

# SINTESIS NANOPARTIKEL PERAK TERMODIFIKASI POLIVINIL ALKOHOL MENGGUNAKAN EKSTRAK TEH HIJAU DAN APLIKASI SEBAGAI DETEKTOR ION LOGAM

#### Skripsi

diajukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Kimia

> oleh MUHAMAD TAUFIQ 4311415047

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA
DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2020

#### **PENGESAHAN**

Skripsi berjudul Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi Polivinil Alkohol Menggunakan Ekstrak Teh Hijau dan Aplikasi Sebagai Detektor Ion Logam karya Muhamad Taufiq NIM 4311415047 ini telah dipertahankan dalam sidang skripsi FMIPA Universitas Negeri Semarang pada tanggal 13 Februari 2020 dan disahkan oleh Panitia Ujian.

96102191993031001

Sekretaris

Dr. Sigit Priatmoko, M.Si.

NIP. 196504291991031001

Penguji I

Drs. Kasmui, M.Si.

NIP. 196602271991021001

Penguji II

Harjoho, S.Pd., M.Si.

NIP. 197711162005011001

Penguji III/Dosen Pembimbing

Mohammad Alauhdin, S.Si., M.Si., Ph.D.

NIP. 198101082005011002

#### **PERNYATAAN**

Dengan ini, saya

nama: Muhamad Taufiq

NIM: 4311415047

program studi : Kimia S1

menyatakan bahwa skripsi berjudul Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi Polivinil Alkohol Menggunakan Ekstrak Teh Hijau dan Aplikasi Sebagai Detektor Ion Logam ini benar-benar karya saya sendiri bukan jiplakan dari karya orang lain atau pengutipan dengan cara-cara yang tidak sesuai dengan etika keilmuan yang berlaku baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang atau pihak lain yang terdapat dalam skripsi ini telah dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah. Atas pernyataan ini, saya secara pribadi siap menenggung resiko/sanksi hukum yang dijatuhkan apabila ditemukan adanya pelanggaran terhadap etika keilmuan dalam karya ini.

emarana 22 Falura 2020

HF319372032

Muhamaa taufiq

NIM 4311415047

#### **MOTTO DAN PERSEMBAHAN**

#### **MOTTO**

- Semakin besar rasa cinta semakin siap untuk melepaskan (Emha Ainun Najib)
- Seribu teman terlalu sedikit, satu musuh terlalu banyak. (Abdurrahman Wahid)
- ❖ Jangan tanyakan apa yang negara berikan kepadamu, tapi tanyakan apa yang telah kamu berikan untuk negara (J.F. Kenedy)

#### **PERSEMBAHAN**

Untuk bapak dan ibu

#### **PRAKATA**

Semua ungkapan puji syukur terhaturkan kehadirat Allah SWT atas semua nikmat dan Pertolongannya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi Polivinil Alkohol Menggunakan Ekstrak Teh Hijau Dan Aplikasi Sebagai Detektor Ion Logam". Skripsi ini disusun atas dasar sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia Universitas Negeri Semarang. Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan tidak lepas dari bimbingan serta dukungan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

- 1. Allah Swt
- 2. Ibu Ngatipah (Mae) dan Bapak Abdul khalim (Bapak) yang jasanya tidak bisa disebutkan satu persatu
- 3. Rektor Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan kesempatan pada penulis untuk menuntut ilmu di Universitas Negeri Semarang.
- 4. Dekan FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah memberi izin untuk melaksanakan penelitian.
- 5. Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan kemudahan penulis untuk melakukan penelitian dalam menyusun skripsi.
- M. Alauhdin, M.Si, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, dukungan dan arahan dalam menyelesaikan skripsi.
- 7. Cepi Kurniawan, M.Si, Ph.D. selaku dosen pengampu mata kuliah Nanoteknologi yang memberikan sumbangsi besar terhadap penelitian ini.
- 8. Herlinawati, S.Pd. selaku teknisi Laboratorium Riset Kimia yang memberikan kemudahan dalam pengujian instrumen
- 9. Dr. Sri Mursiti, M.Si. selaku dosen wali yang setia membimbing selama masa perkuliahan dari awal sampai akhir

- 10. Aliysha Rahma Maulidina selaku orang tekasih yang selalu memberikan arahan, bantuan dan semangat selama proses penelitian
- 11. Bapak/ Ibu dosen Jurusan Kimia atas seluruh ilmu yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyusun skripsi.
- 12. Bapak/Ibu staf tata usaha FMIPA Unnes yang telah melayani dengan baik dan memberikan kemudahan dalam administrasi kepada penulis.
- 13. Sedulur Pandawa (Mas Ardian, Slamet, Juna, Syeh, Ali dan Ijal).
- 14. Toko Nitrakimia kabupaten Bantul yang selalu memberi kemudahan akses dalam penyediaan bahan dan alat penunjang penelitian.
- 15. Seluruh pihak yang telah memberikan dukungan dalam penyusunan skripsi ini.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk penulis maupun para pembaca, serta dapat memberikan manfaat pula bagi dunia penelitian kimia.

#### **ABSTRAK**

Taufiq, M. 2020. Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi Polivinil Alkohol Menggunakan Ekstrak Teh Hijau dan Aplikasi Sebagai Detektor Ion Logam. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Mohammad Alauhdin, Ph.D.

**Kata kunci**: Ekstrak teh, nanopartikel perak, kolorimetri.

Nanopartikel perak (NPP) telah banyak dimanfaatkan dan dikembangkan untuk berbagai keperluan. Salah satunya adalah untuk mendeteksi keberadaan ion logam kolorimetri. Namun, kemampuan deteksi ini perlu dilakukan pengembangan agar diperoleh metode kolorimetri yang sifatnya lebih sensitif dan selektif terhadap ion logam tertentu. Penelitian ini memiliki tujuan untuk mendapatkan NPP yang sensitif dan selektif terhadap ion logam tertentu. Sintesis dilakukan dengan metode bottom-up yaitu dengan prekusor AgNO3 yang direduksi dengan senyawa metabolit sekunder yang terkandung dalam ekstrak teh hijau. NPP distabilkan dengan PVA guna meningkatkan kestabilan serta selektivitasnya terhadap ion logam. Proses pembentukan nanopartikel dipelajari dan diamati melalui parameter warna koloid dan spektrum absorbansinya pada daerah sinar tampak. Terdapat enam perlakuan dalam sintesis nanopartikel yaitu dengan perbandingan volume AgNO3 dan ekstrak teh hijau, antara lain 10:5. 3:10, 1:10, 0,75:10, 0,5:10, dan 0,3:10. Pada tiap variasi juga dilakukan penambahan PVA dengan konsentrasi 1%, 3%, dan 5%. Diantara keenam variasi perlakuan, komposisi yang ideal terdapat pada perbandingan 0,5:10 dengan penambahan PVA 3% yang memberikan nilai absorbansi maksimum pada panjang gelombang 435 nm dan mengalami pergeseran puncak serapan absorbansi yang relatif kecil meskipun telah disimpan selama 14 hari. Koloid berubah dari kuning menjadi merah muda pada pengujian terhadap ion Cu<sup>2+</sup> 1000 ppm dan tidak mengalami perubahan warna saat mendeteksi Cd<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup> dan Zn<sup>2+</sup> pada konsentrasi yang sama. Uji sensitivitas NPP terhadap analit Cu<sup>2+</sup> menunjukan peforma yang relatif baik dengan nilai LoQ dan LoD berturut-turut sebesar 0,1609 dan 0,5179 ppm.

#### **ABSTRACT**

Taufiq, M. 2020. Synthesis of Polyvinyl Alcohol Modified Silver Nanoparticles Using Green Tea Extract and it's Application as Metal Ions Detector. Thesis, Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Universitas Negeri Semarang. Supervisor Mohammad Alauhdin, Ph.D.

Keywords: Tea extract, silver nanoparticle, colorimetry

Silver nanoparticles (NPP) have been widely used and developed for various purposes. One of them is to detect the presence of metal ions in colorimetry. However, this detection ability needs to be developed in order to obtain a colorimetric method that is more sensitive and selective to certain metal ions. This study aims to obtain NPP that is sensitive and selective to certain metal ions. Synthesis was carried out by the bottom-up method, namely the AgNO<sub>3</sub> precursor reduced by secondary metabolites contained in green tea extracts. NPP is stabilized with PVA to increase its stability and selectivity to metal ions. The process of forming nanoparticles is studied and observed through colloidal color parameters and their absorbance spectrum in the visible light region. There are six treatments in the synthesis of nanoparticles, namely the comparison of the volume of AgNO<sub>3</sub> and green tea extract, including 10:5, 10: 3, 1:10, 10:0.75, 10:0.5, and 10:0.3. In each variation, the addition of PVA was also done with concentrations of 1%, 3%, and 5%. Among the six treatment variations, the ideal composition is at a ratio of 10:0.5 with the addition of 3% PVA which gives a maximum absorbance value at a wavelength of 435 nm and experiences a relatively small absorbance absorbance peak shift even though it has been stored for 14 days. The colloid was changed from yellow to pink in the test of Cu<sup>2+</sup> 1000 ppm ions and did not change color when detecting Cd<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup> and Zn<sup>2+</sup> at the same concentration. NPP sensitivity test on Cu<sup>2+</sup> analyte shows relatively good performance with LoQ and LoD values respectively of 0.1609 and 0.5179 ppm.

## **DAFTAR ISI**

	Halaman
Halaman Judul	i
PENGESAHAN Error! Books	nark not defined.
PRAKATA	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
BAB	
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Batasan Masalah Penelitian	2
1.3 Rumusan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Nanopartikel	4
2.2 Metode Sintesis Nanopartikel	5
2.3 Biosintesis Nanopartikel Perak	7
2.4 Ekstrak Teh Hijau	9
2.5 Karakterisasi Nanopartikel Perak	10
2.5.1 Karakterisasi Nanopartikel Perak Menggunakan Spektrofoto	meter UV-Vis . 10
2.5.2 Karakteristik NPP Berdasarkan Gejala Surface Plasmon Rese	onance (SPR)12
2.6 Metode Kolorimetri Berbasis Nanopartikel Perak	13
III. METODE PENELITIAN	16
3.1 Lokasi dan waktu Penelitian	16
3.2 Variabel Penelitian	16
3.2.1 Variabel Bebas	16
3.2.2 Variabel Terikat	16
3 2 3 Variabel Kontrol	16

3.3 Alat dan Bahan	17
3.3.1 Alat	17
3.3.2 Bahan	17
3.4 Cara Kerja	17
3.4.3 Sintesis Nanopartikel perak Termodifikasi PVA	19
3.4.3.1 Preparasi Nanopartikel perak	19
3.4.7 Analisis Kolorimetri	20
3.4.7.1 Preparasi pembuatan larutan Induk Logam 1000 ppm	20
3.4.7.2 Analisis Kolometri dengan Nanopartikel Perak	21
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Kandungan Metabolit Sekunder dalam Ekstrak Teh	23
4.2 Proses Pembuatan Nanopartikel Perak	24
4.3 Pengaruh Ekstrak Teh	28
4.3.1 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 1%	29
4.3.2 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 3%	30
4.3.3 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 5%	31
4.4. Pengaruh Konsentrasi PVA	35
4.5 Penerapan NPP untuk Uji Kolorimetri Ion logam	38
4.6. Uji Sensitivitas Nanopartikel Perak terhadap Ion Cu <sup>2+</sup>	40
4.7 Uji Selektivitas Nanopartikel Perak terhadap Ion Cu <sup>2+</sup>	48
V. PENUTUP	52
5.1 Simpulan	52
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN	58

# **DAFTAR TABEL**

Tabel	Hal	aman
3.1	kode sampel sintesis NPP tahap pertama	20
4.1	Pemerikasaan senyawa metabolit sekunder	23
4.6	Nilai absorbansi pengujian analit Cu <sup>2+</sup> berdasarkan waktu penyimpanan NPP	46
4.7.1	$\Delta Absorbansi$ pengujian larutan analit yang mengandung campuran ion Cu $^{2+}$ dengan salah satu ion Cd $^{2+}$ , Pb $^{2+}$ , Mn $^{2+}$ dan Zn $^{2+}$	49
4.7.2	Sensitivitas terhadap ion Cu <sup>2+</sup> dari beberapa metode analisis	51

## **DAFTAR GAMBAR**

Gamb	ar Hal	laman
2.1	Metode sintesis nanopartikel	6
2.2	Metode sintesis NPP menggunakan ekstrak tumbuhan	8
2.3	Mekanisme reaksi reduksi-oksidasi pada genariol dan ion perak dalam biosintesis NPP	9
2.4	Ilustrasi konsep dasar yang melandasi sensor analit dengan material nanoplasmonik	13
4.2.1	Sampel koloid nanopartikel dengan perbandingan Ag- NO <sub>3</sub> :Ekstrakteh (v/v) 5:10 (A), 3:10 (B), 1:10 (C) 0,75:10 (D), 0,5:10 (E), 0,3:10 (F)	24
4.2.2	Spekta UV-Vis pada proses sintesis menggunakan larutan AgNO <sub>3</sub> 1 mM dan ekstrak teh hijau dengan perbandingan 1:10	26
4.2.3	Spektra UV-Vis untuk sampel hasil pencampuran AgNO <sub>3</sub> + PVA dan AgNO <sub>3</sub> + ekstrak teh	26
4.2.4	Ilustrasi mekanisme reaksi AgNO <sub>3</sub> dengan katekin yang Terkandung dalam ekstrak teh	27
4.3.1	Absorbansi sampel A1, B1, C1, D1, E1 dan F1	28
4.3.2	Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 1%	29
4.3.3	Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 3%	31
4.3.4	Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 5%	32
4.3.5	Diagram nilai absorbansi maksimum berdasarkan variasi perbandingan ekstrak teh dengan larutan AgNO <sub>3</sub>	33
4.3.6	Diagram panjang gelombang maksimum berdasarkan variasi perbandingan ekstrak teh dengan larutan AgNO3 dan umur NPP, A. Kelompok PVA 1%, B. Kelompok PVA 3%, C. Kelompok PVA 5%	34
	<i>U</i> / <i>V</i> · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	JŦ

