

SINTESIS OPTODA TANPA PLASTISISER OTES-APTS-PAR UNTUK
SENSOR OPTIK ION Fe(II) DAN Ni(II)

Formatted: Header distance
from edge: 2,5 cm, Footer
distance from edge: 2 cm

Formatted: Font: 12 pt



Oleh:

SAEFUDIN KAMAL

M 0301043

SKRIPSI

Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian
prasyarat mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SEBELAS MARET

SURAKARTA

2006

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Centered

HALAMAN PENGESAHAN

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Skripsi ini dibimbing oleh :

<u>Pembimbing I</u>	<u>Pembimbing II</u>
<u>Sayekti Wahyuningsih, M.Si.</u> <u>NIP. 132 162 024</u>	<u>Fitria Rahmawati, M.Si.</u> <u>NIP. 132 258 066</u>

Formatted: Font: 12 pt

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada:

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

<u>Hari</u>	<u>: Kamis</u>
<u>Tanggal</u>	<u>: 2 November 2006</u>

Formatted: Font: 12 pt

Anggota Tim Penguji :

- | | |
|---|----------------|
| <u>1. Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D.</u>
<u>NIP. 131 570 162</u> | <u>1.</u> |
| <u>2. Drs. Pranoto, M.Sc.</u>
<u>NIP. 131 415 239</u> | <u>2.</u> |

Disahkan oleh

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dekan

Ketua Jurusan Kimia

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Drs. Marsusi, M.S.

Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D.

NIP. 130 906 776

NIP. 131 570 162

Formatted: Font: 12 pt

PERNYATAAN

Formatted: Font: 12 pt

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Oktober 2006

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Saefudin Kamal

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Centered

Formatted: Swedish (Sweden)

ABSTRAK

Saefudin Kamal, 2006, SINTESIS OPTODA TANPA PLASTISISER OTES-APTS-PAR UNTUK SENSOR OPTIK ION Fe(II) DAN Ni(II). Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Optoda baru dari OTES-APTS-PAR tanpa plastisiser telah disintesis untuk sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II). Optoda terdiri dari matrik dan kromoionofor. Matrik disintesis dari sol-gel OTES-APTS pada plat kaca silika, sedangkan optoda disintesis dengan mencelupkan matrik OTES-APTS ke dalam larutan PAR 10^{-4} M.

Hasil sintesis menunjukkan bahwa matrik OTES-APTS terlihat transparan dan tidak ada serapan pada daerah visibel, tetapi jatuh pada daerah UV yaitu 299 nm, sehingga mendukung sebagai matrik optoda. Studi terhadap PAR menunjukkan bahwa PAR dapat digunakan sebagai kromoionofor pada sintesis optoda baru, karena memiliki serapan di daerah visibel 403 nm dan harga koefisien absorptivitas molar (ϵ) yang besar. Hasil studi kompleks PAR-ion logam menunjukkan respon optik yang baik, yang ditandai dengan pergeseran panjang gelombang maksimum ($\Delta\lambda_{maks}$).

Respon optik optoda terhadap ion logam ditandai dengan pergeseran panjang gelombang maksimum ($\Delta\lambda_{maks}$) selama waktu kontak. Hasil waktu kontak optoda dengan ion Fe(II) dan Ni(II) selama 10 detik, digunakan untuk mendapatkan konstanta ekstraksi (K_{eks}), didapatkan K_{eks} 0,39 untuk Fe(II), 0,28 untuk Ni(II) dan harga koefisien selektivitas (α) optoda sebesar 0,72. Optoda yang telah digunakan sebagai sensor optik ion logam telah berhasil diregenerasi dengan HCl 1 M.

Kata kunci : Optoda, Matrik, Kromoionofor, OTES (oktiltrietoksisilan), APTS (aminopropiltrimetoksisilan), PAR (4-(2-piridilazo)resorsinol)

ABSTRACT

Formatted: Font: 12 pt

Saefudin Kamal, 2006, SYNTHESIS OF FREE PLASTICIZER OPTODE OTES-APTS-PAR AS OPTIC SENSOR FOR Fe(II) AND Ni(II) IONS. Thesis. Department of Chemistry. Mathematics and Science Faculty. Sebelas Maret University Surakarta.

The new of free plasticiser optode from OTES-APTS-PAR had been synthesized as optical sensor for Fe(II) and Ni(II) ions. The optode consisted of matric and chromoionophores. Matric had been synthesized from sol-gel OTES-APTS on silica glass slide, while optodes had been synthesized by dipping OTES-APTS matric into 10^{-4} M of PAR solution.

The results showed that OTES-APTS matric viewed transparent and had no absorption at visible region but it had absorption at UV region 299 nm, so it supported as matric for optode. Investigation to PAR refer to applicability of PAR as chromoionophores for new optode, because it had absorption at visible region 403 nm and it had high molar absorption coefficient. The investigation to PAR-metal ions complex showed a good optic response, it had been indicated by the shift of maximum wavelength ($\Delta\lambda_{\max}$).

The optic response of optode to metal ions were characterised by the shift of maximum wavelength ($\Delta\lambda_{\max}$) during contact times. The Result of contact times optode to metal ions for 10 second were used to measured extraction constant ($K_{\text{extraction}}$), the result was 0.39 for Fe(II) ion, 0.28 for Ni(II) and optode's selectivity constant (α) was 0.72. Optodes which had been used as optic sensor had been regenerated successfullly using 1 M of HCl solution.

Keywords : Optodes, Matric, Chromoionophores, OTES (octylteriethoxysilane), APTS (aminopropyltrimethoxysilane), PAR (4-(2-pyridilazo)resorcinol)

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

MOTTO

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Hidup bagaikan sedang menanam suatu pohon berbuah...

Kita akan tahu manis-pahitnya buah saat masa panen,

Begitu pula dalam beramal...

Kita akan tahu baik-buruknya amal kita saat masa penghisaban (NN)

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

PERSEMBAHAN

Formatted: Font: 12 pt,
Spanish (Spain-Modern Sort)

Karya ini ku persembahkan kepada :

Ibu dan ayah tercinta yang selalu mendo'akanku...

Kakak dan adiku tercinta yang senantiasa menyayangiku..

Formatted: Font: 12 pt,
Spanish (Spain-Modern Sort)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Alloh S.W.T, karena hanya dengan rahmatnya skripsi yang berjudul “*SINTESIS OPTODA TANPA PLASTISER OTES-APTS-PAR UNTUK SENSOR OPTIK ION Fe(II) DAN Ni(II)*” ini dapat terselesaikan dengan baik. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi derajat gelar sarjana kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta. Skripsi yang sederhana ini tidak akan dapat terselesaikan tanpa dukungan dari pihak-pihak yang selama ini telah banyak membantu, oleh karena itu dengan segala kerendahan hati, penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Drs. Marsusi, M.S. selaku Dekan F-MIPA UNS.
2. Dr. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia F MIPA UNS beserta seluruh stafnya.
3. Ibu Sayekti Wahyuningsih, M.Si. selaku Pembimbing I yang telah membimbing dan mengarahkan penulis selama pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi dari awal sampai akhir.
4. Ibu Fitria Rahmawati M.Si. selaku Pembimbing II yang juga telah membimbing dan mengarahkan penulis selama pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi dari awal sampai akhir.
5. Bapak Eddy Heraldly, M.Si. selaku Pembimbing Akademis yang telah membimbing penulis selama mengikuti pendidikan di Jurusan Kimia FMIPA UNS.
6. Bapak dan Ibu dosen Kimia, terimakasih atas ilmu yang telah diberikan kepada penulis selama belajar di *kampus hijau* ini.
7. Ibu Desi Suci Handayani, M.Si. selaku Ketua Laboratorium Kimia Dasar FMIPA UNS.
8. Mba Nanik dan Mas Anang, makasih ya, atas segala bantuannya. Saya mohon maaf telah banyak merepotkan.
9. Orang tua yang telah membantu dengan memberi semangat dan do’a.

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

10. Untuk ikhwan-ikhwan *seperjuangan-ku*. Ada slasu, juni, kresna maafkan atas segala kekhilafan saya selama ini.

Formatted: Font: 12 pt, Dutch (Netherlands)

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

11. Semua teman-teman dan pihak-pihak yang membantu selesainya skripsi ini.

Formatted: Swedish (Sweden)

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, namun penulis berharap semoga karya ini bermanfaat bagi kemajuan penelitian bidang kimia dan ilmu pengetahuan. (amiin)

Formatted: Swedish (Sweden)

Surakarta, Oktober 2006

Formatted: Font: 12 pt

Saefudin Kamal

Formatted: Font: 12 pt

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iii
HALAMAN ABSTRAK	iv
HALAMAN ABSTRACT	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	3
1. Identifikasi Masalah	3
2. Batasan Masalah	5
3. Rumusan Masalah	5
C. Tujuan Penelitian	5
D. Manfaat Penelitian	5
BAB II. LANDASAN TEORI	6
A. Tinjauan Pustaka	6
1. Kimia Sol-gel	6
2. Optoda (<i>Optical Sensor Device</i>)	8
a. Sensor Kimia	8
b. Pengertian Optoda	8
c. Konstanta Keasaman (K_a) PAR	10
d. Konstanta Kestabilan Kompleks pada Optoda (Kc_{optoda})	11

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

e. Konstanta Ekstraksi Optoda	12
3. Senyawa Kompleks	13
a. Pembentukan Senyawa Kompleks	13
b. Transisi dan Spektra Senyawa Kompleks	14
c. Warna Senyawa Kompleks	15
4. Spektrofotometri UV-Vis.....	17
5. Spektrometri FTIR	19
6. Scanning Electron Microscopy (SEM)	21
B. Kerangka Pemikiran	23
C. Hipotesis	24
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	25
A. Metode Penelitian	25
B. Tempat dan Waktu Penelitian	25
C. Alat dan Bahan	26
D. Prosedur Penelitian	27
1. Matrik	27
2. Studi PAR sebagai <i>Kromoionofor</i> untuk Optoda	27
3. Optoda	28
E. Teknik Pengumpulan Data	29
F. Teknik Analisa Data	29
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	31
A. Matrik	31
1. Sintesis Matrik	32
2. Karakterisasi Matrik	32
a. Respon Optik OTES-APTS	32
b. Morfologi Lapis Tipis OTES-APTS pada Kaca Silika	33
c. Analisa Gugus-gugus Fungsi Polimer OTES-APTS	34
B. Studi PAR sebagai <i>Kromoionofor</i> untuk Optoda	36
1. Koefisien Absorptivitas Molar (ϵ) PAR	36
2. Konstanta Keasaman (K_a) PAR	37

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt

	<u>3. Studi Respon Optik Kompleks Ion Logam-PAR</u>	<u>38</u>
<u>C. Optoda</u>		<u>39</u>
	<u>1. Sintesis Optoda</u>	<u>39</u>
	<u>2. Karakterisasi Optoda</u>	<u>40</u>
	<u>a. Respon Optik Optoda</u>	<u>40</u>
	<u>b. Analisa Gugus-gugus Fungsi pada OTES-APTS-PAR</u>	<u>41</u>
	<u>3. Kinetika Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II)</u>	<u>44</u>
	<u>a. Perubahan Respon Optik Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II)..</u>	<u>44</u>
	<u>b. Penentuan Konstanta Kestabilan Kompleks Optoda($K_{c_{optoda}}$)</u>	<u>46</u>
	<u>c. Penentuan Konstanta Ekstraksi (K_{eks}) dan Selektivitas (α)</u>	<u>47</u>
	<u>d. Regenerasi Optoda</u>	<u>48</u>
	<u>BAB V. PENUTUP</u>	<u>49</u>
	<u>A. Kesimpulan</u>	<u>49</u>
	<u>B. Saran</u>	<u>49</u>
	<u>DAFTAR PUSTAKA</u>	<u>50</u>
	<u>LAMPIRAN-LAMPIRAN.....</u>	<u>53</u>

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Warna yang diserap dan yang dipantulkan dalam Spektrum Cahaya Tampak	16
Tabel 2. Frekuensi IR beberapa Gugus-gugus Fungsi ($\pm 15 \text{ cm}^{-1}$)	20
Tabel 3. Perubahan λ pada Kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR, $\Delta\lambda_{\text{maks}}$ diukur pada λ_{maks} PAR (403.00 nm)	39
Tabel 4. Serapan yang muncul pada OTES, APTS, OTES-APTS, PAR, dan OTES-APTS-PAR	43
Tabel 5. $\Delta\lambda_{\text{maks}}$ (nm) setelah Interaksi Optoda dengan Ion Logam pada saat terjadi Keseimbangan. ($\lambda_{\text{maks optoda}} = 402 \text{ nm}$)	46
Tabel 6. Penghitungan Konstanta Ekstraksi pada Optoda	47

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt

DAFTAR GAMBAR

Halaman

<u>Gambar 1</u>	<u>Bahan-bahan yang akan digunakan sebagai optoda</u>	<u>3</u>
<u>Gambar 2</u>	<u>Proses pembentukan pori-pori</u>	<u>7</u>
<u>Gambar 3</u>	<u>Beberapa ionofor yang telah digunakan dalam sensor optik</u>	<u>9</u>
<u>Gambar 4</u>	<u>Grafik pH versus absorbansi</u>	<u>11</u>
<u>Gambar 5</u>	<u>Konfigurasi elektron atom Fe dan ion Fe(II)</u>	<u>13</u>
<u>Gambar 6</u>	<u>Konfigurasi elektron atom Ni dan ion Ni(II)</u>	<u>13</u>
<u>Gambar 7</u>	<u>Pembelahan tingkat energi ion Fe(II) medan oktahedral dan kemungkinan transisi yang dapat terjadi</u>	<u>14</u>
<u>Gambar 8</u>	<u>Pembelahan tingkat energi ion Ni(II) medan oktahedral dan kemungkinan transisi yang dapat terjadi</u>	<u>15</u>
<u>Gambar 9</u>	<u>Diagram transisi transfer muatan pada senyawa kompleks</u>	<u>17</u>
<u>Gambar 10</u>	<u>Diagram kemungkinan transisi elektron suatu molekul</u>	<u>18</u>
<u>Gambar 11</u>	<u>Scanning Electron Microscope (SEM)</u>	<u>21</u>
<u>Gambar 12</u>	<u>Serapan λ_{maks} OTES-APTS pada kaca silika</u>	<u>33</u>
<u>Gambar 13</u>	<u>Tampang lintang lapis tipis OTES-APTS pada kaca silika</u>	<u>33</u>
<u>Gambar 14</u>	<u>Spektra FTIR OTES, APTS dan polimer OTES-APTS</u>	<u>34</u>
<u>Gambar 15</u>	<u>Kemungkinan mekanisme polimerisasi OTES-APTS</u>	<u>35</u>
<u>Gambar 16</u>	<u>Kemungkinan mekanisme pengikatan polimer OTES-APTS pada kaca silika</u>	<u>36</u>
<u>Gambar 17</u>	<u>Spektra PAR 10^{-4} M, (b) Spektra PAR dengan variasi Ph</u>	<u>37</u>
<u>Gambar 18</u>	<u>Spektra elektronik larutan PAR, kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR</u>	<u>38</u>
<u>Gambar 19</u>	<u>Tampang lintang lapis tipis optoda</u>	<u>39</u>
<u>Gambar 20</u>	<u>Serapan λ_{maks} (a) Matrik (OTES-APTS), (b) Optoda (OTES-APTS-PAR)</u>	<u>40</u>
<u>Gambar 21</u>	<u>Pengaruh penambahan PAR pada matrik</u>	<u>40</u>
<u>Gambar 22</u>	<u>Spektra FTIR OTES-APTS, PAR dan OTES-APTS-PAR</u>	<u>41</u>
<u>Gambar 23</u>	<u>Mekanisme pengikatan PAR pada OTES-APTS</u>	<u>42</u>

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

<u>Gambar 24</u>	<u>Spektra optoda (a) Hasil pengontakan dengan ion Fe(II) selama 1, 5, 10, 20 dan 120 detik, (b) Optoda sebelum digunakan</u>	<u>44</u>
<u>Gambar 25</u>	<u>Spektra optoda (a) Hasil pengontakan dengan ion Ni(II) selama 1, 5, 10, 20 dan 120 detik, (b) Optoda sebelum digunakan</u>	<u>44</u>
<u>Gambar 26</u>	<u>Grafik λ_{maks} (nm) optoda selama waktu kontak dengan larutan ion Fe(II) dan Ni(II)</u>	<u>45</u>
<u>Gambar 27</u>	<u>Kemungkinan pengikatan ion Fe(II) dan Ni(II) pada optoda</u>	<u>46</u>
<u>Gambar 28</u>	<u>Foto optoda setelah dikontakan dengan ion Fe(II) dan Ni(II).....</u>	<u>47</u>
<u>Gambar 29</u>	<u>Spektra (a) Optoda sebelum digunakan sebagai sensor (402nm), (b) Optoda-ion Fe(II) yang telah diregenerasi (404 nm), (c) Optoda-ion Ni(II) yang telah diregenerasi (402 nm)</u>	<u>48</u>

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, English (U.S.)

Formatted: Font: 12 pt

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<u>Lampiran 1. Diagram alir cara kerja penelitian</u>	<u>53</u>
<u>Lampiran 2. Perhitungan konsentrasi bahan-bahan</u>	<u>55</u>
<u>Lampiran 3. Spektra IR OTES, APTS, OTES-APTS, PAR, OTES-APTS- PAR. ...</u>	<u>58</u>
<u>Lampiran 4. Perhitungan koefisien absorptivitas molar (ϵ) PAR</u>	<u>63</u>
<u>Lampiran 5. Spektra UV-Vis dari PAR pada variasi pH</u>	<u>64</u>
<u>Lampiran 6. Perhitungan Konstanta keasaman (K_a) PAR</u>	<u>66</u>
<u>Lampiran 7. Spektra UV-Vis kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR.....</u>	<u>67</u>
<u>Lampiran 8. Spektra UV-Vis optoda selama waktu kontak dengan ion logam</u>	<u>69</u>
<u>Lampiran 9. Perhitungan konstanta kestabilan kompleks optoda ($K_{c_{optoda}}$)</u>	<u>73</u>
<u>Lampiran 10. Penentuan konsentrasi ion Fe(II) dan Ni(II) dengan SSA</u>	<u>74</u>
<u>Lampiran 11. Spektra UV-Vis optoda yang telah diregenerasi.....</u>	<u>75</u>

Formatted: Font: 12 pt,
Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt,
Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Salah satu bidang aplikasi dari teknologi sol-gel adalah sebagai material pendukung sensor optik. Sol-gel bersifat fleksibel terhadap pengaturan sifat-sifat kimia, dengan berbagai variasi parameter seperti tipe katalis, pH campuran dan perbandingan molar H_2O/Si (Janotta, *et al.*, 2002). Lapis tipis dari sol-gel bersifat transparan, stabil terhadap suhu dan membentuk lapisan yang stabil pada berbagai substrat seperti polimer foil, kertas, logam atau kayu (Podbielska and Jarza, 2005). Aplikasi sol-gel sebagai material sensor optik (optoda) dilakukan dengan cara menambahkan suatu kromofor pada jaringan senyawa anorganik. Perubahan warna yang disebabkan oleh kromofor, memungkinkan untuk mendeteksi ion-ion logam (misalnya: Fe^{2+} , Al^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+}) (Zusman, *et al.*, 1990). Konsep perubahan warna akibat perubahan serapan maksimum pada daerah panjang gelombang visibel merupakan dasar pemilihan suatu material sensor optik (optoda).

Optoda adalah material yang berfungsi sebagai sensor optik, atau sering juga disebut *optrode* (optical electrode) yang berarti elektroda yang bekerja berdasarkan sifat optik (Arvidsson, 2000). Optoda merupakan suatu sensor kimia modern pada bidang kimia analitik yang efektif karena tidak memerlukan suatu material pembanding seperti pada penggunaan elektroda selektif ion. Optoda sangat mudah penanganannya, dapat digunakan berulang-ulang dan portabel. Optoda juga bukan merupakan subyek dari interferensi listrik sehingga kesalahan pengukuran yang dapat terjadi pada sensor kimia dapat diperkecil (Amiet, *et al.*, 2001). Kesalahan pengukuran dari sistem sensor kimia dapat terjadi oleh kesalahan kimia, instrumental, dan non-kimia (Dybko, 2001).

