadi yang lebih cerdas dan mandiri. Semoga dengan ini, menjadi langkah awal yang baik untuk membuat kalian bangga.

Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia serta Almamater UII yang Saya Banggakan

Terimakasih banyak atas ilmu dan pengalaman selama 3 tahun ini. Terimakasih atas edukasi yang sangat besar di dalam dunia pendidikan ini, yang telah memberikan aku menjadi orang yang berilmu sehingga mempunyai pandangan yang lebih besar dalam hidup untuk ke depannya, menuntun dalam mencapai cita-citaku, maupun pekerjaan yang akan datang.

Teman-teman seperjuangan Angkatan 2017 D III Analisis Kimia

Terimakasih banyak untuk temen-temen yang telah menemaniku di Analisis Kimia UII, baik dikelas, laboratorium, di kantin, maupun dihimpunan. Canda gurau yang telah kita isi dalam setiap waktu bersama. Analisis Kimia JAYA !!!

Ma bestie dan Mas Crush

Terimakasih banyak kepada nona Reny Sri Wahyuni, A.Md.Si yang sudah mau menemani bersama dari awal verifikasi dokumen saat maba hingga sekarang dan selalu mengingatkan hal-hal baik kepada diriku yg entah berantah ini.

Terimakasih kepada mas crush yang dari awal kenal sudah menanyakan progres pengerjaan tugas akhir ini 📁 serta memperlihatkan kekonyolan dan perhatian yang menjadi booster buat diriku.

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahiim...

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah limpahkan kepada Nabi agung Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Validasi Metode Penentuan *BispHenol-B* Pada Plastik Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi *GrapHene Oxide (Epk/Go)*”

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Tugas Akhir ini dilakukan dengan melakukan penelitian dan membuat laporan tertulis. Oleh karena itu, laporan Tugas Akhir ini disusun untuk membahas hasil terkait penelitian yang dilakukan. Selama proses penyusunan laporan ini penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Tugas Akhir ini sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., PH.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang banyak memberi nasihat, perhatian, bimbingan arahan, masukan dan saran selama pelaksanaan Penelitian hingga diselesaikannya

laporan Tugas Akhir ini. Semoga segala bantuan dan bimbingannya mendapat imbalan yang lebih baik disisi-Nya.

4. Mba Lia dan Mas Yorfan, selaku Laboran di Laboratorium D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, yang telah memberikan banyak bantuan selama proses pelaksanaan Penelitian hingga diselesaikannya laporan Tugas Akhir ini.
5. Kedua orang tua, saudara, teman-teman dan semua pihak yang telah memberikan dukungan baik moral maupun spiritual serta telah membantu dalam proses melaksanakan dan penyusunan laporan Praktik Kerja Lapangan yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis sendiri maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta,
Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
MOTTO.....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan.....	3
1.3 Rumusan Masalah	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Plastik	4
2.2 <i>BispHenol-B</i>	5
2.3 <i>Graphene Oxide (GO)</i>	7
2.4 Voltammetri	9
2.5 Voltammetri Siklik	13
2.6 Validasi Metode.....	13
2.6.1 Uji Linearitas	14
2.6.2 Akurasi	14
2.6.3 Presisi	15
2.6.3 <i>Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantification</i> (LOQ).....	16

BAB III METODE PENELITIAN	18
3.1 Alat	18
3.2 Bahan	18
3.3 Prosedur Kerja	18
3.3.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M.....	18
3.3.2 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M.....	18
3.3.3 Pembuatan Larutan Buffer Fosfat Solution.....	18
3.3.4 Pembuatan Larutan <i>Bisphenol-B</i> (BPB).....	19
3.3.5 Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> (GO).....	19
3.3.6 Pembuatan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi GO.....	19
3.3.7 Pembuatan dan Pengukuran pH Optimum BPB pH 5, 6, 7, 8, 9, dan 10.....	19
3.3.8 Pembuatan dan Pengukuran Larutan Standar BPB	19
3.3.9 Pengukuran Sampel.....	20
3.3.10 Pengukuran Spike Larutan Sampel.....	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Optimasi Komposisi <i>Graphene Oxide</i> (GO)	21
4.2 Optimasi pH Larutan <i>Bisphenol-B</i>	22
4.3 Validasi Metode	25
4.3.1 Linearitas	25
4.3.2 Presisi	27
4.3.3 Akurasi	28
4.3.4 <i>Limit Of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit Of Quantification</i> (LOQ) ..	29
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
5.1 Kesimpulan.....	32
5.2 Saran	32
DAFTAR PUSTAKA.....	33

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Presentase <i>Recovery</i>	15
Tabel 4.1 Optimasi Komposisi <i>Graphene Oxide (GO)</i>	22
Tabel 4.2 Optimasi pH Larutan <i>BispHenol-B</i>	24
Tabel 4.3 Uji Linearitas.....	25
Tabel 4.4 Uji Repeatabilitas	27
Tabel 4.5 Uji Reprodusibilitas	28
Tabel 4.6 Hasil Pengukuran Akurasi	29
Tabel 4.5 Uji Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantitas	30



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Jenis Kantong Plastik Asoy.....	1
Gambar 2.2 Struktur <i>BispHenol-B</i>	6
Gambar 2.3 Perbedaan Struktur (a) <i>GrapHene</i> (b) <i>GrapHene Oxide</i>	8
Gambar 2.4 Skema Rangkaian Voltammetri.....	9
Gambar 2.5 Alat Voltammetri.....	10
Gambar 2.6 Sel dalam Analisis Voltammetri.....	10
Gambar 2.7 Voltammogram Siklik Hubungan Antara Arus dan Potensial.....	13
Gambar 4.1 Voltammogram Optimasi Komposisi <i>Graphene Oxide (GO)</i> dengan Larutan Penyangga Fosfat pH 10.....	21
Gambar 4.2 Grafik Hubungan Jumlah GO dengan Arus Puncak	22
Gambar 4.3 Voltammogram Optimasi pH Larutan <i>BispHenol-B</i> 0,2 mM menggunakan Larutan Buffer Fosfat pH 5, 6, 7, 8, 9, dan 10.....	23
Gambar 4.4 Grafik Hubungan pH Larutan BPB dengan Arus Puncak.....	23
Gambar 4.5 Reaksi Elektrooksidasi dari Senyawa <i>BispHenol-B</i>	24
Gambar 4.6 (a) Grafik Kurva kalibrasi dan (b) Voltammogram Linearitas Larutan Standar <i>BispHenol-B</i>	26
Gambar 4.7 Voltammogram Pengukuran Sampel dengan Penambahan Larutan Standar BPB pada Laju Elektrolit Pendukung BPS 0,2 mM larutan pH 5	29

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan larutan.....	36
Lampiran 2 Validasi Metode.....	41



PREPARASI ELEKTRODA PASTA KARBON TERMODIFIKASI *GRAPHENE OXIDE (GO)* UNTUK PENENTUAN *BISPHENOL-B* PADA PLASTIK

Desia Nurul Eryani

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email : desianurul20@gmail.com

INTISARI

Elektroda pasta karbon di modifikasi dengan *Graphene Oxide* sebagai sensor elektrokimia. *Bisphenol-B* dalam plastik dilakukan preparasi sampel menggunakan sinar matahari langsung selama ± 30 hari. Optimasi dilakukan terhadap komposisi dan pH larutan *Bisphenol-B* secara voltametri siklik. Validasi dilakukan dalam metode ini dengan parameter linearitas, presisi repeatabilitas, presisi reproduisibilitas, akurasi, LOD dan LOQ. Hasil validasi dari parameter linearitas pada koefisien korelasi didapatkan 0,9966. Presisi repeatabilitas didapatkan %RSD dan $2/3C_v$ Horwitz berturut turut sebesar 0,64% dan 2,3334. Presisi reproduisibilitas didapatkan %RSD dan $2/3C_v$ Horwitz berturut turut sebesar 0,81% dan 2,3334. Akurasi didapatkan sebesar 97.28% dengan rentang persyaratan 90%-110%. Nilai LOD dan LOQ didapatkan sebesar 0,1809 mM dan 0,6030 mM. Hasil validasi ditentukan menggunakan teknik voltametri siklik, dari hasil yang didapat menunjukkan modifikasi sensor ini baik digunakan sebagai sensor *Bisphenol-B*.

Kata kunci : *Bisphenol-B*, voltametri siklik, *Graphene Oxide (GO)*, Validasi, Optimasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Asia merupakan konsumen plastik terbesar di dunia, terbukti pasar wilayah ini menyerap sekitar 30% konsumsi plastik dunia diikuti benua Amerika, Eropa, serta negara-negara lain. Plastik dan polimer banyak digunakan diberbagai sektorr kehidupan. Banyak industri menggunakan plastik sebagai kemasan atau sebagai bahan dasar. Setiap tahun sekitar 100 juta ton plastik diproduksi dunia untuk digunakan di berbagai sektor industri (Wardani, 2016). Pada tahun 2015 produksi plastik di seluruh dunia mencapai 380 juta metrik ton, dengan 40% digunakan untuk kemasan dan sekitar 60% dari semua kemasan plastik digunakan untuk makanan dan minuman. Sedangkan sisanya mencakup aplikasi non-makanan, seperti kesehatan, kosmetik, konsumen, rumah tangga, pakaian, dan kemasan pengiriman (Sahwan dkk, 2018).

Plastik merupakan salah satu kemasan yang banyak digunakan karena dapat menjadikan hidup manusia lebih mudah. Penggunaan plastik yang semakin meluas disebabkan oleh kelebihan yang dimilikinya, yaitu plastik mudah dibuat dalam berbagai bentuk dan ukuran, mempunyai ketahanan kimia yang tinggi, dapat diatur keelastisannya, murah, dan dapat bertahan untuk waktu yang lama. Karena kelebihan ini menjadikan plastik sebagai salah satu polutan yang sangat besar pengaruhnya.

Salah satu bahan kimia yang terkandung dalam plastik adalah *Bisphenol-B (BPB)*. *Bisphenol-B (2,2-bis (4-hydroxyphenyl) butane)* adalah *congener bisphenol-A* dan digunakan untuk pembuatan resin epoksi. Secara struktural ia memiliki gugus etil pada atom karbon pusat dan bukan gugus metil yang ditemukan dalam BPA. Dibandingkan dengan BPA, BPB ditemukan memiliki biodegradasi aerob dan anaerob yang lambat (Peretz dkk, 2014). Beberapa penelitian menunjukkan bahwa *Bisphenol-B (BPB)* pada dosis yang tinggi dapat memberikan dampak terhadap kesehatan seperti meningkatkan kadar prostat, penurunan kandungan hormon testoteran, memungkinkan terjadinya kangker payudara, sel

prosrat menjadi sensitif terhadap hormon dan kanker serta membuat seseorang menjadi hiperaktif (Badan POM RI, 2014). Oleh karena itu analisis BPB masih penting untuk dilakukan. Beberapa metode analisis yang sudah banyak digunakan seperti *Atomic Absorbtion Spectrophotometry* (AAS), elektroforesisi kapiler (CE), kromatografi cair (HPLC), kromatografi cair yang dikombinasikan dengan spektrometri massa (LC-MS), kromatografi gas (GC) dan kromatografi gas ditambah dengan spektrometri massa (GC-MS). Namun metode analisis tersebut masih memiliki kendala yakni harga alat yang mahal, proses yang memakan waktu, dan kondisi persiapan yang keras. Selain itu, peralatan biasanya terletak jauh dari lokasi yang mungkin tercemar. Sebaliknya, metode elektrokimia lebih disukai karena kecepatan respon yang cepat, biaya rendah, operasi sederhana, hemat waktu, sensitivitas tinggi, selektivitas yang sangat baik dan deteksi real-time dalam kondisi setempat (Rooth dan Komolprasert, 2017). Namun, hanya beberapa elektroda yang disiapkan untuk penentuan *Bhisphenol-B* (BPB) secara elektrokimia, karena masih memiliki tingkat sensitivitas yang rendah. Akibatnya, penentuan *Bhisphenol-B* (BPB) berdasarkan metode elektrokimia biasanya dilakukan pada elektroda yang dimodifikasi dengan menggunakan berbagai jenis nanomaterial (Calafat dkk, 2010). Oleh karena itu, pada penelitian ini telah dilakukan modifikasi Elektroda Pasta Karbon (EPK) menggunakan *Graphene Oxide* (GO). Material *Graphene Oxide* (GO) merupakan turunan alotrop dari senyawa karbon dengan tingkat konduktivitas yang lebih baik, luas permukaan yang lebar, serta memiliki gugus fungsional dipermukaannya yang dapat digunakan sebagai analit pada proses analisis.