4.4.1	Kurva nilai absorbansi maksimum sampel NPP pada konsentrasi PVA yang berbeda	35
4.4.2	Diagram kestabilan NPP terhadap umur atau waktu penyimpanan pada rasio Ekstrak teh:AgNO <sub>3</sub> (v/v), (D) 0,75:10, (E) 0,5:10, (F) 0,3:10	36
4.5.1	Warna larutan ion-ion logam yang telah ditambah NPP. Warna awal larutan ion adalah bening, warna awal nanokoloid adalah kuning kecokelatan	39
4.5.2	Spektra hasil pengujian respon NPP terhadap ion-ion logam	40
4.6.1	Uji ion Cu <sup>2+</sup> pada berbagai konsentrasi menggunakan sampel E3	4
4.6.2	Spektra UV-Vis pada pengujian ion logam Cu <sup>2+</sup> dengan berbagai variasi konsentrasi menggunakan sampel E3	42
4.6.3	Kurva perubahan panjang gelombang terhadap perubahan nilai absorbansi	42
4.6.4	Kurva nilai absorbansi maksimum terhadap konsentrasi ion Cu <sup>2+</sup>	43
4.6.5	Ilustrasi konsep dasar yang melandasi sensor analit Cu <sup>2+</sup> dengan material nanoplasmonik NPP	44
4.6.6	Kurva pergeseran panjang gelombang maksimum terhadap konsentrasi ion Cu <sup>2+</sup>	45
4.7.1	(a) Spektra awal larutan ion logam 10 ppm, (b) Spektra hasil pengujian larutan analit yang mengandung campuran ion Cu <sup>2+</sup> dengan salah satu ion Cd <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Mn <sup>2+</sup> dan Zn <sup>2+</sup> menggunakan NPP	48
4.7.2	Kurva ΔAbs terhadap konsentrasi analit ion Cu <sup>2+</sup> menunjukkan hubungan linear antara konsentrasi analit Cu <sup>2+</sup> dengan penurunan absorbansi yang dialami NPP	50

# DAFTAR LAMPIRAN

Lar	mpiran H	Ialaman
1.	Prosedur kerja	60
2.	Uji metabolit sekunder	64
3.	Spektra kelompok NPP A,B dan C	65
4.	Adsorbansi NPP D, E, F	66
5.	Spektra UV-Vis serta Visual Uji ion Cu <sup>2+</sup>	69
6.	Data Absorbansi uji ion Cu2+ Berdasarkan usia Nanopartikel perak	75
7.	Data PSA	81
8.	Perhitungan LoQ dan LoD	83
9.	Uji Sensitivitas	84
10.	Reaksi reduksi oksidasi dalam uji analit	86

#### **BAB I**

#### **PENDAHULUAN**

#### 1.1 Latar Belakang

Beberapa dekade terakhir nanopartikel telah menarik perhatian untuk dikembangkan. Hal tersebut dikarenakan nanopartikel dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi seperti bidang optik, elektronik, sensor biologi dan katalis (Song dan Kim, 2009). Nanopartikel merupakan partikel yang sangat halus, memiliki ukuran pada orde nanometer, yaitu pada interval 1-100 nm. Nanopartikel dapat berupa logam, oksida logam, semikonduktor (Dhanemozhi *et al.*, 2017), polimer (Hasan, 2012), material karbon (Khan *et al.*, 2018), senyawa organik, dan senyawa biologi seperti DNA, protein atau enzim (Yasui dan Kimizuka, 2005).

Saat ini pengembangan nanopartikel yang paling populer adalah nanopartikel dari bahan dasar logam mulia seperti perak dan emas (*Onitsuka et al.*, 2019). Ada dua cara pembuatan nanopartikel pada logam mulia, pertama menggunakan metode *top-down* (fisika) dengan prinsip kerja padatan logam direduksi oleh agen pereduksi menjadi partikel berukuran nano secara mekanik (Zhang *et al.*, 2016). Cara kedua dengan metode *bottom-up* (kimia) yaitu melarutkan garam logam, kemudian ion logam yang terlarut direduksi hingga terbentuk nanopartikel perak (Hortigüela *et al.*, 2016).

Metode sintesis nanopartikel secara *bottom-up* dapat dilakukan dengan cara yang ramah lingkungan, yaitu menggunakan metode biosintesis dari ekstrak tanaman (Shittu dan Ihebunna, 2017). Metode ini memiliki keuntungan yang lebih menarik dibanding metode lain karena sifatnya yang ramah lingkungan, nonpatogenik, bahan yang digunakan banyak tersedia di alam, tidak banyak prosedur yang harus dilakukan ketika proses sintesis dan biaya yang digunakan lebih ekonomis (Jerrard, 2007).

Biosintesis nanopartikel menggunakan ekstrak tanaman berfungsi untuk menggantikan reduktor seperti borohidrid (NaBH<sub>4</sub>) (Oćwieja *et al.*, 2017), hidrazin dan dimetil formamid (Makarov *et al.*, 2014). Diketahui bahwa ketiga reduktor itu memiliki potensi merusak lingkungan karena memiliki sifat yang

sangat reaktif (Almayahi dan Alhusseini, 2016). Metabolit sekunder yang terdapat dalam ekstrak tanaman seperti flavonoid dapat digunakan sebagai bahan reduktor untuk mereduksi logam mulia seperti perak. Oleh karena itu, metode biosintesis dapat menjadi alternatif dalam produksi nanopartikel karena dapat mengurangi penggunaan bahan-bahan anorganik yang memiki potensi bahaya bagi lingkungan.

Nanopartikel perak (NPP) merupakan salah satu material nano yang ban-yak dikembangkan. Pemanfaatan NPP salah satunya dapat digunakan sebagai sensor logam berat pada pencemaran air (Li dan Bian, 2009). Kandungan logam berat merupakan salah satu indikator kualitas air (Xiong dan Li, 2008). Sensor berbasis NPP dapat menjadi pengganti metode umum yang sering digunakan dalam deteksi logam berat seperti *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) dan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICPMS) (Fisher *et al.*, 2016). Pengujian ion logam menggunakan dua instrument tersebut tidak dapat digunakan secara langsung di lapangan dan memerlukan banyak prosedur dalam melakukan proses pengukurannya.

Oleh sebab itu metode deteksi ion logam menggunakan NPP dapat dijadikan alternatif, karena memiliki beberapa keuntungan diantaranya prosedur yang digunakan lebih sederhana dan identifikasi kualitatifnya dapat diamati secara visual. Keuntungan inilah yang menjadi dasar dilakukannya penelitian deteksi ion logam menggunakan NPP. NPP yang digunakan merupakan NPP hasil sintesis menggunakan prekusor larutan AgNO<sub>3</sub> yang direduksi dengan ekstrak tumbuhan berupa ekstrak teh hijau jenis klon chin 143 yang diambil dari perkebunan teh Medini Kecamatan Gonoharjo Kabupaten Kendal. Selanjutnya NPP yang telah terbentuk dikarakterisasi dan dipelajari efektifitasnya sebagai detektor ion logam.

#### 1.2 Batasan Masalah Penelitian

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sintesis nanopartikel perak (NPP) menggunakan ekstrak teh hijau sebagai pereduksi dan PVA sebagai penstabil. Selanjutnya NPP hasil sintesis diuji sebagai detektor logam berat. Dalam penelitian ini identifikasi logam berat dilakukan dengan menggunakan

beberapa larutan analit yang mengandung logam berat  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  dan  $\text{Zn}^{2+}$ .

#### 1.3 Rumusan Masalah

- 1. Bagaimana karakteristik nanopartikel perak (NPP) hasil sintesis menggunakan reduktor ekstrak teh hijau yang dimodifikasi dengan polivinil alkohol?
- 2. Bagaimana kinerja NPP hasil sintesis sebagai detektor kolorimetri ion logam?

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui karakteristik NPP yang disintesis dengan ektrak teh hijau dan dimodifikasi dengan PVA serta untuk mengetahui kinerja NPP hasil sintesis sebagai detektor ion logam.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

- 1. Mendapatkan informasi tentang pengaruh konsentrasi PVA terhadap karakter NPP.
- 2. Mendapatkan informasi tentang sensitivitas NPP hasil sintesis sebagai detektor ion logam.
- 3. Mendapatkan informasi tentang formula sintesis NPP termodifikasi PVA yang ideal sebagai deteksi

#### **BAB II**

#### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Nanopartikel

Nanopartikel merupakan komponen paling dasar yang menyusun sebuah struktur nano yang ukurannya jauh lebih kecil daripada objek yang mampu dijelaskan oleh hukum newton namun lebih besar daripada sebuah atom (Onitsuka et al., 2019). Umumnya ukuran nanopartikel memiliki rentang antara 1 sampai 100 nm. Nanopartikel logam memiliki sifat fisik dan sifat kimia yang berbeda dengan logam dari segi bentuk dasarnya seperti titik leleh, spesifikasi area permukaan, spesifikasi optik, kekuatan mekanik, dan sifat magnetik. Beberapa perbedaan sifat tersebut yang menjadi dasar nanopartikel banyak diaplikasikan dalam dunia industri (Vollath, 2013). Dari berbagai sifat Nanopartikel, sifat optik merupakan sifat yang memiliki daya tarik mendasar. Sebagai contoh, 20 nm nanopartikel emas mempunyai karakter berwarna merah seperti minuman wine, nanopartikel perak memiliki warna kuning kecoklatan dan nanopartikel platinum memiliki warna hitam (Vollath, 2013).

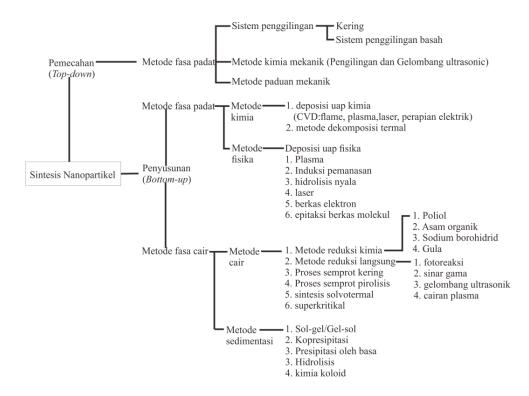
Nanopartikel memiliki kegunaan yang beragam, seperti medis, bioanalisis, katalis, sensor, semi konduktor dan lain-lain (Parson *et al.*, 2007). Berikut ini merupakan contoh aplikasi nanopartikel dalam beberapa bidang. Aplikasi di bidang biomedis dan kesehatan digunakan dalam pembuatan krim dan serbuk antibakterial (Ag), fungisida (ZnO, Cu<sub>2</sub>O), biolabeling dan deteksi (Au, Ag), promotor pertumbuhan tulang, diagnostik kanker, pelindung sinar matahari (ZnO), krim kulit dengan vitamin antioksidan (nanokapsul) (Nagarajan dan Hatton, 2008). Dalam bidang pangan aplikasi nanopartikel digunakan sebagai perasa dan pewarna makanan atau minuman (nanokapsul), bahan pengemasan makanan (SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Ag), pendeteksi patogen dalam makanan, pengantar nutrasetika (liposom) dan sebagai katalis pada pemurnian minyak goreng (Nagarajan dan Hatton, 2008). Sementara itu dalam bidang elektronik nanopartikel digunakan sebagai sensor sensitivitas tinggi (kimia dan gas) dan magnet berkekuatan tinggi (Nagarajan dan Hatton, 2008).

Berdasarkan bahan asalnya, nanopartikel digolongkan ke dalam dua kelompok, yaitu nanopartikel organik dan anorganik. Nanopartikel organik contohnya adalah nanopartikel karbon, sedangkan yang termasuk dalam nanopartikel anorganik di antaranya nanopartikel magnetik, nanopartikel logam mulia (seperti emas dan perak) dan nanopartikel semikonduktor (seperti titanium dioksida dan zink oksida) (Prathna *et al.*, 2010).

#### 2.2 Metode Sintesis Nanopartikel

Berbagai preparasi dari teknik sintesis nanopartikel dirangkum dalam Gambar 2.1. Terdapat dua pendekatan umum dalam sintesis nanopartikel yang telah diketahui. Pertama adalah pemecahan ukuran mikro menjadi ukuran nano yang dikenal sebagai *top-down*. pendekatan ini dilakukan dengan cara memecah bahan solid menjadi partikel yang lebih kecil. Contoh dari *top-down* adalah memecah bahan padatan menjadi serbuk kering (*dry-grinding*), senyawa padat digilas menjadi ukuran lebih kecil menggunakan metode yang sudah umum seperti *jet mill*, *hammer mill*, *shearing mill*, *roller mill*, *shock roller mill* (Dai, 2012).

Kedua adalah sintesis nanopartikel dengan pendekatan kimia (*bottom up*). Pendekatan ini berorientasi pada produksi nanopartikel menggunakan bahan dasar berupa gas atau cairan melalui transformasi atom atau dengan kondensasi molekul (Dai, 2012).



**Gambar 2.1** Metode sintesis nanopartikel (Vollath, 2013)

Pendekatan *bottom-up* digunakan dalam berbagai metode fasa gas dan metode fasa cair. Metode fasa gas yang telah diketahui dalam pembuatan nanopartikel adalah metode penguapan endapan secara kimia (CVD) yang melibatkan reaksi kimia, dan metode penguapan endapan secara fisika (PVD) menggunakan pendinginan setelah proses evaporasi. (Vollath, 2013). Sementara itu metode fasa cair telah menarik banyak perhatian sebagai metode sintesis nanopartikel yang banyak digunakan pada dewasa ini. Zhang *et al.*, (2016) menuturkan jika metode ini memiliki keuntungan mendasar yaitu mudah membuat nanopartikel dengan berbagai bentuk seperti bentuk nanorod, nanowire, nanoprism, nanoplate dan berbagai macam bentuk nanopartikel lainnya. Salah satu yang populer menjadi perhatian adalah metode reduksi kimia pada ion logam (Shrivas *et al.*, 2019).

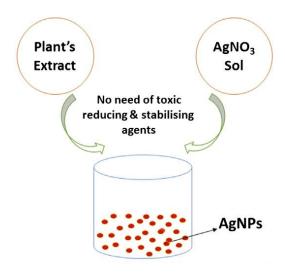
Metode reduksi kimia pada ion logam dilakukan dengan menggunakan agen pereduksi seperti borohidrid atau melalui fotoreduksi menggunakan sinar gama, gelombang ultrasonik, dan plasma cair. Metode ini meniti beratkan pada proses reduksi ion logam menuju keadaan oksidasi 0 ( $M^{n+}$  +  $n\bar{e} \rightarrow M^0$ ). Keadaan

ini menyebabkan ion logam mengalami proses agregasi karena adanya dipol listrik yang kuat. Proses agregasi tersebut menjadi dasar dari proses pembentukan (*built-up*) partikel berukuran nano. Prinsip metode ini juga dapat dilakukan tanpa menggunakan bahan pereduksi dengan menggunakan metode lain sepeti metode *spray drier*, *spray pyrolisis*, sintesis solvotermal dan metode superkritikal (Phanjom dan Ahmed, 2017).

Dalam melakukan sintesis nanopatrikel logam dengan metode fasa cair harus memperhatikan berbagai faktor seperti temperatur, konsentrasi garam, agen pereduksi dan waktu reaksi. Faktor-faktor tersebut perlu diperhatikan karena mempengaruhi ukuran partikel ketika proses sintesis berlangsung. Ukuran sangat mempengaruhi kestabilan nanopartikel dimana kestabilan yang baik dapat diperoleh apabila ukuran partikel semakin kecil. hal ini dikarenakan kecenderungan dari nanopartikel untuk beraglomerasi dan menyebabkan kualitas nanopartkel tidak optimum (Almayahi dan Alhusseini, 2016).

