

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Juli 2015 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung.

#### B. Alat dan Bahan

##### 1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah klorambusil (*Sigma*), natrium perklorat pa (*Merck*), asetonitril p.a (*Merck*).

##### 2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah potensiostat *eDag*, elektroda kerja emas (Au), elektroda acuan Ag dan Ag/AgCl, elektroda bantu platina (Pt), timbangan elektronik, oven, *desikator*, peralatan gelas, dan seperangkat komputer yang dilengkapi dengan program *software* simulasi Polar 5.8.30.

## C. Prosedur Kerja

### 1. Preparasi sampel

#### a. Pembuatan larutan blangko $\text{NaClO}_4$

Ditimbang 0,245 g natrium perklorat dilarutkan dalam 20 mL asetonitril.

#### b. Pembuatan larutan 5 mM klorambusil

Ditimbang 0,030 g klorambusil dilarutkan dalam 20 mL asetonitril yang mengandung 0,1 M natrium perklorat.

### 2. Pembuatan voltammogram siklik

Sampel selanjutnya dibuat voltammogram sikliknya dengan potensiostat eDAQ sebagai berikut :

#### a. Pengukuran Blangko

Potensial Awal ( $E_0$ ) : 0,30 volt

Potensial akhir : 1,50 volt

Suhu : 25 °C

Elektroda kerja : Emas (Au)

Elektroda bantu : Platina (Pt)

Elektroda acuan : (divariasikan : Ag dan Ag/AgCl)

Laju selusur potensial ( $v$ ) : (divariasikan selang 0,1 volt/s dari 0,1 s.d 0,5 volt/s)

#### b. Pengukuran Voltammogram siklik klorambusil

Potensial Awal : 0,30 volt

Potensial akhir	: 1,50 volt
Suhu	: 25 °C
Elektroda kerja	: Emas (Au)
Elektroda bantu	: Platina (Pt)
Elektroda acuan	: (divariasikan : Ag dan Ag/AgCl)
Laju selusur potensial ( $\nu$ )	: (divariasikan selang 0,1 Volt/s dari 0,1 s.d 0,5 Volt/s)

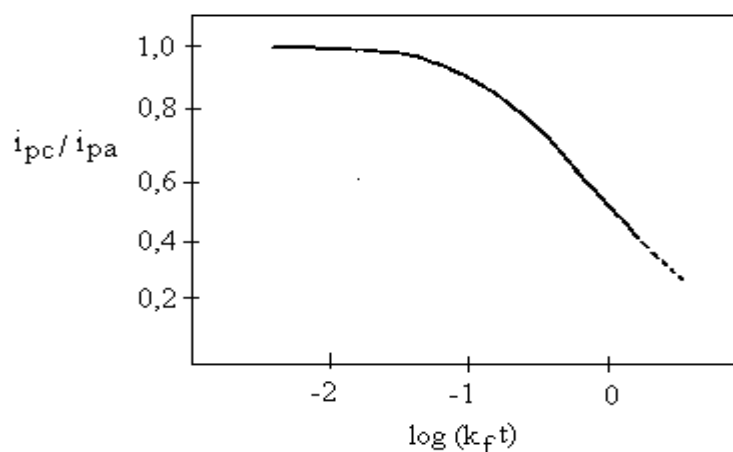
### 3. Analisis Data

Voltammogram siklik dari senyawa klorambusil yang diperoleh dengan perlakuan variasi jenis elektroda acuan, ditabulasi nilai  $i_{pc}$ ,  $i_{pa}$ ,  $E_{pa}$ ,  $E_{pc}$  pada masing-masing laju selusur potensialnya dari 0,1 volt/s – 0,5 volt/s dengan selang 0,1 volt/s. Selanjutnya dihitung nilai konstanta laju reaksi kimia susulannya menggunakan metode Nicholson-Shain. Karakterisasi jenis mekanisme reaksi pada permukaan elektrode kerja ( $E_x$ ) digunakan persamaan Nicholson-Shain, sedangkan karakterisasi  $C_x$  digunakan hubungan antara nilai  $i_{pc}/i_{pa}$  lawan  $\nu$ .