Pada penelitian ini telah dikaji validasi pengukuran senyawa *Bhisphenol-B* (BPB) secara metode voltametri menggunakan modifikasi elektroda pasta karbon dengan *Graphene Oxide* (GO). Metode voltametri digunakan karena memiliki sensitivitas yang tinggi dan lebih efisien digunakan untuk mengetahui kandungan *Bhisphenol-B* (BPB) dalam sampel plastik tersebut. Modifikasi elektroda pasta karbon dengan *Graphene Oxide* (GO) diharapkan memiliki kualitas pengujian yang lebih sensitif, selektif, akurat, dan spesifik dalam mengidentifikasi kandungan *Bhisphenol-B* (BPB). Sehingga dari uraian yang telah disebutkan diatas maka perlu

dilakukan penelitian untuk menganalisis kandungan *Bisphenol-B* (BPB) dalam plastik. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi yang bermanfaat, mengingat bahayanya kandungan *Bisphenol-B* (BPB) dalam plastik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, maka rumusan masalah yang dikaji pada penelitian ini adalah:

1. Berapa hasil optimasi pada pengukuran *Bisphenol-B* (BPB)?
2. Bagaimana hasil validasi elektroda pasta karbon termodifikasi *Graphene Oxide* (GO) pada pengukuran *Bisphenol-B* (BPB)?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui hasil optimasi pada pengukuran *Bisphenol-B* (BPB)
2. Mengetahui cara validasi elektroda pasta karbon termodifikasi *Graphene Oxide* (GO) pada pengukuran *Bisphenol-B* (BPB)

1.4 Manfaat

Sebagai acuan dan tolak ukur sejauh mana pemahaman dan penguasaan mahasiswa terhadap penelitian yang di lakukan sehingga dapat dijadikan bahan tolak ukur bagi Universitas Islam Indonesia.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Plastik

Penggunaan kemasan plastik sedang meningkat dikarenakan permintaan dan pertumbuhan populasi ekspansi pasar. Namun, ada juga meningkatnya kekhawatiran tentang kerusakan lingkungan dan kesehatan manusia. Kekhawatiran ini termasuk membuang sampah sembarangan di Lingkungan atau pembuangan dengan tidak benar yang mengarah ke pencemaran lingkungan (Crawford, 2018).



Gambar 2.1 Jenis kantong plastik asoy

Pada 2015, produksi plastik mencapai 380 juta metrik ton di seluruh dunia, dan di antaranya, sekitar 40% digunakan untuk kemasan. Sekitar 60% dari semua kemasan plastik digunakan untuk makanan dan minuman, sedangkan sisanya mencakup aplikasi non-makanan, seperti kesehatan, kosmetik, konsumen, rumah tangga, pakaian, dan kemasan pengiriman. Untuk mengurangi dampak lingkungan, meningkatkan upaya secara drastis tingkat daur ulang plastik kemasan saat ini sedang dilakukan (Sulchan dan Endang, 2017).

Banyak bahan kimia yang digunakan untuk membuat plastik, termasuk kemasan plastik. Selain itu, selama penggunaan selanjutnya, pembuangan dan daur ulang bahan kimia ada dalam kemasan plastik dapat di transfer ke produk seperti makanan atau kosmetik di lingkungan (Nasiri dkk, 2019). Dengan ini, kemasan plastik kemungkinan besar berkontribusi terhadap paparan kimia populasi manusia dan lingkungan (Warsiki, 2016). Daun ulang juga dapat mengakibatkan akumulasi bahan kimia berbahaya dalam material sekunder, yang secara negatif

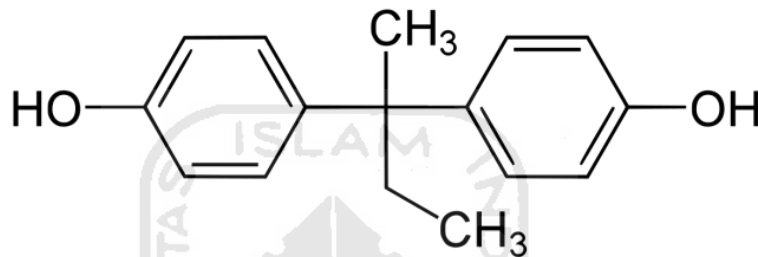
mempengaruhi nilai pasar. Oleh karena itu penilaian terperinci dari bahan kimia terkait kemasan plastik mungkin diperlukan (Wirakartakusumah, 2014).

Beberapa strategi untuk menilai bahan kimia berbahaya dalam plastik telah diusulkan. Studi-studi sejauh ini difokuskan pada monomer dan sejumlah kecil aditif yang digunakan dalam konsentrasi tinggi, seperti *phthal-* maka *plasticizer di fleksibelpolyvinyl chloride* (PVC). Manaum untuk mengkonfirmasi secara komprehensif *design*, pembuatan, dan keputusan kebijakan yang mendukung alternatif untuk bahan kimia berbahaya dalam kemasan plastik identitas dan jumlah zat yang etrlibat harus diketahui. Ini berlaku untuk kedua zat yang sengaja ditambahkan (IAS), seperti monomer yang digunakan untuk membuat polimer, aditif yang ditambahkan ke polimer untuk memberikan sifat atau fungsi yang diinginkan, dan bahan kimia lainnya yang sengaja digunakan selama pembuatan (misalnya, pelarut atau alat bantu pengolahan), serta zat yang ditambahkan secara tidak sengaja (NIAS), seperti pengotor, produk sampingan reaksi, dan produk pemecahan. Sayangnya, mencapai tinjauan komprehensif semua zat yang terkait dengan kemasan plastik bukanlah tugas yang mudah. Ini karena tiga alasan utama: Pertama, berkenaan dengan IAS, plastik pembungkus terbuat dari berbagai jenis polimer yang mengandung berbagai macam zat kimia tambahan. Kedua, identitas kimia dan kuantitas banyak NIAS hadir dalam setengan jadi kemasan plastik jarang dibahas dan sering tetap tidak diketahui. Ketiga polimer yang paling umum diterapkan dalam kemasan plastik polietilen di- clude (PE), polypropylene (PP), polietilen terepHthal- makan (PET), polystyrene (PS), dan PVC. Banyak polimer lain, termasuk, misalnya, polikarbonat (PC), poliamid (PA, nilon), akrilik, asam polilaktat (PLA), dan poliuretan (PU) (Nasution , 2017).

2.2 Bisphenol-B (BPB)

Bisphenol-B (2,2-bis (4-hydroxypHenyl) butane) adalah *congener bisphenol-A* dan digunakan untuk pembuatan resin epoksi. Secara struktural ia memiliki gugus etil pada atom karbon pusat dan bukan gugus metil yang ditemukan dalam BPA (Peretz dkk, 2014). Dibandingkan dengan BPA, BPB ditemukan menunjukkan biodegradasi aerob dan anaerob yang lambat, ini adalah potensi

migran dan kontaminan makanan. Kehadiran BPB dalam berbagai produk seperti makanan kaleng, minuman, makanan laut, tomat kupas, susu formula bayi, dan susu komersial, menunjukkan paparan makanannya pada manusia (Nasiri dkk, 2009). BPB telah ditemukan menjalani metabolisme oksidatif dengan adanya fraksi S9 (Tan dkk, 2015). Dalam urin manusia, BPB terdeteksi hanya setelah dekonjugasi menggunakan enzim β -glucuronidase yang menunjukkan bahwa metabolisme BPB terjadi terutama melalui konjugasi dengan asam glukronat atau sulfat (Zhijun dkk, 2016)



Gambar 2.2 Struktur *Bisphenol-B*

Pada kontaminasi lingkungan dan paparan manusia, BPB telah terdeteksi dalam berbagai sampel lingkungan seperti limbah cair di Cina dan Kroasia, sampel sedimen dan debu dalam ruangan. Hal ini juga telah ditemukan dalam urin manusia, air liur dan serum yang menunjukkan beban harian dan paparan internal (Alharthy, 2014)

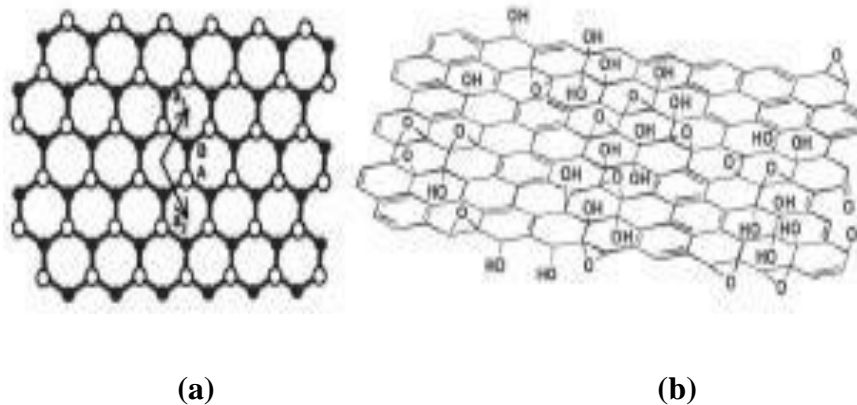
BPB memiliki toksisitas akut lebih dari BPA. Selain itu sitotoksin sedikit lebih dari BPA. BPB dapat menginduksi aktivasi gen p53 yang menunjukkan bahwa ia memiliki potensi genotoksik juga (Rezg dkk, 2014). BPB telah terbukti bersifat kimiawai esterogenik dan anti-androgenik. Ini juga mendorong pertumbuhan sel mungkin dengan menginduksi transkrip yang dimediasi oleh estrogen response (ERE) (Knez, 2013). BPB juga ditemukan mengerahkan aktivitas esterogenik yang lebih tinggi dari pada BPA melalui jalur reseptor estrogen (GPER) protein non-genomik yang digabungkan pada konsentrasi nanomola, karena perilaku esterogenik nya, BPB juga dipamerkan sebagai perkembangan toksisitas (Bames dkk, 2017). Telah dicatat bahwa lebih banyak sifat BPB hidrofobik dari pada BPA sebenarnya meningkatkan aktivitas estrogennya. Dalam hal estrogenitas, BPB ditemukan

aktifkan secara metabolik. Hal itu sebagai anti-androgenik sebagai BPA di lini sel NCL-H295R dan juga secara signifikan menurunkan produksi testosteron di testis tikus dewasa (Mileva dkk, 2014). Paparan BPB pada tikus dewasa dilaporkan menyebabkan stres oksidatif pada testis. Ini juga menyebabkan penurunan motilitas sperma produksi sperma setiap hari dan jumlah sperma pada epididimis yang menyebabkan gangguan pada fungsi reproduksi (Ulfa dkk, 2018). BPB adalah agnosis yang lebih kuat dari reseptor kehamilan-X manusia dari pada BPA (Tomáš dkk, 2017). Ini juga menyebabkan penurunan kadar kortisol dan kortikosteron (Jahan dkk, 2016).