#### 2.3 Biosintesis Nanopartikel Perak

Salah satu metode reduksi ion logam yang dapat dijadikan alternatif adalah metode biosintesis nanopartikel. Ini merupakan metode yang memanfaatkan mahluk hidup khususnya tumbuhan sebagai agen reduktor pada sintesis nanopartikel logam seperti NPP (Shaik *et al.*, 2018). Senyawa yang terkandung didalam tumbuhan yang berperan penting dalam proses reduksi ion logam adalah senyawa metabolit sekunder (Kumar dan Palanichamy, 2014). Metode ini di ilustrasikan dalam Gambar 2.2.

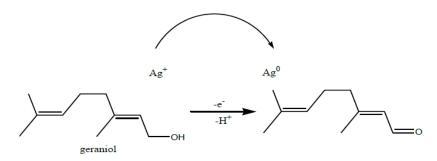


**Gambar 2.2** Metode sintesis NPP menggunakan ekstrak tumbuhan (Akhmed *et al.*, 2016)

Biosintesis NPP pada Gambar 2.2 menggunakan ekstrak tumbuhan, ekstrak tersebut berperan mengubah Ag<sup>+</sup> menjadi Ag<sup>0</sup> melalui reaksi reduksi. Proses reduksi dalam sintesis NPP tidak lepas dari peran senyawa tertentu dalam tumbuhan seperti terpenoid maupun flavonoid yang diperoleh dari ekstrak tumbuhan. Senyawa tersebut memfasilitasi terjadinya reduksi karena memiliki stabilitas permukaan molekul yang aktif (Shankar *et al.*, 2004). Sementara menurut Singht *et al.*, (2013) senyawa yang berperan dalam proses reduksi terdiri dari senyawa metabolit skunder tumbuhan seperti terpenoid jenis citronellol dan genariol lalu keton, aldehid, amida, dan asam karboksilat Hal ini diketahui dari hasil analisis spektrofotometri IR.

Keuntungan utama menggunakan ekstrak tanaman untuk sintesis NPP adalah memiliki berbagai macam metabolit yang dapat membantu dalam reduksi ion perak, dan lebih cepat daripada menggunakan mikroba. Hal ini menarik para peneliti untuk dikembangkan secara luas dengan alasan biosintesis nanopartikel merupakan alternatif yang lebih baik, karena ramah lingkungan, hemat biaya, dan waktu yang dibutuhkan lebih singkat. Selain itu, reduktor dari ekstrak tumbuhan juga dapat dikembangkan lebih luas karena keberadaannya yang melimpah serta komposisi fitokimianya yang menarik untuk diteliti (Ahmed *et al.*, 2016).

Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses reduksi AgNO<sub>3</sub> oleh ekstrak tumbuhan diilustrasikan dalam Gambar 2.3. reaksi dapat terjadi ketika didalam senyawa metabolit sekunder memiliki gugus aktif yang memiliki harga potensial sel (E<sup>0</sup>) yang kecil daripada harga E<sup>0</sup> Ag<sup>+</sup> atau dapat dikatakan memiliki sifat reduktor yang lebih kuat daripada Ag<sup>+</sup>.



**Gambar 2.3** Mekanisme reaksi reduksi-oksidasi pada genariol dan ion perak dalam biosintesis NPP

Mekanisme reaksi dalam Gambar 2.3 merupakan mekanisme reaksi yang diajukan oleh Safaepour (2009) dengan menggunakan ekstrak geraniol untuk mereduksi ion perak dan didapatkan hasil NPP dengan rentang ukuran 1 hingga 10 nm. Dalam mekanisme tersebut diketahui genariol memiliki gugus aktif hidroksil (-OH) dan diduga gugus tersebut teroksidasi menjadi karbonil (C=O), sedangkan Ag<sup>+</sup> tereduksi menjadi nanopartikel Ag<sup>0</sup>. Atas dasar tersebut dapat memberikan informasi bahwa ekstrak tumbuhan dapat digunakan dalam peroses reduksi AgNO<sup>3</sup> dalam sintesis NPP.

#### 2.4 Ekstrak Teh Hijau

Salah satu ekstrak tanaman yang dapat digunakan dalam sintesis nanopartikel adalah ekstrak daun teh (Sökmen *et al.*, 2017). Terdapat banyak varietas teh, dua varietas utama dari tanaman teh adalah *C. sinensis*, *var. sinensis* dan *var. assamica*, dua varietas tersebut ditanam untuk keperluan komersial. Banyak produk teh yang telah berkembang khususnya produk teh hijau yang umumnya terbuat dari varietas *C. sinensis var. sinensis* (Onitsuka *et al.*, 2019).

Teh hijau terkenal memiliki aktivitas antioksidan karena memiliki kandungan polifenol yang cukup tinggi (onitsuka *et al.*, 2019).

Senyawa organik aktif biologis yang terkandung dalam teh hijau antara lain polifenol, tanin, kafein, protein, dan asam amino (Mallanganee *et al.*, 2017). Kandungan Polifenol, terutama flavonoid seperti katekin dapat mencapai 30% dari berat kering daun teh segar (Sökmen *et al.*, 2017). Hal tersebut menjadi dasar sintesis Nanopartikel khususnya NPP menggunakan ekstrak teh hijau.

Nestor, (2016) telah melaporkan preparasi NPP dan nanopartikel emas (NPE) menggunakan ekstrak air teh hijau tanpa bahan kimia dan pelarut yang berbahaya. Dalam penelitian lain, ekstrak teh hijau telah digunakan dalam sintesis NPP kemudian digunakan sebagai sensor kolorimetri termodifikasi sistein (Han *et al.*, 2014). Selain sebagai sensor kolorimetri, NPP yang dibuat dari ekstrak teh hijau juga menunjukkan aktivitas antibakteri (Onitsuka *et al.*, 2019), namun demikian tidak beracun bagi sel manusia dan tikus. Demikian pula, ekstrak air teh hijau telah digunakan dalam preparasi Nanopartikel Au dan NPP. Dalam reaksi ini, ekstrak teh hijau juga berfungsi sebagai reduktor dan surfaktan (Begum *et al.*, 2009).

#### 2.5 Karakterisasi Nanopartikel Perak

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat dan struktur dari NPP yang terbentu. NPP umumnya memiliki karakteristik seperti memiliki spektrum absorbansi yang spesifik yaitu direntang 400-500 nm. Karakteristik spektrum ini dapat dilihat melalui spektrofotometer UV-Vis. Asosiasi NPP dengan molekul lain juga dapat dipelajari melalui peralatan yang disesuaikan dengan tujuannya seperti spektrofotometer UV-Vis dan *Particle Size Analyzer* (PSA). Peralatan tersebut digunakan untuk mengetahui pengaruh molekul lain terhadap sebaran distribusi partikel sekaligus kuantitas NPP yang dihasilkan (Kumar dan Yadav, 2009).

# 2.5.1 Karakterisasi Nanopartikel Perak Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang dapat digunakan untuk mengkonfirmasi terbentuknya NPP. Spektrum yang dihasilkan dalam pengukuran NPP merupakan interaksi radiasi elektromagnetik (REM) dengan

molekul, REM merupakan bentuk radiasi yang mempunyai energi, sifat gelombang dan sifat partikel (Hasan, 2012). Spektrum UV-Vis digambarkan dalam bentuk dua dimensi, dengan absis merupakan panjang gelombang dan ordinat merupakan absorban (serapan). Umumnya spektrum UV-Vis berbentuk pita lebar, pita melebar dari spektrum UV-Vis disebabkan karena energi yang diabsorbsi selain menyebabkan transisi elektronik terjadi pula transisi rotasi elektron dan vibrasi elektron ikatan dalam molekul. Semakin banyak sinar diabsorbsi oleh sampel pada panjang gelombang tertentu, semakin tinggi absorban, yang dinyatakan dalam hukum Lambert-Beer:

$$A = log Io/I = a \cdot b \cdot c = \epsilon \cdot b \cdot c$$

#### Keterangan:

A = absorban, a = absorptivitas (g-1 cm-1), b = lebar sel yang dilalui sinar (cm), c = konsentrasi (mol/L),  $\epsilon$  = ekstinsi (absorptivitas) molar (M-1cm-1), Io = intensitas sinar sebelum melalui sampel, I = intensitas sinar setelah melalui sampel.

Prinsip dari pengukuran menggunakan Spektrofotometer adalah menghitung besarnya energi yang terabsorbsi dan diteruskan pada panjang gelombang yang telah ditentukan. Besarnya energi inilah yang kemudian terkonfirmasi menjadi dasar penetuan NPP telah terbentuk.

Bentuk spektrum UV-Vis yang dapat mengkonfirmasi terbentuknya NPP adalah spektrum yang memiliki puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang 400-500 nm. Rentang ini adalah daerah khas dari NPP dan mampu mengkofirmasi terbentuknya NPP baik dari segi ukuran maupun kuantitas NPP. Paanjang gelombang berkolerasi terhadap ukuran NPP yaitu semakin besar panjang gelombang maka ukuran NPP juga semakin besar. Nilai absorbansi maksimum berkolerasi terhadap jumlah NPP yang terbentuk yaitu semakin besar nilai absorbansi maka kuantitas NPP juga semakin besar (Suhartati, 2017)

# 2.5.2 Karakteristik NPP Berdasarkan Gejala Surface Plasmon Resonance (SPR)

Teknik pengamatan yang popular digunakan dalam menganalis objek atau materi adalah dengan menggunakan metode sensing (Thomas *et al.*, 2018). Sensor optik menjadi salah satu instrumen yang digunakan dalam metode tersebut, yaitu dengan mengamati gejala perubahan sifat optis objek yang diamati terhadap perubahan keadaan. Salah satu model sensor optis yang berkembang sangat pesat dalam rentang beberapa dekade terakhir adalah *surface plasmon resonance* (Wahbeh, 2011).

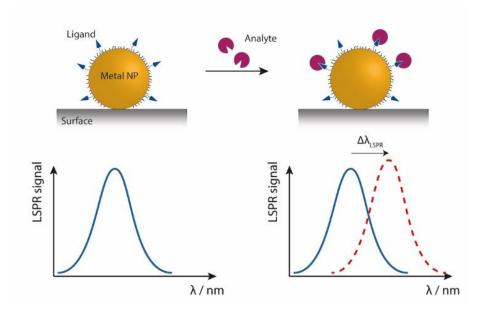
Prinsip SPR sebagai basis sensor berkaitan dengan kumpulan osilasi elektron bebas pada interface logam dan dielektrik. Secara kuantum disebut sebagai gelombang surface plasmone (SP) (Abraha dan Absor, 2012). SP merupakan gelombang elektromagnetik (EM) yang menjalar sepanjang permukaan antara dua medium, yaitu logam dan dielektrik dalam arah tegak lurus (ragam transverse magnetic). Gelombang SP dibangkitkan melalui kopling antara medan EM dengan osilasi plasma (plasmon) elektron-elektron bebas di sekitar permukaan konduktor. Perilaku SP ditentukan oleh fungsi dielektrik logam yang dikaitkan dengan konduktifitas optik serta konstanta medium yang mengelilinginya. SP tereksitasi oleh gelombang evanescent yang beresonansi pada daerah permukaan antara lapisan tipis logam dan air atau udara dan terjadilah Surface Plasmon Resonance (Wahbeh, 2011).

Sifat plasmonik NPP telah dipelajari secara ekstensif karena kinerjanya yang melebihi logam lainnya dengan resonansi plasmon permukaan (SPR) dalam rentang yang terlihat seperti emas atau tembaga (Amendola et al., 2010). Selama dekade terakhir, banyak pendekatan sintetis yang efisien telah dikembangkan yang memungkinkan kontrol yang baik terhadap ukuran, bentuk, dan struktur NPP (Farhadi et al., 2014). Di satu sisi, pemodelan sifat plasmonik dari NPP dapat memberikan indikasi berguna untuk sintesis. Sisi yang yang lain, mengkorelasikan sifat plasmonik NPP dengan morfologinya adalah cara yang cepat dan mudah untuk pemantauan sintesis in situ dengan spektroskopi UV-vis (Amendola et al., 2010).

#### 2.6 Metode Kolorimetri Berbasis Nanopartikel Perak

Kolorimetri merupakan metode deteksi analit (sensor) yang bersifat visibel atau tampak dan dapat diamati langsung secara visual. Sensor kolorimetri dapat dirancang menggunakan instrumentasi yang sederhana sehingga deteksi di lapangan secara langsung dapat dilakukan. Salah satu sensor kolorimetri yang banyak dikembangkan adalah sensor kolorimetri berbasis NPP (Nafiah, 2012).

Prinsip metode kolorimetri berbasis NPP adalah proses agregasi NPP yang disebabkan oleh analit yang mengganggu interaksi dipol-ion antara NPP dengan senyawa penstabil NPP. Agregasi ini menyebabkan interaksi bidang menuntun terjadinya pergeseran LSPR (*Localized Surface Plasmon Resonance*) (Gambar 2.3). Ketika teragregasi LPSR akan bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang dan melebar. Oleh karena itu metode kolorimetri dipilih sebagai metode pendeteksi analit seperti molekul kecil DNA, Protein, ion logam toksik serta polutan. (Li dan Bian, 2009).



**Gambar 2.4** Ilustrasi konsep dasar yang melandasi sensor analit dengan material nanoplasmonik (Fratoddi, 2017)

Perkembangan aplikasi dari NPP sebagai komponen fungsional dalam berbagai produk sensor sangat pesat. NPP memiliki serapan dan sebaran cahaya yang efisien, tidak seperti bahan lainnya. Interaksi antara cahaya dan nanopartikel bersifat kuat dikarenakan konduksi elektron pada permukan logam melalui osilasi kolektif ketika tertarik oleh cahaya pada panjang gelombang spesifik. Ukuran serta bentuk nanopartikel juga mempengaruhi warna pada saat terjadi interaksi antara cahaya dengan nanopartikel. Osilasi menghasilkan sifat absorbsi dan penyebaran yang kuat. Salah satu keunikan dari NPP adalah panjang gelombang dari puncak SPR (*surface Plasmon resonance*) dapat diatur dari 400 nm (cahaya ungu) hingga 530 nm (cahaya hijau). Spektrum serapan sinar UV-vis memiliki urgensi dalam menjelaskan terbentuknya nanopartikel perak. Larutan koloid nanopartikel perak memberikan puncak absorpsi pada panjang gelombang di sekitar 400 nm yang menunjukkan puncak serapan permukaan plasmon khas nanopartikel perak (Firdhouse *et al.*, 2015).

