

ISBN :978-602-73159-0-7

SEMINAR NASIONAL
KIMIA DAN PENDIDIKAN
KIMIA VII



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VII

“Penguatan Profesi Bidang Kimia dan Pendidikan Kimia
Melalui Riset dan Evaluasi”

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan P.MIPA FKIP UNS
Surakarta, 18 April 2015



MAKALAH
PENDAMPING

KIMIA ANALITIK

ISBN : 978-602-73159-0-7

SIFAT ELEKTROKIMIA ELEKTRODA EMAS MODIFIKASI PASTA SILIKA-PARTIKEL NANO NIKEL OKSIDA TERHADAP ASAM OLEAT

Dian Anggraini Budi Setyawati^{1,*}, dan Fredy Kurniawan²

¹Program Studi Pascasarjana Kimia, Fakultas MIPA, ITS, Surabaya, Indonesia

²Program Studi Pascasarjana Kimia, Fakultas MIPA, ITS, Surabaya, Indonesia

email : fredy@chem.its.ac.id

ABSTRAK

Senyawa organik polutan merupakan salah satu parameter pencemaran air diperairan. Metode FTIR adalah metode yang banyak digunakan untuk menganalisa senyawa organik polutan dalam air. Analisa senyawa organik polutan dengan metode FTIR menggunakan pelarut yang dapat menyebabkan perusakan lapisan ozon yang dapat membahayakan lingkungan, disamping itu juga memerlukan standar atau *spectral library FTIR* dari berbagai sumber senyawa organik polutan. Asam oleat merupakan salah satu asam lemak yang digunakan sebagai standar senyawa organik polutan. Asam oleat dapat dianalisa secara cepat dan sederhana secara elektrokimia dengan metode voltametri. Deteksi asam oleat dalam sampel telah dipelajari dengan teknik voltametri siklik menggunakan elektroda emas modifikasi pasta silika dan partikel nano NiO. Partikel nano NiO yang ditambahkan pada elektroda pasta silika (parafin-silika 3:5) meningkatkan kemampuan elektrokatalitik untuk mengoksidasi asam oleat. Perbandingan komposisi 1 : 2 antara partikel nano dan pasta silika merupakan kondisi optimum pada penyusunan elektroda modifikasi. Sifat elektrokatalitik elektroda modifikasi partikel nano NiO dan pasta silika dipelajari dengan tehnik voltametri siklik pada laju sapuan 100 mV/s, potensial – 0,1 mV sampai 1 mV , dan jumlah siklik 10. Arus yang dihasilkan meningkat dengan meningkatnya konsentrasi asam oleat.

Kata Kunci: asam oleat, pasta silika, voltametri siklik, partikel nano NiO, senyawa organik polutan



PENGUATAN PROFESI BIDANG
KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA
MELALUI RISET DAN EVALUASI

PENDAHULUAN

Air merupakan kebutuhan utama bagi kelangsungan hidup makhluk hidup, terutama ketersediaan air bersih yang tidak tercemar dengan zat polutan. Kandungan senyawa organik polutan seperti minyak, lemak, asam lemak dengan jumlah atom C besar, surfaktan dan lain-lain dalam air merupakan parameter tercemarnya air di perairan.

Analisa senyawa organik polutan secara kualitatif dan kuantitatif secara cepat dan akurat ditentukan dengan metode spektrometri FTIR. Pengukuran dengan metode FTIR berdasarkan absorbansi dari ikatan C-H yang dilakukan pada tiga daerah panjang gelombang gugus alifatik CH₂ pada 2930 cm⁻¹, gugus CH₃ pada 2960 cm⁻¹ dan CH aromatik pada 3010-3100 cm⁻¹. Metode ini harus menggunakan pelarut yang bebas dari ikatan C-H yaitu freon-113 serta turunannya dan CCl₄ yang merupakan pelarut-pelarut perusak lapisan ozon [2, 3,4], disamping itu juga diperlukan senyawa standar atau *spectra library*[8].