Optoda terdiri atas matrik, plastisizer dan kromofor. Matrik optoda merupakan membran polimer yang harus terlihat transparan, memiliki sifat hidrofobik dan hidrofilik yang cukup (Benco, *et al.*, 2001). Contoh polimer yang telah digunakan sebagai bahan matrik untuk optoda adalah *PVC* (Amiet, *et al.*,

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: German (Germany)

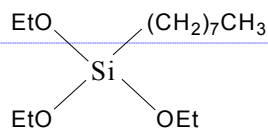
2001), *methacrylic-acrylic* (Heng, et al., 2003) dan sol-gel (3-merkaptopropil) trimetoksisilan (Ravishanakra, et al., 2002).

Keberadaan plastisiser pada optoda dapat merubah sifat lipofilik dari material sehingga diperoleh material yang tidak mudah retak saat digunakan. Penggunaan plastisiser yang terlalu banyak akan menyebabkan polimer sangat lunak dan lemah sehingga akan mengurangi sifat adhesi dengan substrat kaca silika (Heng, et al., 2003). Permasalahan lipofilisasi dapat direkayasa dengan menggunakan matrik polimer atau kromofor yang memiliki gugus rantai hidrokarbon. Heng, et al., (2003) telah berhasil mensintesis optoda tanpa plastisiser dari kopolimer *methacrylic-acrylic* yang mengandung gugus hidrokarbon sebagai sensor ion hidrogen.

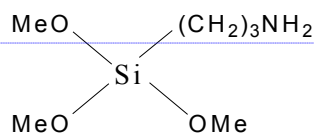
Kromofor pada optoda berfungsi sebagai senyawa pembawa warna yang mampu mengikat ion logam. Amiet, et al., (2001) telah melaporkan penggunaan kromofor 4-desiloksi-2-(2-piridilazo-1-naftol) (PAN)) sebagai bahan optoda untuk penentuan ion Cu(II). Ligan PAN dapat berikatan secara kuat dengan ion logam transisi deret pertama oleh karena transfer muatan yang menyertai saat pembentukan ikatan sehingga intensitas warna kompleks yang dihasilkan juga relatif tajam.

Logam Fe dan Ni termasuk golongan logam berat, yaitu logam yang memiliki densitas yang lebih besar dari 5 g/cm³. Keberadaan logam berat bisa dijumpai sebagai logam murni, ion-ionnya ataupun dalam bentuk senyawa kompleks. Kecenderungan logam berat untuk membentuk senyawa kompleks terutama dengan nitrogen, sulfur atau oksigen dapat menyebabkan sifat toksik pada tubuh dan dapat mencemari lingkungan (Mayr, 2002).

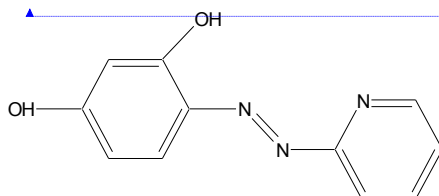
Pada penelitian ini, dilakukan sintesis optoda dengan matrik dari sol-gel OTES (Oktiltrioksisilan) dan APTS (Aminopropiltrimetoksisilan) pada plat kaca silika menggunakan kromofor PAR (4-(2-piridilazo)resorsinol). Struktur senyawa OTES, APTS, dan PAR ditunjukkan pada gambar 1. Selanjutnya optoda OTES-APTS-PAR akan digunakan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II).



Oktiltrietoksisilan (OTES)



Aminopropiltrimetoksisilan (APTS)



4-(2-piridilazo)resorsinol (PAR).

Gambar 1. Bahan-bahan yang akan digunakan sebagai optoda.

B. Perumusan Masalah

1. Identifikasi Masalah

Sensor optik berbasis polimer *PVC* untuk mendeteksi ion logam telah lama digunakan. Amiet, *et al.*, (2001) telah menggunakan ligan 4-desiloksi-2-(2-piridilazo-1-naphtol) (PAN) yang diimobilisasi pada matrik *PVC* (polivinilklorida) sebagai optoda penentuan ion Cu(II) . Menurut Tsujimura, *et al.*, (2000) alasan penggunaan matrik membran *PVC* sebagai sensor ion adalah karena membran *PVC* dapat dengan mudah digabungkan dengan ionofor. Akan tetapi pada penggunaan membran *PVC* memiliki permasalahan pada sifat adhesi membran yang jelek, sehingga permukaan aktif sensor mudah retak. Dan sebagai penggantinya telah banyak dipelajari menggunakan membran sol-gel senyawa silan. Polimer dari senyawa silan digunakan untuk meningkatkan ketahanan membran agar dapat digunakan dalam waktu yang lama. Ravishankaran, *et al.*, (2002) telah berhasil menggunakan bahan sol-gel (3-merkaptopropil) trimetoksisilan untuk keperluan pembuatan sensor H_2O_2 .

Plastisiser merupakan komponen bahan optoda yang dapat membawa sifat lipofilik dari material sehingga material yang diperoleh tidak mudah retak-retak

jika dipergunakan. Plastisiser yang digunakan biasanya suatu senyawa organik yang memiliki rantai hidrokarbon relatif panjang. Namun kandungan plastisiser yang tinggi menyebabkan material yang dihasilkan kurang mampu dikembangkan sebagai material biosensor dan harga plastisiser biasanya relatif mahal. Heng, *et al.*, (2003) telah melaporkan penggunaan kopolimer *methacrylic-acrylic* untuk pembuatan sensor hidrogen tanpa plastisiser, karena karena n-butil akrilat dalam kopolimer *methacrylic-acrylic* dapat berperan sebagai plastisiser.

Seperti halnya 4-desiloksi-2-(2-piridilazo-1-naphtol) (PAN), 4-(2-pyridylazo)-1,3-benzenediol (PAR) dikenal sebagai ligan yang dapat berikatan secara kuat dengan ion logam transisi deret pertama. Konsep perubahan warna akibat perubahan serapan maksimum pada daerah panjang gelombang visibel merupakan dasar pemilihan kromofor, suatu zat aktif bahan dasar pembuatan material sensor optik (optoda). Menurut Gent, *et al.*, (1988) kromofor memiliki sifat baik untuk sensor optik dapat dilihat dari absorptivitas molar besar (ϵ), panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) besar dan perubahan warna yang mencolok ($\Delta\lambda_{maks} = \frac{1}{2}$ pita warna). Dari tiga kriteria tersebut sebenarnya kromofor yang baik adalah kromofor yang dapat mengadakan ikatan dengan ion logam target melalui transfer muatan, MLCT (*Metal to Ligand Charge Transfer*) atau LMCT (*Ligand to Metal Charge Transfer*) mengingat harga absorptivitas molar yang dipersyaratkan. Serapan akibat transfer muatan ini memiliki nilai absorptivitas molar yang besar ($\epsilon_{maks} > 10^4 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$) (Skoog, *et al.*, 1997: 338).

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Kekuatan ikatan antara kromofor dengan matrik dapat direayasa dengan penggabungan menggunakan senyawa silil. Polimerisasi senyawa silil OTES dan APTS dilakukan dengan proses sol-gel. Kromofor PAR memiliki gugus aktif hidroksil, yang diharapkan dapat mengadakan hibrid dengan polimer OTES-APTS. Penggunaan plastisiser pada sintesis optoda OTES-APTS-PAR bisa digantikan dengan gugus oktil pada polimer OTES-APTS, sehingga pengembangan sintesis optoda baru tanpa plastisiser sangat mungkin dikerjakan dengan material dasar senyawa silil.

2. Batasan Masalah

- a. Matrik untuk optoda disintesis dari sol-gel OTES (oktiltrietoksisilan) dan APTS (aminopropiltrimetoksisilan) pada plat kaca silika.
- b. Sintesis optoda dilakukan dengan menambahkan kromoionofor PAR (4-(2-piridilazo)resorsinol pada matrik OTES-APTS.
- c. Studi kinerja optoda dilakukan dengan mempelajari respon optik optoda terhadap ion Fe(II) dan Ni(II), penentuan konstanta kestabilan kompleks optoda ($K_{C_{optoda}}$), konstanta ekstraksi ion logam target pada optoda (K_{eks}) dan koefisien selektivitas optoda terhadap ion logam (α).

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

3. Rumusan Masalah

- a. Apakah sol-gel dari OTES (oktiltrietoksisilan) dan APTS (aminopropiltrimetoksisilan) pada plat kaca silika dapat digunakan sebagai matrik optoda?
- b. Apakah PAR (4-(2-piridilazo)resorsinol) dapat digunakan sebagai kromoionofor pada sintesis optoda baru?
- c. Apakah optoda dari OTES-APTS-PAR dapat digunakan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II)?

Formatted: Bullets and Numbering

C. Tujuan

- a. Membuat matrik untuk optoda baru dari sol-gel OTES (oktiltrietoksisilan) dan APTS (aminopropiltrimetoksisilan) pada plat kaca silika.
- b. Menggunakan senyawa PAR (4-(2-piridilazo)resorsinol) sebagai kromoionofor pada sintesis optoda baru.
- c. Menggunakan optoda OTES-APTS-PAR untuk sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II).

Formatted: Bullets and Numbering

D. Manfaat

- a. Memberikan informasi mengenai sintesis optoda baru dari sol-gel OTES-APTS pada kaca silika, dengan menambahkan (PAR).
- b. Memberikan informasi tentang kinerja optoda terhadap ion Fe(II) dan Ni(II).

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Swedish (Sweden)

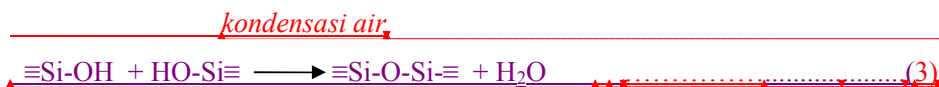
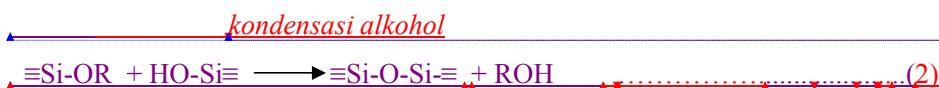
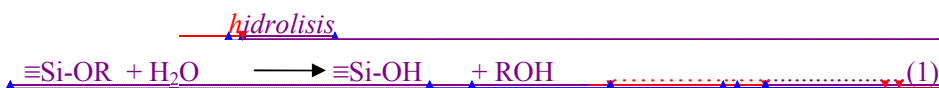
BAB II

LANDASAN TEORI

A. Tinjauan Pustaka

1. Kimia Sol-gel

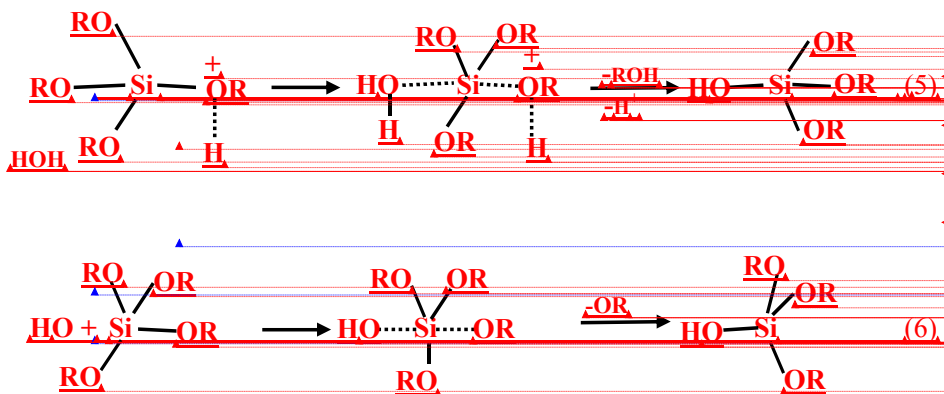
Sol adalah dispersi partikel koloid (ukuran 1-100nm) dalam fase cair. Gel terbentuk dari partikel sol, yang bergabung membentuk suatu jaringan yang besar. Proses sol-gel adalah nama yang diberikan untuk reaksi hidrolisis dan kondensasi pada senyawa anorganik untuk membentuk material keramik. Silika gel kebanyakan disintesis dengan hidrolisis dari bahan dasar senyawa alkoksasilan dengan menggunakan katalis asam (HCl , HF) atau basa (NH_3). Terjadinya tiga reaksi umumnya digunakan untuk menggambarkan proses sol-gel adalah :



R adalah gugus alkil, C_nH_{2n+1} . Reaksi hidrolisis merupakan reaksi substitusi gugus alkoksida (OR) dengan gugus hidroksil (OH) (persamaan 1). Sementara reaksi kondensasi menghasilkan ikatan siloksan (Si-O-Si) dengan melepaskan alkohol atau air (persamaan 2 dan 3). Reaksi hidrolisis terjadi karena serangan nukleofilik dari atom oksigen dalam H_2O pada silikon, sebagai buktinya saat reaksi H_2O berisotop ^{18}O dan TEOS (tetraetoksasilan) dengan katalis asam ataupun basa menghasilkan alkohol yang tidak terlabelkan isotop ^{18}O , sehingga atom oksigen yang ada pada gugus silanol berasal dari air (persamaan 4).

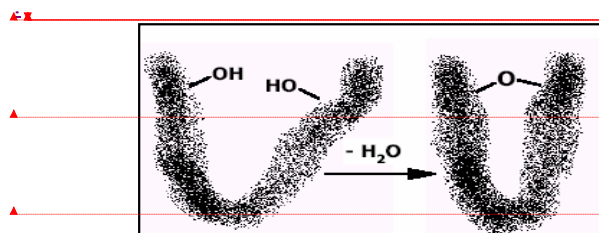


Mekanisme dalam reaksi hidrolisis dipengaruhi penggunaan katalis. Pada katalis asam gugus alkoksida terprotonasi, sehingga silikon lebih bersifat elektrofilik dan lebih mudah diserang oleh air (persamaan 5). Penggunaan katalis basa, air terdisosiasi menghasilkan gugus hidroksil yang akan menyerang atom silikon (persamaan 6).



(Brinker and Scherer, 1990: 116-132)

Menurut Janotta, *et al.*, (2002) pembentukan gel pada katalis asam mempunyai pori-pori yang kecil (< 50 nm) dan cenderung memiliki tingkat fleksibilitas yang lebih besar untuk menekuk dan berotasi karena struktur pada jaringannya sehingga lebih mudah mengalami deformasi (keretakan). Pada katalis basa menunjukkan pori-pori dan porositas yang besar karena pembentukan partikel koloid yang lebih padat dengan celah yang besar. Pembentukan pori-pori terjadi selama reaksi polikondensasi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Proses pembentukan pori-pori (Reiser, *et al.*, 2003).

2. Optoda (Optical Sensor Device)

2.1. Sensor Kimia

Sebuah sensor didefinisikan sebagai “seperangkat alat yang mampu secara kontinyu dan reversibel merekam suatu parameter fisik atau konsentrasi dari solut” (Wolfbeiss, 1991). Sensor kimia adalah bagian yang mampu merubah informasi kimia, harga konsentrasi dari sampel kedalam sinyal analitik. Bagian utama dari suatu sensor kimia adalah reseptor dan transduser. Reseptor berfungsi merubah informasi kimia ke sebuah bentuk energi yang sesuai dengan transduser. Transduser adalah bagian yang mampu merubah energi yang dibawa berupa informasi kimia dalam bentuk sinyal.

Sensor kimia optik merupakan peralatan yang merubah perubahan fenomena optik, yang dihasilkan dari interaksi analit dengan reseptor. Berdasarkan prinsip kerja sifat optiknya maka sensor kimia dibagi :

- a. Absorbansi (*Absorbance*), diukur pada media yang transparan, disebabkan oleh absorptivitas dari analit atau dari reaksi dengan indikator yang sesuai.
- b. Pemantulan (*Reflectance*), diukur pada media yang tidak transparan, biasanya menggunakan indikator yang diimmobilisasi.
- c. Perpendaran (*Luminescence*), berdasarkan pengukuran intensitas sinar yang diemisikan karena reaksi kimia pada sistem reseptor.
- d. Efek panas optik (*Optothermal effect*), berdasarkan pengukuran pengaruh termal yang disebabkan karena penyerapan sinar.

(Hulanicki, *et al.*, 1991)

2.2. Pengertian Optoda

Metode optik telah lama berperan pada kimia analitik misalnya indikator pH strip, yang mengandung indikator warna yang sensitif terhadap pH. Indikator pH strip tidak termasuk dalam sensor, karena tidak bersifat reversibel. Sekarang ini sensor optik sering digunakan untuk melakukan pengukuran secara langsung terhadap solut dan media yang berperan sebagai sensor lebih dikenal sebagai optoda. Optoda disebut juga *optrode* (optical electrode) yang berarti elektroda yang bekerja berdasarkan sifat optik (Arvidsson, 2000).

Deleted: ¶	
Formatted	... [123]
Formatted: Bullets and Numbering	... [124]
Deleted: ¶	
Formatted	... [125]
Formatted	... [126]
Formatted	... [127]
Deleted: ¶	... [128]
Formatted	... [129]
Formatted	... [130]
Formatted	... [131]
Formatted	... [132]
Deleted: Sensor Optik	
Formatted: Bullets and Numbering	... [133]
Formatted	... [134]
Deleted: <#>¶	... [135]
Formatted	... [136]
Deleted: ”	
Deleted: dapat	
Deleted: analit“	
Formatted	... [137]
Formatted	... [138]
Formatted	... [139]
Formatted	... [140]
Formatted	... [141]
Formatted	... [142]
Formatted	... [143]
Formatted	... [144]
Formatted	... [145]
Formatted	... [146]
Formatted	... [147]
Formatted	... [148]
Formatted	... [149]
Formatted	... [150]
Formatted	... [151]
Formatted	... [152]
Formatted	... [153]
Formatted	... [154]
Formatted	... [155]
Deleted: Keuntungan ¶	... [156]
Formatted	... [157]
Formatted	... [158]
Formatted	... [159]
Formatted	... [160]
Formatted	... [161]
Formatted	... [162]

2.3. Konstanta Keasaman (K_a) Kromoionofor PAR

PAR mengandung gugus fenol yang bersifat asam lemah, sehingga untuk penentuan nilai K_a PAR dapat dituliskan sebagai kesetimbangan disosiasi asam lemah sebagai berikut :



maka konstanta keasaman (K_a) dapat disusun,

$$K_a = \frac{a_{\text{H}^+} a_{\text{A}^-}}{a_{\text{HA}}} \approx \frac{C_{\text{H}^+} C_{\text{A}^-}}{C_{\text{HA}}}$$

Dimana a = aktivitas dari tiap komponen, untuk larutan ideal nilainya sama dengan konsentrasi C .

$$\log K_a = \log C_{\text{H}^+} + \log C_{\text{A}^-} - \log C_{\text{HA}}$$

$$-\log K_a = -\log C_{\text{H}^+} - \log C_{\text{A}^-} + \log C_{\text{HA}}$$

$$pK_a = \text{pH} - \log \frac{C_{\text{A}^-}}{C_{\text{HA}}} \quad (\text{persamaan Henderson-Hasselbalch}) \quad (7)$$

Harga K_a dapat diperoleh saat keadaan dasar dan eksitasi melalui pengukuran fotometri dari pasangan asam-basa (HA, A^-) pada spektra UV-Vis. Absorbansi yang terukur adalah absorbansi gabungan dari spesies HA dan A^- , sehingga menurut hukum lambert-beer berlaku :

$$A = \epsilon_{\text{HA}} C_{\text{HA}} b + \epsilon_{\text{A}^-} C_{\text{A}^-} b$$

konsentrasi asam lemah total $C_0 = C_{\text{HA}} + C_{\text{A}^-}$, nilai $C_{\text{HA}} = C_0 - C_{\text{A}^-}$, maka

$$A = \epsilon_{\text{HA}} (C_0 - C_{\text{A}^-}) b + \epsilon_{\text{A}^-} C_{\text{A}^-} b \quad \text{atau}$$

$$A = \epsilon_{\text{HA}} C_{\text{HA}} b + \epsilon_{\text{A}^-} (C_0 - C_{\text{HA}}) b \quad (8)$$

Pada larutan asam kuat (HCl) $C_{\text{A}^-} = 0$, $C_{\text{HA}} = C_0$, sebaliknya pada larutan basa kuat (NaOH) $C_{\text{HA}} = 0$, $C_{\text{A}^-} = C_0$, sehingga persamaan 8 dapat ditulis menjadi :

$$A_{\text{HA}} (\text{asam kuat}) = \epsilon_{\text{HA}} C_0 b \quad (9)$$

$$A_{\text{A}^-} (\text{basa kuat}) = \epsilon_{\text{A}^-} C_0 b \quad (10)$$

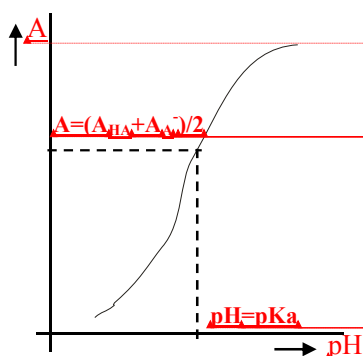
Persamaan Henderson-Hasselbalch dapat diturunkan menjadi :

$$pK_a = \text{pH} - \log \frac{A - A_{\text{HA}}}{A - A_{\text{A}^-}}$$

berdasarkan persamaan 7, saat $pH=pK_a$ konsentrasi pasangan asam-basa adalah sama ($C_{HA} = C_{A^-} = C_0/2$). Dari persamaan 9 dan 10, maka persamaan 8 menjadi :

$$A = \frac{A_{HA} + A_{A^-}}{2} \quad \dots \dots \dots (11)$$

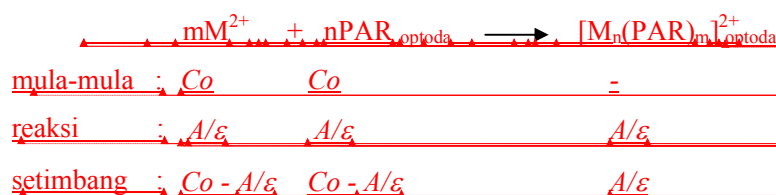
Penentuan pK_a dari suatu asam lemah (PAR) diperoleh dengan membuat grafik *Absorbansi* (pada $\lambda_{tertentu}$) *versus pH* kemudian memplotkan nilai absorbansi A $((A_{HA} + A_{A^-})/2)$, nilai pH yang diperoleh sama dengan pK_a (Gambar 4).