Aglomerasi cenderung terjadi dalam proses sintesis nanopartikel sehingga membentuk ukuran besar. Penambahan stabilator pada saat proses sintesis NPP dapat dilakukan untuk mencegah aglomerasi. Stabilator memegang peranan penting ketika nanopartikel akan dikarakterisasi dan diaplikasikan dalam sebuah produk. Modifikasi permukaan NPP dapat berfungsi sebagai lapisan pelindung NPP yang sangat reaktif serta sebagai penstabil nanopartikel yang bersifat agregatif (Nidya *et al.*, 2014).

Metode yang biasa digunakan untuk modifikasi permukaan nanopartikel antara lain okulasi polimer, adsorbsi surfaktan atau ligan, pelekatan molekul biologis seperti DNA, Protein, asam amino atau pemberian lapisan polimer yang kontinu pada nanopartikel (Thomas *et al.*, 2018). Pemberian modifikator yang telah dilakukan dalam peneilitian sebelumnya adalah pemberian Polivinil alkohol (PVA) sebagai pendeteksi ion Cu<sup>2+</sup> dan L-sistein untuk deteksi ion Zn<sup>2+</sup> Hg<sup>2+</sup> (Ismaya *et al.*, 2017).

Handayani *et al.*, (2011) telah melakukan sintesis NPP dengan AgNO<sub>3</sub> sebagai bahan awal yang dilarutkan dalam berbagai macam reduktor yaitu asam askorbat, natrium borohidrida dan trisodium sitrat. Campuran awal tersebut ditambahkan zat stabilisator PVA. Penelitian lain juga menyebutkan penambahan PVA untuk menstabilkan ukuran berhasil dilakukan dan NPP hasil sintesis

menggunakan PVA 1% terdistribusi antara 23 - 86 nm dengan ukuran rata-rata 71,8 nm (Wahyudi *et al.*, 2011).

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi NPP menggunakan Polivinil alkohol sebagai stabilisator untuk mengetahui tingkat kestabilan NPP melalui parameter perubahan panjang gelombang maksimum serta perubahan nilai absorbansi yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada hari ke-1, hari ke-7 dan hari ke-14. Sebagai aplikasi diharapkan dapat mendeteksi ion logam lebih efektif daripada NPP tanpa termodivikasi PVA.

#### **BAB III**

#### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Lokasi dan waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang Juli hingga Oktober 2019.

#### 3.2 Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini ada 3 macam variabel, yaitu variabel bebas, variabel terikat, dan variabel kontrol.

#### 3.2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang akan diteliti pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu volume ekstrak teh hijau, Konsentrasi polivinil alkohol, Konsentrasi analit dari ion logam. Waktu pengukuran nanopartikel menggunakan Spektofotometer UV-Vis hari ke 1, hari ke 4, hari ke 7 dan hari ke 14.

#### 3.2.2 Variabel Terikat

Variabel terikat merupakan variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Pada penelitian ini variabel terikat adalah panjang gelombang maksimum dan nilai absorbansi pada Nanopartikel Ag saat pengukuran dengan Spektrometer UV-Vis, nilai absorbansi pada sensitivitas deteksi ion logam dengan metode kolorimetri.

#### 3.2.3 Variabel Kontrol

Variabel kontrol atau variabel kendali merupakan variabel yang dikendalikan sehingga hubungan variabel bebas terhadap variabel terikat tidak dipengaruhi faktor luar yang tidak diteliti yaitu waktu sonikasi selama 15 menit; konsentrasi dan volume prekusor Larutan AgNO<sub>3</sub>.

#### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Sonikator, *hot-plate*, *magnetic stirrer*, Kertas saring Whatman No.1 dan 4, Spektrofotometer Uv-Vis (Tech Fluorostar Omega BGM Lab), *Particle Size Analizer* (Horiba Scientific nano SZ-100).

#### **3.3.2** Bahan

Bahan yang digunakan di antaranya daun teh yang diambil dari perkebunan teh Medini, Kabupaten Kendal, AgNO<sub>3</sub> p.a (Merck), NaOH p.a (Merck), Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> p.a (Merck), CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O p.a (Merck), 3CdSO<sub>4</sub>.8H<sub>2</sub>O p.a (Merck), MnSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O p.a (Merck), ZnCl p.a (Merck), PVA 5600 p.a (Sigma Aldrich), Metil alkohol teknis , Aquademin teknis (Brataco), Aquadest teknis, logam magnesium teknis, padatan KI (Kalium Iodida) teknis , padatan FeCl<sub>3</sub> (Besi(III) Klorida) teknis, HCl (Asam Klorida) p.a (Merck), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Asam Sulfat) p.a (merck), padatan Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (Bismut(III) Nitrat) teknis, HNO<sub>3</sub> (Asam Nitrat) p.a (Merck), padatan HgCl<sub>2</sub> (Merkuri(II) Klorida) p.a (Merck).

#### 3.4 Cara Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Ekstrak Teh Hijau

Ekstrak daun teh digunakan sebagai agen pereduksi untuk sintesis NPP. Daun teh hijau kering seberat 15 gram ditambahkan ke 1000 ml aquademin. Kemudian direbus dan disaring untuk diambil filtratnya,

#### 3.4.2 Uji fitokimia Ekstrak Teh Hijau

#### 3.4.2.1 Uji Alkaloid

Pengujian dilakukan dengan mengambil masing-masing 2 mL sampel daun teh yang telah diekstraksi ke dalam 2 buah tabung reaksi yang berbeda. Setelah itu masing-masing ekstrak ditambah dengan 5 tetes reagen *dragendroff*. Apabila masing-masing larutan terbentuk endapan jingga maka positif mengandung alkaloid. Selanjutnya utuk pengujian Alkaloid dengan menggunakan

reagen mayer dilakukan dengan cara mengambil masing-masing sebanyak 2 mL sampel daun teh yang telah diekstraksi dengan pelarut air dan etanol ke dalam 2 buah tabung reaksi yang berbeda. Setelah itu masing-masing ekstrak ditambah 3 tetes asam klorida pekat dan 5 tetes reagen Mayer, jika masing-masing larutan terbentuk endapan putih maka sampel positif mengandung alkaloid (Mustikasari dan Ariyani, 2010).

#### 3.4.2.2 Uji Flavonoid

Pengujian dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 2 mL sampel daun teh yang telah diekstrak, kemudian dipanaskan kurang lebih 5 menit. Setelah dipanaskan, ditambahkan dengan 0,1 gram logam Mg dan 5 tetes HCl pekat. Apabila larutan terbentuk warna kuning jingga sampai merah, maka positif mengandung flavonoid (Mustikasari dan Ariyani, 2010).

#### 3.4.2.3 Uji Terpenoid

Pengujian dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 2 ml sampel daun teh yang telah diekstraksi. Setelah itu ekstrak ditambahkan dengan 3 tetes HCl pekat dan 1 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Jika larutan terbentuk warna merah atau ungu maka positif mengandung terpenoid (Septianingsih, 2013).

#### 3.4.2.4 Uji Steroid

Pengujian dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 2 ml sampel daun teh yang telah diekstraksi. Setelah itu ekstrak ditambahkan dengan 3 tetes HCl pekat dan 1 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Apabila larutan terbentuk warna hijau maka positif mengandung steroid (Septianingsih, 2013).

#### 3.4.2.5 Uji Tanin

Pengujian dilakukan dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 2 mL sampel daun teh yang telah diekstraksi, kemudian dipanaskan kurang lebih 5 menit. Setelah dipanaskan, ditambahkan beberapa tetes FeCl<sub>3</sub> 1%. Jika larutan terbentuk warna coklat kehijauan atau biru kehitaman maka positif mengandung tanin (Marlinda *et al.*, 2012).

#### 3.4.3 Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi PVA

#### 3.4.3.1 Preparasi Nanopartikel Perak

#### A. Pembuatan Larutan Induk AgNO<sub>3</sub> 1mM

Larutan AgNO<sub>3</sub> 1mM dibuat dengan melarutkan 0,085 gram serbuk AgNO<sub>3</sub> dalam 500 mL akuademin, diaduk sampai homogen. larutan dapat langsung digunakan atau disimpan pada suhu 6-8 derajat celcius.

#### B. Pembuatan Larutan PVA 1%, 2%, 3%

Larutan stok PVA dibuat dengan menimbang 1,00 gram, 3,00 gram, 5,00 gram PVA dan masing-masing dilarutkan dengan aquademin sampai 100 ml, selanjutnya larutan PVA dipanaskan hingga terlarut sempurna. Setelah mencapai suhu ruang larutan PVA siap untuk digunakan dalam proses modifikasi nanopartikel.

#### 3.4.3.2 Sintesis Nanopartikel Perak

Ekstrak teh hijau dicampurkan dengan Larutan AgNO<sub>3</sub> 1x10<sup>-3</sup>M dengan variasi perbandingan AgNO<sub>3</sub>: ekstrak teh hijau (v/v) *5:10*(A), 3:10 (B), 1:10 (C), 0,75:10 (D), 0,5:10 (E) dan 0,3:10 (F). Campuran diambil 10 ml kemudian disonikasi selama 15 menit setelah itu diaduk menggunakan magnetig stirrer dan diletakan diatas *hot plate* dengan suhu 50-60°C serta ditambahkan PVA (1%, 3%, dan 5%) 2 ml tetes demi tetes sampai didapat warna kuning kecoklatan. Koloid nanopartikel perak yang terbentuk diamati dan diukur sampai hari ke-14 setelah sintesis dengan spektrofotometer UV-Vis.

#### 3.4.4 Karakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis

Nanopartikel perak dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 250-700 nm. Pengukuran dilakukan pada hari ke 1, hari ke 7 dan hari ke 14. Rentang waktu tersebut dipilih untuk mengetahui kestabilan NPP berdasarkan perubahan panjang gelombang maksimum dan perubahan nilai absorbansi hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

#### 3.4.5 Karakterisasi Dengan Particle Size analizer (PSA)

NPP dipilih berdasarkan nilai absorbansi dan melalui validasi terhadap panjang gelombang maksimumnya pada saat pengukuran Spektrofotometer UV-Vis. Apabila masuk dalam rentang 400-500 maka NPP dikarakterisasi menggunakan PSA (Particle Size analyzer) untuk memperoleh ukuran partikel. Hasil pengukuran PSA menjadi dasar dipilihnya sampel NPP untuk diaplikasikan ke dalam uji kalorimetri ion logam.

#### 3.4.6 Tabel Pengukuran Nanopartikel Perak

**Tabel.3.1** kode sampel sintesis NPP

Ratio volume (ml)		Konsentrasi PVA	
Ekstrak : AgNO <sub>3</sub>	1%	3%	5%
5:10	A1	A3	A5
3:10	B1	В3	B5
1:10	C1	C3	C5
0,75:10	D1	D3	D5
0,5:10	E1	E3	E5
0,3:10	F1	F3	F5

#### 3.4.7 Analisis Kolorimetri

#### 3.4.7.1 Preparasi Pembuatan larutan Induk Logam 1000 ppm

#### A. Larutan induk Kadmium (Cd)

Larutan induk Kadmium dibuat dengan menimbang  $3\text{CdSO}_4.8\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,2296 gram, lalu dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan akuademin.

#### B. Larutan Induk Tembaga (Cu)

Larutan induk tembaga dibuat dengan menimbang CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O sebanyak 0,2705 gram, lalu dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan akuademin.

#### C. Larutan Induk Timbal (Pb)

Larutan induk Timbal dibuat dengan menimbang Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebanyak 0,1603 gram), lalu dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan akuademin.

#### D. Larutan Induk Mangan (Mn)

Larutan induk Mangan dibuat dengan menimbang  $MnSO_4.H_2O$  sebanyak 0,1603 gram, lalu dilarutkan dalam labu ukur 100,0 ml dengan akuademin.

#### E. Larutan Induk Seng (Zn)

Larutan induk Seng dibuat dengan menimbang ZnCl sebanyak 0,1603 gram, lalu dilarutkan dalam labu ukur 100,0 ml dengan akuademin.

#### 3.4.7.2 Analisis Kolometri dengan Nanopartikel Perak

Setiap larutan analit yang mengandung ion Cd<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, dan Zn<sup>2+</sup> sebanyak 1 mL dengan konsentrasi 1000 ppm ditambahkan 2 mL nanopartikel perak. Perubahan warna larutan yang terjadi diamati secara visual serta waktu dicatat setiap perubahan warna yang terjadi. Larutan Analit yang mengalami perubahan warna secara visual dianalisis lebih lanjut dengan mebuat larutan analit dengan variasi Konsentrasi 0,1; 1; 10; 100; 500; ppm. Selanjutnya dikarakterisasi dengan Spektofotometer Uv-Vis dikisaran 300-600 nm.

#### 3.4.7.3 Uji Selektivitas NPP

Analisis selektifitas analit Cu<sup>2+</sup> dilakukan dengan cara mengukur absorbansi campuran dua ion logam antara logam yang mengalami perubahan warna pada analisis Sub-bab 3.4.7.2 dengan salah satu ion logam yang lain. Dua ion logam dicampurkan masing-masing dibuat dengan konsentrasi 10 ppm. Berikutnya uji selektivitas dilakukan dengan mereaksikan sampel NPP yang terpilih sebanyak 2 mL dengan konsentrasi 1000 ppm dengan analit yang

mengandung dua ion logam sebanyak 1 mL. Spektofotometer Uv-Vis dikisaran 300-600 nm

#### 3.4.7.4 Uji Sensitivitas dan linearitas Analit yang terpilih

Uji ini dilakukan dengan tujuan untuk mencari nilai LoQ dan LoD, uji sensitivitas dan linearitas dilakukan dengan cara mereaksikan NPP terpilih sebanyak 2 mL kemudian dicampur dengan analit terpilih sebanyak 1 mL dengan konsentrasi kecil yaitu 0,2 ppm, 0,4 ppm, 0,6 ppm, 0,8 ppm, 1 ppm dan 1,2 ppm. Spektofotometer Uv-Vis dikisaran 300-600 nm dan dibuat grafik  $\Delta$  Absorbasi. Perhitungan LoQ dan LoD dilakukan dengan mencari nilai Absorbansi, Yi, Y-Yi, dan  $(Y-Yi)^2$ .

Perhitungan LoD dan LoQ dilakukan dengan mencari nilai dari simpangan baku terlebih dahulu.

Sb = 
$$\sqrt{\frac{\sum (y-yi)^2}{(n-2)}}$$
 (persamaan 1)

Keterangan Sb: simpangan baku, y-yi =  $\Delta$ abs – nilai yi, n = jumlah konsentrasi analit yang diuji.

