

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli - September 2010, bertempat di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat komputer yang dilengkapi dengan program Polar 4.2 beserta alat printer.

Bahan yang digunakan adalah voltammogram siklik senyawa klorambusil hasil eksperimen yang berupa *file* data pada variasi suhu pada kondisi konsentrasi 5mM, diameter permukaan elektroda kerja 1 mm, jendela potensial 0,5 – 1,5 V pada laju selusur potensial 0,1 – 1,0 volts/s, elektroda kerja Pt (luas : 0,0157 cm<sup>2</sup>), konsentrasi elektrolit 0,1 M dengan pelarut asetonitril.

### C. Prosedur Penelitian

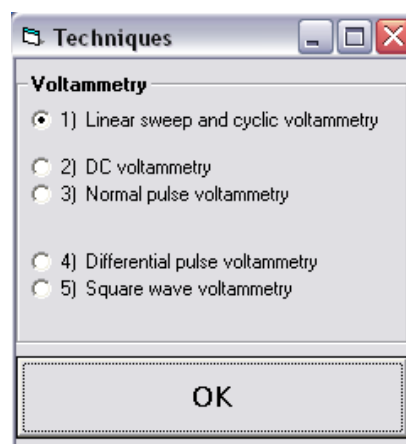
#### 1. Penentuan nilai banding $i_{pc}$ dengan $i_{pa}$ dari senyawa klorambusil menggunakan Perangkat lunak Polar 4.2.

1. Diaktifkan program Simulasi Digital Polar 4.2 pada komputer, dipilih menu *Help*, dipilih submenu *Logon*, dimasukkan *Password* dan klik *Ok*, ditampilkan pada Gambar 6.



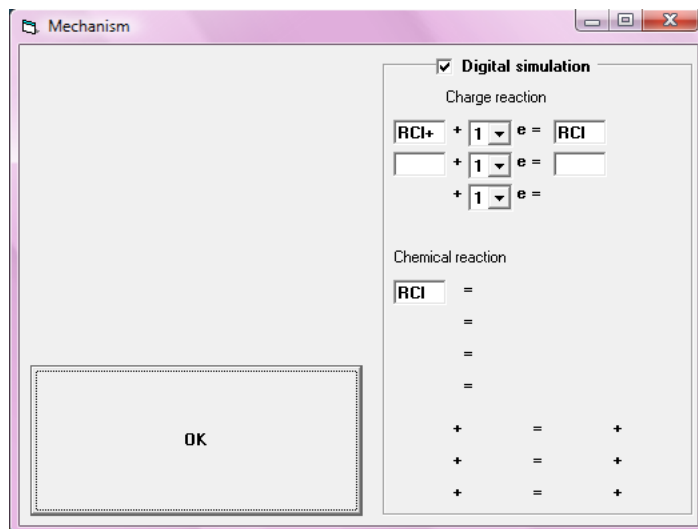
Gambar 6. Tampilan Program Polar 4.2

2. Dipilih menu *Input*, dipilih submenu *Technique*, pilih No.1 *Linear Sweep and Cyclic Voltammetry*, lalu klik *Ok* (Gambar 7).



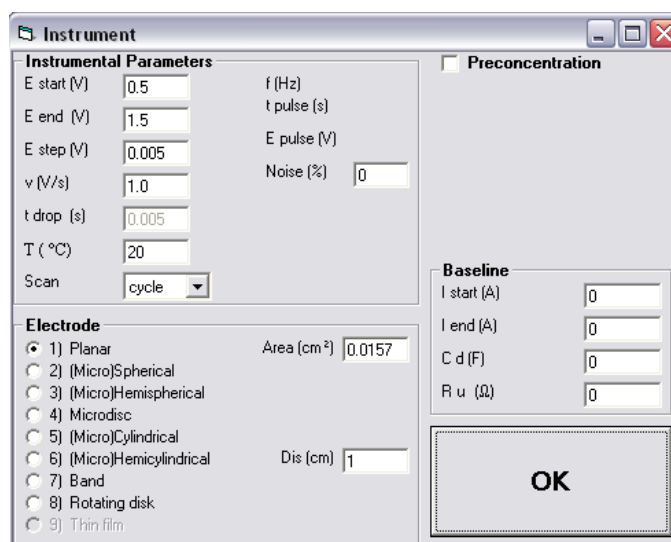
Gambar 7. Tampilan submenu *Technique* Program Polar 4.2

3. Kembali ke menu *Input*, lalu dipilih submenu *Mechanism*, klik *Digital Simulation*, tulis RCl pada kolom *Chemical Reaction*, dipilih *Ok* (Gambar 8).