2.3 *Graphene Oxide (GO)*

Graphene Oxide (GO) adalah sebuah bahan lapisan tunggal atom yang terdiri dari karbon, hidrogen, dan molekul oksigen oleh oksidasi kristal grafit. GO merupakan bentuk hasil reduksi oksigennya dari rGO (Harahap, 2018). GO menunjukkan hasil yang baik dalam hal kimiawi, sifat optik, serta sifat kelistrikan yang baik yang berasal dari gugus fungsi oksigen serta struktur grafena. Sifat ini menghasilkan sifat hidrofobik dan menghasilkan koloid yang stabil (Johannes, 2018). GO dapat bertindak sebagai pengganti grafena, dengan teknik pembuatannya yang relatif lebih mudah namun memiliki hasil yang setara.

Graphene memiliki senyawa turunan yang memiliki karakteristik serupa dengan *Graphene*, dengan struktur yang mirip pula yaitu *Graphene oxide*. Terdapat perbedaan pada struktur pada keduanya *Graphene* yang terbentuk planar, sedangkan pada *Graphene oxide* terdapat lengkungan karena adanya gugus oksigen dalam bentuk karboksil dan karbonil didalamnya. Perbedaan struktur *Graphene* dan *Graphene oxide* ditunjukkan pada gambar 2.3. GO memiliki sudut mekanik, ketahanan termal dan elektrik yang baik. (Shao dkk, 2012).



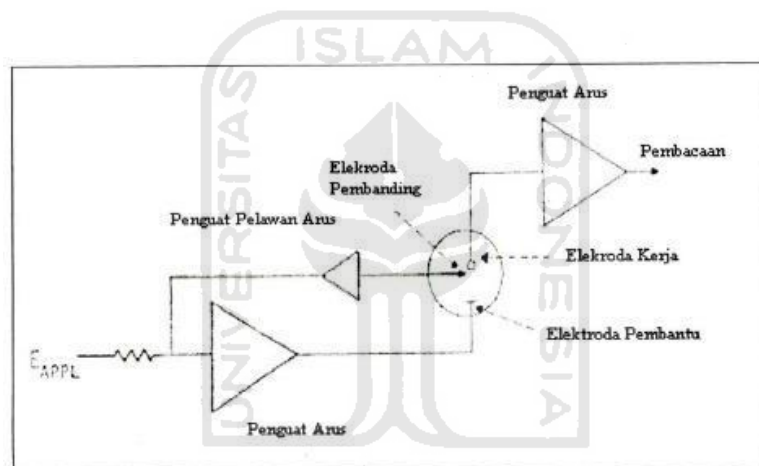
Gambar 2.3 Perbedaan Struktur (a) *Graphene* (b) *Graphene oxide*
(Shao dkk, 2012)

Struktur dan sifat dari oksida grafit bergantung pada metode sintesis masing-masing dan derajat oksidasinya. Struktur lapisan grafit induk biasanya bertahan karena adanya sintesis, tetapi lapisan tersebut saling melengkung sehingga jarak interlayernya dua kali lebih besar dari pada grafit (~0,7nm). Metode Hummers yang digunakan pada GO sering sekali didapatkan pengotor sulfur (karena dalam metode Hummer digunakan asam sulfat sebagai oksidan) dalam bentuk organosulfat (Zhu dkk, 2014). Lembaran *Graphene* oksida selama deposisi lapisan pada substrat yang dipilih struktur detailnya masih belum dapat dipahami karena kuatnya penyimpangan dan pengemasan yang tidak baku dari lapisannya terlihat bahwa adanya bukti lengkungan (penyimpangan dari planaritas), penumpukan dan keretakan (Wisnuwijaya. 2017).

Graphene oxide merupakan senyawa hidrofilik dan sangat mudah dehidrasi dengan cara penguapan air atau di celupkan kedalam larutan dan menghasilkan peningkatan jarak interplanarnya. Pembahan air juga menyebabkan masuknya air dalam jarak interlayernya karena tingginya efek tekanan induksi. (Darminto dkk, 2018). *Graphene oxide* biasanya disintesis dan grafit bukan dari karbon aktif dengan empat metode dasar seperti metode staudenmaier, Brodie dan Hummers. Metode staudenmaier dan Brodie mengombinasikan kalium klorat dan asam nitrat sebagai oksidatornya, sedangkan metode hummer menggunakan kombinasi kalium permanganat dan asam sulfat sebagai oksidatornya (Rohman, 2018).

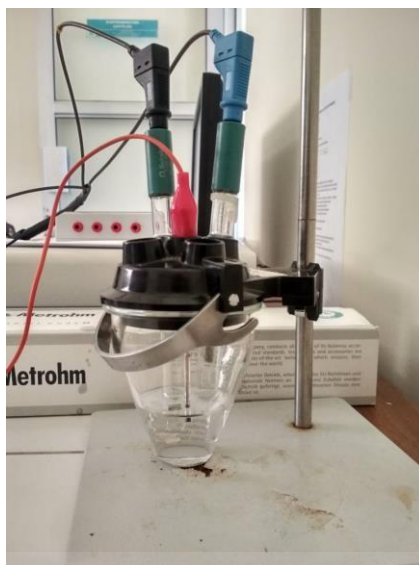
2.4 Voltammetri

Voltammetri merupakan suatu metode elektroanalitik yang memiliki prinsip dasar elektroanalisis (Gambar 2. 4). Elektroanalisis merupakan teknik yang terjadi pada hubungan besaran listrik dengan reaksi kimia, untuk menentukan satuan-satuan listrik seperti arus, potensial, atau tegangannya dengan parameter-parameter kimia (Arevalo dan Calmano, 2017). Teknik voltammetri dapat memberikan potensial yang dapat diatur sesuai keperluan. Konsentrasi analit tidak berubah selama proses pengukuran, karena hanya sebagian kecil analit yang di elektrolisis. Arus yang diukur pada analisis voltammetri terjadi sebab adanya reaksi redoks pada permukaan elektroda (Braun dkk, 2014).



Gambar 2.4. Skema Rangkaian voltammetri (Braun dkk, 2014)

Senyawa-senyawa kimia yang bersifat elektroanaktif, mempelajari proses reduksi dan oksidasi dibagian medium, proses adsorpsi pada permukaan, dan mempelajari jalur transfer elektron dipermukaan elektroda dapat dianalisis menggunakan teknik voltammetri. Hasil analisis dapat diketahui dari voltammogram yang terbentuk. Teknik voltammetri digunakan untuk Analisis kuantitatif dengan analisis lebih lanjut yang berkaitan dengan hubungan arus sebagai fungsi dari konsentrasi analit pada potensi tertentu (G dkk, 2016).

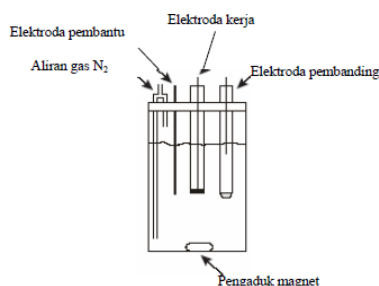


Gambar 2.5 Alat Voltammetri

Kelebihan teknik voltammetri adalah memiliki sensitifitas yang tinggi, limit deteksi yang rendah serta daerah linier yang lebar. Voltammetri memiliki berbagai jenis teknik yang telah dikembangkan seperti voltammetri siklik, amperometri, voltammetri pulsa diferensial, dan sebagainya. Dari berbagai jenis teknik tersebut perbedaan mendasar hanya pada profil pemberian sinyal listriknya saja. Perbedaan ini menyebabkan setiap teknik memiliki keunggulan sendiri (Bums dkk, 2015).

Elektroda yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari tiga jenis:

1. Elektroda kerja (*working electrode*) adalah elektroda yang dimana potensialnya tergantung pada konsentrasi analit yang di ukur.
2. Elektroda pembanding (*reference electrode*) adalah elektroda yang dimana potensialnya tidak tergantung pada konsentrasi analit yang di ukur.
3. Elektroda pembantu (*auxiliary electrode*)



Gambar 2.6 sel dalam analisis voltammetri (Bums dkk, 2015)

Elektroda yang digunakan dalam penelitian ini adalah elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan *Graphene Oxide*. Elektroda pembanding yang digunakan adalah Ag/AgCl. Jika terdapat arus yang mengalir pada elektroda Ag/AgCl, maka konsentrasi Cl^- akan berubah dan potensial pun akan berubah. Hal ini menyebabkan pengertian elektroda pembanding tidak terpenuhi. Elektroda pembantu yang digunakan adalah platina (Pt). Elektroda pada Pt memiliki kelebihan yaitu dapat digunakan pada daerah potensial yang lebih luas. Dalam suasana asam Pt dapat digunakan pada $+1,2 \text{ V} - (-0,2) \text{ V}$ dan dalam suasana basa Pt dapat digunakan pada $+0,7 \text{ V} - 0,1 \text{ V}$. Agar potensial elektroda pembanding tetap, digunakan elektroda pembantu yang memiliki hambatan lebih kecil dari pada elektroda pembanding. Akibatnya arus yang mengalir ke elektroda pembanding sangat kecil atau dianggap nol dan arus yang diukur adalah arus pada rangkaian antara elektroda kerja dan elektroda pembantu (Bums dkk, 2015).

Terdapat tiga jenis arus yang pada analisa voltametri. Pertama adalah arus difusi. Arus difusi adalah arus yang tergantung pada konsentrasi ion-ion analit pada larutan. Arus difusi terjadi karena adanya reaksi reduksi oksidasi pada permukaan elektroda. Permukaan elektroda dapat memiliki muatan listrik dan jenisnya tergantung pada potensial listrik yang diberikan, karena elektroda kerja dihubungkan dengan sumber potensial listrik. Ion-ion dalam larutan memiliki muatan yang berlawanan dengan muatan elektroda untuk mengimbangi muatan yang terdapat pada permukaan elektroda, maka ion-ion akan tertarik ke permukaan elektroda membentuk permukaan *Helmholtz*. Jika potensial elektroda diukur ke nilai potensial yang lebih negatif sehingga mencapai potensial dekomposisi dari ion analit, maka ion-ion analit yang terdapat pada permukaan *Helmholtz* akan berkurang. Untuk mengimbangi kekurangan ion analit pada permukaan *Helmholtz* itu, maka ion-ion yang terdapat pada tubuh larutan akan berdifusi menuju elektroda. Aliran ion-ion analit inilah yang menghasilkan arus difusi (Arevalo dan Calmano, 2017).