Setelah simpangan baku didapat, kemudian dicari nilai LoD menggunakan persamaan 2 dan nilai LoQ dengan persamaan 3.

$$LoD = \frac{3SB}{Slope} (persamaan 2)$$

$$LoQ = \frac{10SB}{Slope}$$
 (persamaan 3)

(Suhartati, 2017)

#### **BAB IV**

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Kandungan Metabolit Sekunder Dalam Ekstrak Teh

Pemeriksaan awal dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak teh yang akan digunakan sebagai agen reduktor pada proses biosintesis NPP. Ekstrak teh yang dihasilkan merupakan ekstrak yang berasal dari daun teh yang diambil dari perkebunan teh Medini, Kecamatan Gonoharjo, Kabupaten Kendal. Teh ini merupakan klon CHIN 143, termasuk dalam spesies *Camelliaceace sinensis* dan merupakan varietas assamica. Teh ini memiliki ciri berdaun lebar, merupakan klon dengan daya produksi jumlah daun dengan intesitas sedang, dapat tumbuh di beberapa tempat dan memiliki kualitas petikan teh yang halus, mudah distek dan tahan terhadap penyakit cacar (Astutiningsih *et al.*, 2014). Hasil pemeriksaan disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pemerikasaan senyawa metabolit sekunder

No	Uji	Hasil uji	Keterangan
1	Uji Alkaloid	Postif (+)	mengandung senyawa alkaloid karena terdapat endapan jingga.
2	Uji Flavonoid	Positif (+)	Positif mengandung senyawa flavonoid karena warna larutan berubah menjadi jingga
3	Uji Terpenoid	Negatif (-)	Tidak mengandung senyawa terpenoid karena tidak terbentuk endapan merah atau endapan ungu
4	Uji Steroid	Positif (+)	mengandung senyawa steroid karena warna koloid berubah menjadi hijau
5	Uji Tanin	Positif (+)	Positif mengandung senyawa tanin karena warna larutan berubah menjai hijau kecoklatan.

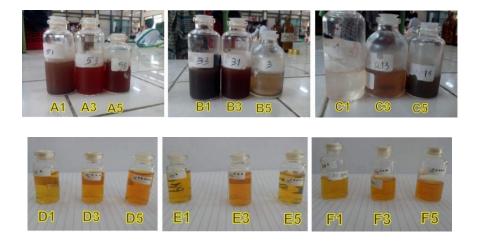
Berdasarkan Tabel 4.1, hasil uji metabolit sekunder menunjukan daun teh yang digunakan mengandung senyawa kelompok alkaloid, flavonoid, steroid dan tanin. Martono (2016) telah melakukan skrining fitokimia terhadap jenis klon

CHIN 143 dan didapatkan hasil yang positif terhadap alkaloid, saponin, tanin, fenolik, flavonoid, steroid dan glikosida, namun menunjukan hasil negatif terhadap terpenoid. Hasil tersebut sesuai dengan uji fitokimia pada penelitian ini dimana dari lima uji yang dilakukan, hasil negatif ditunjukan oleh uji terpenoid.

Menurut Kumar dan Palanichamy (2014), fitokimia utama yang terlibat dalam reduksi Ag<sup>+</sup> menjadi Ag<sup>0</sup> adalah terpenoid, flavon, keton, aldehida, amida, dan asam karboksilat. Dengan demikian, ekstrak teh hijau yang digunakan dalam penelitian ini memiliki potensi sebagai bioreduktor pada sintesis nanopartikel perak (NPP).

#### 4.2 Proses Pembuatan Nanopartikel Perak

Penelitian ini diawali dengan penentuan perbandingan volume ekstrak teh dan larutan prekusor AgNO<sub>3</sub> 1 mM dalam sintesis NPP. Penentuan dilakukan dengan sintesis NPP menggunakan perbandingan volume Ekstrak teh:AgNO<sub>3</sub> 5:10 (A), 3:10 (B), dan 1:10 (C) 0,75:10 (D), 0,5:10 (E), 0,3:10 dan (F) (Gambar 4.2.1).

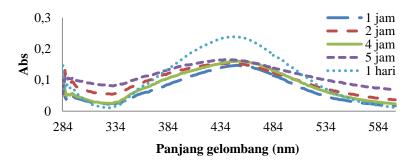


**Gambar 4.2.1** Sampel koloid nanopartikel dengan perbandingan AgNO<sub>3</sub>:Ekstrak teh (v/v) 5:10 (A), 3:10 (B), 1:10 (C) 0,75:10 (D), 0,5:10 (E), 0,3:10 (F)

Masing-masing variasi perbandingan, A, B, C, D, F, G ditambah dengan PVA dengan tiga variasi konsentrasi, yaitu 1%, 3%, dan 5%. angka di belakang huruf A, B, C, D, E, dan F menunjukkan konsentrassi PVA yang digunakan.

Pembuatan nanopartikel perak secara biosintesis dengan menggunakan ekstrak teh dilakukan dengan cara mencampurkan ekstrak teh dan larutan AgNO<sub>3</sub> 1 mM ditambahkan PVA tetes demi tetes. Semua sampel diukur absorbansinya untuk mengetahui nilai absorbansi dan letak panjang gelombang maksimalnya. Rentang panjang gelombang maksimal NPP yaitu 400-500 nm (Shittu dan Ihebunna, 2017).

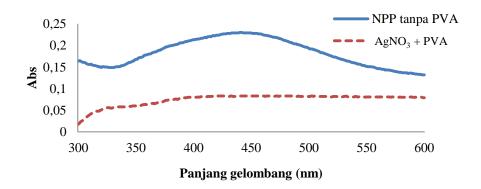
Terbentuknya NPP ditandai dengan perubahan warna campuran dari jernih menjadi kuning kecoklatan. Selain perubahan warna, hasil spektrum UV-Vis juga menjadi salah satu data yang digunakan untuk mengetahui terbentuknya NPP. Spektra UV-Vis selama pembentukan NPP ditunjukan pada Gambar 4.2.2. Spektra tersebut menunjukan kenaikan absorbansi tiap waktu setelah sintesis dan karakteristik puncak yang terbentuk semakin lama semakin runcing. Ini menandakan bahwa kuantitas NPP tiap waktu makin bertambah dan semakin homogen, karena nilai absorbansi berbanding lurus kuantitas NPP sedangkan semakin kecil lebar puncak maka NPP semakin homogen. Hasil spektra menunjukan kolerasi antara waktu dengan nilai absorbansi maksimum yaitu semakin bertambahnya waktu maka terjadi kenaikan pada nilai absorbansi maksimum. Hal tersebut disebabkan oleh proses reduksi AgNO<sub>3</sub> menjadi NPP masih berjalan seiring berjalannya waktu sehingga jumlah NPP juga makin bertambah.



**Gambar 4.2.2** Puncak serapan UV-Vis pada proses sintesis menggunakan larutan AgNO<sub>3</sub> 1 mM dan ekstrak teh hijau dengan perbandingan 1:10

Berdasarkan Gambar 4.2.2 spektra NPP satu hari menunjukan puncak absorbansi lebih runcing serta lebar puncaknya lebih kecil daripada NPP berumur 1 jam sampai 5 jam. Pertumbuhan puncak NPP yang berumur satu hari terlihat signifikan dari segi distribusi ukuran partikel. Pertumbuhan tersebut menunjukan bahwa dalam rentang satu hari NPP yang terbentuk distribusi partikelnya semakin homogen dan ukuran NPP yang terbentu semakin kecil.

Sebagai pembanding, data UV-Vis hasil pencampuran AgNO<sub>3</sub> dengan PVA dan AgNO<sub>3</sub> dengan ekstrak teh juga disajikan (Gambar 4.2.3). Pencampuran ekstrak teh dengan AgNO<sub>3</sub> menghasilkan puncak absorbansi pada panjang gelombang 432 nm, sedangkan pada pencampuran AgNO<sub>3</sub> dengan PVA tanpa ekstrak teh tidak menunjukan puncak absorbansi. Hasil ini menunjukan bahwa NPP telah terbentuk pada pencampuran AgNO<sub>3</sub> dengan ekstrak teh yang didasarkan pada puncak serapan yang berada daerah nanopartikel, sedangkan pencampuran AgNO<sub>3</sub> dengan PVA tidak terdeteksi adanya NPP. Hal ini menunjukan bahwa pengaruh ekstrak teh dalam sintesis nanopartikel lebih dominan daripada PVA, meskipun PVA juga memiliki kemampuan sebagai agen pereduksi.



**Gambar 4.2.3** Spektra UV-Vis untuk sampel hasil pencampuran AgNO<sub>3</sub> + PVA dan AgNO<sub>3</sub> + ekstrak teh.

Bakir (2011) telah melakukan sintesis NPP menggunakan ekstrak daun bisbul tanpa menggunakan agen pestabil dan didapakan hasil NPP dengan serapan 411-418 nm. Hal ini memberikan gambaran jika nanopartikel dapat dibuat menggunakan agen reduktor berupa ekstrak tumbuhan meskipun hasil yang

didapatkan adalah umur NPP yang lebih singkat dibanding NPP dengan penstabil seperti PVA.

Mekanisme pembentukan Naopartikel juga dipelajari berdasarkan data penelitian yang sudah ada. Diketahui bahwa senyawa katekin merupakan senyawa yang paling banyak terkandung di dalam ekstrak teh hijau, merupakan senyawa dari golongan flavonoid. Atas dasar yang demikian diduga katekin merupakan senyawa yang bertanggung jawab terhadap proses reduksi Ag<sup>+</sup> menjadi Ag<sup>0</sup> pada Gambar 4.2.4 merupakan dugaan mekanisme pembentukan NPP.

**Gambar 4.2.4** Dugaan mekanisme reaksi AgNO<sub>3</sub> dengan katekin yang terkandung dalam ekstrak teh

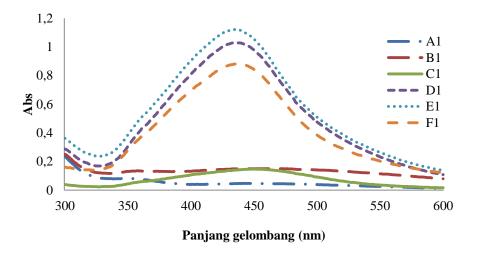
Gambar 4.2.4 menerangkan bahwa proses reduksi Ag<sup>+</sup> terjadi karena gugus aktif yang terkandung di dalam senyawa katekin. Gugus tersebut adalah gugus OH yang berinteraksi dengan ion Ag<sup>+</sup> membentuk kompleks intermediet dimana Ag<sup>+</sup> akan mengisi ruang atom O yang ditinggalkan oleh atom hidrogen. Kompleks intermediet ini yang menjadi letak awal proses reduksi dimulai. Ag yang semula tergabung di dalam kompleks intermediet akan terlepas membentuk Ag<sup>0</sup> karena kencenderungan katekin membentuk ikatan rangkap pada gugus O.

Setelah didapatkan Ag dengan keadaan yang tereduksi menjadi Ag<sup>0</sup>. Proses pembentukan NPP baru dimulai, memanfaatkan sifat Ag<sup>0</sup> yang memiliki kecenderungan untuk beragregasi maka sintesis pun ditunggu sampai NPP memiliki karakteristik warna yang menunjukan jika NPP telah terbentuk. Warna yang dimaksud adalah warna kuning, warna ini menunjukan jika agregat yang terbentuk telah memenuhi syarat dari NPP.

Proses berikutnya adalah penambahan PVA, penambahan ini bertujuan untuk menstabilkan NPP dengan cara melingkupi permukaan NPP yang telah terbentuk untuk mencegah agregasi berlanjut dari NPP. PVA ditambahkan pada saat sintesis telah menunjukan warna NPP hal ini disebabkan karena NPP yang ditambahkan diawal sintesis justru akan menghalangi proses reduksi yang Ag<sup>+</sup> oleh ekstrak teh hijau.

#### 4.3 Pengaruh Ekstrak Teh

Pengaruh ekstrak teh terhadap NPP hasil sintesis dapat diketahui dengan membandingkan data puncak serapan pada panjang gelombang maksimum dari beberapa NPP dengan berbagai variasi ekstrak. Data spektra UV-Vis dari sampel A1, B1, C1, D1, E1 dan F1 ditunjukkan pada Gambar 4.3.1.



Gambar 4.3.1 Absorbansi sampel A1, B1, C1, D1, E1 dan F1

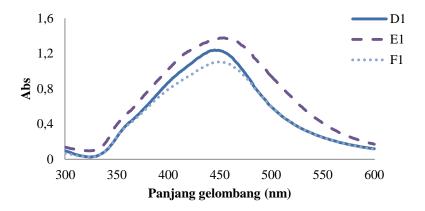
Gambar 4.3.1 menunjukan variasi 5:10 (A) dan 3:10 (B) tidak terlihat puncak absorbansi pada rentang panjang gelombang 400 – 500 nm sehingga dapat dikatakan NPP tidak terdeteksi. Variasi 1:10 (C) telah terlihat puncak serapan pada daerah 400-500 nm namun kuantitasnya jauh lebih kecil daripada puncak serapan yang ditunjukan oleh variasi 0,75:10 (D), 0,5:10 (E) dan 0,3:10 (F). Apriandanu et al.,(2013) mengofirmasi bahwa NPP yang ideal memiliki puncak serapan pada rentang panjang gelombang 400-420 nm, sedangkan data yang

didapat dalam penelitian ini menunjukan pada rentang 430-440 nm. Hal ini diduga karena adanya Efek batokromik yang disebabkan oleh adanya substituen/auksokrom tertentu pada kromofor yang terkandung dalam senyawa metabolit sekunder pada ekstrak teh.

Berdasarkan Gambar 4.3.1 analisis pengaruh ekstrak teh kemudian dilanjutkan pada variasi volume ekstrak teh:AgNO<sub>3</sub> (v/v) 0,75:10 (D), 0,5:10(E), dan 0,3:10(F) pada kelompok penambahan PVA yang lain yaitu pada penmabahan PVA 1%, 3% dan 5%.

#### 4.3.1 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 1%

Analisis dilakukan pada data spektra UV-Vis, data yang dianalisis pertama adalah spektra pengaruh ekstrak pada penambahan PVA 1% (Gambar 4.3.2)



**Gambar 4.3.2** Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 1%

Berdasarkan Gambar 4.3.2 terlihat pengaruh ekstrak teh pada pembentukan NPP. Semua sampel sudah menunjukan puncak serapan pada panjang gelombang maksimum di rentang 440-460 nm, ini berarti telah terbentuk NPP. E1 adalah sampel yang memperlihatkan puncak serapan yang paling tinggi yaitu sebesar 1,1379 dengan panjang gelombang maksimum 454 nm, serta lebar puncak paling besar dibandingkan sampel D1 dan F1. Sampel D1 memiliki nilai

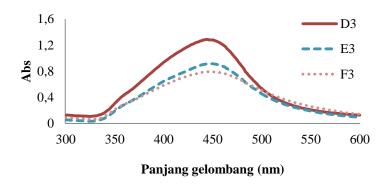
absorbansi sebesar 1,241 dengan panjang gelombang maksimum 445 nm, Sampel F1 memiliki nilai absorbansi 1,106 dan panjang gelombang maksimum 451 nm.