#### D. Analisis Voltammogram siklik dengan Metode Nicholson-Shain

1. Dihitung nilai perbandingan arus puncak katodik dengan arus puncak anodik ( $i_{pc}/i_{pa}$ ) pada setiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $\nu$ ) klorambusil.
2. Dihitung nilai potensial elektroda acuan ( $E^0$ ) pada setiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $\nu$ ) senyawa klorambusil.  $E^0 = (E_{pc} + E_{pa})/2$
3. Dihitung nilai waktu reaksi ( $t$ ) pada setiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $\nu$ ) klorambusil.  $t = (E_f - E^0)/\nu$
4. Diintrapolasikan nilai  $i_{pc}/i_{pa}$  dengan setiap perubahan nilai laju selusur

potensial ( $v$ ) pada kurva kerja (Gambar.17), sehingga diperoleh nilai  $k_f t$  pada setiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $v$ ) kemudian dihitung dengan persamaan :  $i_{pc} / i_{pa} = 0,506 - 0,433 \log k_f t$ . (Qudus, 2010).



Gambar 17. Kurva perbandingan arus puncak katodik ( $i_{pc}$ ) dengan arus puncak anodik ( $i_{pa}$ ) untuk transfer elektron reversibel yang diikuti dengan reaksi kimia ( $E_r C_i$ ) (Nicholson and Shain, 1964)

5. Dihitung nilai  $k_f$  dari nilai  $k_f t$  dan nilai  $t$ , kemudian nilai  $k_f$  dirata-rata atau diplot  $k_f t$  lawan  $t$  sehingga diperoleh nilai  $k_f$  (*slope*).

#### E. Analisis Voltammogram siklik dengan Metode Polar 5.8.30

Voltammogram siklik yang diperoleh dari hasil eksperimen digunakan sebagai acuan untuk simulasi dengan menggunakan perangkat lunak Polar 5.8.30. Nilai parameter yang mempengaruhi bentuk voltammogram siklik diperoleh dengan simulasi perangkat lunak Polar 5.8.30 adalah  $k_s$ ,  $D$ ,  $E^0$ ,  $\alpha$ , dan  $k_f$ . Simulasi ini juga akan dilakukan dengan cara memvariasikan laju selusur potensial ( $v$ ) sehingga akan mempengaruhi tinggi puncak katodik dan puncak anodik yang dihasilkan. Untuk memperoleh voltammogram siklik simulasi dengan

menggunakan perangkat lunak Polar 5.8.30 dengan melakukan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Diaktifkan program Polar 5.8.30 pada komputer, dipilih menu *help*, dipilih submenu *logon*, dimasukkan *password*, selanjutnya dipilih ok.
2. Dipilih menu input, dipilih submenu *techniques*, dipilih No.1 *linier sweep and cyclic voltammetry* dan dipilih ok.
3. Dipilih menu input, dipilih submenu *instrument*, untuk pengisian data potensial awal, akhir, selusur potensial, suhu dan diameter elektroda dalam submenu disesuaikan dengan data eksperimen, dan klik ok .
4. Dipilih menu input, dipilih submenu *mechanism*, dipilih *analytical simulation* mekanisme EC pada no.7 kemudian dipilih ok kemudian pilih *digital simulation*, diketik  $A^+ + e^- \rightarrow B, B = C$  dan dipilih ok.
5. Dipilih menu input, dipilih submenu *kinetic* untuk mengisi data nilai  $k_s$  (konstanta laju transfer elektron heterogen standar),  $\alpha$  (koefisien transfer elektron),  $E^\circ$  (potensial sel standar),  $k_f$  (konstanta laju reaksi kimia maju) dan pilih submenu *concentration* untuk mengisi data  $D$  (koefisien difusi), parameter dicoba berulang kali agar mendapatkan nilai  $i_{pc}$ ,  $i_{pa}$ ,  $E_{pc}$  dan  $E_{pa}$  yang akurat.
6. Dipilih menu *run*, dipilih *simulate* dan didapatkan grafik voltammogram siklik.
7. Dipilih menu *plot*, jika gambar terbalik dipilih submenu *y data*, dan pilih  $-y$ .
8. Dipilih menu *plot* pilih submenu *option* tanda cek pada  $x$  *Direction* dihilangkan, untuk mengatur jarak  $x$  pilih submenu  $x$  *auto* tanda cek dihilangkan, kemudian isi  $x$  *min* dan  $x$  *max* kemudian klik ok.
9. Dipilih menu *analysis*, dipilih submenu *find peak*, diperoleh data nilai  $i_{pa}$ ,  $i_{pc}$ ,  $E_{pa}$  dan  $E_{pc}$  dari voltammogram sikliknya.