Kedua yaitu arus konveksi. Arus konveksi adalah arus yang terjadi jika mengalami pengadukan atau akibat adanya gradien temperatur didalam larutan. Arus konveksi diminimalisasi dengan tidak melakukan pengadukan sesaat sebelum

pengukuran, untuk mempertahankan kebolehan ulang pengukuran dan menjaga agar temperatur larutan yang diukur tetap. Dalam sel elektrokimia, ketiga elektroda dicelupkan dalam larutan yang mengandung analit maupun pelarut elektrolit pendukung. Elektrolit pendukung dibutuhkan pada analisis yang di kendalikan oleh potensial untuk mengurangi tahanan dari larutan dan efek elektromigrasi serta menjaga kekuatan ion. Dalam pengerjaan, elektrolit pendukung yang digunakan biasanya dalam garam anorganik, aman mineral, dan buffer. Arus konveksi dapat dihilangkan dengan menjaga temperatur larutan dengan tidak transport massa dalam larutan. Hal yang tidak diinginkan adalah terjadinya konveksi pada lapisan difusi. Jika larutan analit diaduk, maka tebal lapisan difusi akan konstan karena ada pergerakan ion-ion akibat pengadukan yang dapat mencegah lapisan difusi bertambah. Oksigen yang terlarut didalam sebuah larutan dapat mengalami reaksi redoks pada permukaan elektroda. Akibatnya, akan ditemukan puncak oksigen yang dapat mengganggu pengukuran. Untuk mengatasinya kedalam sel voltametri diallirkan gas nitogen yang dapat menghilangkan oksigen terlarut dengan cara mendesak oksigen karena nitrogen lebih berat dari oada oksigen sehingga nitrogen cenderung berada di bagian bawah (Arevalo dan Calmano, 2017).

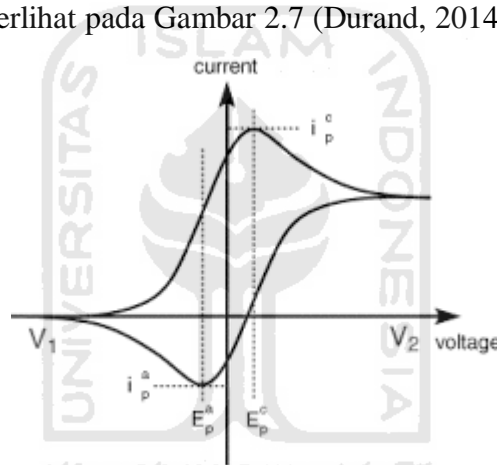
Arus yang ketiga yaitu arus migrasi. Arus migrasi adalah arus yang timbul karena adanya tarik menarik elektrostatis antara muatan elektroda dengan muatan ion-ion analit. Kedua jenis arus yang terakhir ini tidak tergantung pada konsentrasi sehingga tidak diinginkan pada analisis voltametri. Arus migrasi dapat diminumkan dengan menambahkan elektrolit pendukung kedalam larutan analit. Larutan analit harus bersifat *inert* (tidak mengalami reaksi redoks pada daerah potensial kerja). Konsentrasi elektrolit pendukung minimal 100 kali konsentrasi analit sehingga karena senyawa elektrolit jauh lebih besar konsentrasinya dibandingkan dengan analit, maka ion-ion elektrolit akan melindungi ion analit dari interaksi elektrostatis dengan muatan elektroda (Arevalo dan Calmano, 2017).

2.5 Voltametri Siklik

Voltametri siklik merupakan teknik voltametri yang biasa digunakan pada awal eksperimen untuk mempelajari sifat elektrokimia dari spesi yang diamati.

Teknik voltametri siklik tersebut dapat diperoleh informasi mengenai mekanisme reaksi dari proses reduksi-oksidasi. Adanya kemungkinan reaksi lain saat reduksi-oksidasi berlangsung dapat dilihat dari voltammogramnya. Proses yang terjadi pada voltametri siklik adalah pembacaan potensial pada elektroda kerja yang statis dalam larutan yang tidak diaduk, dengan hubungan potensial terhadap waktu (Durand, 2014).

Teknik voltametri siklik dapat memberikan nilai potensial reduksi atau oksidasi dari spesi-spesi elektroaktif. Selama pengukuran dengan voltametri siklik, akan diperoleh kurva antara arus terhadap potensial yang dikenal dengan voltammogram siklik. Untuk proses yang reversibel, bentuk kurva antara arus (I) terhadap potensial (V) terlihat pada Gambar 2.7 (Durand, 2014).



Gambar 2.7 Voltammogram Siklik hubungan antara Arus dan Potensial (Durand, 2014)

2.6 Validasi Metode

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Parameter metode validasi yang harus diuji meliputi uji linieritas, akurasi, presisi, LOD dan LOQ (Riyanto 2014).

2.6.1 Uji Linearitas

Linearitas adalah kemampuan suatu metode analisis untuk mendapatkan hasil yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran

yang ada (Aradea, 2014). Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh. Linearitas biasanya dinyatakan dengan istilah variasi disekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematis data yang diperoleh dari hasil pengukuran analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perhitungan hasil analisis diperoleh persamaan garis regresi senyawa standar (Riyanto 2014).

Dalam penentuan linearitas sebaiknya menggunakan minimum 5 konsentrasi. Sebagai parameter adanya hubungan linear digunakan koefisien korelasi R pada analisa Regresi linear ($Y = a + bX$), dimana a adalah perpotongan dengan sumbu Y dan b adalah kemiringan slope garis regresi. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan adalah $R \leq 0,995$ (Riyanto 2014).

2.6.2 Akurasi

Akurasi merupakan suatu ukuran ketepatan dari suatu metode analitik atau kedekatan persetujuan antara nilai-nilai yang terukur dengan nilai yang diterima baik sebagai kesepakatan nilai sebenarnya (*true value*) maupun suatu nilai acuan (Kurnyawaty, 2016). Idealnya akurasi suatu metode akan ditetapkan dengan membandingkan hasil yang diperoleh dengan apa yang dimiliki oleh *Standart Reference Materials* (SRM). Hasil uji dinyatakan persen perolehan kembali (*Recovery*) dengan metode membandingkan selisih jumlah analit standar pada sampel yang terbaca dengan jumlah analit yang sebenarnya (Riyanto 2014).

$$\% \text{Recovery} = \frac{C1 - C2}{C3} \times 100\%$$

Keterangan:

C1 = Konsentrasi dari analit yang terdapat dalam campuran contoh +
sejumlah tertentu analit

C2 = Konsentrasi dari analit yang ada pada contoh

C3 = Konsentrasi dari analit yang ditambahkan dalam contoh

Berdasarkan *Association of Analytical Chemis* (AOAC) tahun 2002 rentang nilai persen perolehan kembali (%*Recovery*) yang dapat diterima tergantung pada konsentrasi analit. Adapun AOAC menetapkan seperti dalam Tabel 2.1

Tabel 2.1 Persentase *Recovery* Yang Dapat Diterima Sesuai Dengan Konsentrasi Analit

Analit (%)	Unit	% Recovery
100	100%	98-102%
10	10%	95-102%
1	1%	97-103%
0,1	0,1%	95-105%
0,01	100 ppm	90-107%
0,001	10 ppm	80-110%
0,0001	1 ppm	80-110%
0,00001	100 ppb	80-110%
0,000001	10 ppb	60-115%
0,0000001	1 ppb	40-120%

2.6.3 Presisi

Presisi adalah ukuran drajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi dibagi menjadi tiga yaitu repeatabilitas, *intermediate precision* (presisi antara) dan reproduibilitas (Riyanto 2014).

1) Repeatabilitas

Repeatabilitas didefinisikan sebagai hasil presisi dengan perlakuan yang sama, dalam interval waktu pemeriksaan yang singkat. Repeatabilitas dapat digunakan untuk melihat konsistensi analis dalam melakukan analisis, melihat tingkat kesulitan metode dan untuk melihat kesesuaian metode dengan contoh uji (Riyanto 2014).

2) Presisi Antara (*Intermediate precision*)

Presisi antara merupakan bagian dari presisi yang dilakukan dengan cara mengulangi pemeriksaan dengan alat yang berbeda, penguji yang berbeda, hari pengujian yang berbeda pada laboratorium yang sama (Riyanto 2014).

3) Reprodusibilitas

Reprodusibilitas dinyatakan sebagai presisi yang diperoleh dari hasil pengukuran pada Laboratorium yang berbeda. Suatu nilai ketelitian dalam *Relatif Standard Deviation* (%RSD). Besar %RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil nilai %RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi ketelitiannya (Riyanto, 2014). Syarat keberterimaan digunakan persamaan koefisien persen Horwitz sesuai *Association of Analytical Chemist* (AOAC, 2002). Sehingga dalam penelitian ini uji presisi dilakukan dengan membandingkan antara %RSD dengan CV Horwitz. Nilai CV Horwitz merupakan suatu ketetapan yang digunakan untuk menentukan koefisien variasi dari data.

$$\% \text{ CV Horwitz} = 2^{1-0,5\log c} \dots \dots \dots \text{Persamaan 2.1}$$

Dimana c adalah rata-rata konsentrasi larutan standar. %RSD harus lebih rendah dibanding 2/3 CV Horwitz maka metode tersebut memiliki presisi yang baik (Riyanto, 2014).

2.6.4 *Limit Of Detection* (LOD) dan *Limit Of Quantification* (LOQ)

Batas deteksi (*Limit Of Detection/LOD*) merupakan batas konsentrasi analit terendah yang masih dapat dideteksi tidak secara kuantitatif, sedangkan batas kuantifikasi (*Limit Of Quantification/LOQ*) adalah batas konsentrasi analit terendah yang dapat diterapkan secara kuantitatif dengan tingkat akurasi dan presisi yang dapat diterima ketika metode tersebut diaplikasikan (Riyanto 2014). Limit deteksi dapat dihitung melalui persamaan 2.2, sedangkan limit kuantifikasi dapat dihitung melalui persamaan 2.3.

$$\text{LOD} = 3 \times \text{SD} \dots \dots \dots \text{persamaan 2.2}$$

$$\text{LOQ} = 10 \times \text{SD} \dots \dots \dots \text{persamaan 2.3}$$

Keterangan :

LOD : Limit of Detection

LOQ : Limt of Quantification

SD : Standar Deviasi



BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat Voltammeter, Neraca analitik, Spatula logam, Kaca arloji, *Beaker glass* 100;250; dan 500 mL, Pipet ukur 1;5;10; dan 25 mL, Pro pipet, Pengaduk kaca, Mikro pipet 100 μ L, Corong kaca, Labu ukur 25;100 mL, pH meter, Botol semprot, Erlenmeyer 250 mL, Hotplate, Oven, Cawan porselen, dan Magnetik stirer.

3.2 Bahan

Serbuk *Bisphenol-B*, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, NaOH 0,1 M, Grafit, H_2SO_4 98%, KNO_3 , H_2O_2 30%, Aquadest, Tissue, Kerta saring, Buffer pH 4, 7, dan 10

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Naoh 0,1 M

Sebanyak 0,4000 gram NaOH ditimbang dan dilarutkan dengan Aquadest ± 25 mL kedalam *Beaker glass* 100 mL hingga larut, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditera menggunakan Aquadest lalu homogenkan larutan.