Penambahan PVA 1% efektif pada variasi 20:1 dan 30:1 dalam hal banyaknya jumlah NPP yang terbentuk, hal ini diketahui dari nilai absorbasi yang diperoleh. Jumlah NPP yang terbentuk berbanding lurus dengan nilai absorbansi. Dalam segi ukuran NPP sampel D1 memiliki ukuran yang lebih kecil dibanding dengan sampel E1 maupun F1. Hal ini terlihat dari serapan yang terletak pada panjang gelombang yang lebih rendah daripada E1 dan F1, karena semakin rendah panjang gelombang maksimal maka ukuran juga semakin kecil. Sampel D1 juga menunjukan distribusi ukuran yang lebih homogen karena memiliki lebar puncak yang paling kecil.

Seperti yang dijelaskan oleh Ahmet (2015), puncak serapan NPP dapat menggambarkan jumlah NPP serta ukuran yang terbentuk. Nilai panjang gelombang maksimum menunjukan ukuran NPP dimana semakin besar nilai panjang gelombang maka ukuran NPP juga semakin besar. Lebar puncak serapan menandakan distribusi NPP yang terbentuk, semakin besar lebar puncak serapan maka distribusi ukuran NPP semakin beragam.

#### 4.3.2 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 3%

Pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 3% dianalisis melalui spektra UV-Vis. Hal ini dilakukan untuk mengetahui puncak absorbansi dan lebar puncak yang dapat mengkonfirmasi kuantitas serta ukuran NPP (Gambar 4.3.3).



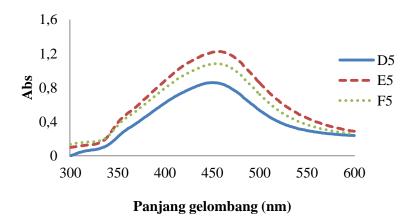
**Gambar 4.3.3** Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 3%

Berdasarkan hasil spektra UV-Vis terlihat pengaruh ekstrak pada pembentukan NPP. Semua sampel sudah menunjukan absorbansi pada panjang gelombang maksimum di rentang 440-460 nm, berarti semua sampel telah terbentuk NPP. Sampel D3 memiliki puncak serapan tertinggi yaitu sebesar 1,286 dengan panjang gelombang maksimum 444 nm. Nilai absorbansi tersebut menunjukan jika jumlah NPP yang terbentuk paling banyak dibanding sampel E3 dan F3 karena jumlah NPP yang terbentuk berbanding lurus dengan nilai absorbansi.

Sampel D3 juga memiliki puncak serapan dengan panjang gelombang maksimum terrendah dibanding dengan sampel E3 dan F3 sehingga dapat dikatakan jika NPP yang terbentuk memiliki ukuran terkecil. Dalam segi lebar puncak, sampel D3 memiliki lebar puncak paling besar, hal ini menunjukan bahwa sampel D3 memiliki distribusi ukuran partikel yang paling heterogen dibanding sampel F3 dan E3. Tentunya D3 kurang bagus karena NPP ideal yang diharapkan memiliki puncak serapan tertinggi dengan panjang gelombang maksimum terrendah dan lebar puncaknya paling kecil.

#### 4.3.3 Pengaruh Ekstrak Teh pada Penambahan PVA 5%

Analis selanjutnya dilakukan terhadap pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 5% (Gambar 4.3.4).

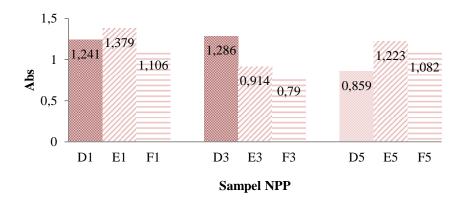


**Gambar 4.3.4** Spektra UV-Vis yang menunjukkan pengaruh ekstrak teh pada penambahan PVA 5%

Berdasarkan hasil spektra UV-Vis (Gambar 4.3.4) terlihat pengaruh ekstrak pada pembentukan NPP. Data menunjukan jika semua sampel sudah

menunjukan puncak serapan absorbansi pada panjang gelombang maksimum di rentang 445-460 nm, sehingga semua sampel telah menunjukan terbentuknya NPP. E5 adalah sampel yang memperlihatkan nilai absorbansi maksimum paling tinggi, yaitu sebesar 1,223 dengan panjang gelombang paling kecil yaitu 457 nm dan memiliki lebar puncak paling besar di antara sampel D5 dan F5. Sampel D5 memiliki nilai absorbansi sebesar 0,859 dengan panjang gelombang maksimum paling kecil yaitu 450 nm. Sampel E5 memiliki nilai absorbansi 1,082 pada panjang gelombang 455 nm.

Sintesis NPP dengan PVA 5% lebih efektif pada perbandingan ekstrak dengan AgNO3 0,5:10 (E5) dari segi banyaknya jumlah NPP yang terbentuk, karena memiliki nilai absorbansi yang paling besar. Dalam segi ukuran distribusi sampel D5 lebih baik karena puncak serapan berada di daerah 450 nm atau lebih kecil dibanding E5 dan F5 serta memiliki lebar puncak yang paling kecil. Hasil analisis terhadap pengaruh ekstrak teh dalam sintesis NPP dirangkum pada Gambar 4.3.5.



**Gambar 4.3.5** Diagram nilai absorbansi maksimum berdasarkan variasi perbandingan ekstrak teh dengan larutan AgNO<sub>3</sub>

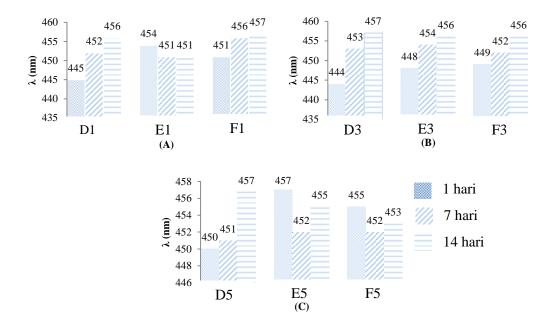
Data pada penambahan PVA 3% (Gambar 4.3.5) cukup linear untuk menggambarkan pengaruh ekstrak teh dalam sintesis NPP. Data tersebut menjelaskan semakin tinggi komposisi ekstrak maka nilai absorbansi yang dihasilkan semakin tinggi. Hal tersebut dapat terjadi karena semakin banyak ekstrak teh yang direaksikan maka proses reduksi akan semakin meningkat dan

menyeabkan NPP yang terentuk semakin banyak. Faktor PVA juga mempengaruhi kinerja dari ekstrak teh ketika mereduksi NPP. PVA 3% merupakan PVA dengan konsentrasi optimum diantara PVA 1% dan 5% sehingga fungsi PVA leih optimum dalam hal melingkupi NPP yang telah terbentuk dan tidak mengganggu jalannya proses reduksi AgNO<sub>3</sub> oleh ekstra teh.

Berbeda dengan penambahan PVA 1%, konsentrasi PVA yang kecil menyebabkan NPP tidak terlingkupi secara optimum. Hal ini menyebabkan NPP mudah teraglomerasi oleh sisa ekstrak yang tidak terlibat dalam proses reduksi AgNO<sub>3</sub>. Sisa ekstrak teh menyebabkan NPP beraglomerasi, hal tersebut terlihat pada volume ekstrak yang besar seperti sampel D1 (0,75:10) memiliki nilai absorbansi yang lebih kecil dibanding E1 karena sisa ekstrak pada sampel D1 lebih banyak daripada E1.

Penambahan PVA diatas kondisi optimum seperti PVA 5% juga menghambat jalannya reduksi. Hal ini menyebabkan NPP dengan volume ekstrak yang tinggi seperti sampel D5 (0,75:10) mengakibatkan beberapa bagian ekstrak teh yang tidak terlibat dalam proses reduksi karena terhalang oleh PVA yang berlebih. Ekstrak teh yang tidak terlibat dalam proses reduksi menjadi faktor NPP cepat beraglomerasi dan menyebabkan puncak absorbansi relatif kecil dibanding E5 dan F5.

Apriandanu *et al.* (2013) telah melakukan sintesis NPP menggunakan variasi PVA 1%, 2%, 3% dan 5% memperoleh hasil bahwa PVA 3% merupakan konsentrasi optimum PVA yang dapat menjaga kestabilan NPP. Data pada kelompok penambahan PVA 1% dan 5% (Gambar 4.3.7) tidak linear sehingga tidak dapat ditarik kesimpulan mengenai pengaruh PVA. Hal ini dapat terjadi karena PVA 1% dan 5% memiliki kinerja yang kurang optimum dalam mestabilkan pembentukan NPP sehingga reduksi AgNO<sub>3</sub> oleh ekstrak teh tidak berlangsung optimum. Pengaruh ekstrak juga dianalisis kestabilannya melalui pergeseran puncak serapan yang terjadi selama rentang waktu tertentu (Gambar 4.3.6).



**Gambar 4.3.6.** Diagram panjang gelombang maksimum berdasarkan variasi perbandingan ekstrak teh dengan larutan AgNO3 dan umur NPP, A. Kelompok PVA 1%, B. Kelompok PVA 3%, C. Kelompok PVA 5%

Gambar 4.3.6 merupakan diagram yang menyajikan perubahan daerah panjang gelombang NPP tiap penambahan waktu penyimpanan. Diagram ini dimaksudkan untuk mengetahui seberapa besar perubahan panjang gelombang yang terjadi yang kemudian dapat dijadikan acuan dalam menentukan gejala yang terjadi pada rentang waktu penyimpanan.

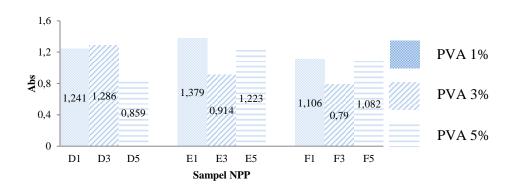
Analisis pergeseran panjang gelombang menjadi salah satu dasar yang digunakan untuk menentukan pengaruh ekstrak teh dan menentukan konsentrasi yang ideal dalam sintesis NPP. Berdasarkan Gambar 4.3.6 terdapat lima sampel yaitu D1,D3, E3, F1 dan F3 memiliki linearitas yang menunjukan pertambahan panjang gelombang tiap penambahan usia NPP. Hal ini dapat terjadi karena NPP mengalami aglomerasi, yaitu partikel-partikel nano saling menempel sehingga membentuk bulk (kelompok partikel) yang mengakibatkan ukuran semakin besar dan menjadi penyebab pergeseran puncak serapan (Charlena *et al.*, 2017).

Kemudian di sampel E5 dan F5 terjadi pergeseran panjang gelombang kearah yang lebih kecil pada usia 4 hari. Hal ini menandakan bahwa pada rentang usia tersebut masih terjadi interaksi di dalam sistem NPP. faktor yang mengakibatkan gejala tersebut dimungkinkan karena adanya interaksi antara senywa metabolit sekunder selain katekin yang berperan mengganggu interaksi ion-dipol antar PVA dengan agregat Ag<sup>0</sup> yang mengakibatkan rekontruksi dari agregat Ag<sup>0</sup>. Oleh sebab itu dimungkinkan NPP mengalami perubahan ukuran menjadi lebih kecil.

Analisis pengaruh PVA dalam Sintesis NPP juga perlu dilakukan untuk mendapatkan kesimpulan lebih presisi untuk menentukan variasi ekstrak teh serta penambahan PVA yang paling ideal dalam penelitian ini.

#### 4.4. Pengaruh Konsentrasi PVA

NPP dianalisis lebih lanjut dengan mengamati serapan dan daerah serapan tiap NPP berdasarkan pengaruh konsentrasi PVA (Gambar 4.4.1). Hal ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik penambahan PVA dalam sintesis NPP, apakah tiap penambahan konsentrasi PVA yang semakin tinggi akan berbanding lurus terhadap puncak serapan atau berbanding terbalik sehingga dapat ditentukan konsentrasi PVA yang ideal dalam sintesis ini. Perbandingan pengaruh PVA disajikan dalam Gambar 4.4.1 untuk melihat lebih jelas pengaruh PVA terhadap nilai absorbansi maksimum.



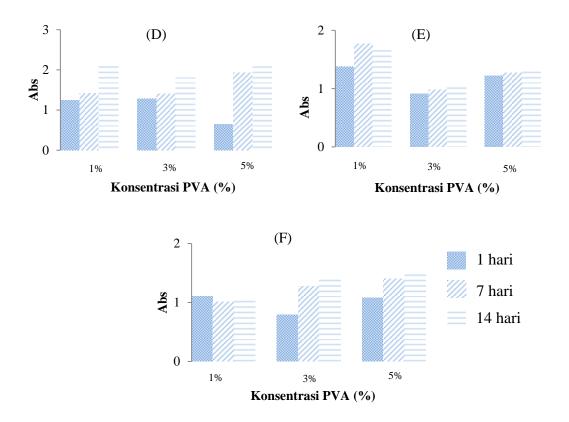
**Gambar 4.4.1** Kurva nilai absorbansi maksimum sampel NPP pada konsentrasi PVA yang berbeda

Gambar 4.4.1 menggambarkan pengaruh konsentrasi PVA pada NPP kelompok D (0,75:10), nilai absoransi yang tertinggi terlihat pada penambahan

PVA 3% dan nilai absorbansi terkecil terlihat pada penambahan PVA 5%. NPP dengan penambahan PVA 1% memiliki nilai absorbansi yang lebih kecil dibanding dengan penambahan PVA 3% dikarenakan konsentrasi PVA 1% merupakan PVA dengan konsentrasi yang kecil sehingga kinerjanya dalam melingkupi NPP kurang optimum. Oleh karena itu NPP cenderung lebih mudah teraglomerasi dan mengakibatkan penurunan nilai absorbansi. Hal terseut berbeda pada penambahan PVA 5% dimana PVA dengan konsentrasi yang besar justru dapat menganggu proses jalannya reduksi AgNO<sub>3</sub> oleh ekstrak teh dengan cara mengahalangi beberapa bagian ekstrak teh (Shrivas et al., 2019). Oleh karena itu hanya sebagian ekstrak teh yang melakukan reduksi terhadap AgNO<sub>3</sub>, hal tersebut berdampak terhadap kuantitas NPP yang dihasilkan dan nilai absorbansi yang terlihat juga paling kecil dibanding dengan penambahan PVA 1% maupun 3%.