Asam oleat merupakan salah satu senyawa standar yang digunakan dalam penentuan senyawa organik polutan. Elektrooksidasi asam oleat telah dipelajari dengan metode voltametri menggunakan elektroda modifikasi Pt/Co(OH)₂ [6]. Logam nikel, nikel oksida, nikel hidroksida dan partikel nano NiO merupakan katalis yang digunakan dalam reaksi-reaksi senyawa organik. Partikel nano NiO telah banyak digunakan sebagai sensor senyawa-senyawa organik. Elektroda perak modifikasi pasta silika / NiO NPs selektif dan sensitif terhadap senyawa insulin[7]. Sensor glukosa secara non enzimatis menggunakan

elektroda pasta karbon modifikasi NiO NPs pada potensial tinggi[5].

Dalam makalah ini dibuat elektroda emas dimodifikasi NiO NPs dan pasta silika, yang digunakan untuk mempelajari sifat elektrokimia elektroda terhadap asam oleat pada potensial tinggi sehingga diharapkan dapat menjadi elektroda sensor terhadap asam oleat.

METODE PENELITIAN

2.1. Reagen dan Bahan.

Logam nikel murni batangan (5 mm × 1 mm × 75 mm), aqua demineralisasi (DM Brataco), Natrium sitrat dehidrat 95% (C₆H₅Na₃O₇·2H₂O, Sigma Aldrich), Asam oleat 99,9%(C₁₈H₃₄O₂, Merck), KOH (Merck), Etanol (Merck), Silika, Parafin.

2.2. Pembuatan dan Karakterisasi Partikel nano NiO (NiO NPs).

Partikel nano NiO dibuat dengan dua tahap yaitu tahap pembentukan larutan partikel nano Ni(OH)₂ secara elektrolisis menggunakan logam nikel murni sebagai elektroda pada tegangan tinggi 55 V selama 30 menit, tahap kedua pembentukan NiO NPs dengan cara mengkalsinasi gel Ni(OH)₂ pada suhu 600°C selama 2 jam [1,7]. Partikel nano NiO dikarakterisasi dengan spektrofotometer BECKMANDU7500UV-Vis, XRD Philips X' Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) radiasi Cu K α (λ = 0.15418 nm), 40 kV dan 40 mA, tahap sapuan 0,02 ° (2 θ). Ukuran partikel nano dianalisa dengan JEOL JM140m HR-TEM.

2.3. Pembuatan Elektroda Emas modifikasi pasta silika/ NiO NPs dan pengujian terhadap asam oleat dalam 0,1 KOH.

Elektroda pasta silika pertama disiapkan dengan mencampurkan parafin dan bubuk silika dengan perbandingan 3 : 5, kemudian pasta silika dimasukkan ke pipa kaca (d=2 mm) dengan kawat konduktif emas dengan kedalaman 2 mm.

Elektroda pasta silika/ NiO NPs disiapkan dengan mencampur pasta silika dengan NiO NPs 2:1. Campuran ditambahkan parafin cair 2 tetes sambil diaduk diatas pemanas 70°C. Pasta yang dihasilkan dimasukkan ke pipa kaca (d=2 mm) dengan kawat konduktif emas dengan kedalaman 2 mm. Perbandingan variasi komposisi parafin ,silika dan NiO NPs dibuat bervariasi untuk menentukan pengaruh komposisi elektroda terhadap respon arus.

