

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret 2014 – Agustus 2014 di laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

#### B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian adalah neraca analitik, magnetik stirer, labu ukur, pipet ukur, spatula, kertas amplas silikon karbida dengan grade 1500, kabel *shrinkage*, *hot plate*, potensiostat, eDAQ sistem tiga elektroda. Elektroda emas fabrikasi, elektroda emas modifikasi, dan elektroda emas modifikasi nanopartikel emas sebagai elektroda kerja (*working electrode*), kawat perak (Ag) sebagai elektroda pembanding (*reference electrode*), dan Pt sebagai elektroda pendukung (*counter electrode*).

Bahan yang digunakan pada penelitian yaitu trifeniltimah(IV) klorida ((C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SnCl) p.a, pirol (97%) p.a, kalium klorida (KCl 0,1 M) p.a, akubides,

akuades, natrium sitrat ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$ ) p.a, natrium klorida (NaCl 0,01 M) p.a, kawat emas 99,99%, *water HPLC* p.a, DMSO p.a.

### **C. Prosedur Penelitian**

#### **1. Pembuatan Larutan Blangko**

Sebanyak 15 mL DMSO ditambahkan dalam 50 mL *water HPLC*.

#### **2. Pembuatan Larutan Standar Induk Trifeniltimah(IV) Klorida 0,01 M**

Pembuatan larutan standar induk trifeniltimah(IV) klorida dibuat dengan menambahkan DMSO sebanyak 15 mL sedikit demi sedikit ke dalam 0,1926 g trifeniltimah(IV) klorida sampai larut, kemudian tambahkan akuades sampai volume 50 mL

##### **a. Larutan Standar Trifeniltimah(IV) $1 \times 10^{-10}$ M**

Pembuatan larutan standar trifeniltimah(IV) klorida  $10^{-9}$  M dibuat dengan mengambil 2,5 mL larutan standar  $10^{-8}$  M dari pengenceran bertingkat  $10^{-4}$ ;  $10^{-5}$ ;  $10^{-6}$ ;  $10^{-7}$ ; dan  $10^{-8}$  M dalam 25 mL pelarut (Lampiran 1). Kemudian dibuat variasi konsentrasi  $1 \times 10^{-10}$ ;  $3 \times 10^{-10}$ ;  $5 \times 10^{-10}$ ;  $7 \times 10^{-10}$ ; dan  $9 \times 10^{-10}$  M masing-masing sebanyak 10 mL dari larutan standar  $10^{-9}$  M.

#### **3. Pembuatan Larutan Elektrolit Pendukung Natrium Klorida 0,1 M**

Ditimbang sebanyak 0,2925 g natrium klorida dan dilarutkan dalam 500 mL akuades (Lampiran 1).

#### **4. Preparasi Koloid Emas Nanopartikel**

Preparasi nanopartikel emas dilakukan dengan menambahkan 10 mL larutan natrium sitrat 0,3 M dan 10 mL larutan natrium klorida 0,02 M kedalam 400 mL air pada kondisi mendidih dan pengadukan dengan magnetik stirer (Husna, 2011). Pembentukan nanopartikel emas ditandai dengan perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi merah muda, berlanjut merah tua pekat. Koloid emas yang diperoleh didinginkan pada suhu kamar. Dalam penelitian ini, digunakan seperangkat sel elektrolisis dengan elektroda emas sebagai anoda dan tembaga sebagai katoda. Bahan elektrolit yang digunakan adalah larutan NaCl, sedangkan untuk zat pereduksi digunakan Na-Sitrat.

#### **5. Pembuatan Elektroda**

##### **a. Preparasi Elektroda Emas**

Emas yang digunakan berasal dari emas batangan 99,99% yang dibuat menyerupai kawat dengan diameter 1 mm dan panjang 5 cm. Dengan menggunakan amplas silikon karbida (*grade* 1500), emas digosokkan permukaan amplas hingga rata dan relatif halus. Selanjutnya elektroda dicuci dengan akuabides kemudian dikeringkan. Elektroda yang telah dikeringkan dimasukkan ke dalam kabel *shrinkage* dan dipanaskan hingga kabel melekat pada elektroda.

##### **b. Modifikasi Elektroda Emas dengan Polipirol**

Elektroda emas polipirol dibuat dengan mengendapkan pirol pada permukaan elektroda emas. Permukaan emas yang akan dimodifikasi dicelupkan larutan pirol

0,1 M. larutan pirol 0,1 M dibuat dari 180  $\mu$ L pirol yang diencerkan dengan KCl 0,1 M sampai volume 25 mL. Polimerisasi pirol secara elektrokimia voltametri siklis menggunakan potensiostat, dengan rentang potensial 700 mV sampai 1400 mV dengan laju sapuan 100 mV/detik. Selanjutnya dilakukan stabilisasi menggunakan KCl 0,1 M sampai diperoleh siklus yang konstan. Proses stabilisasi dilakukan secara voltametri siklis dengan perlakuan yang sama seperti proses polimerisasi.