Gambar 4. Grafik pH versus Absorbansi (Schafer, *et al.*, _____).

2.4. Konstanta kestabilan kompleks pada optoda ($K_{c_{optoda}}$)

Interaksi optoda dengan ion logam akan menghasilkan respon optik (perubahan panjang gelombang maksimum) akibat pembentukan senyawa kompleks. Kestabilan kompleks yang terbentuk pada optoda dapat dinyatakan dengan $K_{c_{optoda}}$. Perhitungan pada K_c mengacu penelitian yang telah dilakukan He, (2000) untuk penentuan konstanta kestabilan kompleks (K_c) Vanadium-PAR. Reaksi yang terjadi saat pengontakan optoda dengan ion logam dapat digambarkan sebagai berikut :



Formatted	... [194]
Formatted	... [195]
Formatted	... [196]
Formatted	... [197]
Formatted	... [198]
Formatted	... [199]
Formatted	... [200]
Formatted	... [201]
Formatted	... [202]
Formatted	... [203]
Formatted	... [204]
Formatted	... [205]
Formatted	... [206]
Formatted	... [207]
Formatted	... [208]
Deleted: Biosensor me	... [209]
Deleted: ditambahkan	... [210]
Deleted: berperan seba	... [211]
Deleted: dengan seny	... [212]
Deleted:	
Deleted: et al., (2002)	... [213]
Deleted:	
Deleted: Tetrametoksi	... [214]
Formatted	... [215]
Formatted	... [216]
Formatted	... [217]
Deleted: baru berkemb	... [218]
Deleted: merupakan se	... [219]
Formatted	... [220]
Formatted	... [221]
Formatted	... [222]
Deleted: Material sens	... [223]
Formatted	... [224]
Deleted:	
Deleted: untuk mengik	... [225]
Deleted: Beberapa per	... [226]
Formatted	... [227]
Deleted: Kekuatan ika	... [228]
Formatted	... [229]
Deleted: yang dapat merespon	
Deleted: analit dengan	... [230]
Deleted: Tipis Optoda	... [231]
Deleted: Material opto	... [232]
Deleted: ma	
Deleted: mater	
Deleted: ter	
Deleted: ial porous hib	... [233]
Deleted:	
Formatted	... [234]
Deleted: . Sintesis mat	... [235]
Deleted: Karena menu	... [236]
Deleted: ¶	... [237]
Formatted	... [238]
Deleted: Mekanisme s	... [239]
Deleted: O	
	... [240]
Formatted	... [241]
Formatted	... [242]
	... [243]
Formatted	... [244]
	... [245]

satuan tiap komponen adalah aktivitas (a), pada larutan ideal nilai a sama dengan konsentrasi (C), nilai aktivitas PAR_{optoda} adalah satu, karena PAR berada pada fase padat. Nilai $K_{C_{optoda}}$ dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$K_{C_{optoda}} = \frac{[M_n(PAR)_m]_{optoda}^{2+}}{[M^{2+n}]_{optoda}} \quad (12)$$

$[M_n(PAR)_m]_{optoda}$ adalah konsentrasi ion logam pada optoda yang besarnya sama dengan A/ε . Diasumsikan perbandingan mol logam : mol PAR = 1:1, maka besarnya $[M^{2+}]$ saat kesetimbangan diperoleh dari konsentrasi ion logam awal (C_0) dikurangi ion logam yang terkompleks pada optoda (A/ε), sehingga persamaan 12 menjadi :

$$K_{C_{optoda}} = \frac{A/\varepsilon}{[C_0 - A/\varepsilon]} \quad (13)$$

2.5. Konstanta ekstraksi optoda dan selektivitas

Menurut hukum distribusi besarnya komponen yang terdistribusi antara fase air dan fase organik dinyatakan sebagai berikut :

$$K = \frac{C_o}{C_w} \quad (14)$$

K adalah konstanta ekstraksi, C_o adalah konsentrasi analit pada fase organik dan C_w adalah konsentrasi analit fase air (Alexeyev, 1976: 405). Pada sistem kesetimbangan optoda dengan fase air, maka analogi persamaan (14) Konstanta ekstraksi optoda dapat dituliskan sebagai berikut :

$$K_{eks} = \frac{[M^{2+}]_{optoda}}{[M^{2+}]_{fase\ air}} \quad (15)$$

Koefisien selektivitas (α) dirumuskan dengan membandingkan respon optoda terhadap ion logam yang satu dengan yang lain (Jeffery, *et al.*, 1989: 559).

$$\alpha_{1,2} = \frac{K_{eks\ 1}}{K_{eks\ 2}} \quad (16)$$

untuk harga α mendekati 1 menyatakan bahwa optoda memiliki selektivitas yang rendah terhadap analit 1 dan 2.

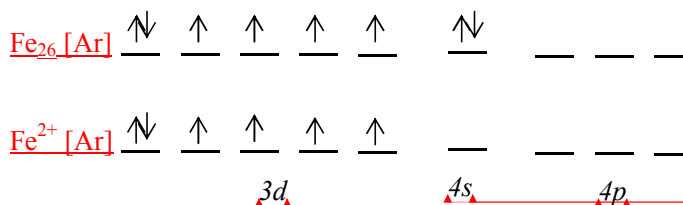
Formatted	...	[251]
Formatted	...	[252]
Formatted	...	[253]
Formatted	...	[254]
Formatted	...	[255]
Deleted:		
Formatted	...	[256]
Formatted	...	[257]
Deleted:		
Formatted	...	[258]
Formatted	...	[259]
Formatted	...	[260]
Formatted	...	[261]
Formatted	...	[262]
Formatted	...	[263]
Formatted	...	[264]
Deleted:	$[M(PAR)]^{2+}$	
Formatted	...	[265]
Formatted	...	[266]
Formatted	...	[267]
Deleted:	$[M(PAR)]^{2+}$	
Formatted	...	[268]
Formatted	...	[269]
Deleted:	$M]^{2+} \dots [PAR$	[270]
Formatted	...	[271]
Formatted	...	[272]
Formatted	...	[273]
Deleted:	β	[274]
Deleted:	a	
Formatted	...	[275]
Formatted	...	[276]
Deleted:	tanta pembed	[277]
Formatted	...	[278]
Deleted:	material sens	[279]
Deleted:	a	
Deleted:	η	[280]
Formatted	...	[281]
Deleted:	Harga K	
Deleted:	K_{total}	
Deleted:	=	
Deleted:	$[M^{n+}]_{optoda}$	
Deleted:	
Formatted	...	[282]
Deleted:	n dan penuka	[283]
Deleted:	Mekanisme p	[284]
Deleted:	adalah angka	[285]
Deleted:	η	[286]
Deleted:	Harga K_{total} di	[287]
Formatted	...	[288]
Deleted:	K_{total}	
Deleted:		
Deleted:	[289]
Deleted:	2	
Formatted	...	[290]
Formatted	...	[291]
Formatted	...	[292]
Formatted	...	[293]
Formatted	...	[294]
Formatted	...	[295]

3. Senyawa Kompleks

3.1. Pembentukan Senyawa Kompleks

Pembentukan senyawa kompleks dapat terjadi karena donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat (Miessler and Tarr, 1991: 271). Pada umumnya ion pusat merupakan ion-ion logam transisi karena masih memiliki orbital d dan f yang belum terisi penuh, sebagai akseptor pasangan elektron (Cotton, *et al.*, 1995: 226).

Besi memiliki no atom 26 dan massa atom relatif 55,847 g/mol. Bilangan oksidasi besi dalam senyawa kompleks adalah +2 dan +3. Konfigurasi elektron atom besi $[\text{Ar}]3d^6 4s^2$ sedangkan untuk ion Fe(II) $[\text{Ar}]3d^6 4s^0$ (Gambar 5).

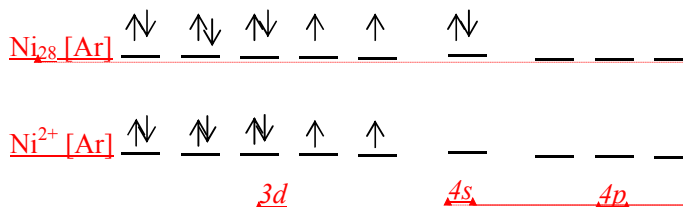


Gambar 5. Konfigurasi elektron atom Fe dan ion Fe(II)

(Michell, 1979: 501).

Keadaan elektronik Fe(II) sebagai sistem d^6 masih memungkinkan untuk menerima elektron dari suatu ligan untuk membentuk senyawa kompleks yang stabil.

Nikel bernomor atom 28 dengan massa atom relatif 58,71 g/mol. Konfigurasi elektron atom Ni $[\text{Ar}]d^8 4s^2$ sedangkan ion Ni(II) $[\text{Ar}]d^8 4s^0$ (Gambar 6). Nikel mempunyai bilangan oksidasi dari (-1) sampai (IV) tetapi biasanya sebagai divalen (Lee, 1991: 803).



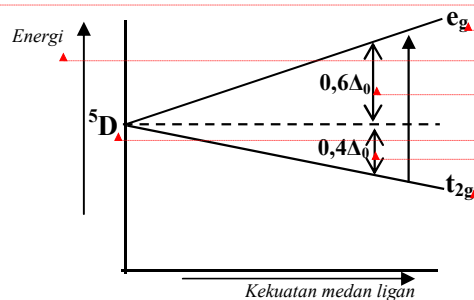
Gambar 6. Konfigurasi elektron atom Ni dan Ni(II) (Huheey, 1993: 392).

- Deleted: Teknologi pembuatan lapis tipis optoda dapat d... [326]
- Formatted: Swedish (Sweden)
- Deleted: Gambar 3 ... [327]
- Formatted ... [328]
- Formatted ... [329]
- Deleted: Penguapan te... [330]
- Deleted: ¶ ... [331]
- Deleted: Deposisi lapi... [332]
- Deleted: metode sol-gel
- Deleted: pada permuka... [333]
- Deleted: ¶
- Deleted: ¶ ... [334]
- Deleted: ¶
- Formatted: Swedish (Sweden)
- Deleted: kombinasi
- Deleted: dan metode d... [335]
- Deleted: dengan matri... [336]
- Formatted ... [337]
- Deleted: 3
- Deleted: 3
- Formatted: Swedish (Sweden)
- Formatted ... [338]
- Formatted: Swedish (Sweden)
- Formatted ... [339]
- Deleted: ¶ ... [340]
- Formatted ... [341]
- Formatted ... [342]
- Formatted ... [343]
- Formatted ... [344]
- Formatted ... [345]
- Formatted ... [346]
- Formatted ... [347]
- Formatted ... [348]
- Formatted ... [349]
- Formatted: Font color: Auto
- Formatted ... [350]
- Formatted ... [351]
- Formatted: Subscript
- Formatted ... [352]
- Formatted ... [353]
- Formatted: Font: 12 pt, Italic
- Formatted: Left

3.2. Transisi dan Spektra Senyawa Kompleks

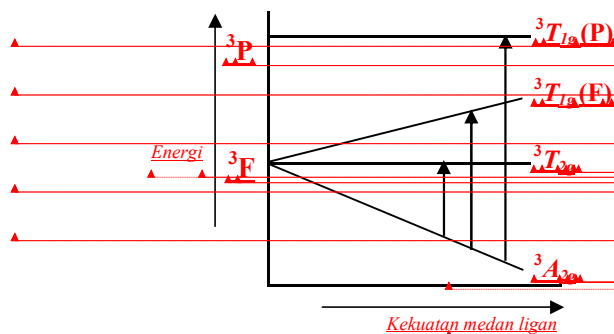
Spektra yang muncul pada senyawa kompleks logam transisi disebabkan adanya transisi elektron $d-d$, $\pi-\pi^*$, ataupun transisi transfer muatan. Tidak semua spektra dari transisi elektronik yang diperkirakan secara teori dapat diamati. Spektra dapat diamati dengan baik jika memenuhi hukum "seleksi laporte" dan hukum "seleksi spin". Hukum seleksi laporte mengatakan bahwa transisi yang terjadi pada bilangan kuantum orbital dengan $\Delta l = \pm 1$ adalah *Laporte allowed* (transisi yang diijinkan) sehingga akan menghasilkan absorbansi yang besar. Misalnya pada Ca , $s^2 \rightarrow s^1 p^1$, Δl bernilai +1 dan menghasilkan koefisien absorptivitas molar $5000\text{--}10000 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{L} \cdot \text{cm}^{-1}$. Sebaliknya transisi $d-d$ adalah *Laporte forbidden* (transisi terlarang) karena Δl bernilai nol, sehingga absorbansinya sangat kecil untuk diamati ($\epsilon = 5\text{--}10 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{L} \cdot \text{cm}^{-1}$). Dalam hukum seleksi spin, saat elektron bertransisi antar tingkat energi tidak merubah bilangan spinnya, sehingga $\Delta S = 0$ dan pada keadaan seperti inilah dikatakan sebagai *spin allowed* (transisi yang diijinkan). Sebaliknya saat $\Delta S \neq 0$, dikatakan *spin forbidden* (transisi terlarang) yang menghasilkan intensitas serapan yang jauh lebih kecil daripada *spin allowed*.

Orbital d ion logam fase gas memiliki tingkat energi yang sama, oleh karena itu tidak akan terjadi transisi $d-d$. Ion Fe(II) dengan konfigurasi d^6 memiliki term simbol 5D , pada medan oktahedral tersplit menjadi dua dengan keadaan dasar t_{2g} dan keadaan tereksitasi e_g , sehingga hanya satu kemungkinan transisi elektron yang terjadi pada ion Fe(II) , yang akan nampak sebagai satu puncak (Gambar 7).



Gambar 7. Pembelahan tingkat energi ion Fe(II) medan oktahedral dan kemungkinan transisi yang dapat terjadi. (Lee, 1994: 956)

Konfigurasi d^8 nikel (II) ada dua elektron yang tidak berpasangan dengan term simbol 3F keadaan dasar dan 1S , 1D , 1G , 3P keadaan tereksitasi. Keadaan tereksitasi 1S , 1D , 1G mempunyai dua elektron dengan spin yang berlawanan, sehingga transisi dari dasar ke tiga tingkat eksitasi ini adalah *spin forbidden*, serapan yang terjadi sangat lemah dan dapat diabaikan. Sebaliknya transisi dari 3F ke 3P adalah *spin allowed*. Dalam medan oktahedral tingkat energi P tidak terpisil (T_{1g}) sedangkan tingkat energi F terpisil menjadi tiga tingkat A_{2g} , T_{1g} dan T_{2g} (Gambar 8).



Gambar 8. Pembelahan tingkat energi ion Ni(II) medan oktahedral dan kemungkinan transisi yang dapat terjadi (Lee, 1994: 960).

Dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi memungkinkan terjadinya tiga jenis transisi elektron, sehingga ada tiga spektra yang muncul pada Ni(II). Pada spektrofotometer UV-Vis spektra dari transisi elektron $^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{2g}$ tidak tampak, karena energinya sangat kecil menyebabkan spektra jatuh pada panjang gelombang diluar visibel (Lee, 1994: 951-960).

3.3. Warna Senyawa Kompleks

Transisi elektronik yang menyerap pada daerah visibel akan menimbulkan warna. Warna yang tampak bukanlah warna yang diserap, melainkan komplemennya yang dipantulkan. Pentasena menyerap pada panjang gelombang 575 nm, yang merupakan warna kuning pada spektrum tampak (Tabel 1). Jadi pentasena menyerap cahaya kuning dan memantulkan cahaya dengan panjang gelombang lain. Pentasena berwarna biru, yang merupakan komplemen

Formatted	...	[397]
Formatted	...	[398]
Formatted	...	[399]
Formatted	...	[400]
Formatted	...	[401]
Formatted	...	[402]
Formatted	...	[403]
Formatted	...	[404]
Formatted	...	[405]
Formatted	...	[406]
Formatted	...	[407]
Formatted	...	[408]
Formatted	...	[409]
Formatted	...	[410]
Formatted	...	[411]
Formatted	...	[412]
Formatted	...	[413]
Formatted	...	[414]
Formatted	...	[415]
Formatted	...	[416]
Formatted	...	[417]
Formatted	...	[418]
Formatted	...	[419]
Formatted	...	[420]
Formatted	...	[421]
Formatted	...	[422]
Formatted	...	[423]
Formatted	...	[424]
Deleted: ¶		
Formatted	...	[425]
Deleted: Ion Logam Ni(II)		
Formatted	...	[426]
Deleted: Besi memiliki		[427]
Formatted	...	[428]
Deleted: 3		
Formatted	...	[429]
Deleted: $d^8 4s^2$. Nikel		[430]
Formatted	...	[431]
Deleted: Kemampuan		[432]
Formatted	...	[433]
Deleted: Fe (II) dan N		[434]
Deleted: ¶		
Formatted	...	[435]
Deleted: . . ¶		
Formatted	...	[436]
Deleted: ¶		[437]
Formatted	...	[438]
Deleted: Energi orbital		[439]
Formatted	...	[440]
Deleted: terjadi pada d		[441]
Formatted	...	[442]
Deleted: ...P		[443]
Formatted	...	[444]
Deleted: t		
Formatted	...	[445]

warna kuning. Beberapa senyawa menampilkan warna kuning meskipun λ_{maks} mereka berada dalam daerah spektrum ultraviolet (misalnya korona). Hal ini karena ekor pita absorpsi menjorok dari daerah ultraviolet ke daerah cahaya tampak dan menyerap pada panjang gelombang ungu ke biru.

Tabel 1. Warna yang diserap dan yang dipantulkan dalam spektrum cahaya tampak.