3.3.2 Pembuatan larutan HCl 0,1 M

Sebanyak 0,8 mL HCl 37% (secara hati-hati) dipipet kedalam Labu Ukur 100 mL yang telah terisi Aquadest ± 25 mL, larutan ditera menggunakan Aquadest lalu homogenkan.

3.3.3 Pembuatan larutan *Buffer Pospat Solution*

Sebanyak 3,4407 gram $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan 4,2304 gram $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ masing-masing ditimbang dan dilarutkan dengan \pm Aquadest 25 mL dalam *Beaker glass* 100 mL, kemudian dilarutkan kedalam labu ukur 250 mL ditera dan homogenkan larutan, kemudian larutan dicampurkan kedalam *Beaker glass* 500 mL.

3.3.4 Pembuatan larutan *Bispheno- B (BPB) 10mM*

Sebanyak 0,3025 gram *Bispheno-B* ditimbang dan dilarutkan kedalam *Beaker glass* 100 mL yang telah ± 25 mL NaOH 0,1 M, kemudian larutan dimasukan kedalam labu ukur 50 mL ditera dengan NaOH 0,1 M dan homogenkan larutan.

3.3.5 Pembuatan *Graphene Oxide* (GO)

Sebanyak 1 gram grafit ditimbang dan dimasukan kedalam *Beaker glass* 250 mL, kemudian ditambahkan 20 mL H₂SO₄ 98%, 0,5 gram KNO₃ (diaduk), dan KMnO₄ 3 gram secara perlahan. Larutan di aduk selama 1 jam dengan Temperatur 90^o, setelah 1 jam ditambahkan 100 mL aquadest dan dipanaskan hingga 30 menit. Larutan diteteskan H₂O₂ 30% terus menerus hingga terbentuk endapan coklat (diaduk). Larutan disaring, kemudian hasil endapan di netralkan menggunakan aquadest, endapan netral kemudian di oven selama 4 jam dengan Temperatur 80^o.

3.3.6 Pembuatan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi GO

0,0100 gram Grafit ditimbang dan dilarutkan dengan 1 mL etanol p.a ke dalam botol vial. Larutan di sonifikasi selama 30 menit untuk mempercepat pelarutan. Kemudian larutan dipipet sebanyak 100 µl dan ditempelkan pada permukaan EPK, di tunggu hingga kering .

3.3.7 Pembuatan dan pengukuran pH optimum BPB pH 5-10

Larutan *Bisphenol-B* 10 mM dipipet dan diencerkan menjadi 2 mM sebanyak 50 mL. Sebanyak 5 mL Larutan 2 mM dipipet ke dalam 6 labu ukur dengan volume 25 mL. Masing-masing larutan ditera menggunakan BPS dengan pH 5-10.

3.3.8 Pembuatan dan pengukuran larutan standar BPB

Larutan BPB 10 mM pada larutan induk dipipet untuk membuat larutan dengan konsentrasi 0,2 mM; 0,4 mM; 0,6 mM; 0,8 mM; 1 mM; 2 mM; 4 mM; 6 mM; 8 mM; dan 10 mM kedalam labu ukur 25 mL. Kemudian larutkan ditera dengan pH optimum 5 dan homogenkan larutan. Diukur masing-masing konsentrasi larutan menggunakan voltammetri.

3.3.9 Pengukuran Sampel

Sebanyak 10 mL Sampel dipipet dan dilarutkan kedalam labu ukur 25 mL, kemudian ditera dengan larutan pH 5 dan homogenkan. Larutan sampel diukur menggunakan voltametri.

3.3.10 Pengukuran Spike Larutan Sampel

Sebanyak 10 mL Sampel dipipet dan dilarutkan kedalam labu ukur 25mL, kemudian ditambahkan standar BPB 0,2 mM sebanyak 0,5 mL dan ditera dengan larutan pH 5 homogenkan. Larutan diukur menggunakan voltametri.



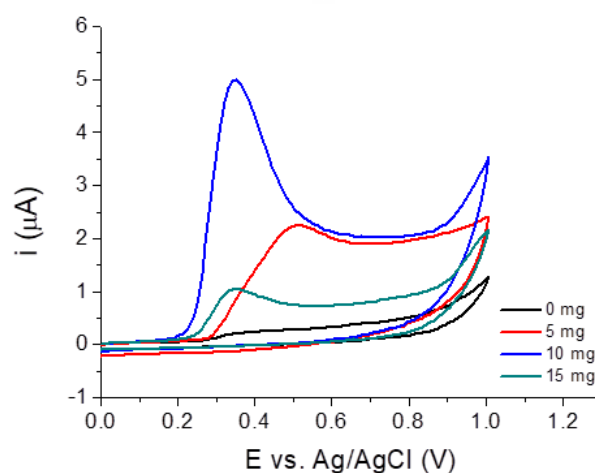
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

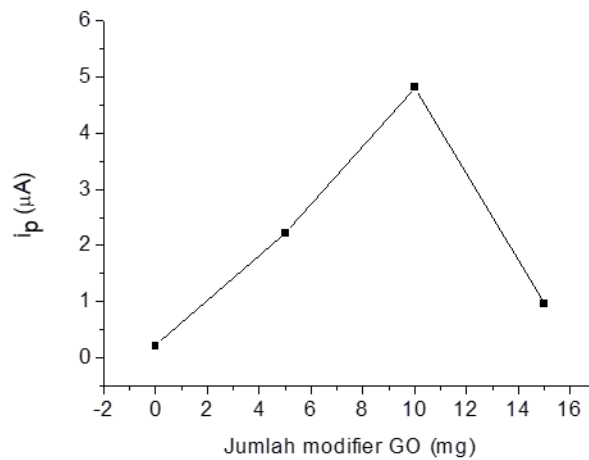
Modifikasi elektroda pasta karbon dengan *Graphene Oxide (GO)* untuk analisis *Bisphenol-B (BPB)* dalam plastik. Metode ini di gunakan untuk uji kualitatif. Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahap. Pertama preparasi sampel selama ± 30 hari dengan merendam plastik di dalam air kemudian di jemur dibawah sinar matahari. Kedua yaitu optimasi komposisi *Graphene Oxide (GO)* 5 mg; 10 mg; dan 15 mg menggunakan larutan buffer fosfat pH 10, dan optimasi pH *Bisphenol-B (BPB)* dengan pH 5; 6; 7; 8; 9; 10; dan 11. Ketiga yaitu pengukuran sampel dengan alat voltammetri.

4.1. Optimasi Komposisi *Graphene Oxide (GO)*

Optimasi adalah suatu proses untuk mencapai hasil yang ideal atau nilai efektif yang dapat dicapai. Optimasi biasanya digunakan untuk melihat nilai efektif pada suatu analisa. Pada penelitian ini optimasi komposisi *Graphene Oxide (GO)* dicampurkan dengan etanol sebagai pelarut yang kemudian disonifikasi. Hasil sonifikasi kemudian ditetaskan pada permukaan Elektroda Pasta Karbon (EPK) dengan masing-masing komposisi 5 mg; 10 mg; dan 15 mg. Hasil optimasi *Graphene Oxide (GO)* dapat dilihat pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Voltammogram Optimasi Komposisi *Graphene Oxide (GO)* Dengan Larutan Penyangga Fosfat Ph 10 pada Laju Pindai 100 Mv/S



Gambar 4.2 Grafik Hubungan Jumlah GO Dengan Arus Puncak

Tabel 4.1 Optimasi Komposisi GO

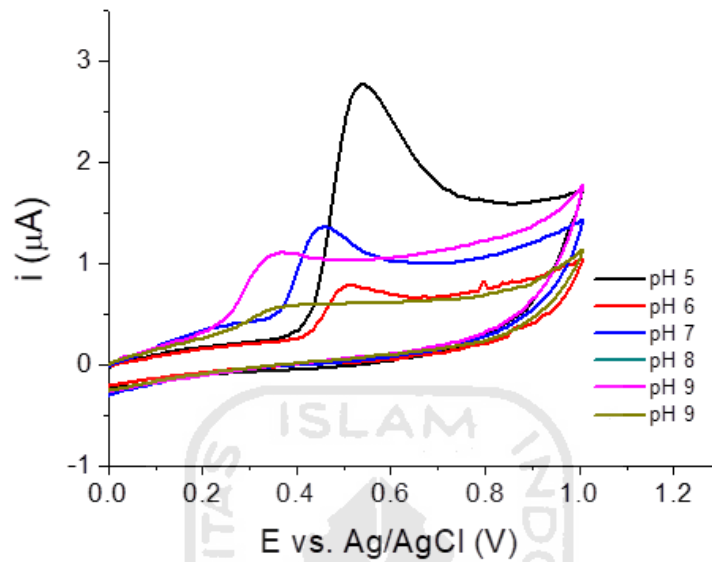
Jumlah GO (Mg)	Arus Puncak (μA)
0	0,213
5	2,213
10	4,81
15	0,962

Berdasarkan optimasi komposisi GO dapat dilihat dari hasil voltammogram pada gambar 4.1, menunjukkan hasil optimasi paling efektif berada pada komposisi 10 mg yang menghasilkan puncak paling tinggi dibandingkan komposisi 5 mg dan 15 mg. Hal ini didukung pula dengan gambar 4.2 Grafik hubungan antara jumlah GO dengan Arus puncak mengalami kenaikan pada komposisi 10 mg dengan hasil arus puncak sebesar 4,81 μA . Hal ini terjadi karena pada komposisi 10 mg terjadi transfer elektron yang sangat cepat.

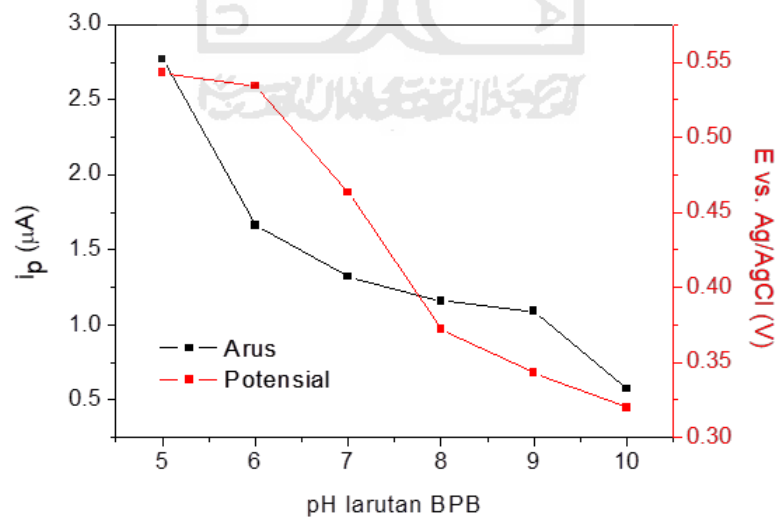
4.2. Optimasi pH Larutan *Bisphenol-B*

Optimasi pH dilakukan untuk mengetahui nilai drajat keasaman yang paling efektif dari larutan *Bisphenol-B* pada rentang asam maupun basa. Optimasi ini menggunakan larutan asam lemah $Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$ dan garamnya $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$. Larutan buffer fosfat ini dicampurkan dengan *Bisphenol-B* untuk mempertahankan

nilai pH yang ada dari campuran asam maupun basa. Hasil dari optimasi pH larutan *Bisphenol-B* dapat dilihat pada Gambar 4.4