### **c. Modifikasi Elektroda Emas dengan Polipirol/Emas Nanopartikel**

Modifikasi elektroda emas polipirol/emas nanopartikel dilakukan dengan melapiskan koloid emas nanopartikel pada permukaan elektroda emas yang telah dimodifikasi dengan polipirol. Pelapisan dilakukan dengan teknik *Layer by Layer (LBL)*. Elektroda emas polipirol dicelupkan pada koloid emas nanopartikel selama 15 menit, dibilas dengan air lagi, dan dikeringkan. Kemudian dicelupkan pada koloid emas nanopartikel selama 24 jam (Rahayu, 2011).

## **6. Uji Elektroda**

### **a. Uji Elektroda pada Larutan Standar Trifeniltimah(IV) Klorida**

Elektroda emas fabrikasi, elektroda emas modifikasi, dan elektroda emas modifikasi nanopartikel emas digunakan untuk penentuan larutan standar trifeniltimah(IV) klorida. Larutan standar diukur pada variasi konsentrasi  $1 \times 10^{-10}$ ;  $3 \times 10^{-10}$ ;  $5 \times 10^{-10}$ ;  $7 \times 10^{-10}$ ; dan  $9 \times 10^{-10}$  M dengan elektrolit pendukung NaCl 0,1 M. Penentuan larutan standar timah dilakukan dengan metode elektrokimia voltametri siklis dan voltametri gelombang persegi

sistem tiga elektroda yaitu elektroda emas sebagai elektroda kerja, kawat Ag sebagai elektroda pembanding dan kawat Pt sebagai elektroda bantu.

Voltammogram hasil pengukuran variasi konsentrasi trifeniltimah(IV) klorida dibuat kurva standar.

#### **D. Metode Validasi**

##### **1. Linieritas**

Penentuan linieritas dilakukan pengukuran 6 larutan standar trifeniltimah(IV) klorida dengan variasi elektroda kerja emas. Urutkan larutan standar dari konsentrasi terendah sampai tertinggi ( $1 \times 10^{-10}$ ;  $3 \times 10^{-10}$ ;  $5 \times 10^{-10}$ ;  $7 \times 10^{-10}$ ; dan  $9 \times 10^{-10}$  M). Kemudian masing-masing larutan standar dilakukan pengukuran sebanyak 10 kali. Catat intensitas hasil pengukuran masing-masing logam. Kemudian dibuat kurva hasil pengukuran larutan standar tersebut dan ditentukan koefisien regresi. Pada metode linieritas ada beberapa parameter statistik yaitu koefisien korelasi, residual plot dan residual standar deviasi. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r$  pada analisis regresi linier  $y = ax + b$ . Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai  $a = 0$  dan  $r = +1$  atau  $r = -1$  bergantung pada arah garis melalui Persamaan 9 (halaman 13).

Sedangkan  $b$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrument yang digunakan. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan adalah sebesar  $\geq 0,9970$  (ICH, 1995),  $\geq 0,97$  (SNI) atau  $\geq 0,9980$  (AOAC). Parameter residual plot adalah selisih masing-masing titik dengan nilai rata-rata dari larutan standar,

pada parameter ini dapat menunjukkan regresi yang bagus jika pola residualnya acak atau simetris (Miller dan Miller, 1991).

## **2. Limit Deteksi (*Limit of Detection*)**

Limit deteksi (*Limit of Detection*) adalah konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima. Batas deteksi ditentukan dengan Persamaan 10 (halaman 13).

## **3. Keterulangan (*Precision*)**

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel terkecil dengan 5 kali pengulangan. Dari nilai arus yang didapat tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (menggunakan kurva kalibrasi), lalu nilai relatif standar deviasi (RSD) dapat dinyatakan melalui Persamaan 11 (halaman 14). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) <5 % (Miller dan Miller, 1991).

## **4. Kecermatan (*accuracy*)**

Kecermatan adalah suatu kedekatan kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kuantitas yang diukur atau suatu pengukuran posisi yaitu seberapa dekat pengukuran terhadap nilai benar, yang diperkirakan. Akurasi dapat menentukan adanya bias yang terdapat pada sampel (AOAC, 1993). Kecermatan dapat ditentukan dengan Persamaan 12 (halaman 14). Suatu larutan standar dikatakan tidak bias jika  $|x_{\text{mean}} - x_{\text{true}}| < ts/\sqrt{n}$  (AOAC, 1993).