No	Panjang gelombang (nm)	warna	Warna komplementer
1	400-424	ungu	hijau-kuning
2	424-491	biru	kuning
3	491-570	hijau	Merah
4	570-585	kuning	biru
5	585-647	jingga	hijau-biru
6	647-700	merah	hijau

(Fessenden and Fessenden, 1982: 444)

Warna-warna dalam senyawa kompleks karena kompleks koordinasi sering mengabsorpsi cahaya di daerah tampak. Serapan yang terjadi pada senyawa kompleks bisa terjadi melalui transfer muatan misalnya LMCT (*ligand to metal charge transfer*) dan MLCT (*metal to ligand charge transfer*) (Gambar 9). Transisi transfer muatan adalah sebuah transisi elektronik antara orbital yang berpusat pada atom yang berbeda dan biasanya menghasilkan serapan yang sangat kuat. Transisi LMCT terjadi jika ligan mengandung pasangan elektron bebas dengan energi yang relatif tinggi (seperti pada sulfur dan selenium) dan jika logam memiliki orbital kosong yang berenergi rendah. Transisi LMCT contohnya HgS berwarna merah akibat transisi $\text{Hg}^{2+}(6s) \leftarrow \text{S}^{2-}(\pi)$. Pada fenomena MLCT, umumnya terjadi pada kompleks dengan ligan aromatik dan pada ion logam dengan bilangan oksidasi yang rendah. Transisi MLCT misalnya terjadi pada kompleks Fe(II) dengan ligan α -di-imina memiliki pita serapan yang kuat berkaitan dengan transfer muatan dari orbital t_{2g} logam ke orbital antibonding gugus α -di-imina (Jolly, 1991: 449).

Formatted: Swedish (Sweden)

Deleted: . T

Formatted: Font color: Auto

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Indent: Left: 0 cm, Hanging: 1,59 cm, Tabs: 1,59 cm, Left + Not at 1,25 cm

Deleted:

Formatted: Font color: Auto

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted

Deleted:

Deleted: (Fessenden and Fessenden, 1982: 444)

Formatted: Font color: Auto

Formatted: Font color: Auto

Deleted: , misalnya padatan kompleks $\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6\text{SO}_4$ [446]

Deleted:

Formatted: Font: Italic

Formatted: Font: Italic

Formatted: Font: Italic

Formatted: Font color: Auto

Deleted: na

Formatted: Font color: Auto

Deleted: atau

Deleted: C

Formatted: Superscript

Deleted:

Formatted: Superscript

Deleted: Sedangkan

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Font color: Auto

Formatted: Font color: Auto

Formatted: Font color: Auto

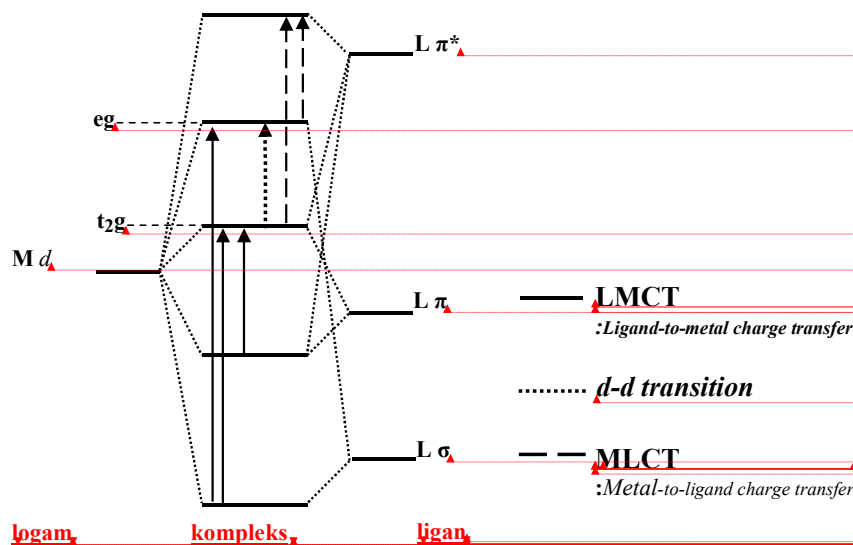
Deleted: Misalnya war [447]

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted [448]

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)



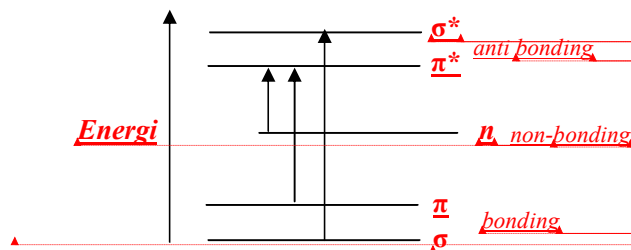
Gambar 9. Diagram transisi transfer muatan pada senyawa kompleks
(Shriver, *et al.*, 1990:441-448)

4. Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis berguna untuk mempelajari molekul dengan ikatan rangkap dua dan rangkap tiga ($C=C$, $C=O$, $C=N$, $C\equiv N$, $C\equiv C$), terutama sistem konjugasi dan cincin aromatis. Spektrum cahaya UV terentang mulai dari 190-380 nm, sedangkan spektrum visibel (cahaya tampak) terentang dari 380-750 nm.

Saat terjadi interaksi radiasi sinar UV-Vis dengan materi, maka akan menghasilkan transisi elektronik elektron dari keadaan dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Ada dua tipe orbital molekul yaitu sigma (σ) dan pi (π). Pada molekul yang mengandung N, O dan halogen, terdapat orbital non-bonding (n), yang menempati pada elektron yang tidak berpasangan. Energi foton diserap oleh molekul jika perbedaan energi antara keadaan dasar dan keadaan eksitasi sama dengan energi foton, sehingga hanya foton dengan energi yang sesuai kemudian (panjang gelombang yang sesuai), akan terserap oleh sampel.

Elektron bisa dipromosikan dari orbital π ke orbital π^* (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$) dan juga sebuah elektron non-bonding ke orbital π^* (transisi $n \rightarrow \pi^*$) (Gambar 10). Transisi $\sigma \rightarrow \sigma^*$ mungkin terjadi, tetapi membutuhkan energi yang cukup besar, sehingga serapan panjang gelombang terjadi diluar daerah UV-Vis. Pada transisi $n \rightarrow \pi^*$ membutuhkan energi yang lebih kecil dari pada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, sehingga transisi $n \rightarrow \pi^*$ akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih panjang dari pada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$.



Gambar 10. Diagram kemungkinan transisi elektron suatu molekul (Palleros,1991: 707-708).

Kromofor adalah suatu gugus kovalen tidak jenuh yang bertanggungjawab untuk serapan elektronik (sebagai contoh $C=C$, $C=O$ dan NO_2). Ausokrom adalah gugus fungsi yang tidak dapat menyerap pada daerah UV-Vis, tetapi mampu merubah λ_{maks} dan intensitas serapan dari kromofor, contohnya OH , NH_2 dan Cl . Adanya gugus ausokrom akan menyebabkan pergeseran serapan ke arah panjang gelombang yang lebih panjang pergeseran merah atau bathokromik. Pergeseran biru dapat dijumpai pada anilin yang diubah menjadi kation anilium, pasangan elektron bebas pada anilin tidak tersedia lagi untuk berinteraksi dengan elektron cincin sehingga akan menyebabkan terjadinya pergeseran biru (hipsokromik).

Panjang gelombang UV-Vis berbanding terbalik dengan energi yang dibutuhkan untuk bertransisi. Molekul yang memerlukan lebih besar energi untuk promosi elektron akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih pendek. Sebaliknya molekul yang memerlukan sedikit energi untuk promosi elektron akan menyerap pada panjang gelombang yang lebih panjang. Pita yang melebar pada serapan mengindikasikan adanya molekul-molekul yang mengalami transisi

dengan perbedaan energi dan absorbansi yang sangat sedikit antara satu molekul dengan molekul lainnya. Harga absorbansi bertambah dengan semakin banyaknya molekul yang mengalami transisi dalam suatu senyawa.

Rumusan dalam intensitas serapan diturunkan dari hukum Lambert-Beer, yaitu hubungan antara absorbansi, tebal cuplikan dan konsentrasi. Hubungan ini dinyatakan sebagai berikut :

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (17)$$

A = absorbansi

ϵ = absorptivitas molar ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)

b = panjang sel (cm)

c = konsentrasi sampel ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) (Silverstein, et al., 1984: 307)

5. Spektrometri (FTIR)

Inti-inti atom yang berikatan kovalen senantiasa mengalami vibrasi atau osilasi seperti dua buah bola yang terikat oleh suatu pegas. Bila suatu senyawa menyerap radiasi sinar inframerah, maka dalam molekul itu terjadi perubahan energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi. Agar suatu senyawa bisa menyerap sinar inframerah, molekul harus mengalami perubahan netto momen dwikutubnya sebagai akibat dari gerakan vibrasi atau rotasinya.

Ikatan pada O_2 , N_2 , Cl_2 tidak ada perubahan netto momen dipolnya sehingga tidak menyerap sinar inframerah. Ikatan non-polar relatif misalnya C-C dan C-H menyebabkan absorpsi yang lemah. Gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) menunjukkan intensitas yang tinggi, karena momen dipol yang besar pada ikatan karbon dan oksigen. Vibrasi dalam molekul merupakan vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur yang bersistem AX_2 terdiri dari vibrasi simetri dan asimetri, sedangkan vibrasi tekuk terdiri vibrasi gunting (*scissoring*), goyang (*rocking*), kibas (*wagging*), dan putar (*twisting*). Frekuensi vibrasi ulur antara dua atom dapat dihitung berdasarkan Hukum Hooke pada persamaan 18. Rangkuman beberapa nilai frekuensi vibrasi terangkum dalam Tabel 2.

Deleted: A...suatu sen	[544]
Formatted	[545]
Deleted: ¶	
Formatted	[546]
Formatted	[547]
Formatted	[548]
Formatted	[549]
Formatted	[550]
Formatted	[551]
Formatted	[552]
Deleted: ¶	
Formatted	[553]
Formatted	[554]
Formatted	[555]
Deleted: ¶	
Deleted: 6	
Formatted	[556]
Deleted: 5	
Formatted	[557]
Deleted: Fourier Trans	[558]
Formatted	[559]
Formatted	[560]
Formatted	[561]
Deleted: yang terikat n	[562]
Formatted	[563]
Formatted	[564]
Deleted: pada senyawa	[565]
Formatted	[566]
Deleted: (: ...dalam n	[567]
Formatted	[568]
Deleted: Sedangkan	
Formatted	[569]
Deleted: pada	
Deleted: ikatan polar pada	
Formatted	[570]
Deleted: misalnya	
Formatted	[571]
Deleted:	
Formatted	[572]
Deleted: absorpsi yang	[573]
Formatted	[574]
Deleted: <sp>Ada dua	[575]
Formatted	[576]
Deleted:	
Formatted	[577]
Deleted: , yaitu v	
Formatted	[578]
Deleted: t	
Formatted	[579]
Deleted:),	
Formatted	[580]
Deleted: h	
Formatted	[581]
Deleted: ...h	[582]
Formatted	[583]

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \left(\frac{K}{\mu} \right)^{1/2} \quad (18)$$

Keterangan: ν = frekuensi (det^{-1})

c = kecepatan cahaya ($3 \times 10^{10} \text{ cm/det}$)

K = tetapan gaya untuk ikatan (N/m)

μ = masa reduksi, yang besarnya $(m_1 \times m_2)/(m_1 + m_2)$ (g)

(Skoog, 1997: 386)

Tabel 2. Frekuensi IR beberapa gugus-gugus fungsi ($\pm 15 \text{ cm}^{-1}$)

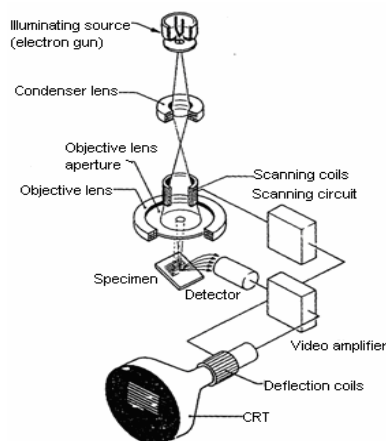
(Silverstein, 1984: 128-134)(Palleros, 1991: 686-688)(Janotta, *et al.*, 2002)

NO	Gugus fungsi	Frekuensi cm^{-1}	Jenis Vibrasi	Keterangan
1	-CH ₃	2960	ulur C-H	
2	-(CH ₂)-	2925	ulur C-H	
		2850	ulr C-H	
		1470	tekuk C-H	
		720-725	goyang -(CH ₂)- _n	$n \geq 4$
		740-770	goyang -(CH ₂)- _n	$n < 4$
3	-NH ₂ (amina primer)	3400-3500	ulur N-H	2 serapan
		1560-1640	tekuk N-H	
		700-850	tekuk N-H	duplet
4	-NH (amina sekunder)	3310-3450	ulur N-H	1 serapan
5	-CN (aromatik)	1266-1342	ulur C-N	
7	-SiCH ₃	2980	ulur Si-C	=
		1250-1275	tekuk Si-C	=
8	-SiOH	3200-3700	ulur O-H	
9	-SiO-CH ₃	1049-1088	ulur Si-O	
10	-SiO-Si	1030-1140	ulur Si-O-Si	Asimetri
11	-SiO-Si	450	tekuk Si-O-Si	keluar bidang
12	-OH	3600-3650	ulur O-H	monomer

		3200-3500	ulur O-H	
		1180-1260	ulur C-O	fenol
13	Aromatis	750-810	tekuk C-H	1,3 tersubstitusi
		1580-1630	ulur C-C	
		1640-1680	ulur C=C	seperti alkena

6. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran suatu permukaan sampel. Oleh karena itu gambar yang dihasilkan oleh SEM mempunyai karakteristik secara kualitatif dalam 3D karena menggunakan elektron sebagai pengganti gelombang cahaya dan hal ini sangat berguna untuk menentukan struktur permukaan dari sampel. Serangkaian alat SEM dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Scanning Electron Microscope (SEM).

Gambaran yang dihasilkan oleh SEM biasanya mempunyai perbesaran antara 10 sampai 200.000 kali dengan kekuatan resolusi antara 4 sampai 10 nm. Mikroskop elektron ini memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan obyek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang

... [635]

Formatted: Highlight

Deleted: 1600-1700

Formatted: Highlight

Deleted: ulur C=N

Formatted: Left, Indent: First line: 0 cm

Deleted: ¶

Formatted: Font color: Auto

Deleted: 7

Formatted: Underline, German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Deleted: e

Formatted: German (Germany)

Deleted: e

Formatted: German (Germany)

Deleted: g

Formatted: German (Germany)

Deleted: 8

Formatted: German (Germany)

Formatted: Centered

Formatted: Font color: Auto

Deleted: ¶

Formatted: Justified, Indent: First line: 1,28 cm, Line spacing: 1.5 lines

Formatted: German (Germany)

muncul dari permukaan obyek. SEM biasanya dikombinasikan dengan EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) sehingga dapat menghasilkan kekuatan analisis untuk bermacam-macam penelitian atau untuk kontrol kualitas. Perbedaan tipe-tipe yang berbeda dari SEM memungkinkan penggunaan yang berbeda-beda antara lain untuk pembelajaran morfologi, kekasaran permukaan, porositas, distribusi ukuran partikel dan homogenitas material.

Pada SEM, elektron diemisikan dari katoda tungsten menuju anoda. Seberkas elektron difokuskan secara berturut-turut dengan lensa sehingga berkas itu akan mempunyai ukuran sampai 5 nm. Berkas kemudian melewati lensa obyektif dengan pasangan koil akan menyimpang pada daerah permukaan sampel. Elektron primer akan mengenai permukaan yang tidak elastis yang dihamburkan oleh atom dalam sampel karena hamburan berkas elektron primer akan menyebar secara merata dan masuk dalam sampel kira-kira 1 μm di permukaan sampel. Interaksi ini yang dideteksi dan akan menghasilkan suatu gambaran. Pada saat SEM digunakan, kolom harus dalam keadaan vakum dengan alasan antara lain: jika diisi gas maka berkas elektron tidak dapat dihasilkan atau dipertahankan serta gas akan bereaksi dengan sumber elektron yang akan mengakibatkan kebakaran atau menyebabkan elektron terionisasi sehingga menghasilkan ketidakstabilan yang tinggi dalam berkas tersebut (www.mse.iastate.edu/microscopy).

Prinsip operasi SEM adalah fokus berkas sinar elektron berenergi tinggi (10 keV) discan melintang pada permukaan sampel menghasilkan elektron sekunder, hamburan elektron balik, karakteristik sinar-X dan beberapa elektron keluar dari permukaan. Gambar elektron sekunder menunjukkan topografi permukaan melintang (nm). Material dapat dilihat pada magnifikasi 100.000x tanpa membutuhkan preparasi sampel secara ekstensif dan tanpa merusak sampel. Berkas elektron sekunder dari sampel dideteksi dengan layar fosfor. Layar akan memancarkan cahaya dan intensitas cahaya diukur dengan fotomultifier.

Elektron mungkin menumbuk inti atom dan akan kembali ke tabung vakum, elektron inilah yang dikenal sebagai hamburan elektron primer dan dapat dideteksi dengan detektor hamburan elektron balik. Hamburan elektron balik

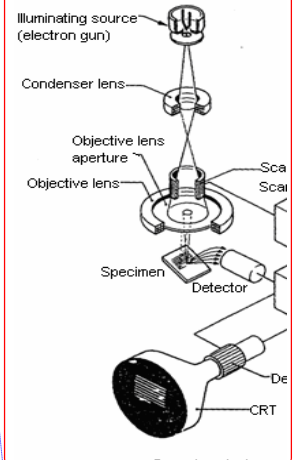
Deleted: analisis komposisi dengan kecepatan tinggi,

Deleted: ,

Deleted: atau untuk pembelajaran lingkungan khususnya untuk masalah sensitifitas material.

Deleted: SEM biasanya dikombinasikan dengan EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*) sehingga dapat menghasilkan kekuatan analisis untuk bermacam-macam penelitian atau untuk kontrol kualitas.

Deleted: ¶



Formatted: German (Germany)

Deleted: . Gambar 4. *Scanning Electron Microscope (SEM)* (PPGL, 2006)¶

Formatted: Left, Line spacing: single, Tabs: 2,22 cm, Left

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Deleted: secondary electron, backscattered electron,

Formatted: Swedish (Sweden)

Deleted: secondary electron

Formatted: Swedish (Sweden)

Deleted: secondary electron

Formatted: Swedish (Sweden)

Deleted: backscattered primaries

Deleted: backscattered electron

dapat memberi informasi tentang topografi permukaan dan jumlah rata-rata atom pada area di bawah berkas sinar elektron. Gambar hamburan elektron balik menunjukkan distribusi spasial unsur atau senyawa dalam puncak mikron sampel. Signal dikumpulkan oleh detektor untuk membentuk gambar dari sampel dan data output ditampilkan pada layar tabung sinar katoda (www.cleantechcentral.com/Magazine/PastIssue/Nov 1998/2.asp).

Elektron yang diamati pada alat SEM bukan elektron dari sinar elektron yang dipancarkan tetapi elektron yang berasal dari dalam obyek yang diamati sehingga untuk menghindari penumpukan elektron (hal ini menyebabkan *charging* yaitu obyek terlihat terang benderang sehingga tidak mungkin melakukan pengamatan) di permukaan obyek diperlukan bagian yang terhubung dengan tanah, dengan kata lain permukaan obyek harus bersifat konduktif (dapat mengalirkan elektron) agar elektron yang menumpuk dapat dialirkan. Pada obyek yang tidak konduktif hal ini dapat diatasi dengan melapisi permukaan obyek tersebut dengan karbon, emas atau platina setipis mungkin.

B. Kerangka Pemikiran

Optoda memiliki bagian-bagian yang berperan sebagai matrik, plastisiser, dan kromofor. Matrik yang akan digunakan sebagai bahan pendukung optoda baru, dipilih dari sol-gel OTES-APTS yang dilapiskan pada substrat plat kaca silika. Polimer dari OTES-APTS merupakan polimer senyawa silil yang stabil pada substrat kaca silika dan bersifat transparan sehingga tidak akan mengganggu serapan kromofor nantinya. Penggunaan katalis basa NH_4OH pada sintesis sol-gel OTES-APTS bertujuan untuk mengontrol proses hidrolisis dan kondensasi agar diperoleh material yang tahan retak. Sementara penggunaan plastisiser pada sintesis optoda dapat digantikan peranannya dengan keberadaan gugus oktil ($-\text{C}_8\text{H}_{17}$) pada polimer OTES-APTS.