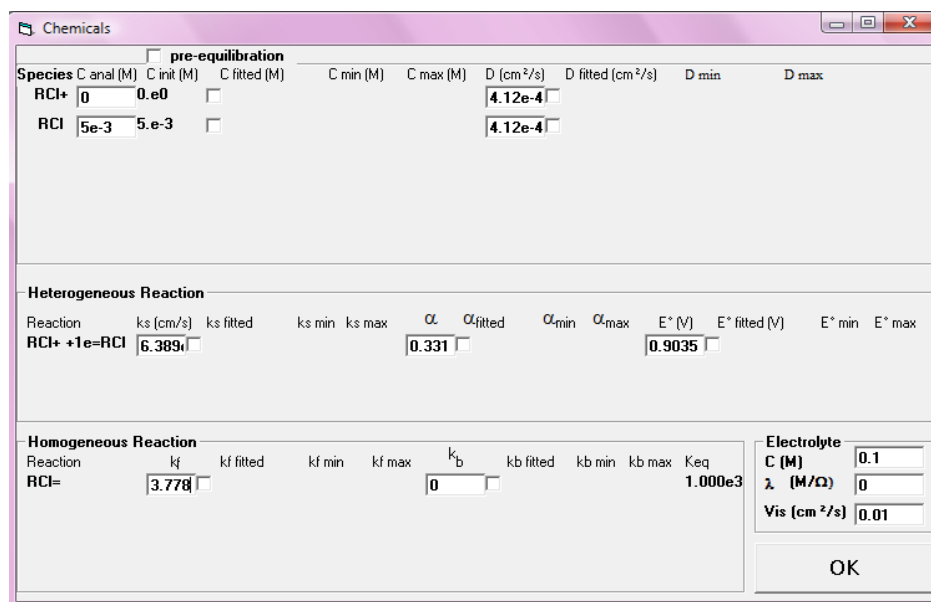
Gambar 8. Tampilan submenu *Mechanism* Program Polar 4.2

4. Kembali ke menu *Input*, lalu dipilih submenu *Instrument*, diisikan kondisi eksperimennya. Pengisian data pada submenu ini disesuaikan dengan data pada voltammogram siklik eksperimen yang telah diperoleh. Kemudian dipilih *Ok* (Gambar 9).



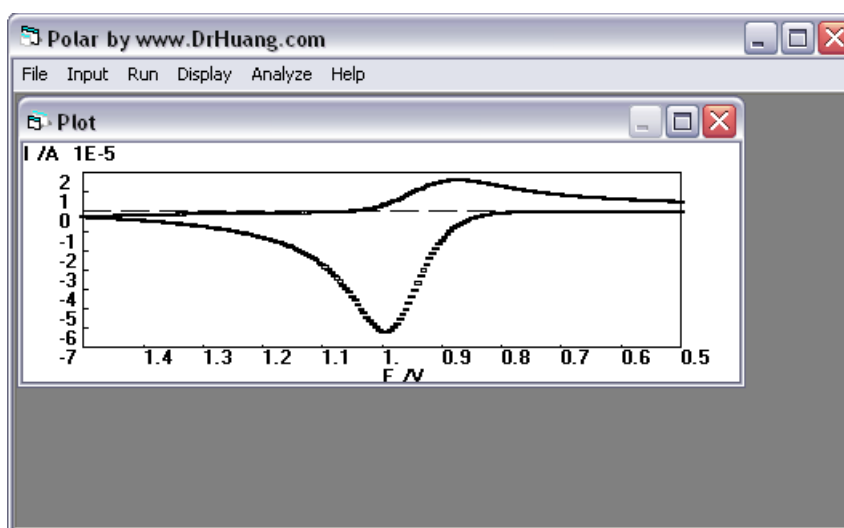
Gambar 9. Tampilan submenu *Instrument* Program Polar 4.2

5. Kembali ke menu *Input*, lalu dipilih submenu *Chemicals*, diisikan data dalam submenu yang sesuai dengan kondisi eksperimennya. Nilai parameter  $k_s$ ,  $\alpha$ ,  $E^0$ ,  $D$ , dan  $k_f$  diisi dengan merubah nilai-nilainya (Gambar 10).