NPP dalam kelompok E (0,5:10) dan kelompok F (0,3:10) menggambarkan bahwa penambahan PVA 1% memiliki nilai absorbansi yang paling tinggi kemudian diikuti oleh penambahan PVA 3%. Hal tersebut dapat terjadi karena hambatan yang menghalangi kinerja reduksi ekstra teh relatif tidak terhalang oleh konsentrasi PVA karena PVA yang ditambahkan adalah 1%. Berbeda dengan penambahan PVA 3% yang memiliki hambatan yang lebih besar, sehingga mempengaruhi kuantitas NPP yang dihasilkan lebih sedikit daripada penambahan PVA 1%. Penambahan PVA 5% justru menunjukan nilai absorbansi yang lebih besar daripada PVA 3%. Hal tersebut diduga karena PVA yang berlebih seperti 5% mengakibatkan proses reduksi kembali terjadi namun dengan PVA yang menjadi agen reduktor (Apriandanu *et al.*, 2013).

Berdasarkan data yang telah didapatkan, baik data pengaruh PVA, pengaruh ekstrak dan visual dari koloid NPP, pengukuran nilai absorbansi dengan menggunakan variasi umur dari NPP masih perlu dilakukan (Gambar 4.4.2).



**Gambar 4.4.2** Diagram perubahan nilai absorbansi maksimum NPP terhadap umur atau waktu penyimpanan pada rasio Ekstrak teh:AgNO<sub>3</sub> (v/v), (D) 0,75:10, (E) 0,5:10, (F) 0,3:10

Analisis pengukuran absorbansi berdasarkan Umur NPP memiliki tujuan untuk mengetahui kestabilan tiap NPP sehingga dapat dijadikan dasar yang kuat untuk menentukan perbandingan ekstrak teh dan penambahan PVA yang paling ideal dalam penelitian ini. Berdasarkan data kestabilan umur NPP, semua NPP dengan penambahan PVA 3% dan 5% menunjukan terjadinya kenaikan nilai absorbansi tiap penambahan waktu penyimpanan. Hal tersebut dapat terjadi karena kemungkinan proses reduksi masih berjalan, dapat diduga reduksi dilakukan oleh PVA ataupun oleh sisa ektrak belum terlibat dalam proses reduksi. Hal tersebut sama dengan yang didapatkan oleh Hasan, (2012), dalam penelitiannya juga mendapatkan hasil bahwa masih terjadi kenaikan absorbansi pada NPP hingga pekan ketiga. Sementara itu pada NPP dengan penambahan PVA 1% data yang diperoleh fluktuatif. Hal ini menjadi dasar bahwa NPP dengan

PVA 1% kestabilannya relatif kurang apabila dibanding PVA 3% dan 5%. Antara kelompok NPP dengan PVA 3% dan 5%, kelompok PVA 3% menunjukan kenaikan nilai absorbansi yang relatif kecil dibanding dengan PVA 5% pada tiaptiap sampel. Atas alasan tersebut maka secara umum PVA 3% adalah PVA paling optimum untuk digunakan dalam sintesis NPP.

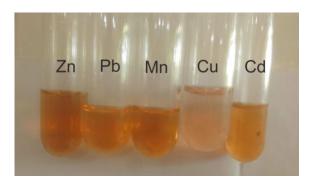
Berdasarkan indikator pergeseran panjang gelombang & lebar puncak, maka sampel E3 yaitu NPP dengan perbandingan AgNO<sub>3</sub> dan ekstrak 0,5:10 (v/v) dan penambahan PVA 3% dipilih sebagai sampel yang digunakan untuk uji kolorimetri terhadap ion logam. Sampel tersebut hanya mengalami penambahan absorbansi sebesar 0,169 selama 14 hari penyimpanan. Secara linear E3 mengalami pergeseran panjang gelombang maksimum sebesar 7 nm, pergeseran tersebut relatif kecil dibanding sampel lain. Selain itu,sampel E3 memiliki lebar puncak yang relatif kecil dibanding sampel lain.

Kestabilan NPP juga dikonfirmasi dengan data distribusi ukuran NPP dengan menggunakan *Particle size analyzer* (PSA). Data yang didapatkan adalah sampel E3 dengan umur 21 hari memiliki distribusi ukuran rata-rata partikel sebesar 193,0 nm dan polidipersitas indeks dibawah 0,7. Data PSA (lampiran 9) juga menunjukan sebanyak 30% sampel masih mempertahankan ukuran dibawah 100 nm. Hal ini menandakan jika kestabilan NPP relatif kurang baik karena dalam rentang 21 hari hanya sebanyak 30% dari sampel E3 yang masih mempertahankan ukuran khas nanopartikel.

#### 4.5 Penerapan NPP untuk Uji Kolorimetri Ion logam

Prinsip uji kolorimetri berbasis NPP adalah agregasi yang terjadi akibat masuknya analit ke dalam NPP. Ketika NPP beragregasi, pergeseran LSPR (*Localized Surface Plasmone Resonance*) akan terjadi ke arah panjang gelombang yang lebih tinggi. Pergeseran ini menimbulkan perubahan karakteristik warna dari NPP. Atas dasar inilah NPP dapat digunakan dalam metode kolorimetri untuk mendeteksi berbagai analit seperti molekul kecil, DNA, protein, polutan, termasuk ion logam toksik (Han *et al.*, 2014)

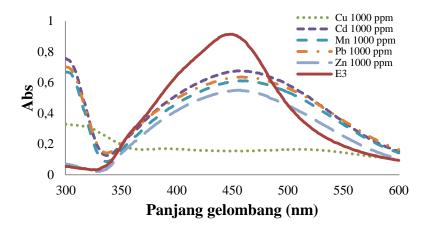
Uji kolorimetri ion logam dilakukan dengan menggunakan sampel E3 yang diujikan pada ion logam Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, dan Mn<sup>2+</sup> dengan konsentrasi masing-masing 1000 ppm (Gambar 4.5.1). Apabila dalam konsentrasi tinggi terjadi perubahan warna, maka analisis dilanjutkan dengan konsetrasi yang lebih rendah.



**Gambar 4.5.1** Warna larutan ion-ion logam yang telah ditambah NPP. Warna awal larutan ion adalah bening, warna awal nanokoloid adalah kuning kecokelatan

Gambar 4.5.1 menunjukan secara visual bahwa ion logam yang paling reaktif terhadap NPP adalah Cu<sup>2+</sup>. Perubahan visual yang terjadi adalah warna NPP yang semula kuning kecoklatan berubah seketika menjadi jernih ketika direaksikan dengan analit Cu<sup>2+</sup>. 40 detik kemudian, warna berubah dari jernih menjadi merah muda. Uji terhadap ion Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> dan Mn<sup>2+</sup> tidak menunjukan perubahan warna yang signifikan. Hal ini menandakan bahwa NPP lebih sensitif terhadap ion Cu<sup>2+</sup>. Perubahan warna ini dapat terjadi karena adanya agregasi NPP yang diakibatkan oleh analit, analit akan mengganggu interaksi dipol-ion Ag<sup>0</sup> dengan oksigen dalam PVA (Xion dan Haibing, 2008). Sehingga NPP berkurang kestabilannya dan terjadi agregasi. Sedangkan jika dilihat dari harga potensial sel (E<sup>0</sup>), Cu<sup>2+</sup> memiliki harga E<sup>0</sup> sebesar 0,34 atau memiliki harga E<sup>0</sup> terbesar diantara logam Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> dan Mn<sup>2+</sup> diamana memiliki harga E<sup>0</sup> berturut-turut -0,762, -0,13, -0,4, dan -1,185. Harga E<sup>0</sup> yang positif dari ion Cu<sup>2+</sup> mengakibatkan ion Cu<sup>2+</sup> mudah tereduksi oleh Ag<sup>0</sup> dibanding dengan ion logam yang lain. Dapat diduga harga  $E^0$  yang tinggi menjadi faktor penyebab  $Cu^{2+}$  lebih mudah mengganggu interaksi dipol-ion PVA dengan NPP (Lampiran 10). Analisis

juga dilakukan dengan mengukur absorbansi dari hasil uji kolorimetri ion logam menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (Gambar 4.5.2).



Gambar 4.5.2 Spektra hasil pengujian respon NPP terhadap ion-ion logam

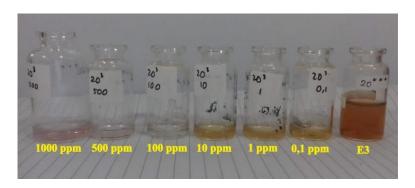
Hasil spektra UV-Vis menunjukan bahwa puncak absorbansi NPP tidak lagi terdeteksi pada sampel NPP + Cu<sup>2+</sup>. Ini menandakan bahwa karakteristik NPP telah berubah. Berbeda dengan spektra dari uji ion logam Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> dan Mn<sup>2+</sup> yang memiliki absorbansi khas NPP yakni terdapat puncak serapan pada daerah panjang gelombang 400-500 nm, meskipun terjadi penurunan. Oleh karena itu, pengujian lebih lanjut terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dilakukan dengan konsentrasi yang lebih rendah untuk mengetahui karakteristik perubahan puncak absorbansi.

# 4.6. Uji Sensitivitas Nanopartikel Perak terhadap Ion Cu<sup>2+</sup>

Pengujian sensitivitas NPP terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dilakukan dengan menggunakan sampel E3. Pengujian dilakukan terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dengan berbagai konsentrasi mulai dari 1000 ppm sampai 0,1 ppm. Uji ion Cu<sup>2+</sup> menggunakan sampel NPP yang lain juga dilakukan sebagai pembanding (lampiran 5).

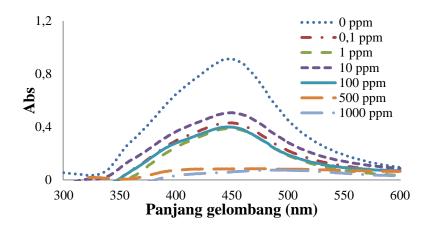
Pengamatan secara visual menunjukan terjadi perubahan warna koloid pada pengujian terhadap ion Cu<sup>2+</sup> 1000 ppm. Warna berubah dari kuning kecoklatan menjadi merah muda, perubahan ini membutuhkan waktu 40 detik. Pada pengujian terhadap ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm, koloid NPP mengalami perubahan warna dari kuning kecoklatan menjadi jernih (seperti akuades), perubahan ini membutuhkan waktu 1 menit 30 detik. Pada uji terhadap ion Cu<sup>2+</sup> 100 ppm juga

terjadi perubahan warna yang sama namun membutuhkan waktu lebih lama, yaitu 10 menit. Berkurangnya konsentrasi analit Cu<sup>2+</sup> mengakibatkan terjadinya perubahan warna semakin lama, hal ini dapat terjadi karena konsentrasi mempengaruhi laju reaksi. Pengujian terhadap ion Cu<sup>2+</sup> 10 ppm, 1 ppm, dan 0,1 ppm terlihat perubahan warna dari kuning kecokalatan menjadi kuning terang. Hal tersebut terjadi karena konsentrasi analit yang diuji relatif kecil sehingga tidak merubah warna NPP secara signifikan seperti yang ditunjukan oleh uji ion Cu<sup>2+</sup> 100 sampai 1000 ppm. Perubahan warna ditunjukan pada Gambar 4.6.1.

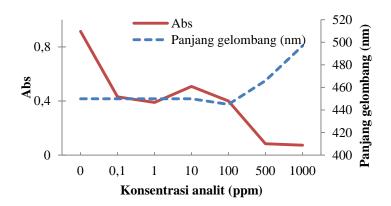


Gambar 4.6.1 Uji ion Cu<sup>2+</sup> pada berbagai konsentrasi menggunakan sampel E3

Selain secara visual, pengujian juga dilanjutkan dengan pemeriksaan absorbansi menggunakan spektrofotometer Uv-vis. Berdasarkan spektra UV-vis, penurunan absorbansi terjadi pada semua konsentrasi Cu<sup>2+</sup>. Pada pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm dan 1000 ppm yang terlihat membentuk spektra yang landai. Hal ini berhubungan dengan warna koloid yang telah berubah menjadi jernih pada pengujian 500 ppm dan berwarna merah muda pada pengujian ion 1000 ppm. Spektra yang landai serta perubahan warna menunjukan bahwa NPP telah berubah baik dari segi ukuran partikel dan distribusi persebaran ukuran partikel.



**Gambar 4.6.2** Spektra UV-Vis pada pengujian ion logam Cu<sup>2+</sup> dengan berbagai variasi konsentrasi menggunakan sampel E3.



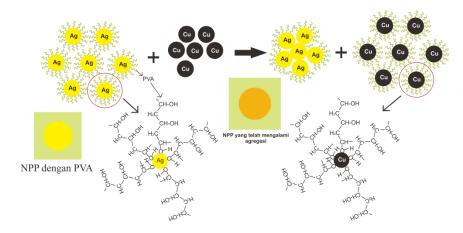
**Gambar 4.6.3** Kurva perubahan panjang gelombang terhadap perubahan nilai absorbansi

Gambar 4.6.2 menunjukan karakteristik uji ion Cu<sup>2+</sup>. Berdasarkan kurva pergeseran panjang gelombang menunjukan data yang relatif tidak berubah pada rentang 0 ppm sampai 100 ppm, kemudian pada setelah 100 ppm kurva mengalami peningkatan yang cukup drastis dimana nilai panjang gelombang bertambah secara signifikan dari 440 nm menjadi 500 nm. Dilihat pula pada Kurva Absorbansi dimana absorbansi NPP turun secara signifikan saat pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm, kemudian data relatif tidak mengalami perubahan nilai absorbansi sampai uji ion Cu<sup>2+</sup> 100 ppm. Nilai absorbansi kemudian turun setelah uji 100 ppm. Berdasarkan Gambar 4.3.6 menjelaskan bahwa NPP batas

sensitifitas NPP sampai pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm dan pengujian ion Cu<sup>2+</sup> pada rentang 0,1 ppm sampai 100 ppm relatif tidak memberikan pengaruh terhadap NPP baik dari segi penurunan absorbansi maupun pergeseran panjang gelombang. Berdasarkan kesimpulan tersebut dapat dijadikan dasar dalam menentukan nilai LoQ dan LoD sensitivitas dari NPP dimana pengujian yang dilakukan dilakukan pada rentang disekitar 0,1 ppm.

Penurunan absorbansi dan kenaikan panjang gelombang NPP setelah pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 100 ppm menjadi dasar untuk analisis interaksi antara Cu<sup>2+</sup> terhadap NPP. Terdapat beberapa dugaan yang menjelaskan interaksi antara Cu<sup>2+</sup> dengan NPP diantaranya melalui reaksi redoks antara Ag<sup>0</sup> dengan Cu<sup>2+</sup>. Reaksi redoks menghasilkan nanopartikel Cu<sup>0</sup> yang terkomfirmasi oleh puncak absorbansi di rentang 500 nm. Hal tersebut sesuai yang disampaikan Alzahrani dan Ahmed (2016) bahwa nanopartikel Cu memiliki absorbansi di rentang 490 sampai 570 nm.