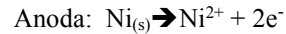
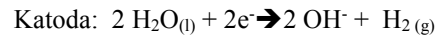
Respon elektroda terhadap asam oleat dikarakterisasi dengan tehnik voltametri siklik pada laju sapuan 100 mV/s, kisaran potensial - 0,1 V sampai 1,0 V sebanyak 10 siklik dalam larutan elektrolit 0,1 M KOH menggunakan potensiostat eDAQ sistem tiga elektroda, Ag/AgCl (KCl 3M) sebagai elektroda pembanding dan kawat Pt elektroda bantu. Alat terhubung dengan ecoder 410 software Echem

HASIL DAN PEMBAHASAN

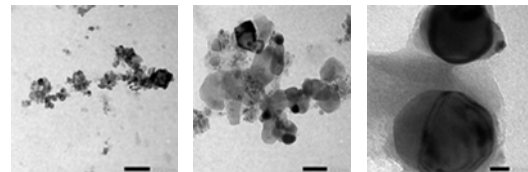
3.1. Pembuatan dan Karakterisasi partikel nano NiO.

Pembuatan partikel nano NiO dilakukan dengan dua tahap yaitu pembentukkan larutan partikel nano Ni(OH)₂ dengan cara elektrolisa pada tegangan tinggi 46 V, menggunakan logam murni nikel batangan sebagai elektroda selama 30 menit. Larutan natrium sitrat sebagai agen pereduksi ditambahkan pada awal proses

elektrolisa. Proses elektrolisa dilakukan pada suhu didih air .Terbentuknya partikel nano Ni(OH)₂ di tandai dengan berubahnya warna larutan, dari larutan bening tidak berwarna menjadi larutan hijau muda bening. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:

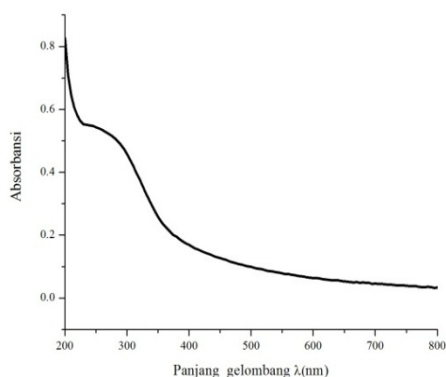


Tahap kedua pembuatan NiO NPs yang diperoleh dengan cara mengubah larutan partikel nano Ni(OH)₂ menjadi gel kemudian dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu 600° C selama 2 jam. Bubuk NiO NPs yang terbentuk di karakterisasi dengan HR TEM. Partikel nano NiO berbentuk bulat dengan ukuran yang bervariasi antara 20 nm sampai 85 nm ditunjukkan pada gambar 1



Gambar. 1 Transmission elektron microscopy partikel nano NiO

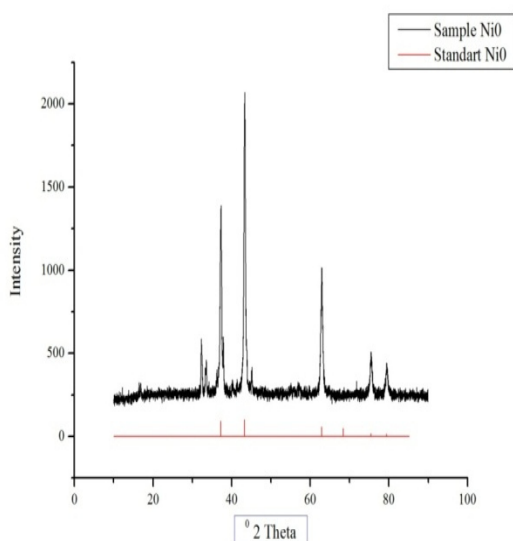
Karakterisasi NiO NPs dengan spektrofotometer UV-Vis, bubuk NiO NPs di dispersikan dalam larutan etanol 5%.



Gambar. 2 Spektra Absorbansi UV-Vis

Gambar 2. Menunjukkan spektra absorbansi UV-Vis tidak terbentuk puncak yang kuat pada daerah panjang gelombang 280 nm - 300 nm. Tidak ada literatur yang menyebutkan secara pasti karakterisasi NiO NPs dengan UV – vis.