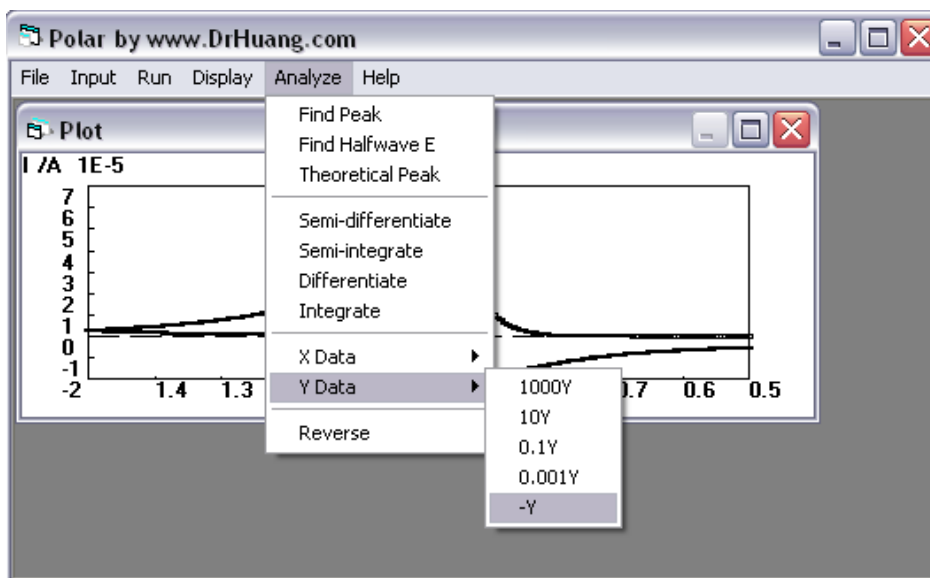
Gambar 10. Tampilan submenu *Chemicals* Program Polar 4.2

6. Setelah data pada submenu *Instrument* dan *Chemicals* diisi, kemudian dipilih menu *Run* lalu klik submenu *Simulate* (Gambar 11).



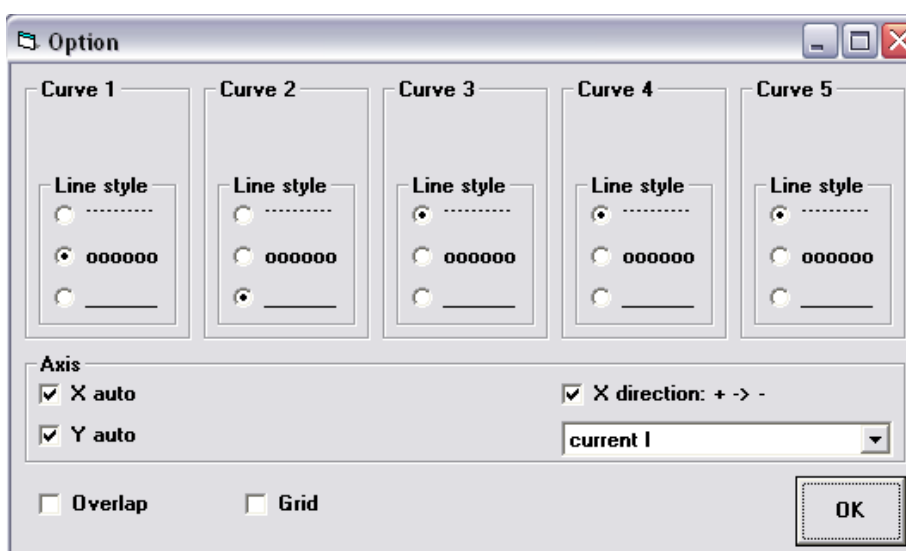
Gambar 11. Tampilan submenu *Simulate* Program Polar 4.2

7. Jika voltammogramnya terbalik, dipilih menu *Analysis*, dipilih submenu *Y Data*, dan dipilih  $-Y$  (Gambar 12).



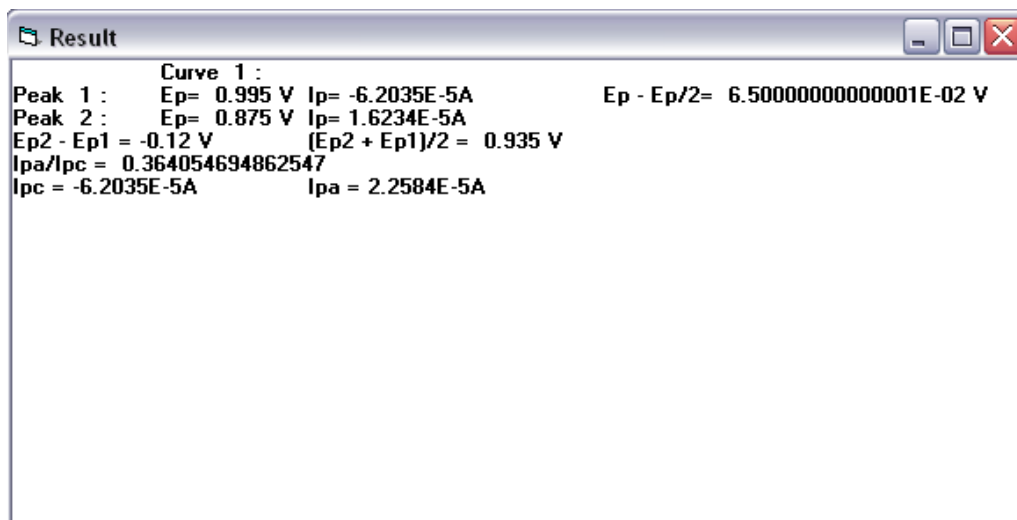
Gambar 12. Tampilan submenu *Y Data* Program Polar 4.2

Selanjutnya dipilih menu *Display*, dipilih submenu *Option*, tanda *Check* pada *X Direction* dihilangkan dengan memilihnya, dan klik *Ok* (Gambar 22).