Ligan organik yang akan digunakan sebagai kromofor pada optoda adalah PAR yang strukturnya mirip dengan PAN. Senyawa PAR mengandung gugus kromofor, ionofor dan ausokrom. Gugus $-\text{N}=\text{N}-$ dan $-\text{C}=\text{C}-$ pada cincin

Deleted: Backscattered	...	[636]
Formatted	...	[637]
Deleted: grounding	...	[638]
Formatted	...	[639]
Deleted: ¶	...	[640]
Formatted	...	[641]
Deleted: ¶	...	[642]
Deleted: . Spektrometr	...	[643]
Deleted: Absorbtion		
Deleted: Absorption Spectroscop		
Deleted: i		
Deleted: y		
Deleted: (AAS		
Formatted	...	[644]
Deleted: ¶	...	[645]
Deleted: Absorbtion		
Deleted: Absorption		
Deleted: Spectroscopi		
Deleted: Spectroscopy	...	[646]
Deleted: a		
Deleted: s		
Deleted: S meliputi Hc	...	[647]
Formatted	...	[648]
Deleted: Adsorbsi		
Deleted: Adsorpsi dan	...	[649]
Formatted	...	[650]
Deleted: absorbsi		
Deleted: absorpsi yaitu	...	[651]
Deleted: ¶	...	[652]
Formatted	...	[653]
Formatted	...	[654]
Formatted	...	[655]
Deleted: ¶		
Deleted: . Analisis ther	...	[656]
Deleted: (DTA		
Formatted	...	[657]
Formatted	...	[658]
Formatted	...	[659]
Deleted: B.		
Deleted: ¶	...	[660]
Formatted	...	[661]
Formatted	...	[662]
Formatted	...	[663]
Formatted	...	[664]
Formatted Table	...	[665]
Formatted	...	[666]
Formatted	...	[667]
Formatted	...	[668]
Deleted: ionofor/		
Formatted	...	[669]
Formatted	...	[670]
Deleted: Matrik yang	...	[671]
Formatted	...	[672]
Deleted: untuk mengo	...	[673]
Formatted	...	[674]
	...	[675]
Formatted	...	[676]
Formatted	...	[677]

aromatik sebagai kromofor (pembawa warna), atom N dan O berfungsi sebagai ionofor (pengikat logam) sedangkan gugus -OH sebagai gugus ausokrom. Dengan keberadaan gugus kromofor dan ausokrom pada PAR, maka dimungkinkan sekali respon optik yang dihasilkan PAR memenuhi untuk penggunaan PAR sebagai kromoionofor. Selain sebagai gugus ausokrom, gugus hidroksil (-OH) juga merupakan gugus aktif yang berperan saat ikatan antara PAR dengan polimer OTES-APTS. Ionofor dalam senyawa PAR berfungsi untuk mengikat ion logam. Jadi dapat disimpulkan bahwa saat PAR mengikat ion logam akan disertai perubahan reson optik yang baik, yang ditandai dengan pergeseran λ_{maks} akibat pembentukan senyawa kompleks. Pergeseran λ_{maks} yang besar dan harga koefisien absorptivitas molar (ϵ) kompleks yang tinggi akan menghasilkan respon optik yang baik.

Optoda yang telah disintesis diaplikasikan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II). Proses pengikatan ion logam pada optoda selama waktu kontak melalui mekanisme kompleksasi yaitu PAR pada optoda berperan sebagai basa lewis (pendonor elektron) sedangkan ion logam berperan sebagai asam lewis (penerima elektron). Akibat pembentukan senyawa kompleks ini dapat diketahui respon optik yang terjadi dengan melihat pergeseran λ_{maks} selama waktu kontak.

C. Hipotesis

1. Sol-gel dari OTES-APTS pada plat kaca silika dapat digunakan sebagai matrik pada sintesis optoda baru.
2. 4-(2-piridilazo)resorsinol (PAR) dapat digunakan sebagai kromoionofor pada sintesis optoda baru.
3. Optoda dari OTES-APTS-PAR dapat digunakan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II).

Formatted	...	[678]	
Deleted:	Perubahan sif	...	[679]
Deleted:	OTES dan APTS		
Deleted:	Trietoksioktil	...	[680]
Deleted:	berperan seba	...	[681]
Deleted:	Perubahan ka	...	[682]
Deleted:	silika-OTES-	...	[683]
Deleted:	dapat terjadi	...	[684]
Deleted:	Dengan mem	...	[685]
Deleted:	tekstur dan d	...	[686]
Deleted:	dan		
Deleted:	tingkat fleksibilitas		
Deleted:	,		
Deleted:	maka materia	...	[687]
Formatted	...	[688]	
Formatted	...	[689]	
Formatted	...	[690]	
Deleted:	, tingkat fleks	...	[691]
Deleted:	,		
Deleted:	respon terhad	...	[692]
Formatted	...	[693]	
Deleted:	Senyawa kon	...	[694]
Formatted	...	[695]	
Deleted:	PAR pada optoda		
Formatted	...	[696]	
Deleted:	lewis, yang	...	[697]
Formatted	...	[698]	
Deleted:	untuk terjadi	...	[699]
Formatted	...	[700]	
Deleted:	Selain PAR,	...	[701]
Formatted	...	[702]	
Deleted:	PAR dengan	...	[703]
Formatted	...	[704]	
Deleted:	¶		
Deleted:	¶	...	[705]
Formatted	...	[706]	
Formatted	...	[707]	
Formatted	...	[708]	
Deleted:	Interaksi de	...	[709]
Formatted	...	[710]	
Deleted:	Sintesis mat	...	[711]
Formatted	...	[712]	
Formatted	...	[713]	
Deleted:	Sintesis lapis tipis		
Deleted:	material sensor optik (
Deleted:	optoda dari		
Deleted:	da)		
Deleted:	s		
Formatted	...	[714]	
Deleted:	(oktil-trietok	...	[715]
Formatted	...	[716]	
Deleted:			
Formatted	...	[717]	
Deleted:	(aminopropil-	...	[718]
Formatted	...	[719]	
	...	[720]	
Formatted	...	[721]	
Formatted	...	[722]	
Formatted	...	[723]	
Formatted	...	[724]	
Formatted	...	[725]	
Formatted	...	[726]	

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen laboratorium. Matrik sebagai bahan pendukung optoda disintesis dari sol-gel OTES-APTS pada substrat kaca silika. Kemudian matrik (silika-OTES-APTS) dicelupkan kedalam larutan 4-(2-piridilazo)resorsinol (PAR) sehingga terbentuk silika-OTES-APTS-PAR (optoda). Optoda akan digunakan sebagai sensor optik ion logam Fe(II) dan Ni(II).

Karakterisasi terhadap matrik meliputi karakterisasi respon optik dengan melihat serapan panjang gelombang pada spektrofotometer UV-Vis, karakterisasi morfologi lapis tipis dengan SEM dan karakterisasi gugus fungsional dengan FTIR pada polimer OTES-APTS. Sedangkan karakterisasi lapis tipis OTES-APTS-PAR (optoda) meliputi karakterisasi respon optik dengan melihat serapan panjang gelombang pada spektrometer UV-Vis dan karakterisasi gugus fungsional dengan FTIR pada OTES-APTS-PAR.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar F-MIPA yang dimulai bulan Mei 2005 sampai Mei 2006. Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis dilaksanakan di Sub. Laboratorium Biologi Laboratorium Pusat Universitas Sebelas Maret. Analisis SSA dan FTIR dilakukan di Laboratorium Anorganik Universitas Gajah Mada dan analisis SEM dilakukan di Lab. Teknik Material Jurusan Teknik Industri Institut Teknologi Bandung.

Formatted: Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Line spacing: 1.5 lines

C. Alat dan Bahan

1. Alat

- a. Pipet ukur digital
- b. Thermocouple (*Fluke 51/52 II*)
- c. pH meter
- d. Pemanas listrik
- e. Statif dan klem
- f. Strirrer kecil 1 cm
- g. Peralatan gelas
- h. Timbangan elektrik (*AND GF-300*) (OHOU, maks : 310 g; min : 0,001 g)
- i. Ultra Violet-Visible Spectroscopy (*UV-Vis*) Double Beam Shimadzu 1601PC
- j. Fourier Transform Infrared (*FTIR*) 8201 PC
- k. Spektrofotometer serapan atom (SSA) merek Hitachi model Z-8000
- l. Scanning Electron Microscope (*SEM*) Jeol JSM-6360LA
- m. Furnace *1300 Barnstead Thermolyne* (maksimum temperatur 1300 °C)
- n. Oven merk fischer Scientific

Formatted: Font: (Default) Times New Roman, 12 pt

Formatted: Centered, Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

2. Bahan

- a. Oktil-trietoksisilan (OTES), Aldrich
- b. Aminopropiltrimetoksisilan (APTS), Aldrich
- c. 4-(2-piridilazo)resorsinol (PAR), Aldrich
- d. NH₄OH 0,05 M, Merck
- e. Tabung gas nitrogen (N₂)
- f. Plat kaca silika ukuran 4 cm x 2,5 cm x 0,1 cm
- g. HCl, Merck
- h. NaOH, Merck
- i. KOH, Merck
- j. MeOH, Merck
- k. H₂O
- l. FeCl₂.4H₂O, Merck
- m. NiSO₄.6 H₂O, Merck
- n. Larutan Buffer pH 3, 5, 7 dan 9, Merck

Formatted: Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Bullets and Numbering

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

D. Prosedur Penelitian

1. Matrik

a. Sintesis Matrik

Plat kaca silika direndam dalam KOH/MeOH 0,1 M sehari semalam, diuapkan perlahan-lahan kemudian dicuci dengan H₂O dan dikeringkan. OTES (oktiltrietoksisilan) 8,2 ml (0,025 mmol), APTS (Aminopropiltrimetoksisilan) 3 ml (0,017 mmol) dan 6 ml NH₄OH 0,05 M dilarutkan dalam 20 ml MeOH. Campuran tersebut dialiri N₂ selama 5 menit, ditutup dan distirrer selama ± 12 jam pada suhu 50 °C. Setelah terbentuk sol, plat kaca silika yang telah kering dicelupkan (*dipping*) kedalam sol OTES-APTS sampai terbentuk lapis tipis, dikeringkan pada suhu kamar dan dilanjutkan pemanasan bertahap sampai 70°C (10°C/menit).

b. Karakterisasi Matrik

1. Analisis Respon Optik Matrik dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Matrik dianalisis dengan spektrometer UV-Vis pada daerah 200-800 nm.

2. Analisis Morfologi Matrik dengan SEM

Matrik dianalisis menggunakan SEM secara melintang (250x).

3. Analisis Gugus-gugus Fungsi Polimer OTES-APTS dengan FTIR

OTES, APTS dan polimer OTES-APTS masing-masing sampel ditimbang 10 mg dan dihaluskan dengan 100 mg KBr pelet, lalu dianalisis dengan FTIR pada daerah bilangan gelombang 300-4000 cm⁻¹.

2. Studi PAR sebagai Kromofor untuk Optoda.

a. Koefisien Absorptivitas Molar (ϵ) PAR

Larutan PAR 10⁻⁴ M dalam MeOH dianalisis dengan spektrometer UV-Vis pada daerah 200-800 nm.

b. Konstanta Keasaman (K_a) PAR

Membuat seri larutan PAR 10⁻⁵ M dengan variasi pH 1, 3, 5, 7, 9 dan 13 dengan menggunakan buffer, kecuali pada pH 1 dengan HCl 0,1 M dan pH 13 dengan NaOH 0,1 M. Masing-masing larutan dikalibrasi pH-nya dengan pH meter dan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada 300-800 nm.

Formatted: Font: (Default) Times New Roman, 12 pt

Formatted: Centered, Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: Times New Roman, 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: Times New Roman, 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

c. Studi Respon Optik Kompleks Ion Logam-PAR

Larutan Fe(II) dan Ni(II) masing-masing 10 ml dicampurkan dengan 10 ml larutan PAR pada konsentrasi yang sama 10^{-4} M (perbandingan mol logam : mol PAR adalah 1:1) dalam pelarut MeOH. Kemudian larutan kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada daerah 300-800 nm.

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

3. Optoda

a. Sintesis Optoda

Matrik (silika-OTES-APTS) direndam dalam PAR 10^{-4} M sehari semalam dalam wadah tertutup. Kemudian diangkat dan dikeringkan sehingga didapatkan lapis tipis silika-OTES-APTS-PAR atau lapis tipis optoda.

b. Karakterisasi Optoda

1. Analisis Respon Optik Optoda dengan Spektrofotometer UV-Vis

Optoda (silika-OTES-APTS-PAR) dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada daerah 200-800 nm.

2. Analisis Gugus-gugus Fungsi pada OTES-APTS-PAR dengan FTIR

Sampel PAR, OTES-APTS dan OTES-APTS-PAR masing-masing ditimbang 10 mg dan dihaluskan dengan 100 mg KBr pelet lalu dianalisis dengan FTIR pada daerah bilangan gelombang 300-4000 cm^{-1} .

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt, Spanish (Spain-Modern Sort)

c. Kinetika Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II)

1. Perubahan Respon Optik Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II).

Optoda dikontakan (dicelupkan) dalam larutan Fe(II) dan Ni(II) dengan konsentrasi 10^{-4} M, dalam range waktu kontak yaitu 1, 5, 10, 20 dan 120 detik. Setiap waktu pengontakan optoda dengan ion logam, optoda dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada daerah 300 nm-800nm.

Formatted: Font: 12 pt

2. Penentuan Konstanta Kestabilan Kompleks pada Optoda ($K_{c_{optoda}}$)

Seperti langkah pada point 1.

3. Penentuan Konstanta Ekstraksi (K_{eks}) dan Selektivitas (α) pada Optoda

Larutan standar Fe(II) dan Ni(II) dibuat dengan variasi konsentrasi 1, 2, 3, 4, 6 dan 8 ppm kemudian diukur dengan SSA pada λ_{maks} 248,3 nm untuk Fe(II)

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

dan pada λ_{maks} 232,0 nm untuk Ni(II) (Jeffery, *et al.*, 1989: 805). Dari data yang diperoleh, dibuat persamaan linear kurva standar.

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Optoda dikontakan pada larutan sampel 10 ppm Fe(II) dan Ni(II) masing-masing 10 ppm dalam H₂O selama 10 detik. Kemudian sisa larutan logam difase air dianalisis dengan SSA. Konsentrasi ion logam pada optoda didapat dari selisih konsentrasi logam awal dengan konsentrasi logam fase air.

4. Regenerasi Optoda

Regenerasi optoda dilakukan dengan mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Amiet, *et al.*, (2001). Optoda yang telah digunakan, diregenerasi dengan cara merendamkannya dalam larutan HCl 1 M selama 2 menit. Kemudian optoda tersebut dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada daerah 300 -800 nm.

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: (Default) Times New Roman, 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Centered, Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

E. Teknik Pengumpulan Data

Data yang diambil untuk karakterisasi matrik adalah serapan panjang gelombangnya maksimumnya, morfologi lapis tipis OTES-APTS pada plat kaca silika dan bilangan gelombang dari spektra FTIR OTES, APTS dan OTES-APTS. Data yang diambil pada penentuan koefisien absorptivitas molar (ϵ) PAR dan K_a PAR adalah nilai absorbansinya. Studi terhadap kompleks ion logam-PAR diukur serapan panjang gelombang dan absorbansinya.

Pada karakterisasi optoda data yang diambil adalah serapan panjang gelombangnya dan bilangan gelombang dari spektra FTIR OTES-APTS, PAR dan OTES-APTS-PAR. Pada kinetika optoda terhadap ion Fe(II) dan Ni(II) diambil nilai panjang gelombang maksimum pada setiap waktu kontak. Regenerasi optoda dilakukan dengan mengukur serapan panjang gelombang maksimum yang terjadi pada optoda yang telah dicelupkan ke dalam HCl 1 M.

Formatted: Font: (Default) Times New Roman, 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Centered, Line spacing: 1.5 lines

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

F. Teknik Analisis Data

Prasyarat matrik OTES-APTS sebagai material pendukung optoda adalah tidak adanya serapan λ_{maks} pada daerah visibel, karena jika ada serapan λ_{maks} OTES-APTS pada daerah visibel akan mengganggu serapan kromofor

nantinya. Pada studi PAR agar memenuhi prasyarat kromofor pada sintesis optoda baru dilakukan dengan melihat serapan pada daerah visibel dan penentuan koefisien absorptivitas molar (ϵ) PAR (persamaan 17). Adanya serapan di daerah visibel dan harga ϵ yang tinggi pada PAR, menunjukan bahwa PAR baik sebagai kromofor pada sintesis optoda baru. Sedangkan studi perubahan respon optik kompleks ion logam-PAR diperoleh dengan menghitung $\Delta\lambda_{maks}$ kompleks ion logam-PAR relatif terhadap λ_{maks} PAR dan absorptivitas molar (ϵ) kompleks. $\Delta\lambda_{maks}$ yang besar menunjukan respon optik yang dihasilkan PAR terhadap ion logam semakin baik.

Perubahan respon optik optoda terhadap ion logam dilihat dari $\Delta\lambda_{maks}$ selama waktu kontak. Penentuan konstanta kestabilan kompleks optoda ($K_{c_{optoda}}$), menggunakan persamaan 13, konstanta ekstraksi (K_{eks}) dengan persamaan 15 dan selektifitas (α) optoda terhadap ion logam dengan persamaan 16. Optoda yang telah digunakan kemudian diregenerasi, hasil serapan λ_{maks} yang diperoleh dibandingkan dengan serapan λ_{maks} optoda sebelum digunakan. Jika serapan λ_{maks} yang dihasilkan relatif sama, berarti optoda OTES-APTS-PAR dapat digunakan kembali sebagai sensor optik.

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: Line spacing: 1.5 lines

Formatted: German (Germany)

Formatted: Font: 12 pt, German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: Indent: Left: 0 cm, Hanging: 0,63 cm

Deleted: ¶

¶

¶

¶

¶

¶

¶

Formatted: Font: 12 pt

Fourier Transform Infrared (FTIR) <sp>

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Matrik

1. Sintesis Matrik

Matrik sebagai bahan pendukung optoda disintesis dari lapis tipis OTES-APTS pada substrat kaca silika. OTES 8,1 ml (0,025 mmol), APTS 3 ml (0,017 mmol) dan NH_4OH 6 ml 0,05 M dicampurkan dalam 20 ml MeOH. Campuran dialiri N_2 selama 5 menit untuk menekan O_2 keluar. Lalu distirrer (± 200 rpm) pada suhu 50°C sampai terbentuk sol. Berdasarkan proses yang terjadi pembentukan sol OTES-APTS membutuhkan waktu ± 12 jam.

Selama proses sol-gel ada dua reaksi yang terjadi yaitu reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi. OTES dan APTS larut dalam MeOH terhidrolisis membentuk senyawa silanol. Sedangkan gugus oktil ($-\text{C}_8\text{H}_{17}$) dan propilamin ($-\text{C}_3\text{H}_7\text{NH}_2$) pada OTES-APTS stabil terhadap hidrolisis, karena adanya ikatan Si-C. Ikatan Si-C bersifat nonpolar dan memberikan efek hidrofobik terhadap material yang akan terbentuk. Antara dua senyawa silanol atau antara senyawa silanol dengan senyawa alkoksida akan mengalami reaksi kondensasi yang akan membentuk ikatan siloksan ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$) dan melepaskan molekul sederhana seperti air, etanol dan metanol. Selama reaksi polikondensasi, terjadi peningkatan sejumlah ikatan siloksan yang bergabung satu dengan lainnya membentuk jaringan polimer tiga dimensi.

Penggunaan katalis asam dalam sol-gel, akan mengakibatkan lapis tipis yang terbentuk mudah mengalami retak-retak (*cracking*). Seperti hasil yang diperoleh Janotta, *et al.*, (2002), pada kondisi asam senyawa silan akan mengalami protonasi pada gugus OR-nya. Protonasi mengakibatkan kerapatan elektron Si berkurang, sehingga Si lebih bersifat elektrofil dan lebih mudah bereaksi dengan air. Hal ini mengakibatkan polimer yang terbentuk berstruktur linear, yang ikatannya lemah oleh karenanya mudah mengalami cacat bentuk. Sedangkan pada kondisi basa, ion hidroksil akan menyerang Si dengan cepat, sehingga mempercepat reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Reaksi kondensasi

Formatted: Swedish (Sweden)

pada penggunaan katalis basa akan membentuk jaringan polimer yang bercabang-cabang, yang memiliki sifat termal yang baik.