Gambar.3 menunjukkan pola XRD yang secara jelas menunjukkan puncak karakteristik partikel nano NiO pada 32.66° , 37.98° , 43.28° , 76.76° , dan 80.46° . Tidak menunjukkan puncak pengotor jadi dapat dianggap bahwa partikel nano NiO yang terbentuk murni.

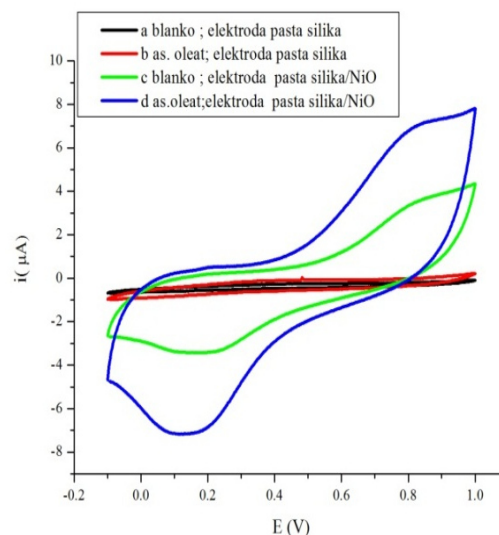


Gambar. 3 XRD partikel nano NiO

3.2. Sifat elektrokimia elektroda emas modifikasi pasta silika dan partikel nano NiO.

Modifikasi pasta silika dan nano partikel NiO disiapkan dengan cara mencampur serbuk silika ,parafin dan partikel nano NiO dengan perbandingan komposisi yang optimum untuk mendapatkan konduktivitas yang baik, backgroun arus rendah dan aktivitas elektrokatalitik lebih sensitif terhadap oksidasi asam oleat.

Kemampuan elektroda modifikasi pasta silika/ partikel nano NiO terhadap oksidasi asam oleat menunjukkan respon yang lebih baik dibandingkan elektroda pasta silika tanpa ditambahkan partikel nano NiO.

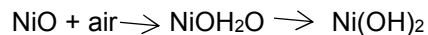


Gambar.4 Respon siklik voltametri elektroda emas modifikasi pasta silika (a blanko ,b terdapat asam oleat),elektroda emas modifikasi pasta silika/partikel nano NiO (c blanko , d terdapat asam oleat) kisaran ptensial -0.1 sampai 1.0 V, laju sapuan 100 mV/s, 10 siklik

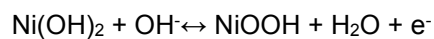
Gambar 4 menunjukkan respon voltametri siklik dari elektroda pasta silika, dan elektroda

modifikasi pasta silika/partikel nano NiO, (a, c) tanpa adanya asam oleat.(b,d) dengan adanya asam oleat. Pada (a,b) menunjukkan respon arus yang rendah, sedangkan(c,d) menunjukkan respon arus yang lebih tinggi. Elektroda modifikasi pasta silika /partikel nano NiO mempunyai kemampuan yang lebih baik terhadap asam oleat dibandingkan dengan elektroda pasta silika. Hal ini dapat di jelaskan bahwa pada elektroda pasta silika/ partikel nano NiO terdapat puncak oksidasi pada potensial sekitar 0,80 V dan puncak reduksi 0,18 V yang disebabkan oleh sifat katalitik partikel nano NiO dalam reaksi redoks terhadap asam oleat.

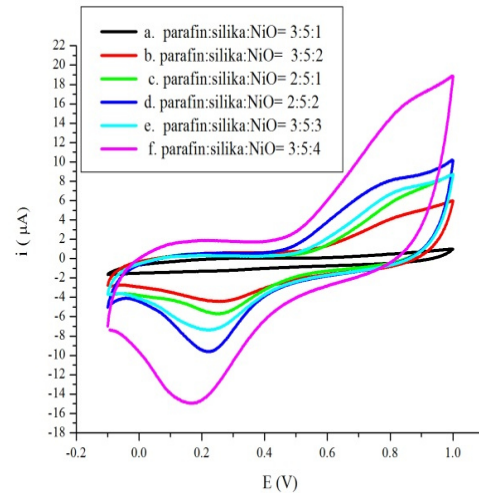
Molekul air dalam medium basa akan terserap pada permukaan partikel nano NiO sehingga akan membentuk lapisan film fase Ni(OH)₂. Proses yang terjadi adalah sebagai berikut:



Lapisan film Ni(OH)₂ dalam medium basa dan pada potensial lebih tinggi akan membentuk reaksi kesetimbangan redoks sebagai berikut [5]:



Pasangan reaksi redoks tersebut yang bertindak sebagai sisi aktif katalitik dari partikel nano NiO. Ditunjukkan pada gambar 4. Arus meningkat saat sampel mengandung asam oleat (d) dibandingkan sampel tidak terdapat asam oleat (c).



Gambar 5. Respon siklik voltametri dari variasikomposisi silika parafin dan partikel nano NiO.

Gambar 5. Menunjukkan respon komposisi silika parafin dan partikel NiO dari beberapa komposisi elektroda modifikasi pasta silika-partikelnano NiO. Perbandingan komposisi parafin: silika: NiO secara berurutan 3:5:4 menunjukkan respon elektroda yang lebih baik dibandingkan dengan perbandingan komposisi yang lain yaitu dengan meningkatnya puncak arus.

KESIMPULAN

Elektroda emas modifikasi pasta silika/ NiO NPs dengan perbandingan komposisi pasta silika(parafin:silika 3:5) dan NiO NPs berturut-turut 2 : 1 dapat mendeteksi asam oleat dengan memberikan respon pada siklik voltametri puncak arus oksidasi pada potensial 0,80 V dan puncak arus reduksi 0,1 8 V oleat. Elektroda emas modifikasi pasta silika/partikel nano NiO dapat bertindak sebagai sensor terhadap asam oleat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, Faizatur Rohmah, M.Si., Yanatra Budi Pramana, M.T., serta semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Budipramana .Y, Suprpto,Taslim Ersam
Fredy Kurniawan, 2014 ARPN J. Eng.
Appl. Sci.,9.11,2074-2077.
- [2] Daghbouche Y, Garrigues S, Angel
Morales-Rubio,Miguel de la Guardia, 1997,
Analytica Chimica Acta 345, 161-171.
- [3] Environmetal Protection Agency (EPA),
2010, ,method 1664,Revision B
- [4] Farmaki. E, T Kaloudis, K Dimitrou, N
Thana Soulias, 2007 Desalination 210,52-
60.
- [5]Medway,S.L, Lucas,C.A.,Kowal,AA.,Nichols
RR.J., Johnson, D.,2006.J.Electroanal
Chem.587,172-181
- [6] Mu Y, Dongling Jia, Yayun he, YuqingMiao,
Hai Long Wu, 2011, Biosensor and
Bioelectronics 26, 2948-2952.
- [7] Mulyani R, Indra Noviandri, Buchari
Buchari, Ciptati Ciptati, Orawon
Chailapakul, 2014, International Journal of
Electrochemical Science 9, 2410-2419.
- [8] Rohmah F,2014, Tesis ITS.
- [9] Pinho , Catarina Mansilha, Gameiro,
2011,Desalination 273, 308-315

TANYA JAWAB

PENANYA : Lelono Aji Widiaputra

Pertanyaan :

- a. Apa yang menyebabkan asam oleat menjadi indikator pencemar perairan?

Jawaban :

- a. Asam oleat dalam perairan dapat menimbulkan pencemaran air karena asam oleat adalah asam lemak berantai panjang C-18 diman adalam air akan bersifat racun.

PENANYA : Oktovianus Msiren

Pertanyaan :

- a. Apakah elektroid tidak mendeteksi asam Palmitat dan Linoleat?

Jawaban :

- a. Dengan komposisi perbandingan parafin : silika : Partikel Nano NiO maka hanya mendeteksi asam oleat.