Gambar 4.3 Voltammogram Optimasi Ph Larutan *Bisphenol-B* 0,2 Mm Menggunakan Larutan Buffer Fosfat Ph 5,6,7,8,9, Dan 10 Pada Laju Pindai 100 Mv/s



Gambar 4.4 Grafik Hubungan pH Larutan *Bisphenol-B* dengan Arus Puncak

Tabel 4.2 Optimasi pH Larutan *Bisphenol-B*

pH Larutan BPB	Arus Puncak (μA)	Potensial (V)
5	2,77	0,54
6	1,66	0,53
7	1,32	0,46
8	1,16	0,37
9	1,09	0,34
10	0,58	0,32

Hasil optimasi pH larutan *Bisphenol-B* bekerja secara optimal pada pH 5 yang ditunjukkan oleh voltammogram pada Gambar 4.4. hal ini dapat dilihat pula pada Gambar 4.5 dimana puncak tertinggi terapat pada pH 5 se dangkan pH yang lain mengalami penurunan puncak. Pada Tabel 4.2 pun menunjukkan pH 6 memiliki Arus Puncak dan Ptsial yang tinggi yaitu sebesar 2,77 μA dan 0,54 V. Tingginy arus pada pH menunjukkan kondisi protonasi. Protonasi dapat dilihat pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Reaksi Elektrooksidasi dari Senyawa *BispHenol-B*

Dari gambar 4.5 terdapat adanya perubahan dari senyawa alkohol menjadi keton yang melibatkan 2e^- . *Bisphenol-B* pada pH ini dalam keadaan ion bebas, jumlah yang banyak berada pada permukaan elektroda pasta karbon dan memiliki respon arus yang tinggi. Pada Gambar 4.5 secara teoritis dapat dilihat dari persamaan hukum *Nersnt* dengan reaksi oksidasi *Bisphenol-B*. Nilai teoritis yang diperoleh sebesar 0,05916/unit pH yang berarti menunjukkan elektron dan proton yang terlibat dalam reaksi elektrooksidasi *Bisphenol-B* pada Gambar 4.5 memiliki nilai yang mendekati nilai dari hukum *Nersnt*.

4.3. Validasi Metode

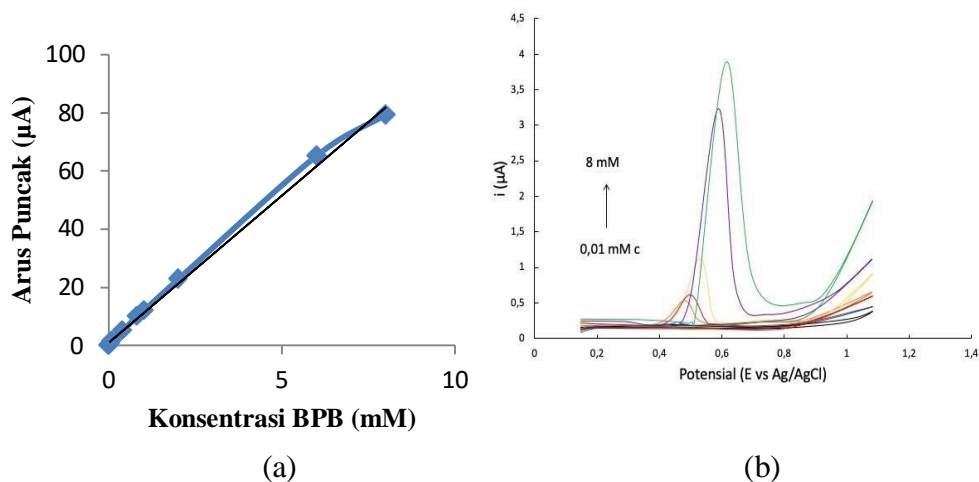
4.3.1 Linearitas

Linearitas merupakan parameter penting dalam suatu analisa Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh. Linearitas biasanya dinyatakan dengan istilah variasi disekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematis data yang diperoleh dari hasil pengukuran analit dalam sampel dengan berbagai konsenrasi analit. Perhitungan hasil analisis diperoleh persamaan garis regresi senyawa standar, biasanya linearitas dapat ditentukan dengan kurva kalibrasi. Konsentrasi deret standar yang di gunakan pada penelitian elektroda adalah 0 mM; 0,02 mM; 0,04 mM; 0,08 mM; 0,1 mM; 0,4 mM; 0,8 mM; 1 mM; 2 mM; 6 mM; dan 8 mM yang kemudian diukur menggunakan voltammetri. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.3 Uji Linieritas

Konsentrasi (mM)	Arus Puncak (μA)
0,01	0,16
0,02	0,32
0,04	0,58
0,08	1,47
0,1	1,68
0,4	5,12
0,8	10,08
1	11,98
2	22,78
6	65,18
8	79,23

Hasil pembacaan dari voltammetri kemudian di buat grafik kurva kalibrasi antara konsentrasi pH sebagai sumbu x dan I_p sebagai sumbu y. Grafik linearitas dan voltammogram yang dihasilkan dilihat pada Gambar 4.6a dan 4.6b.



Gambar 4.6 (a) Grafik Kurva Kalibrasi dan (b) Voltammogram Linearitas Larutan Standar BPB Pada Laju Pindai 100 Mv/s

Berdasarkan hasil kurva kalibrasi didapatkan persamaan $y = 10,184x + 1,0316$ dengan hasil koefisien korelasi (r) sebesar 0,9966 dan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9932. Hubungan linearitas dapat diketahui menggunakan koefisien korelasi (r) terhadap analisis regresi linear. Hubungan yang linear apabila nilai r yaitu +1 atau -1 tergantung dari arah garis. Berdasarkan hasil perhitungan nilai koefisien korelasi (r) yaitu 0,9966 artinya metode pengujian ini memiliki hubungan linear yang baik terhadap pengujian karena mendekati nilai 1. Nilai tersebut menggambarkan adanya korelasi yang berbanding lurus antara respon deteksi alat terhadap nilai konsentrasi larutan standar BPB. Hal ini membuktikan bahwa linearitas dari deret standar baik untuk digunakan.

Nilai sensitivitas dilihat dari nilai slope pada persamaan yang telah di dapat. Nilai slope sebesar 10,184 yang menandakan setiap perubahan satuan konsentrasi larutan standar akan membuat perubahan *signal* reflektansi sebesar 10,184. Persamaan kurva kalibrasi $y = ax + b$ menandakan adanya hubungan yang berbanding lurus antara kenaikan konsentrasi pH dengan arus puncak (I_p).

4.3.2 Presisi

Presisi menunjukkan kedekatan antara beberapa hasil pengukuran yang diukur dengan cara dan kondisi yang sama. Uji repeatibilitas adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran homogen. Uji repeatibilitas dilakukan untuk mengetahui variabilitas data yang dihasilkan pada kondisi yang sama. Uji Reprodusibilitas dinyatakan sebagai presisi yang diperoleh dari hasil pengukuran pada laboratorium yang berbeda. Suatu nilai ketelitian dinyatakan dalam *Relatif Standard Deviation* (%RSD). Besar %RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil nilai %RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi ketelitiannya (Riyanto, 2009). Uji presisi yang dilakukan pada penelitian ini adalah uji Repeatibilitas pada tabel 4.3 dan uji Reprodusibilitas pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Uji Repeatabilitas

Pengulangan	Konsentrasi (μA)
1	1,535
2	1,5218
3	1,5218
4	1,5254
5	1,5314
6	1,5314
7	1,5314
8	1,5084
9	1,5109
10	1,5109
SD	0,0098
%RSD	0,64
Cv Horwitz	3,5017
2/3 Cv Horwitz	2,3345

Berdasarkan Tabel 4.3 hasil yang di peroleh didapatkan dalam bentuk %RSD sebesar 0,64%. Hasil presisi dikatakan baik karena nilai RSD \leq 2% (Riyanto,2014). Berdasarkan metode analisis yang dinyatakan secara

Repeatability, nilai 2/3 CV Horwitz didapatkan sebesar 2,3345. Hasil tersebut memenuhi syarat keberterimaan yaitu %RSD \leq 2/3 CV Horwitz.

Tabel 4.5 Uji Reprodusibilitas

Pengulangan	Konsentrasi (μA)
1	1,5314
2	1,5434
3	1,5470
4	1,5218
5	1,5193
SD	0,0125
%RSD	0,81
Cv Horwitz	3,5017
2/3 Cv Horwitz	2,3345

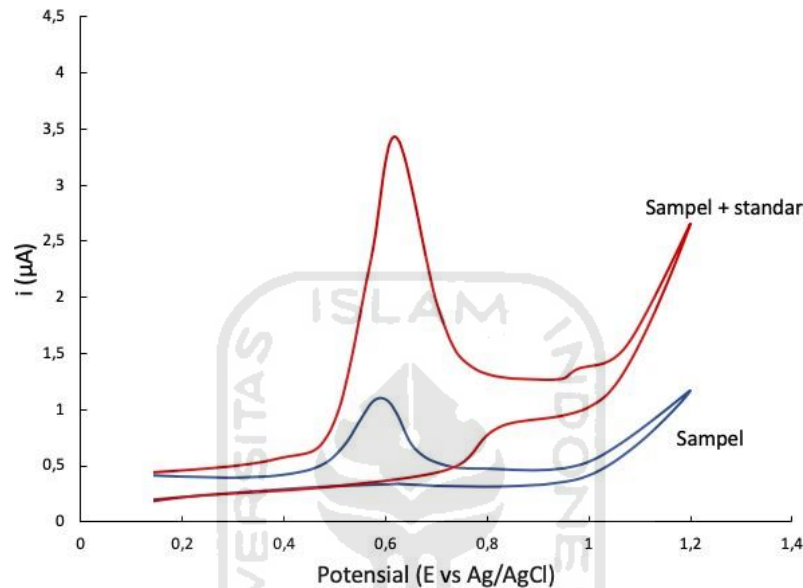
Berdasarkan Tabel 4.4 hasil yang di peroleh didapatkan dalam bentuk %RSD sebesar 0,79%. Hasil presisi dikatakan baik karena nilai $RSD \leq 2\%$ (Riyanto,2014). Berdasarkan metode analisis yang dinyatakan secara Repeatability, nilai 2/3 CV Horwitz didapatkan sebesar 2,3345. Hasil tersebut memenuhi syarat keberterimaan yaitu %RSD \leq 2/3 CV Horwitz.

4.3.3 Akurasi

Uji akurasi adalah suatu kedekatan kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kualitas yang diukur atau suatu pengukuran posisi yaitu seberapa dekat pengukuran dengan nilai benar yang diperkirakan. Mengukur ketepatan hasil dari analisis yang telah dilakukan, perlu dilakukan uji presentase perolehan kembali (%*Recovery*). Biasanya persyaratan untuk perolehan kembali tidak boleh lebih dari 5%. Cara pengolahan data akurasi dalam penelitian ini dilakukan dengan menambahkan standar. Hasil analisis %*Recovery Bisphenol-B* pada plastik ditampilkan pada Tabel 4.6 dengan bentuk voltammogram yang diperoleh seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.7.