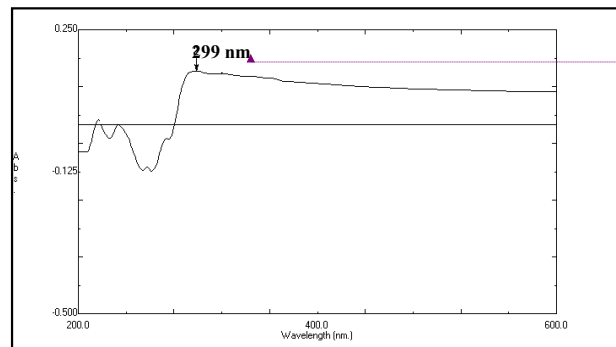
Kaca silika merupakan material anorganik yang sangat mungkin untuk berikatan dengan polimer OTES-APTS. Setelah kaca silika diaktifkan dengan KOH/MeOH 0,1 M, lalu dicelupkan kedalam sol OTES-APTS dan dikeringkan pada suhu kamar sehari semalam. Kemudian untuk menyempurnakan evaporasi pelarut dan senyawa hasil kondensasi lapis tipis dipanaskan sampai 70°C (10°C/menit). Seperti yang telah dilakukan Whang, *et al.*, (2001) pemanasan bertahap ini bertujuan untuk menghasilkan lapis tipis yang lebih tipis karena kerapatan pengepakan yang tinggi akibat dari reaksi kondensasi yang bertahap. Lapis tipis OTES-APTS pada kaca silika yang akan digunakan sebagai matrik kemudian dikarakterisasi.

2. Karakterisasi Matrik

Matrik yang telah disintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometer Uv-vis untuk mengetahui sifat respon optiknya, *Scanning Electron Microscopy* untuk melihat morfologi lapis tipis OTES-APTS pada substrat kaca silika dan spektra IR untuk melihat gugus fungsi pada jaringan polimer OTES-APTS.

a. Respon Optik OTES-APTS.

Secara visual lapis tipis OTES-APTS pada kaca silika tidak berwarna atau transparan (Gambar 20). Spektra elektronik pada Gambar 12 menunjukkan bahwa λ_{maks} OTES-APTS tidak muncul pada daerah visibel namun jatuh pada daerah Uv yaitu 299 nm. Sehingga respon optik yang dihasilkan lapis tipis OTES-APTS pada kaca silika mendukung sebagai matrik optoda, karena tidak akan mengganggu serapan kromofor nantinya. Serapan yang melebar pada OTES-APTS disebabkan karena terjadinya transisi elektron $n \rightarrow \sigma^*$ dengan beda tingkat energi yang bervariasi.

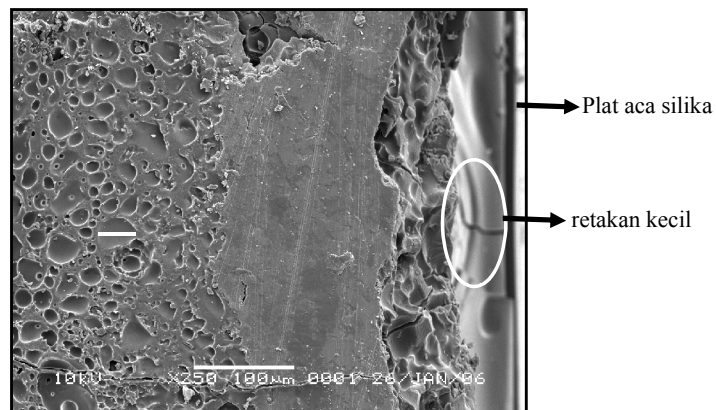


Formatted: Font: 8 pt, Bold

Gambar 12. Serapan λ_{maks} OTES-APTS pada kaca silika.

b. Morfologi Lapis Tipis OTES-APTS pada Kaca Silika

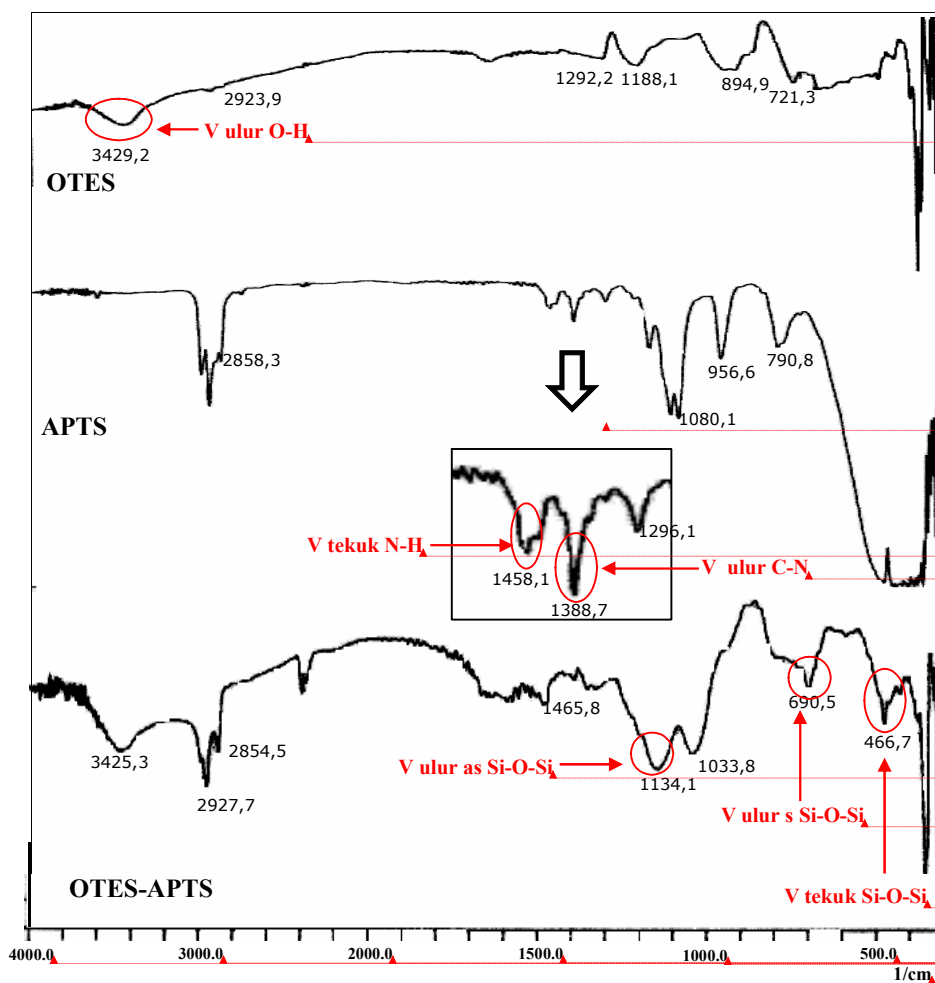
Gambar 13 memperlihatkan tampang lintang lapisan tipis OTES-APTS yang menempel pada plat kaca silika. Tidak ada retakan besar pada permukaan lapisan tipis maupun antara kaca silika dengan jaringan polimer, ini menunjukkan sifat adhesi polimer terhadap substrat kaca silika relatif baik. Pori-pori dengan diameter $\pm 6-40 \mu\text{m}$ pada lapisan tipis disebabkan karena evaporasi solven dan evaporasi hasil reaksi kondensasi. Pada lapisan tipis OTES-APTS dengan ketebalan $\pm 0.5 \mu\text{m}$, terlihat tidak ada pemisahan fase material, ini mengindikasikan OTES dan APTS telah bergabung membentuk jaringan polimer. Untuk mengetahui ikatan antara OTES dan APTS, lalu dilanjutkan karakterisasi serapan gugus fungsinya dengan FTIR.



Gambar 13. Tampang lintang lapisan tipis OTES-APTS pada kaca silika (SEM perbesaran 250x).

c. Analisa Gugus-gugus Fungsi Polimer OTES-APTS

Gambar 14 memperlihatkan spektra IR pada OTES, APTS dan polimer OTES-APTS. OTES menampilkan vibrasi ulur O-H pada $3429,2 \text{ cm}^{-1}$. Ulur Si-O dari Si-O-C pada $1188,1 \text{ cm}^{-1}$ dan ulur Si-O dari Si-OH pada $894,9 \text{ cm}^{-1}$. APTS menampilkan vibrasi ulur C-N pada $1388,7 \text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi tekuk N-H pada $1458,1 \text{ cm}^{-1}$. Ulur Si-O (Si-OH) muncul pada $956,6 \text{ cm}^{-1}$, sedangkan ulur Si-O-C simetris $790,8 \text{ cm}^{-1}$ dan ulur Si-O-C asimetris pada $1080,1 \text{ cm}^{-1}$. Terbentuknya jaringan polimer dapat diprediksi dengan munculnya serapan baru yaitu vibrasi Si-O-Si. Vibrasi tekuk Si-O-Si muncul pada $466,7 \text{ cm}^{-1}$, vibrasi ulur Si-O-Si pada $690,5 \text{ cm}^{-1}$ (*simetris*) dan $1134,1 \text{ cm}^{-1}$ (*asimetris*).



Gambar 14. Spektra FTIR OTES, APTS dan polimer OTES-APTS

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Bold, Font color: Red

Formatted: Font: 36 pt

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Bold, Font color: Red

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Bold, Font color: Red

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Bold, Font color: Red, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Font color: Red, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: Times New Roman, 9 pt, Bold, Font color: Red, Spanish (Spain-Modern Sort)

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 8 pt, Bold

Gambar 16. Kemungkinan mekanisme pengikatan polimer OTES-APTS pada kaca Silika.

B. Studi PAR sebagai *Kromoionofor* untuk Optoda

1. Koefisien Absorptivitas Molar (ϵ) PAR

PAR kaya akan elektron π dan n dengan adanya gugus kromofor azo ($-N=N-$), etilen ($-C=C-$) dan gugus ausokrom hidroksil ($-OH$) yang memungkinkan untuk terjadinya serapan kuat di daerah visibel. Transisi yang sangat mungkin terjadi adalah transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$ dan $\pi \rightarrow \pi^*$. Hasil pengukuran spektrum elektronik PAR, serapan kuat pada λ_{maks} 403 nm kemungkinan disebabkan karena transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ (Gambar 17a). Dari harga intensitas puncaknya, PAR memiliki koefisien absorptivitas molar (ϵ) sebesar $3,270 \times 10^4 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{L}$. Hasil ini menunjukkan bahwa PAR dapat digunakan sebagai kromoionofor pada sintesis optoda baru, karena memiliki serapan kuat di daerah visibel dan harga ϵ yang besar.

Formatted: Swedish (Sweden)

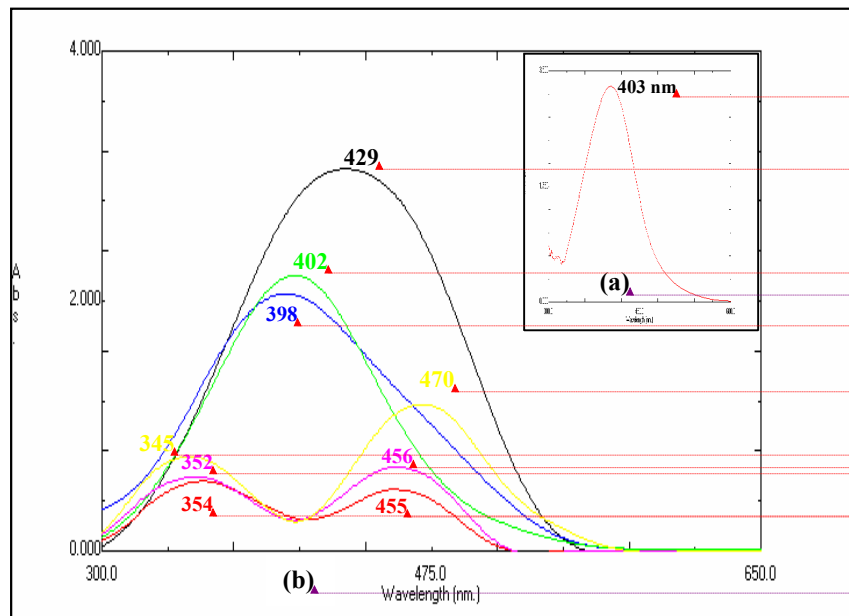
Formatted: Swedish (Sweden)

2. Konstanta Keasaman (K_a) PAR

Konstanta keasaman (K_a) PAR dihitung menggunakan persamaan (11) yaitu dengan membuat larutan PAR dengan variasi pH (Gambar 17.b), kemudian

Formatted: Swedish (Sweden)

membuat grafik pH versus Absorbansi pada λ_{maks} 403 nm (λ_{maks} PAR tanpa penambahan asam atau basa). Hasil perhitungan pada lampiran 6, diperoleh harga K_a PAR sebesar $4,436 \times 10^{-6} \text{ mol.L}^{-1}$. Dapat disimpulkan bahwa PAR bersifat asam sangat lemah.



Gambar 17. (a) Spektra PAR 10^{-4} M . (b) Spektra PAR dengan variasi pH
 — =pH1, — =pH3, — =pH5, — =pH7, — =pH9, — =pH13

Transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ merupakan transisi yang diijinkan, sehingga menghasilkan intensitas serapan yang kuat. Pada Gambar 17.b terlihat serapan kuat PAR pada kondisi sangat asam (pH 1), tetapi saat keasaman berkurang terjadi pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih pendek (pergeseran biru) yang disertai penurunan intensitas serapan. Pada pH 1, gugus ausokrom pada PAR mengalami protonasi sehingga mengurangi jumlah elektron n untuk bertransisi, akibatnya transisi lebih didominasi oleh $\pi \rightarrow \pi^*$ dari pada $n \rightarrow \pi^*$. Pada $\text{pH} \geq 7$ tampak puncak PAR akan terpisah menjadi dua, yang disebabkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ disamping $\pi \rightarrow \pi^*$. Meskipun transisi $n \rightarrow \pi^*$ terlarang (serapannya lemah) tetapi karena jumlah elektron n lebih banyak tersedia maka serapan dari transisi $n \rightarrow \pi^*$ akan terlihat, sehingga nampak dua puncak. Dengan kenaikan

Formatted: Font: 8 pt, Bold

Formatted: Font: Bold

Formatted: Font: Bold, Font color: Bright Green

Formatted: Font: 11 pt, Bold

Formatted: Font: 9 pt, Bold, Font color: Blue

Formatted: Font: Bold, Font color: Yellow

Formatted: Font: Bold, Font color: Yellow

Formatted: Font: 9 pt, Bold, Font color: Pink

Formatted: Font: 9 pt, Bold, Font color: Pink

Formatted: Font: 9 pt, Bold, Font color: Red

Formatted: Font: 9 pt, Bold, Font color: Red

Formatted: Font: 11 pt, Bold

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

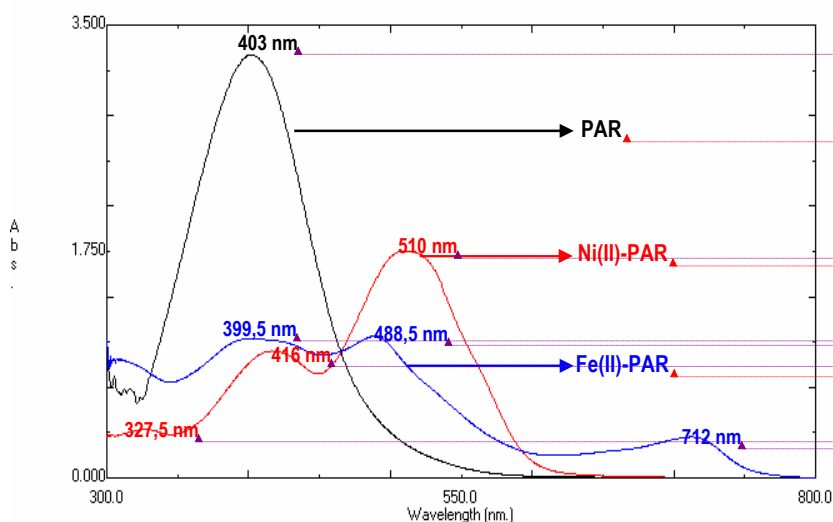
Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

kebiasaan (pH naik) pengaruh dari transisi $n \rightarrow \pi^*$ akan makin terlihat nyata. Transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ terjadi pada tingkat energi yang lebih tinggi daripada transisi $n \rightarrow \pi^*$ sehingga muncul pada panjang gelombang yang lebih pendek.

3. Studi Respon Optik Kompleks Ion Logam-PAR

Spektra kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR dapat dilihat pada Gambar 18. Menurut teori orbital molekul, adanya ikatan kovalen pada senyawa kompleks. Puncak Fe(II)-PAR 712 nm dan 488,5 nm diperkirakan merupakan puncak yang disebabkan adanya transfer muatan dari logam ke ligan (transisi MLCT) dan 399,5 nm merupakan transisi $\pi \rightarrow \pi^*_{PAR}$. Pada kompleks Ni(II)-PAR panjang gelombang 510 nm diperkirakan merupakan transisi elektron $^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{2g}$, 416 nm akibat transisi elektron $^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{1g}(F)$ dan 327,5 nm akibat transisi elektron $^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{1g}(P)$.



Gambar 18. Spektra elektronik larutan PAR, kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR.

Studi respon optik kompleks PAR-ion logam dilakukan dengan melihat $\Delta\lambda_{maks}$ kompleks relatif terhadap PAR, dengan $\Delta\lambda_{maks}$ besar menunjukkan respon optik yang semakin baik. Berdasar Tabel 3 terlihat bahwa respon optik Ni(II)-

PAR lebih baik dari pada Fe(II)-PAR karena kompleks Ni(II)-PAR memiliki $\Delta\lambda_{\text{mak}}$ yang besar dibanding Fe(II)-PAR.

Tabel 3. Perubahan λ pada kompleks Fe(II)-PAR dan Ni(II)-PAR, $\Delta\lambda_{\text{maks}}$ diukur pada λ_{maks} PAR (403,00 nm)

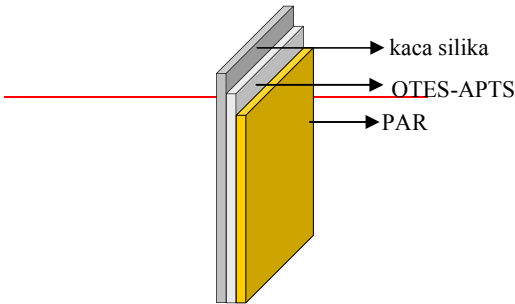
No	Larutan 10^{-4} M	λ (nm)	$\Delta\lambda$ (nm)	Perkiraan Transisi
1.	Fe(II)-PAR	712 ₍₁₎	=	MLCT
		488,5 ₍₂₎ (λ_{maks})	85,5 ₍₂₎	MLCT
		399,5 ₍₃₎	=	$\pi \rightarrow \pi^*_{\text{PAR}}$
2.	Ni(II)-PAR	510 ₍₁₎ (λ_{maks})	107 ₍₁₎	$^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{2g}$
		416 ₍₂₎	=	$^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{1g} \text{ (F)}$
		327,5	=	$^3A_{2g} \rightarrow ^3T_{1g} \text{ (P)}$

C. Optoda

1. Sintesis Optoda

Matrik dari OTES-APTS pada kaca silika dan PAR mendukung dalam sintesis optoda baru. Matrik direndam dalam larutan PAR 10^{-4} M selama ± 24 jam dalam wadah tertutup, dengan harapan lebih banyak PAR yang terikat pada OTES-APTS. Gugus aktif hidroksil (-OH) pada PAR memungkinkan terjadinya ikatan PAR dengan matrik untuk membentuk OTES-APTS-PAR atau optoda (Gambar 19). Secara visual optoda berwarna kuning (Gambar 21).