Gambar 13. Tampilan submenu *Option* Program Polar 4.2

8. Dipilih menu *Analysis*, dipilih submenu *Find Peak*, diperoleh data nilai  $i_{pa}$ ,  $i_{pc}$ ,  $E_{pa}$ ,  $E_{pc}$  dan  $\Delta E_p$  dari voltammogram siklik (Gambar 14).



Gambar 14. Tampilan submenu *Find Peak* Program Polar 4.2

Voltammogram siklik yang dihasilkan pada laju selusur potensial (v) harus sesuai dengan data voltammogram siklik eksperimen. Simulasi dilakukan berulang-ulang hingga diperoleh nilai  $i_{pa}$ ,  $i_{pc}$ ,  $E_{pa}$ , dan  $E_{pc}$  sama atau mendekati dengan eksperimen (acuan). Selanjutnya dilakukan simulasi pada laju selusur potensial yang lain. Bila didapat keadaan pertamakali : nilai  $i_{pa}$  simulasi > nilai  $i_{pa}$  acuan dan nilai  $i_{pc}$  simulasi > nilai  $i_{pc}$  acuan, maka nilai  $k_f$  diatur naik atau apabila nilai  $i_{pa}$  simulasi < nilai  $i_{pa}$  acuan dan nilai  $i_{pc}$  simulasi < nilai  $i_{pc}$  acuan, maka nilai  $k_f$  diatur turun.

## 2. Penentuan nilai konstanta laju reaksi kimia maju ( $k_f$ ) senyawa klorambusil menggunakan metode Nicholson-Shain.

1. Dihitung nilai  $i_{pc}$  dengan  $i_{pa}$  terkoreksi pada tiap perubahan laju selusur potensial (v) senyawa klorambusil.

2. Dihitung nilai potensial elektroda acuan ( $E^{\circ}$ ) senyawa klorambusil.

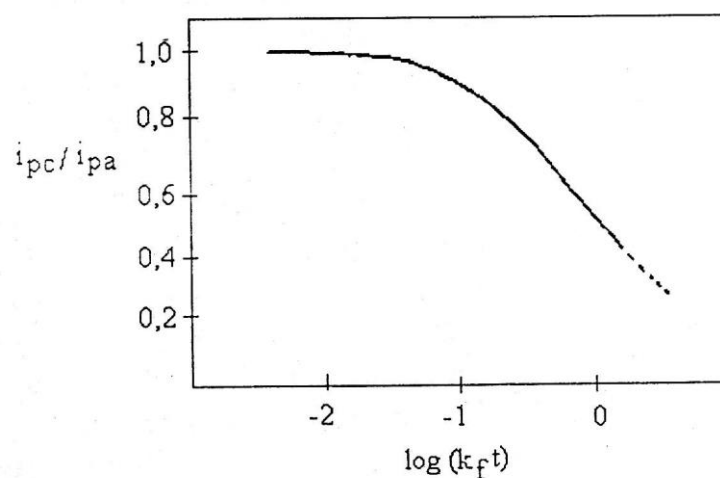
$$E^{\circ} = (E_{pc} + E_{pa}) / 2.$$

3. Dihitung waktu reaksi ( $t$ ) pada tiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $v$ ) senyawa klorambusil.

$$t = (E_f - E^{\circ}) / v.$$

4. Diintrapolasikan nilai banding  $i_{pc}$  dengan  $i_{pa}$  terkoreksi dengan tiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $v$ ) pada kurva kerja sehingga diperoleh nilai  $k_f t$  pada tiap perubahan nilai laju selusur potensial ( $v$ ).

$i_{pc}/i_{pa} = 0,506 - 0,433 \log k_f t$ . Berikut ini adalah kurva kerja untuk perbandingan arus puncak katodik dengan arus puncak anodik sebagai fungsi  $\log k_f t$ .



Gambar 15. Kurva perbandingan arus puncak katodik ( $i_{pc}$ ) dengan arus puncak anodik ( $i_{pa}$ ) untuk transfer elektron reversibel yang diikuti dengan reaksi kimia (ErCi).

5. Dialurkan nilai  $k_f t$  dengan nilai  $t$ , didapat nilai  $k_f$  (*slope*) (Hardoko, 2004).