Tabel 4.6 Hasil Pengukuran Akurasi

Keterangan	$I_p(\mu A)$	Kadar (mM)	%Recovery
Sampel	1,03	0,0626	97,28
Spike	3,42	0,2572	



Gambar 4.7. Voltammogram Pengukuran Sampel Dengan Penambahan Larutan Standar BPB Pada Larutan Elektrolit Pendukung BPS 0,2 Mm Ph 5 Dan Laju Pindai 100 Mv/s

Perolehan kembali (*Recovery*) menurut AOAC tahun 2002 nilai standar rentang akurasi sebesar 90 % - 115 %. Berdasarkan Tabel 4.5 hasil yang didapatkan berbentuk %*Recovery* pada sampel dan spike sebesar 97,28%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa plastik berada pada rentang keberterimaan atau akurat.

4.3.4 Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Limit deteksi atau *Limit of Quantification* (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon

signifikan dibandingkan dengan blanko. Nilai limit deteksi ditentukan dengan syarat $S/N = 3$, karena pada umumnya *peak* pada instrumen (*signal*) baru dapat terdeteksi setelah besarnya tiga kali dari *noise*. Limit kuantitasi atau *Limit of Quantification* (LOQ) adalah konsentrasi terendah dari analit yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima. Hasil pengukuran limit deteksi dan limit kuantitasi pada penelitian ini berdasarkan kurva kalibrasi sehingga dapat diketahui konsentrasi terkecil yang dapat terukur dengan alat/instrumen. Hasil dari perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi ditampilkan pada Tabel 4.7 sebagai berikut:

Tabel 4.7 Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

C (mM)	Ip (y)	yi	(y-yi) ²
0,01	0,16	2,7909	6,9217
0,02	0,32	5,6256	28,1498
0,04	0,58	10,2320	93,1622
0,08	1,47	26,0001	601,7302
0,1	1,68	29,7207	786,2842
	LOD		0,0847 mM
	LOQ		0,2823 mM

Berdasarkan Tabel 4.7 dapat disimpulkan bahwa nilai limit deteksi yang diperoleh sebesar 0,0847 mM yang menunjukkan nilai terkecil dalam jumlah analit terkecil terdapat dalam sampel masih dapat terukur oleh alat. Nilai limit deteksi yang diperoleh tersebut merupakan jumlah terkecil kandungan *Bisphenol-B* pada sampel plastik yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan. Limit kuantitasi yang diperoleh senilai 0,2823 mM yang menunjukkan nilai kualitas pada setiap analisis yang diperoleh masih memenuhi kriteria keberterimaan.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan hasil yang didapatkan bahwa:

1. Hasil Optimasi pada komposisi *Graphene Oxide (GO)* ditunjukkan oleh komposisi 10 mg dan hasil optimasi pH larutan *Bisphenol-B* terdapat pada pH 5
2. Metode yang dilakukan merupakan metode pengembangan sehingga harus dilakukan validasi dengan parameter Linearitas, Presisi Repeatabilitas, Presisi Reproducibilitas, Akurasi, LOD dan LOQ. Linearitas didapatkan koefisien korelasi sebesar 0,9966. Presisi Repeatabilitas nilai %RSD dan 2/3 Cv Horwitz berturut turut adalah 0,64% dan 2,3345. Presisi Reproducibilitas nilai %RSD dan 2/3 Cv Horwitz berturut turut adalah 0,81% dan 2,3345. Akurasi sebesar 97,28%. LOD dan LOQ berturut turut sebesar 0,0847 mM dan 0,2823 mM. Hasil validasi menunjukkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk enentuan *BispHeno-B* dalam plastik asoy dengan hasil yang sesuai.

5.2 Saran

Saran yang direkomendasikan yaitu dilakukan validasi metode terhadap pengembangan metode baru agar membuktikan data analisis yang dihasilkan valid. Penelitian kedepannya perlu memperkuat daya tahan *Graphene Oxide (GO)* Elektrota Pasta Karbon (EPK) agar tidak mudah rontok saat dilakukan pengukuran.

DAFTAR PUSTAKA

- Alharthy AS. 2014. *The effect of endocrine disrupting chemical bisphenol B on testosterone biosynthesis [Thesis]*. San Antonio: The University of Texas Health Science Center
- Barnes K.A., Sinclair C.R., and Watson D.H. (Eds.). 2017. *Chemical Migration and Food Contact Material*. Cambridge, England : Woodhead Publishing Ltd.
- Braun, A.M., Hashem, T., Worner, M., & Schnabel, C. 2014. *Proceedings of Third Asia-Pacific conference on Sustainable energy and environmental technology*. World Scientific Publishing Co, Pte, Ltd, Singapore. 40-50
- Burns, D.T., Townshend, A., & Carter, A.H. 2015. *Inorganic Reaction Chemistry*, Vol 2
- Calafat A.M., Kuklenyik Z., Reidy J.A., Caudill S.P., Ekong J., and Needham L.L. 2010. *Urinary concentrations of Bisphenol A and 4-Nonylphenol in a human reference population*. Environmental Health Perspectives 113:391-5.
- Crawford R.J.. 2018. *Plastic Engineering*. Buitenzorg-Heinemann, ISBN 0-7506-3764-1.
- Darminto.dkk.2018.*Pengembangan Bahan Karbon Dari Biomassa*. Surabaya :ITS Press.
- Direktorat Pengawasan Produk dan Bahan Berbahaya. Badan POM RI. 2014. *Mengenal bisphenol A (BPA) pada kemasan pangan*. InfoPOM. 2014;15(2): 6-8
- Durand, O. 2014.*Preservation Techniques For Volatile Organic Compound (VOC) Soil Sample Analyses*, Boston :Department of Environmental Protection.
- E, Arevalo., Calmano, W. 2017. *Studies on Electrochemical Treatment of Wastewater Contaminated With Organotin Compounds*, Journal of Hazardous Materials 146, 540-545.
- G.B, Balazs., Z, Chiba., P.R, Lewis., N, Nelson., G.A, Steward. 2016. *Mediated Electrochemical Oxidation of Organic Wastes Using a Co(III) Mediator in a Neutral Electrolyte*, The Regents of University of California. 350, 5-11.
- Harahap, 2018. *Sintesis Grafena dari Oksidasi Grafit dan Reduksi Oksida Grafit Menggunakan Reduktan Asam Sitrat*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Jahan S, Ain QU, Ullah H. 2016. *Systems Biology in Reproductive Medicine* Therapeutic effects of quercetin against bisphenol A induced testicular damage in male Sprague Dawley rats Therapeutic effects of quercetin against bisphenol A induced testicular damage. *Systems Biology in Reproductive Medicine*, 62(2), 114–24.
- Johannes,A.Z..2018.*Simulasi Perubahan Densitas Muatan Adsorpsi Atom Hidrogen – Graphene dengan Teori Fungsi Kerapatan*.Jurnal Fisika : Fisika Sains Dan Aplikasinya,3 (2),179-184.
- Knez J. 2013. *Endocrine-disrupting chemicals and male reproductive health*. *Reprod Biomed*. 26(5):440-8.
- Mileva, Guergana LB, StepHanie, Konkle, Anne TM. 2014. *Bisphenol-B Epigenetic reprogramming and effects on reproduction and behavior*. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 37-61.

- Nasiri S.J.A., Suyatma N.E., dan Warsiki E. 2019. *Pedoman Uji Migrasi Kemasan Pangan*. Jakarta :BPOM RI.
- Nasution S. 2017. *Metode Research*. Jakarta : Bumi Aksara.
- Peretz J, Vrooman L, Ricke AW, Hunt PA, Ehrlich S, Hauser R. 2014. *Bisphenol A and reproductive health: Updated of experimental and human evidence, 2007-2013*. Environ Health Perspect. 86-122:775.
- Rafitasari, Y.2016. *Sintesis Graphene Oxide Dan Reduced Graphene Oxide*. SNF . Vol.V
- Rezg R, El-Fazaa S, Gharbi N, Mornagui B. 2014. *Bisphenol B and human chronic diseases: current evidence. Possible mechanisms and future perspectives*. Environ Int. 64:83-90.
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish
- Rohman,2018. *Pengaruh Variasi Lama Pengerangan Dan Volume Larutan Graphene Oxide Berbahan Dasar Abu Sekam Padi Terhadap Kuat Tekan Dan Porositas Bata Ringan Jenis Cellular Lightweight Concrete*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Rooth WL, Komolprasert V. 2017. *Compact summary of bisphenol A (BPA) pharmacokinetics*. Public Health Service Food and Drug Administration.
- Sahwan, F.M., Martono, D.H.; Wahyono, S., Wisoyodharmo, L.A. 2018. *Sistem Pengolahan Limbah Plastik di Indonesia*. Jurnal Teknologi Lingkungan P3TL_BPPT. 6, 1, 311-318.
- Shao G, Lu Y, Wu F, Yang C, Zeng F, Wu Q. 2012. *Graphene oxide: the mechanisms of oxidation and exfoliation*. J. Mater. Sci. 47(10): 4400-4409
- Stankovich S, Dikin DA, Piner RD, Kohlhaas KA, Kleinhammes A, Jia Y, Wu Y, Nguyen ST, Ruoff RS. 2015. *Synthesis of graphene-based nanosheet via chemical reduction of exfoliated graphite oxide*. Carbon. 45(7): 1558-1565.
- Sulchan M. dan Endang N.W. 2017. *Keamanan Pangan Kemasan Plastik dan Styrofoam*. Semarang :UNDIP.
- Tan L, Wang S, Wang Y, He M, Liu D. 2015. *Bisphenol B exposure accelerated the aging process in the nematode Caenorhabditis elegans*. Toxicol Lett. 235:75-83.
- Tomáš J, Bistáková J, Greifová H, TE and LN. 2017. *Male reproduction: One of the Primary Targets of Bisphenol A. Bisphenol A Exposure and Health Risks Young*. 27-44.
- Ulfa FM, Fika YP, Dewi KS. 2018. *Gambaran Histopatologi Testis Tikus Domestik Jantan (Felis domestica) Yang Diinduksi Bisphenol-B Peroral*. Jurnal Riset Veteriner Indonesia, 2(1), 8-18.
- Wardani, R. 2016. *Bahaya Penggunaan Plastik*. Palangkaraya: Universitas Palangkaraya.
- Warsiki E. 2016. *Pedoman Kajian Paparan Zat Kontak Pangan dari Kemasan Pangan*. Jakarta :BPOM RI.
- Wirakartakusumah, M.A. 2014. *Keamanan Pangan dalam Risalah Widyakarya Nasional Pangan dan Gizi V*. Jakarta : Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

- Wisnuwijaya. 2017. *Preparasi Dan Sintesis GrapHene Oxide Dengan Metode Liquid Sonication Exfoliation Dan Random Collision Marbles Shaking Dengan Bahan Dasar GrapHite Limbah Baterai Zinc-Carbon Berdasarkan Uji Spektrofotometer UV-Vis*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Zhijun Z, Suyun J, Tingting X, Shizong H. 2016. *Effects of bispHenol A on testosterone levels and sexual behaviours of male mice*. ASM. 6:41-9.
- Zhu Y, Murali S, Cai W, Li X, Suk JW, Potts JR, Ruoff RS. 2014. *GrapHene and grapHene oxide: synthesis, properties, and applications*. Adv. Mater. 22(46): 3906-3924.