Formatted: Swedish (Sweden)



Gambar 19. Tampang lintang lapis tipis optoda

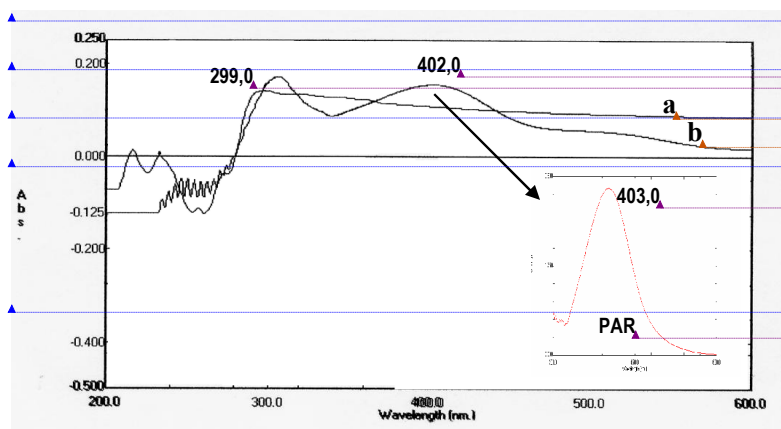
Formatted: Swedish (Sweden)

2. Karakterisasi optoda

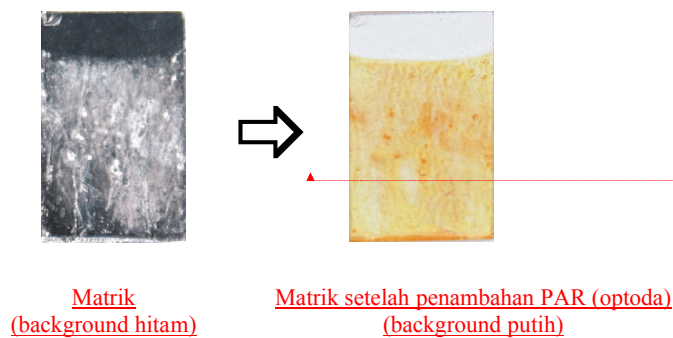
Karakterisasi optoda meliputi karakterisasi respon optik (mengukur λ_{maks}) dan karakterisasi gugus fungsi dengan FTIR untuk mengetahui ikatan antara kromofor PAR dengan matrik (silika-OTES-APTS).

a. Respon optik optoda

PAR mampu merubah respon optik lapis tipis OTES-APTS yang ditandai munculnya serapan baru pada 402 nm selain λ_{maks} pada 299 nm. Serapan 402 nm merupakan puncak serapan PAR pada jaringan OTES-APTS-PAR, karena puncak spektra PAR jatuh pada 403 nm (Gambar 20). Secara visual, pengaruh optik penambahan PAR pada silika-OTES-APTS dapat dilihat pada Gambar 21.



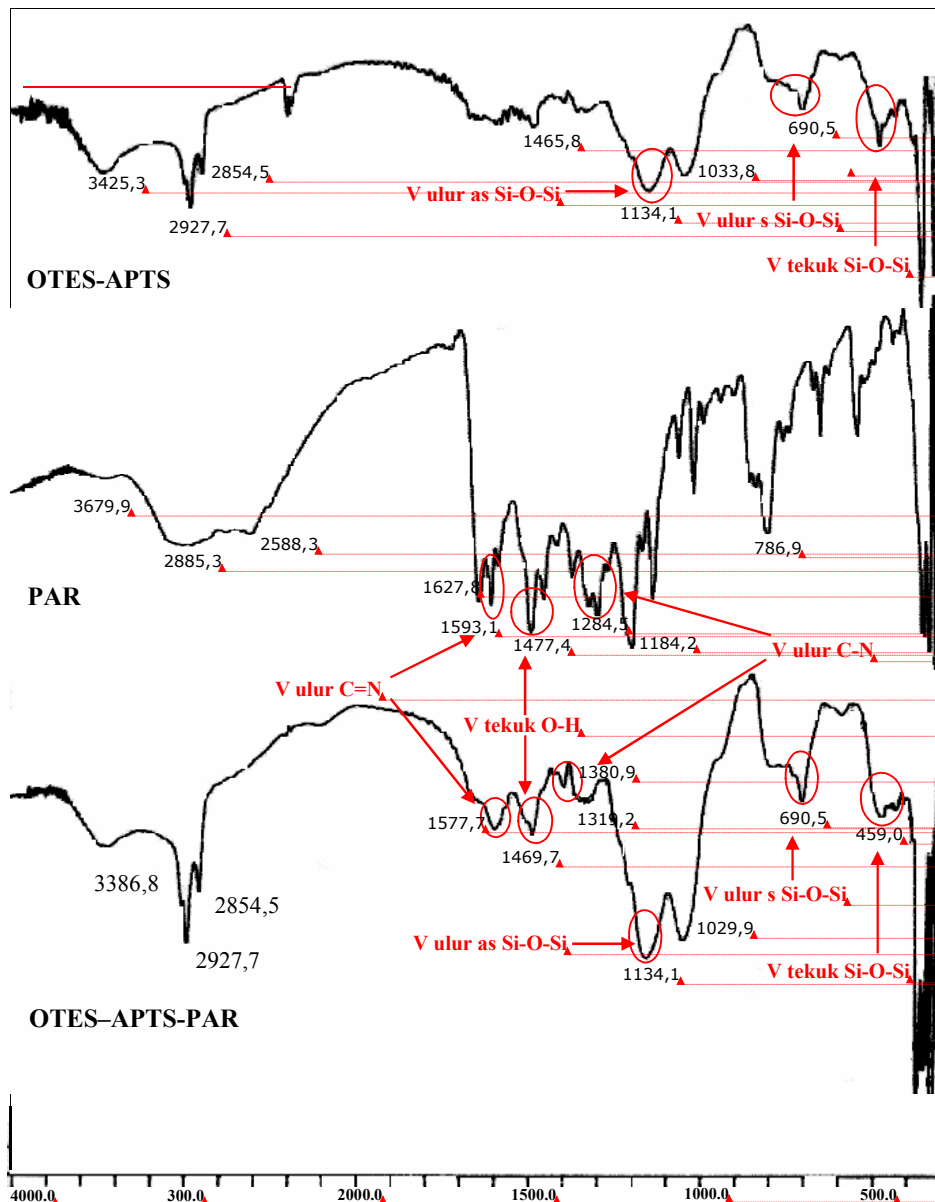
Gambar 20. Serapan λ_{maks} (a) Matrik (OTES-APTS), (b) Optoda (OTES-APTS-PAR)



Gambar 21. Pengaruh penambahan PAR pada matrik

b. Analisa gugus-gugus fungsi pada OTES-APTS-PAR

Gambar 22 memperlihatkan serapan IR pada polimer OTES-APTS, PAR dan OTES-APTS-PAR. PAR mengandung 2 cincin aromatis, yaitu cincin fenol dan cincin piridin. Serapan tajam PAR pada $1184,2\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur C-O (Ar-OH). Vibrasi ulur C-N muncul pada $1284,5\text{ cm}^{-1}$ yang menimbulkan



Gambar 22. Spektra FTIR OTES-APTS, PAR dan OTES-APTS-PAR

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Font: Verdana, 7 pt

Formatted: Font: Verdana, 7 pt

Formatted: ... [730]

Formatted: ... [731]

Formatted: ... [732]

Formatted: ... [733]

Formatted: ... [734]

Formatted: ... [735]

Formatted: ... [736]

Formatted: ... [737]

Formatted: ... [738]

Formatted: ... [739]

Formatted: ... [740]

Formatted: ... [741]

Formatted: ... [742]

Formatted: ... [743]

Formatted: ... [744]

Formatted: ... [745]

Formatted: ... [746]

Formatted: ... [747]

Formatted: ... [748]

Formatted: ... [749]

Formatted: ... [750]

Formatted: ... [751]

Formatted: ... [752]

Formatted: ... [753]

Formatted: ... [754]

Formatted: ... [755]

Formatted: ... [756]

Formatted: ... [757]

Formatted: ... [758]

Formatted: ... [759]

Formatted: ... [760]

Formatted: ... [761]

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

Formatted: Font: 7 pt, Bold

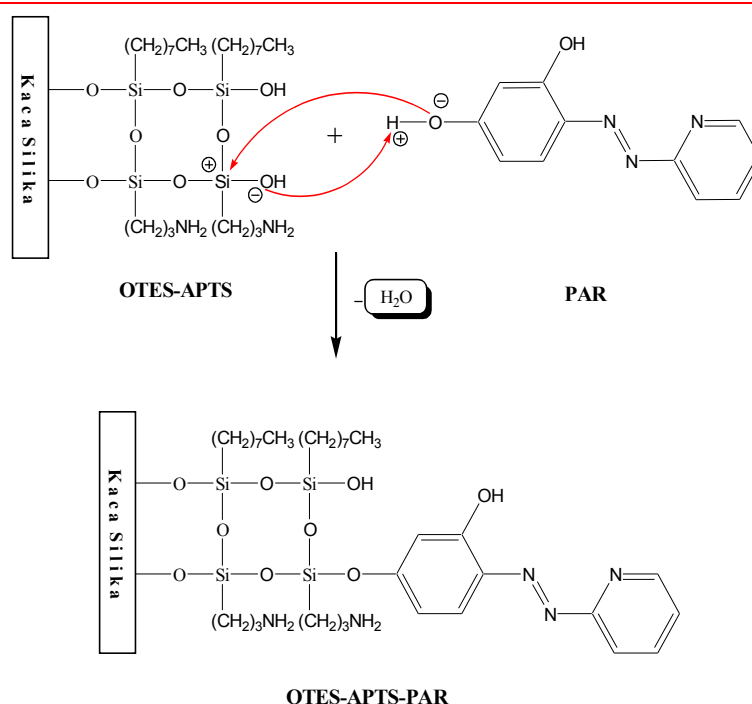
Formatted: Font: 7 pt, Bold

serapan lemah pada $2588,3\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan bentuk *overtone*-nya. Vibrasi tekuk O-H pada $1477,4\text{ cm}^{-1}$ juga menimbulkan efek *overtone* pada $2885,3\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan puncak lemah pada $3679,9\text{ cm}^{-1}$ diperkirakan merupakan vibrasi ulur O-H.

Formatted: Spanish
(Spain-Modern Sort)

Pengikatan PAR pada OTES-APTS diprediksi dengan melihat serapan IR PAR pada OTES-APTS-PAR. Vibrasi tekuk O-H (PAR) turun dari $1477,4\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1469,7\text{ cm}^{-1}$, dikarenakan adanya ikatan hidrogen pada OTES-APTS-PAR. $1469,7\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk O-H yang bertumpang tindih dengan vibrasi tekuk N-H (OTES-APTS), sehingga dalam OTES-APTS-PAR masih mengandung gugus amina primer. Puncak $3386,8\text{ cm}^{-1}$ diperkirakan sebagai vibrasi ulur O-H yang bertumpang tindih dengan ulur N-H ($-\text{NH}_2$). Vibrasi tekuk dan ulur Si-O-Si (OTES-APTS) tetap muncul pada OTES-APTS-PAR. Beberapa puncak serapan IR dari OTES, APTS, OTES-APTS, PAR dan OTES-APTS-PAR terangkum dalam Tabel 4. Dengan data spektra IR, dapat diperkirakan kemungkinan mekanisme reaksi antara OTES-APTS dengan PAR (Gambar 23).

Formatted: Spanish
(Spain-Modern Sort)



Gambar 23. Kemungkinan mekanisme pengikatan PAR pada OTES-APTS.

Tabel 4. Serapan yang muncul pada OTES, APTS, OTES-APTS, PAR, dan OTES-APTS-PAR.

<u>Jenis Vibrasi</u>	<u>OTES</u> <u>(cm⁻¹)</u>	<u>APTS</u> <u>(cm⁻¹)</u>	<u>OTES-APTS</u> <u>(cm⁻¹)</u>	<u>PAR</u> <u>(cm⁻¹)</u>	<u>OTES-APTS-PAR</u> <u>(cm⁻¹)</u>
<u>goyang -CH₂-</u>	<u>721,3</u>			<u>==</u>	<u>==</u>
<u>ulur Si-O_(Si-OH)</u>	<u>894,9</u>	<u>956,0</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>
<u>ulur Si-O_(Si-OC)</u>	<u>1188,1</u>	<u>1080,1</u>	<u>1033,8</u>	<u>==</u>	<u>==</u>
<u>tekuk Si-C</u>	<u>1292,2</u>	<u>1296,1</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>
<u>ulur C-N</u>	<u>==</u>	<u>1388,7</u>	<u>==</u>	<u>1284,5</u>	<u>1380,9</u>
<u>tekuk N-H</u>	<u>==</u>	<u>1458,1</u>	<u>1465,8</u>	<u>==</u>	<u>1469,7</u>
<u>ulur C-H(-CH₂-)</u>	<u>2923,9</u>	<u>2858,3</u>	<u>2854,5</u>	<u>==</u>	<u>2854,5</u>
		<u>2927,7</u>	<u>2927,7</u>		<u>2927,7</u>
<u>ulur C-H(-CH₃)</u>	<u>==</u>	<u>2974,0</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>
<u>ulur Si-O-Si</u> <u>asimetri</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>1134,1</u>	<u>==</u>	<u>1134,1</u>
<u>ulur Si-O-Si</u> <u>simetri</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>690,5</u>	<u>==</u>	<u>690,5</u>
<u>tekuk Si-O-Si</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>466,7</u>	<u>==</u>	<u>459,0</u>
<u>tekuk C-H</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>786,9</u>	<u>==</u>
<u>ulur C-O fenol</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>1184,2</u>	<u>==</u>
<u>tekuk O-H</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>1477,4</u>	<u>1469,7</u>
<u>ulur C=N</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>1593,1</u>	<u>1577,7</u>
<u>ulur C=C</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>1627,8</u>	<u>==</u>
	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>2588,3</u>	<u>==</u>
	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>==</u>	<u>2885,3</u>	<u>==</u>
<u>Ulur O-H</u>	<u>3429,2</u>	<u>==</u>	<u>3425,3</u>	<u>3679,9</u>	<u>3386,8</u>

Formatted: Spanish
(Spain-Modern Sort)

Formatted: Spanish
(Spain-Modern Sort)

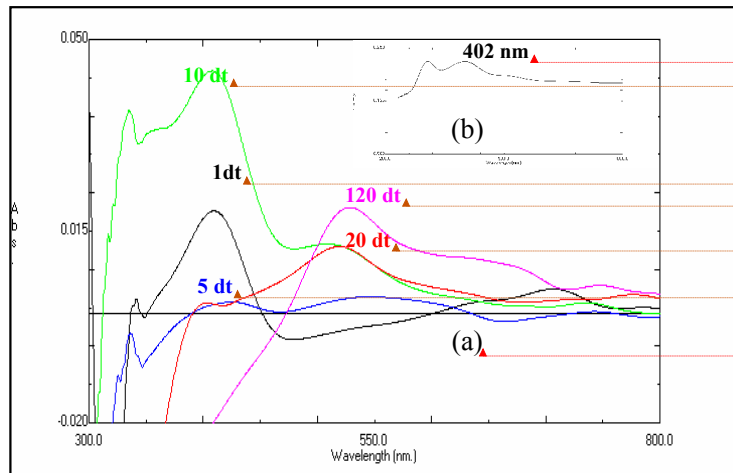
Formatted: Spanish
(Spain-Modern Sort)

Formatted: Indent: First line:
0 cm

3. Kinetika Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II)

1. Perubahan Respon Optik Optoda terhadap Ion Fe(II) dan Ni(II)

Respon optik optoda terhadap ion Fe(II) dan Ni(II) diperoleh dengan cara mengukur perubahan panjang gelombang maksimum ($\Delta\lambda_{\text{maks}}$) relatif terhadap PAR pada optoda. Gambar 24 dan 25 memperlihatkan spektra λ_{maks} optoda selama pengontakan dengan ion Fe(II) dan Ni(II).



Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Font: 9 pt, Bold

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Bright Green

Formatted: Font: 9 pt, Bold

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Pink

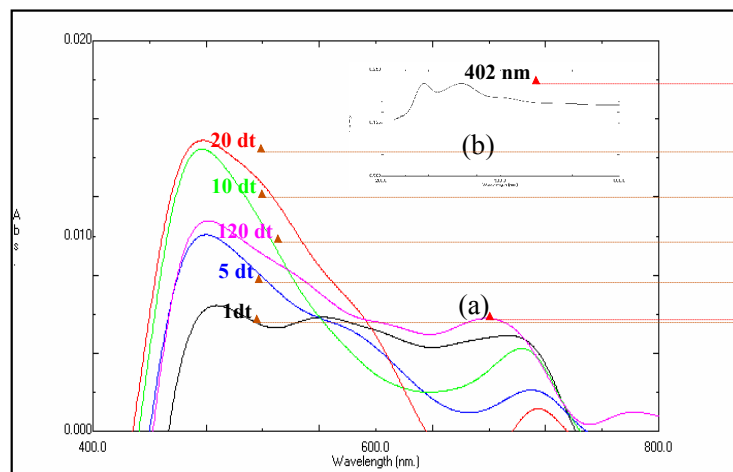
Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Red

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Blue

Formatted: Font: 12 pt

Gambar 24. Spektra optoda (a) hasil pengontakan dengan ion Fe(II) selama 1, 5, 10, 20 dan 120 detik, (b) Optoda sebelum digunakan

Formatted: Swedish (Sweden)



Formatted: Font: 9 pt, Bold

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Red

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Bright Green

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Pink

Formatted: Font: 9 pt, Bold,
Font color: Blue

Formatted: Font: 12 pt

Formatted: Font: 9 pt, Bold

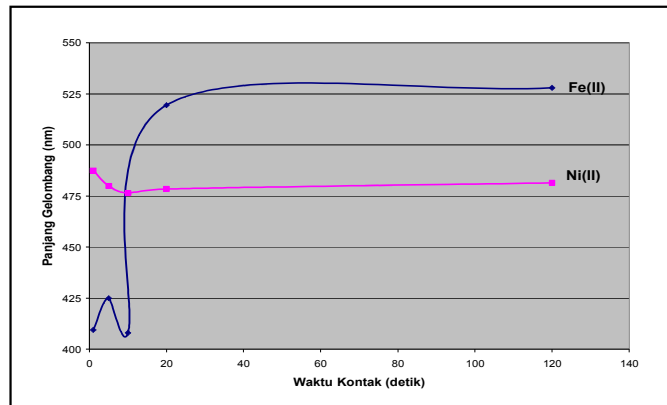
Gambar 25. Spektra optoda (a) hasil pengontakan dengan ion Ni(II) selama 1, 5, 10, 20 dan 120 detik, (b) Optoda sebelum digunakan

Formatted: Swedish (Sweden)

Serapan kromofor PAR pada optoda memiliki λ_{maks} 402 nm (Gambar 24.b dan 25.b). Pergeseran λ_{maks} optoda selama waktu kontak terjadi karena pembentukan senyawa kompleks pada optoda. Besarnya λ_{maks} setiap waktu kontak optoda dari spektra Gambar 24 dan 25 dapat dilihat pada grafik λ_{maks} versus waktu kontak Gambar 26.

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)



Gambar 26. Grafik λ_{maks} (nm) optoda selama waktu kontak dengan larutan ion Fe(II) dan Ni(II).

Formatted: Spanish (Spain-Modern Sort)

Pada Gambar 26 terlihat bahwa selama waktu pengontakan optoda dengan ion Fe(II) dan Ni(II) terlihat perubahan λ_{maks} , ini berarti ada respon optik yang dihasilkan optoda terhadap ion logam. Perubahan respon optik yang terjadi pada optoda saat kesetimbangan dapat dilihat pada Tabel 5. Dari tabel tersebut dapat disimpulkan bahwa optoda dari OTES-APTS-PAR menghasilkan respon optik yang lebih baik untuk ion Fe(II) daripada ion Ni(II), karena $\Delta\lambda_{\text{maks}}$ optoda-Fe(II) jauh lebih besar daripada optoda-Ni(II).