LAMPIRAN 1

Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan HCl 0,1 M sebanyak 100 mL

$$\begin{aligned}M &= \frac{10 \times \% \times q}{Mr} \\ &= \frac{10 \times 37\% \times 1,19^g}{36,5 \text{ g/NOL}} \cdot \text{CN}^3 \\ &= 12,06 \text{ mol/L}\end{aligned}$$

Pengenceran

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 12,06 \text{ mol/L} = 100 \text{ mL} \cdot 0,1 \text{ mol/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 0,1 \text{ NOL/L}}{12,06 \text{ NOL/L}}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

2. Pembuatan larutan NaOH 0,1 M sebanyak 100 mL

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH : } M &= \frac{n}{V(L)} \\ 0,1 \text{ mol/L} &= \frac{n}{0,1 \text{ L}} \\ n &= 0,01 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\text{Massa Naoh : } \text{massa} = n \times Mr$$

$$= 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 0,4 \text{ gram}$$

3. Pembuatan larutan *buffer posphat solition* 500 mL

$$\text{pH} = \text{pKa} + \log \frac{(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})(a)}{(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})(b)}$$

$$7 = 7,02 + \log \frac{(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})}$$

$$7 - 7,20 = \log \frac{(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})}$$

$$\text{Antil log } -0,2 = \frac{a}{b} < \frac{0,6301}{1}$$

$$\% a = \frac{0,6301}{1,6301} \times 100\% = 38,65\%$$

$$\% b = \frac{1}{1,6301} \times 100\% = 61,34\%$$

$$\begin{aligned} \text{Gram a} &= \% \times M \times \text{Mr} \\ &= 38,65\% \times 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 178 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\ &= 6,8814 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram b} &= \% \times M \times \text{Mr} \\ &= 61,34\% \times 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 138 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\ &= 8,4607 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned} a &= \frac{6,8814 \text{ g}}{1000 \text{ mL}} \times 500 \text{ mL} \\ &= 3,4407 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} b &= \frac{8,4607 \text{ g}}{1000 \text{ mL}} \times 500 \text{ mL} \\ &= 4,2304 \text{ gram} \end{aligned}$$

4. Pembuatan larutan *Bisphenol-B* 10 mM

$$10 \text{ mM} \sim 0,01 \text{ M}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol NaOH} : M &= \frac{n}{L} \\ 0,01 \frac{\text{mol}}{\text{L}} &= \frac{n}{0,05 \text{ L}} \end{aligned}$$

$$n = 0,0005 \text{ mol}$$

Massa Naoh : massa = n x Mr

$$= 0,0005 \text{ mol} \times 242,16 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$= 0,1211 \text{ gram}$$

5. Pembuatan dan Pengukuran PH Optimum *Bisphenol-B* PH 5-10

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$\text{pH } 5 : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

= 5 mL

pH 6 : $V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$



$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 5 \text{ mL}$$

$$\text{pH 7 : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 5 \text{ mL}$$

$$\text{pH 8 : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 5 \text{ mL}$$

$$\text{pH 9 : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 5 \text{ mL}$$

$$\text{pH 10 : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 5 \text{ mL}$$

6. Pembuatan dan Pengukuran Larutan Standar *Bisphenol-B* 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; 4; 6; 8; dan 10 mM

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$C \text{ 0,2 mM : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 0,5 \text{ mL}$$

$$C \text{ 0,4 mM : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 0,4 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,4 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 1 \text{ mL}$$

$$C \text{ 0,6 mM : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 0,6 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,6 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$
$$= 1,5 \text{ mL}$$

$$C \text{ 0,8 mM : } V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 0,8 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,8 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 2 \text{ mL}$$

$$C \ 1 \text{ mM} : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 2,5 \text{ mL}$$

$$C \ 2 \text{ mM} : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 5 \text{ mL}$$

$$C \ 4 \text{ mM} : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 10 \text{ mL}$$

$$C \ 6 \text{ mM} : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 6 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 6 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 15 \text{ mL}$$

$$C \ 8 \text{ mM} : V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 8 \text{ mM}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 8 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 20 \text{ mL}$$

7. Pembuatan Larutan Standar (*Spike*) 0,2 mM Sampel

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mM} = 25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mM}$$

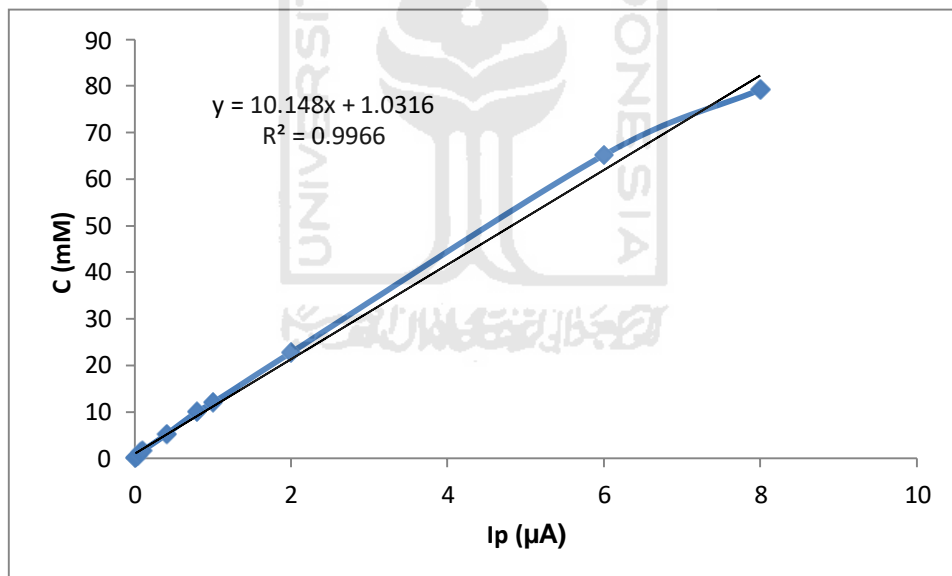
$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mM}}{10 \text{ mM}}$$

$$= 0,5 \text{ mL}$$

LAMPIRAN 2

1. Penentuan Uji Linieritas

Konsentrasi (mM)	Ip (uA)
0,01	0,16
0,02	0,32
0,04	0,58
0,08	1,47
0,1	1,68
0,4	5,12
0,8	10,08
1	11,98
2	22,78
6	65,18
8	79,23



2. Penentuan Uji Presisi Repeatabilitas dan Reproducibilitas Uji Repeatabilitas

Repeatability	Konsentrasi (μA)
1	1,535010005
2	1,521750922
3	1,521750922

4	1,525367036
5	1,531393891
6	1,531393891
7	1,531393891
8	1,50849184
9	1,510902582
10	1,510902582
SD	0,0098
%RSD	0,64%
<u>2/3 CV Horwitz</u>	<u>2,3345</u>

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0098}{1,5228} \times 100\%$$

$$= 0,64\% \%$$

$$Cv \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C}$$

$$= 2^{1-0,5 \log 0,0242}$$

$$= 3,5017$$

$$\% \text{ RSD} < \frac{2}{3} Cv \text{ Horwitz}$$

$$1,98\% < \frac{2}{3} 3,5017$$

$$1,98\% < 2,3345$$

Uji Reproducibilitas

Reproducibilitas	Konsentrasi (uA)
1	1,5313
2	1,5434
3	1,5470
4	1,5218
5	1,5193
SD	0,0125
%RSD	0,81%
2/3 CV Horwitz	2,3345

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0125}{1,5325} \times 100\% \\ &= 0,81 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Cv Horwitz} &= 2^{1-0,5 \log C} \\ &= 2^{1-0,5 \log 0,0242} \\ &= 3,5018 \end{aligned}$$

$$\% \text{ RSD} < \frac{2}{3} \text{ Cv Horwitz}$$

$$0,79 \% < \frac{2}{3} 3,5018$$

$$0,79 \% < 2,3345$$

3. Uji Akurasi

Keterangan	Ip(μA)	Kadar (mM)
Sampel	1,03	0,0626
Spike	3,42	0,2572

Keterangan :

y = absorbansi spike

a = intersep dari kurva kalibrasi standar

b = slope dari kurva kalibrasi standar

$$\text{Kadar sampel} = \frac{y-a}{b} = \frac{1,03 - (0,2605)}{12,283} = 0,0626 \text{ mM}$$

$$\text{Kadar spike} = \frac{y-a}{b} = \frac{3,42 - (0,2605)}{12,283} = 0,2572 \text{ mM}$$

Keterangan :

A = kadar contoh yang dispik (mg/L)

B = kadar contoh yang tidak dispik (mg/L)

C = kadar standar yang diperoleh (target value) (mg/L)

$$\% R = \frac{A-B}{C} \times 100\%$$

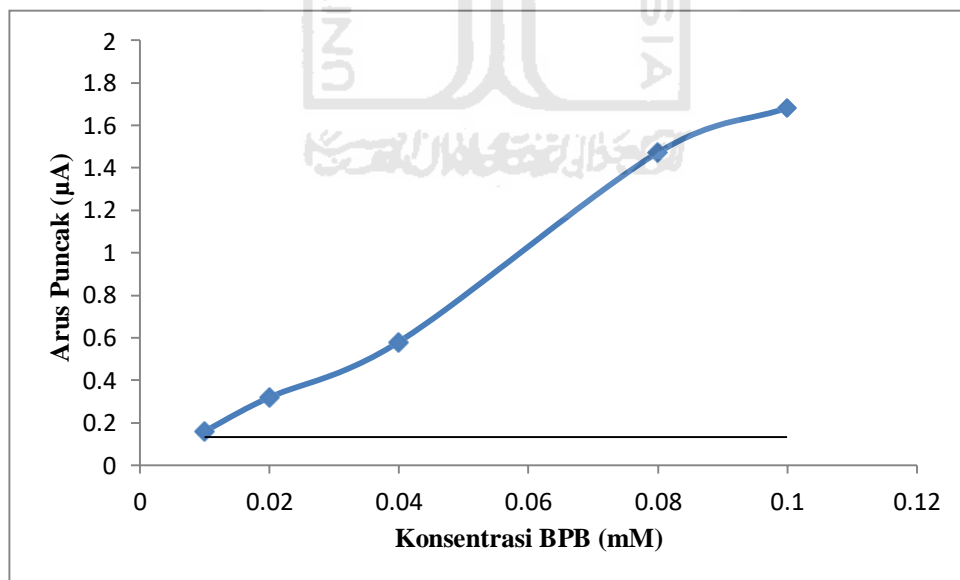
$$\% R = \frac{0,2577 \text{ NM} - 0,06246 \text{ NM}}{0,2 \text{ NM}} \times 100\%$$

$$= 97,28\%$$

4. Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

C (mM)	Ip (y)	yi	(y-yi) ²
0,01	0,16	2,7909	6,9217
0,02	0,32	5,6256	28,1498
0,04	0,58	10,2320	93,1622
0,08	1,47	26,0001	601,7302
0,1	1,68	29,7207	786,2842
	LOD		0,0847 mM
	LOQ		0,2823 mM



Persamaan yang diperoleh :

$$y = 17,717x - 0,0438$$

$$S_{x/y} = 0,5003$$

$$\begin{aligned} \text{LOD} &= \frac{3 s S^s/y}{\text{clope}} \\ &= \frac{3 s 0,5003}{17,717} \\ &= 0,0847 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= \frac{10 s S^s/y}{\text{clope}} \\ &= \frac{10 s 0,5003}{17,717} \\ &= 0,2823 \end{aligned}$$