Formatted: German (Germany)

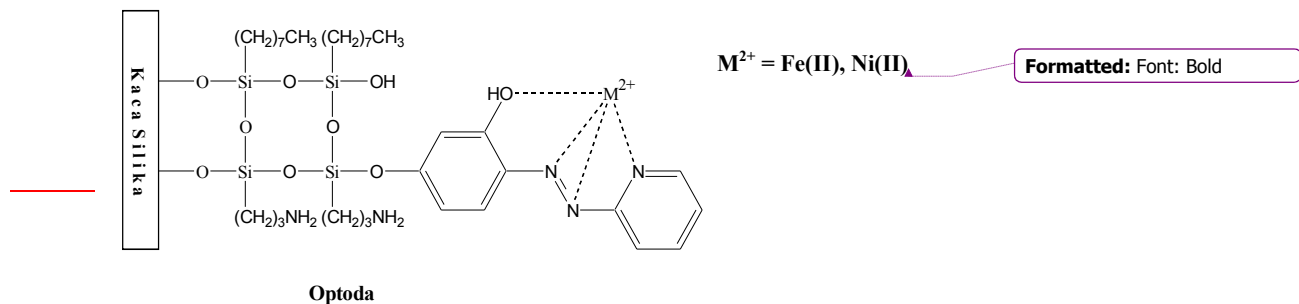
Formatted: German (Germany)

Tabel 5. $\Delta\lambda_{\text{maks}}$ (nm) setelah interaksi optoda dengan ion logam pada saat terjadi kesetimbangan. (λ_{maks} optoda = 402 nm)

No	Ion logam	λ_{maks} (nm)	$\Delta\lambda_{\text{maks}}$ (nm)
1	Fe(II)-PAR _(optoda)	519,5	117,5
2	Ni(II)-PAR _(optoda)	476,5	74,5

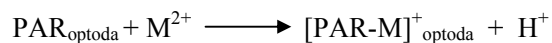
2. Penentuan Konstanta Kestabilan Kompleks ($K_{c_{optoda}}$)

Pengikatan ion-ion logam pada optoda selain melalui mekanisme kompleksasi juga dapat melalui mekanisme pertukaran ion. Kompleks yang terbentuk PAR dengan ion logam merupakan kompleks khelat, karena adanya beberapa atom donor elektron dalam PAR (Gambar 27).



Gambar 27. Kemungkinan pengikatan ion Fe(II) dan Ni(II) pada optoda.

Dari hasil perhitungan K_a PAR diketahui bahwa PAR bersifat asam sangat lemah yang dapat mengalami disosiasi dalam larutan, sehingga ada kemungkinan dalam pengikatan ion logam pada optoda melalui mekanisme pertukaran ion disamping mekanisme kompleksasi. Mekanisme pengikatan ion logam melalui pertukaran ion secara sederhana, dapat dituliskan sebagai berikut :



Kestabilan senyawa kompleks yang terbentuk pada optoda dinyatakan dengan konstanta kestabilan kompleks optoda ($K_{c_{optoda}}$), dari hasil perhitungan didapat $K_{c_{optoda}}$ untuk Fe sebesar 60 dan Ni sebesar 30 (lampiran 9).

Formatted: Swedish (Sweden)

Formatted: Swedish (Sweden)

3. Penentuan Konstanta Ekstraksi (K_{eks}) dan Selektivitas (α)

Penentuan konstanta ekstraksi (K_{eks}) optoda terhadap ion logam target dilakukan untuk mengetahui besarnya konsentrasi ion logam yang terekstrak pada optoda (lampiran 10). Optoda dikontakan pada larutan sampel ion Fe(II) dan Ni(II) dengan konsentrasi 10 ppm selama 10 detik. Dari perhitungan didapat harga K_{eks} ion logam Fe(II) sebesar 0,39 sedangkan logam Ni(II) 0,28 (Tabel 6). Ini

Formatted: Swedish (Sweden)

berarti bahwa ion Fe(II) yang terekstrak pada optoda lebih besar daripada ion Ni(II) pada saat pengontakan 10 detik.

Tabel 6. penghitungan konstanta ekstraksi pada optoda

No	Ion	[Awal](ppm)	[Fase air] (ppm)	[Optoda] (ppm)	K_{eks}
1.	Fe(II)	10	7,2	2,8	0,39
2.	Ni(II)	10	7,8	2,2	0,28

Koefisien selektivitas optoda terhadap ion Fe(II) dan Ni(II) menggunakan persamaan 16.

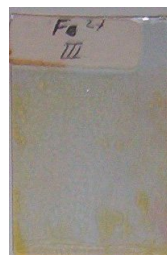
$$\alpha_{1,2} = \frac{K_{eks 1}}{K_{eks 2}} \dots\dots\dots(16)$$

$$\alpha_{Ni-Fe} = \frac{K_{eks Ni}}{K_{eks Fe}} = \frac{0,28}{0,39} = 0,72$$

Formatted: Font: 12 pt

dari harga α yang didapat menunjukan bahwa pada fase bersama, ion-ion ini akan saling mengganggu, sehingga respon optik yang dihasilkan optoda merupakan gabungan dari kedua ion tersebut.

Opoda yang telah digunakan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II) dapat dilihat pada Gambar 28.



Hasil kontak optoda dengan ion Fe(II)



Hasil kontak optoda dengan ion Ni(II)

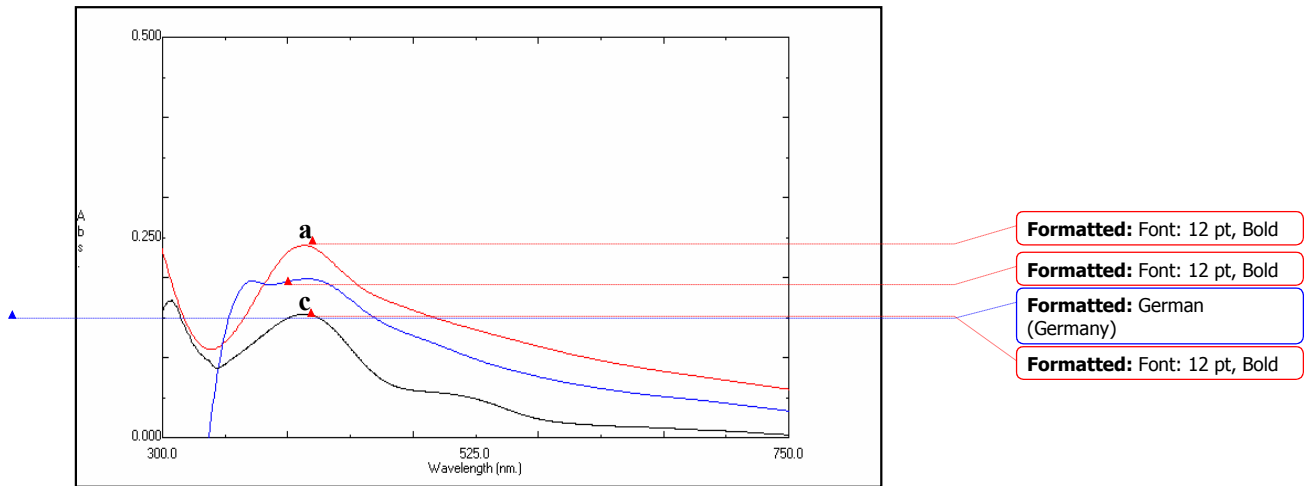
Gambar 28. Foto optoda setelah dikontakan dengan ion Fe(II) dan Ni(II)

Formatted: Swedish (Sweden)

4. Regenerasi Optoda

Regenerasi optoda dimaksudkan agar optoda dapat digunakan berulang-ulang yaitu dengan cara merendamnya dalam larutan HCl 1 M selama 2 menit. Optoda yang telah diregenerasi kemudian diukur serapan panjang gelombang yang terjadi dan dibandingkan dengan λ_{maks} lapis tipis optoda sebelum diregenerasi. Gambar 29 menunjukkan bahwa setelah diregenerasi, serapan λ_{maks}

optoda yang telah digunakan sebagai sensor optik ion Fe(II) dan Ni(II) masing-masing bergeser ke arah λ_{maks} optoda sebelum digunakan. Hal ini mengindikasikan bahwa ion logam telah terlepas dari material optoda, sehingga material dapat digunakan lagi sebagai sensor optik.



Gambar 29. Spektra (a) Optoda sebelum digunakan sebagai sensor (402 nm)

(b) Optoda-ion Fe(II) yang telah diregenerasi (404 nm),

(c) Optoda-ion Ni(II) yang telah diregenerasi (402 nm)

Formatted: Indent: First line: 0 cm

BAB V

PENUTUP

Formatted: German (Germany)

A. Kesimpulan

1. Polimerisasi dari sol-gel OTES (oktiltrietoksisilan) dan APTS aminopropiltrimetoksisilan pada kaca silika dapat digunakan sebagai bahan matrik dalam sintesis optoda baru, karena terlihat transparan dan tidak menyerap di daerah visibel tapi jatuh pada daerah UV (λ_{maks} 299 nm).
2. PAR memiliki serapan di daerah visibel (λ_{maks} 403 nm) dan memiliki koefisien absorptivitas molar (ϵ) yang besar yaitu $3,27 \times 10^4 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{L} \cdot \text{cm}^{-1}$, sehingga PAR dapat digunakan sebagai kromofor pada sintesis optoda baru.
3. Optoda dari OTES-APTS-PAR pada kaca silika dapat digunakan sebagai sensor optik ion logam Fe(II) dan Ni(II). Adanya respon optik optoda terhadap ion logam dapat diketahui dengan adanya pergeseran panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) pada setiap waktu kontak. Dari hasil pengontakan optoda dengan ion logam, telah ditentukan konstanta kestabilan kompleks pada optoda ($K_{c_{optoda}}$) untuk Fe(II) 60 dan untuk Ni(II) 30. Hasil waktu kontak optoda dengan ion Fe(II) dan Ni(II) selama 10 detik, didapatkan konstanta ekstraksi (K_{eks}) untuk Fe(II) 0,39, untuk Ni(II) 0,28 dan koefisien selektivitas optoda (α) sebesar 0,72.

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

Formatted: German (Germany)

B. Saran

Sintesis optoda baru dari OTES-APTS-PAR dapat digunakan sebagai sensor optik ion logam Fe(II) dan Ni(II), sehingga untuk penelitian lebih lanjut dapat digunakan sebagai sensor optik ion-ion logam transisi yang lain.

Formatted: German (Germany)

Formatted: Indent: First line: 0 cm

DAFTRA PUSTAKA

Formatted: Font: 12 pt

Alexeyev, V, 1976, *Quantitative Analysis*. Foreign Languages Publishing House- Moscow, page :405

Formatted Table

Amiet, G.R, Farrell, J.R, Iles, P.J and Sands, T.J, 2001, "An Optode for the Determination of Copper, Based on 4-Decyloxy-2-(2-pyridylazo)-1-naphthol Immobilized in Poly(vinyl chloride)", *J.Chem.*54

Arvidsson, J, 2000, *An Optical Multi-element Fluorosensor for the simultaneous Detection of Oxygen and pH in Marine Sediments*. Goteborg University Departement of Chemistry.

Benco, J.S, Nienaber, H.A and Gimpsey, W.G.M, 2001, *Optical Sensor for Blood Analytes*. Departement of Chemistry and Biochemistry, Worcester Polytechnic Institute.

Brinker, C.J and Scherer, G.W, 1990, *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press. Page :116132

Cotton, F.A, Geoffrey, W and Paul, L.G, 1995, *Inorganic chemistry*. 3rd edition. John willey & Sons, Newyork. page :226

Dybko, A, 2001, "Errors in Chemical Sensor Measurements", *sensors* 1:29-37.

Dybko, A and Wroblewski, W, 2001, "Analyte Recognition and Signal Conversion in Potentiometric and Optical Chemical Sensor", *Polish Journal of Enviromental studies*, Vol 11, No 1.

Fesenden dan Fessenden, 1982, *Kimia Organik*, terjemahan: alih bahasa Aloysius Hadyana Pudjatmaka, Ph.D.hal : 444

Fleming, D.L, 2004, *Evaluating Bacterial Cell Immobilization Matrices for use in a Biosensor*, Thesis, Blacksburg, Virginia.

Gent, J.V, Sudholter, E.J.R, and Lambeck, P.V., 1988, "A Chromogenic Crown Ether as a Sensing Molekul in Optical Sensors for the Detection of Hard Metal Ions", *J.Chem.Sos.*

He, X, 2000, "The Determination of The Stoichiometry of The Mixed Compoex of Vanadium with Hydrogen Peroxide and with 4-(2-pyridilazo)Resorcinol. *QUIMICA NOVA*, 23(3).

- Heng, L.Y, Fang, T.H, Chern, L.H, and Ahmad, M, 2003, "Influence of Methacrylic-Acrylic Copolymer Composition on Plasticiser-free Optode Films for pH Sensor", *sensors*, 3, 83-90.
- Huheey, J.E, 1993, *Inorganic Chemistry: principles of structure and reactivity*, 4th edition. Harper Collins College Publisher. New York. page : 392
- Hulanicki, A, Glab, S, and Ingman, F, 1991, "Chemicals Sensors and Classification", *Pure and Appl.chem.*, Vol.63, No.9, pp 1247-1250
- Janotta, M, Katzir, A, and Mizaikoff, B, 2002. "Sol-Gel Coated Mid-Infrared Fiber-Optic Sensors", Georgia Institute of Technology, Atlanta. *Applied Spectroscopy*, Vol 57, No7
- Jeffery, G.H, Basset, J, Mendham, J and Denny, R. C, 1989, *Textbook of Quantitative Chemical Analysis*. 5th. John Wiley & Sons, Inc., New York. page : 559
- Jolly, W.L, 1991, *Modern inorganic Chemistry*, 2nd Edition. McGraw-Hill Inc. New York. page : 449
- Lee, J.D, 1994, *Concise Inorganic Chemistry*. 4th edition .Chapman and Hall. London. page : 803-960
- Mayr, T, 2002, *Optical Sensor for the Determination of Heavy Metals Ions*. Thesis, universitat Regensburg.
- Michell, J.S, RA Plane, and Auckland, 1979, *Chemistry Principles and Application*. Mc Graw Hill. Page : 501
- Miessler, G.L and Tarr, A.D, 1991, *Inorganic Chemistry*. Prentice Hall. Englewood Cliffs. New Jersey :271
- Palleros, D. R, 1991, *Experimental Organic Chemistry*, John Wiley & Sons, Inc. New York. hal 675-718.
- Podbielska, H and Jarza, U, 2005, "Sol-Gel Technology for Biomedical Engineering", *Bulletin of The Polish Academy of The Sciences Technical Sciences*, Vol.53, No.3.
- Ravishankaran, D, Uehara, N, and Kato, T, 2002, "A Novel Hydrogen Peroxide Sensor Based on Specifically Interacted Silver Dispersed Sol-gel Derived Ceramic Composite Electrode", *Analytical Sciences*, Vol 18, 935-937.

Reiser, O, Wolfbeis, O and McCraith, B, 2003, *Development of Optical Sensors (Optde) for Carbon Dioxide and their Application to Modified Atmosphere Packaging (MAP)*.Universität Regensburg

Schafer, W, Klunker, J, Schelenz, T, Meier, T and Symonds, ”A Laboratory Experiments Chemistry”. *PHYWE*.

Formatted: Font: 12 pt, Dutch (Netherlands)

Formatted: Font: 12 pt

Shriver, D.F, Atkins, P.W, and Langford, C.H. 1990. *Inorganic Chemistry*, Oxford University Press. page : 441-448.

Silverstein, R.M., Bassler, G.C., and Morill, T.C. 1984. *Spectrometric identification of organic compounds*, 4th edition. John Wiley & Sons, Inc. page : 307-322

Skoog, D.A., Holler, F.J., and Nieman, T.A. 1997. *Principles of Instrumental analysis*. 5th edition. Thomson Learning, Inc. page : 386

Formatted: Font: 12 pt, Dutch (Netherlands)

Formatted: Font: 12 pt

Tsujimura, Y, Yamane, M and Wakida, S, 2000, “Development of a New Matrix Based on a Silicone Ladder Polymer for Ion-Sensing Membranes”, *Analytical Sciences*. VOL. 17

Whang, C.M, Yeo, C.S, and Kim, Y.H, 2001, “Preparation and Characterization of Sol-Gel Derived SiO₂-TiO₂-PDMS Composite Films”. *Bull. Korean Chem. Soc.* Vol 22, No.12

Wolfbeiss, O.S. 1991. *Fiber Optic Chemical Sensors and Biosensors*, ISBN 0-8493-5508-7.

Zusman, R, Rottman, C, Ottolenghi, M, and Avnir, D, 1990, “Doped sol-gel glasses as chemical sensors”, *J. Non-cryst solid*. 122

[www.cleantechcentral.com/Magazine/Past Issue/Nov 1998/2 asp](http://www.cleantechcentral.com/Magazine/Past%20Issue/Nov%201998/2.asp)

www.mse.iastate.edu/microscopy

Formatted: Indent: First line: 0 cm

Font color: Auto, Spanish (Spain-Modern Sort)

Page 31: [185] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
---------------------------------	-----------------	------------------------------

Font color: Auto

Page 31: [185] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
---------------------------------	-----------------	------------------------------

Font color: Auto, Spanish (Spain-Modern Sort)

Page 31: [186] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [187] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Not Superscript/ Subscript

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [188] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden), Superscript

Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Font color: Auto, Swedish (Sweden)

Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
---------------------------------	------------------	------------------------------

Swedish (Sweden)

Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [189] Formatted	Mr.Surono	11/14/2006 9:51:00 PM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font: Italic, Font color: Auto		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font: Italic, Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto		
Page 31: [190] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto		
Page 31: [191] Formatted	Personal	8/8/2006 7:29:00 AM
Font: 12 pt		
Page 31: [191] Formatted	Personal	8/8/2006 7:29:00 AM
Font: 12 pt, Subscript		
Page 31: [191] Formatted	Personal	8/8/2006 7:29:00 AM
Font: 12 pt, Superscript		
Page 31: [192] Formatted	Personal	8/8/2006 7:27:00 AM
Indent: First line: 1,27 cm		
Page 31: [193] Formatted	Personal	8/8/2006 7:29:00 AM
Font: 12 pt		
Page 31: [193] Formatted	Personal	8/8/2006 7:29:00 AM
Font: 12 pt, Superscript		
Page 32: [194] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font: Not Bold		
Page 32: [195] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 32: [196] Formatted	Personal	10/3/2006 5:51:00 AM
Font: 12 pt, Superscript		

Page 32: [211] Deleted	Personal	8/7/2006 8:17:00 PM
berperan sebagai indikator untuk		
Page 32: [212] Deleted	Personal	8/7/2006 8:17:00 PM
dengan senyawa organik yang dipilih adalah gugus kromofor		
Page 32: [213] Deleted	Personal	8/7/2006 10:20:00 PM
<i>et al.</i> , (2002) telah melaporkan penggunaan kopolimer <i>methacrylic-acrylic</i> untuk pembuatan sensor hidrogen tanpa plastisiser.		
Page 32: [214] Deleted	Personal	8/7/2006 10:20:00 PM
Tetrametoksisilan dan tetraetoksisilan beserta turunannya merupakan material silika yang banyak digunakan sebagai bahan pembuatan matrik optoda. Ravishankaran, <i>et al.</i> , (2002) telah berhasil menggunakan bahan sol-gel (3-merkaptopropil)trimetoksisilan untuk keperluan pembuatan sensor H ₂ O ₂ . Sensor CO ₂ telah berhasil disintesis dari bahan matrik heterosiloksan dengan penambahan bahan sensing senyawa kompleks (Oug and Grimes, 2001).		
Page 32: [215] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [216] Formatted	Personal	9/1/2006 2:23:00 PM
Justified, Indent: Left: 0 cm, First line: 1,27 cm, Tabs: 5,99 cm, Left + 8,74 cm, Left		
Page 32: [217] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [217] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 32: [217] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [217] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 32: [217] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [218] Deleted	Personal	8/7/2006 8:17:00 PM
baru berkembang 30 tahun terakhir. Pada optoda suatu		
Page 32: [219] Deleted	Personal	8/7/2006 8:17:00 PM
merupakan sensor optik yang mengandung <i>Sensing Dye</i> , yaitu suatu senyawa kromoionofor yang		
Page 32: [220] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Font color: Auto, Swedish (Sweden)		
Page 32: [221] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [222] Formatted	Personal	10/10/2006 6:02:00 AM
Swedish (Sweden)		
Page 32: [223] Deleted	Personal	8/7/2006 8:17:00 PM
Material sensor optik pada		