Dugaan lain terhadap interaksi NPP dengan Cu<sup>2+</sup> disebabkan oleh pengaruh interaksi dipol-ion antara Oksigen yang terdapat dalam PVA dengan Cu<sup>2+</sup>. Interaksi ini menghasilkan pergeseran spektrum UV-Vis, pergeseran dapat terjadi karena penurunan jarak antar partikel setelah aglomerasi NPP. Ini menghasilkan interaksi selektif (ion-dipol) dari ion logam Cu<sup>2+</sup> dengan oksigen PVA yang ada dipermukaan NPP. Interaksi ion-dipol yang kuat dari ion Cu<sup>2+</sup> dengan oksigen PVA mengganggu stabilitas NPP dan memicu adanya agregasi (kamlesh *et al.*, 2019). Thomas *et al.* (2017) juga mengusulkan gejala yang sama untuk pembentukan tipe ikatan kompleks supramolekul non-ikatan ion Pb<sup>2+</sup> dengan asam galat bifungsional yang mengarah pada interaksi antar partikel yang kuat. Perubahan visual pada pengujian analit Cu<sup>2+</sup> 100 ppm sampai 1000 ppm dapat dijelaskan dengan fenomena LSPR (*local Surface plasmone resonance*) yaitu gejala yang timbul ketika NPP direaksikan dengan ion Logam seperti Cu<sup>2+</sup>. Deteksi Cu<sup>2+</sup> dengan NPP didasarkan pada pergeseran spektrum absorbansi NPP setelah ditambahkan analit Cu<sup>2+</sup> (Gambar 4.6.4).

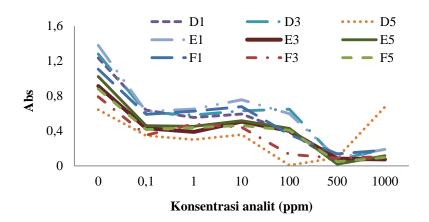


**Gambar: 4.6.4** Ilustrasi konsep dasar yang melandasi sensor analit Cu<sup>2+</sup> dengan material nanoplasmonik NPP

Interaksi NPP dengan analit Cu<sup>2+</sup> yang menghasil pergeseran pita absorbansi di konfirmasi menggunakan perbandingan data PSA (*Particle Size Analizer*) NPP dengan NPP setelah direaksikan dengan analit ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm. Berdasaran perbandingan kedua data dalam Gambar 4.6.3. NPP semula memiliki ukuran yang beragam mulai dari 44,72 nm hingga yang terbesar 874 nm. Setelah digunakan untuk uji ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm, ukuran partikel berubah menjadi lebih seragam, yaitu sekitar 130 nm sampai 171 nm.

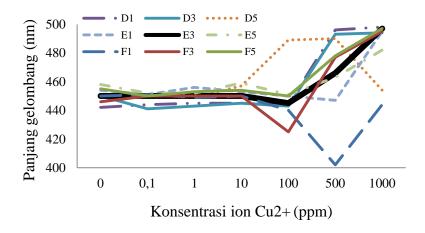
Perubahan ukuran mengindikasikan bahwa telah terjadi proses rekonstruksi ukuran partikel dari semula ukurannya beragam menjadi ukuran yang lebih seragam. Penataan ulang ukuran ini karena dirusaknya interaksi ion-dipol antara NPP dengan PVA oleh Cu<sup>2+</sup> yang mengakibatkan agregasi NPP. Nanopartikel yang semula memiliki ukuran beragam, karena proses aglomerasi ukuran menjadi lebih seragam, namun lebih besar (>100 nm).

Disajikan pula kurva absorbasi pengujian ion Cu<sup>2+</sup> menggunakan sampel lain (Gambar 4.6.5) sebagai pembanding. Kurva absorbansi yang dihasilkan relatif sama dengan kurva absorbansi sampel E3.



Gambar 4.6.5 Kurva nilai absorbansi maksimum terhadap konsentrasi ion Cu<sup>2+</sup>

Ditampilkan pula dalam grafik pergeseran panjang gelombang maksimum semua sampel terhadap pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm, 1 ppm, 10 ppm, 100 ppm 500 ppm dan 1000 ppm. Terjadi pergeseran panjang gelombang maksimum pada uji ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm dan 1000 ppm yang cukup signifikan dan di beberapa sampel NPP. Pergeseran yang signifikan ini terjadi karena NPP mengalami agregasi yang cukup tinggi akibat interaksi dipol-ion NPP dengan PVA terganggu oleh konsentrasi analit Cu<sup>2+</sup> yang cukup besar. Oleh karena itu semakin tinggi agregasi maka ukuran NPP semakin bertambah besar dan mengakibatkan pergeseran panjang gelombang maksimum ke arah yang lebih tinggi (Gambar 4.6.6).



**Gambar 4.6.6** Kurva pergeseran panjang gelombang maksimum terhadap konsentrasi ion Cu<sup>2+</sup>

Pergeseran panjang gelombang maksimum yang disajikan dalam Gambar 4.6.6 menggambarkan jika pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm memiliki nilai absorbansi maksimum yang telah bergeser secara signifikan ke arah nilai panjang gelombang yang lebih besar. Hal tersebut relevan dengan data PSA (Lampiran 9.) yang didapat dimana pada pengujian mengguanakan ion Cu<sup>2+</sup> 500 ppm sampel sudah tidak lagi terdeteksi nanokoloid. Beberapa sampel menunjukan masih terdapat puncak pada daerah NPP pada pengujian Cu<sup>2+</sup> 500 dan 1000 ppm namun puncak yang dihasilkan jauh lebih kecil dibanding pengujian Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm sampai 100 ppm dan puncak yang terbentuk mendekati bentuk yang landai. Sehingga pada sampel E1 pada pengujian Cu<sup>2+</sup> 500 ppm tidak terdeteksi adanya puncak khas NPP.

Pengujian deteksi ion Cu<sup>2+</sup> berdasarkan umur NPP juga dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui tingkat sensitivitas NPP setelah melalui penyimpanan beberapa waktu. Pengujian dilakukan menggunakan sampel E3 setelah penyimpanan selama 1 hari, 7 hari, dan 14 hari. Hasil pengujian berdasarkan nilai absorbansi maksimum dan pergeseran panjang gelombang maksimum disajikan dalam Tabel 4.6.

**Tabel 4.6** Nilai absorbansi pengujian analit Cu<sup>2+</sup> berdasarkan waktu penyimpanan NPP.

Konsentrasi Cu <sup>2+</sup> (ppm)	$\Delta \mathbf{A}$ bsorbansi		Panjang gelombang maks (nm)			
	1 hari	7 hari	14 hari	1 hari	7 hari	14 hari
0,1 ppm	0,408	0,241	0,059	447	454	454
1 ppm	0,466	0,181	0,090	444	451	451
10 ppm	0,363	0,240	0,204	442	451	444
100 ppm	0,481	0,093	0,135	441	446	447
1000 ppm	0,813	0,914	0,983	518	518	518

Berdasarkan Tabel 4.6 terlihat adanya penurunan  $\Delta$ absorbansi pada pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm sampai 100 ppm dari hari pertama hingga hari ke 14.

Penurunan ini menunjukan jika semakin bertambahnya umur maka sensitivitas NPP untuk uji ion Cu<sup>2+</sup> semakin menurun. Penurunan ΔAbs mengindikasikan bahwa jumlah NPP yang beriteraksi dengan analit semakin berkurang atau dapat dikatakan sensitivitasnya menurun. Hal tersebut dapat terjadi karena NPP mengalami kenaikan absorbansi tiap penambahan waktu, kenaikan ini menandakan kuantitas NPP yang terbentuk semakin banyak. Bertambahnya kuantitas NPP berdampak terhadap kemampuan ion Cu<sup>2+</sup> untuk menganggu interaksi dipol-ion Ag<sup>0</sup> dengan PVA. sehingga pengaruh analit dengan konsentrasi kecil relatif tidak mengganggu kestabilan NPP dan aglomerasi yang terjadi semakin sedikit.

Sementara itu pada pengujian ion Cu<sup>2+</sup> 1000 ppm menunjukan hasil yang berbeda. Kurva menunjukan tiap penambahan waktu nilai ΔAbs semakin besar yang menandakan bahwa sensitivitas dari NPP semakin baik, namun itu hanya berlaku untuk deteksi ion Cu<sup>2+</sup> dengan konsentrasi besar seperti pada uji 1000 ppm. Konsentrasi analit yang besar seperti 1000 ppm cenderung lebih mudah menggagu interaksi dipol-ion antara NPP dengan PVA, ditambah lagi dengan kecenderungan NPP yang mengalami aglomerasi tiap penambahan waktu. Aglomerasi ini mengakibatkan penurunan jarak antar NPP satu dengan yang lain yang menyebabkan melemahnya interaksi dipol-ion NPP dengan PVA. Sehingga interaksi dipol-ion NPP dengan PVA mudah diganggu oleh interaksi dipol-ion yang lebih kuat antara analit dengan PVA.

Berdasarkan uraian tersebut dapat disimpulkan bahwa bertambahnya usia NPP juga mempengaruhi kinerjanya dalam mendeteksi ion Cu<sup>2+</sup>. Korelasi ini menggambarkan, semakin bertambah usia NPP, sensitivitas NPP terhadap ion Cu<sup>2+</sup> berkurang namun hanya berlaku pada konsentrasi analit yang relatif kecil. Sedangkan untuk deteksi pada konsentrasi analit dengan konsentrasi besar menunjukan sensitivitas yang semakin baik tiap penambahan waktu.

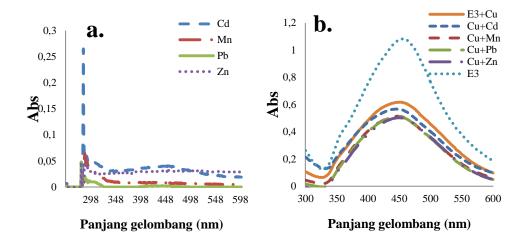
Pergeseran panjang gelombang juga diamati untuk mengetahui seberapa besar pengaruh umur NPP dalam uji ion logam terhadap ukuran NPP (Tabel 4.6). Data yang disajikan dalam tabel 4.6 menunjukan pergeseran panjang gelombang NPP dalam uji ion Cu<sup>2+</sup> setelah disimpan beberapa waktu. Pergeseran panjang

gelombang terjadi ke arah yang lebih tinggi tiap penambahan waktu, namun pergeseran yang terjadi relatif kecil yaitu berkisar 4-6 nm. Pergeseran yang relatif kecil itu menandakan pengaruh waktu penyimpanan tidak signifikan terhadap perubahan ukuran NPP setelah digunakan untuk pengujian analit Cu<sup>2+</sup>. Ini menandakan kualitas NPP yang masih terjaga meskipun pada hari ke-14.

Berdasarkan penjelasan mengenai perubahan nilai absorbansi dan pergeseran panjang gelombang dapat disimpulkan bahwa pada rentang usia 14 hari NPP relatif masih optimal apabila digunakan untuk uji ion Cu<sup>2+</sup>. Kesimpulan ini didapat dari data NPP yang masih memberikan respon terhadap ion Cu<sup>2+</sup> yang ditunjukan oleh perubahan nilai absorbansi dan pergeseran panjang gelombang. Namun, semakin lama penyimpanan berakibat pada menurunnya sensitivitas NPP terhadap deteksi ion Cu<sup>2+</sup>.

# 4.7 Uji Selektivitas Nanopartikel Perak terhadap Ion Cu<sup>2+</sup>

Uji ini dilakukan untuk mengetahui selektivitas NPP hasil sintesis terhadap ion logam Cu<sup>2+</sup>, khususnya apabila Cu<sup>2+</sup> dipadukan dengan ion logam lain. Uji dilakukan dengan cara mengukur absorbansi tiap-tiap ion logam terlebih dahulu. Ion-ion logam yang diuji antara lain Cd, Mn, Pb dan Zn. Kemudian mengukur absorbansi larutan analit yang mengandung dua ion logam antara ion Cu<sup>2+</sup> dengan salah satu ion logam yang telah diuji absorbansi sebelumnya. Absorbansi larutan ion logam yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan absorbansi pengujian analit yang mengandung ion Cu<sup>2+</sup> dan salah satu dari ion yang dimaksud (Gambar 4.7.1).



**Gambar 4.7.**1 (a) Spektra awal larutan ion logam 10 ppm, (b) Spektra hasil pengujian larutan analit yang mengandung campuran ion Cu <sup>2+</sup> dengan salah satu ion Cd<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> dan Zn<sup>2+</sup> menggunakan NPP

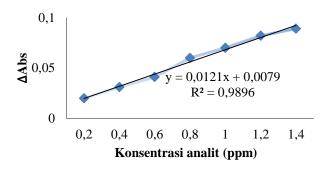
Berdasarkan Gambar 4.7.1, semua spektrum deteksi analit yang mengandung dua ion logam ( $Cu^{2+}$  + salah satu ion logam) memiliki kemiripan puncak absorbansi dengan spektrum deteksi  $Cu^{2+}$  (E3 +  $Cu^{2+}$ ). Selisih nilai absorbansinya hanya berkisar 0,1 sampai 0,13. Oleh karena itu, penambahan ion logam lain seperti  $Cd^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ , dan  $Zn^{2+}$  relatif tidak mempengaruhi kinerja NPP untuk mendeteksi ion  $Cu^{2+}$ . Hal ini ini diperkuat dengan data  $\Delta Ab$ sorbansi (Tabel 4.7) yang menunjukan selisih absorbansi yang relatif kecil antara pengujian analit  $Cu^{2+}$  dengan pengujian analit yang mengandung campuran  $Cu^{2+}$  dengan ion logam lain.

**Tabel 4.7.1** ΔAbsorbansi pengujian larutan analit yang mengandung campuran ion Cu <sup>2+</sup> dengan salah satu ion Cd<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> dan Zn<sup>2+</sup>

Ion logam	$\Delta \mathbf{A}$ bsorbansi		
Cu <sup>2+</sup>	0,464		
$Cu^{2+} + Mn^{2+}$	0,514		
$\mathbf{Cu}^{2+} + \mathbf{Pb}^{2+}$	0,566		
$Cu^{2+} + Mn^{2+}$	0,570		
$Cu^{2+} + Zn^{2+}$	0,578		

Pengujian juga dilakukan terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dengan konsentrasi rendah yaitu 0,2 ppm, 0,4 ppm, 0,6 ppm, 0,8 ppm, 1 ppm, 1,2 ppm, dan 1,4 ppm (Gambar 4.7.3). Ini dilakukan dengan tujuan untuk menguji linearitas, LoD dan LoQ pada deteksi ion Cu<sup>2+</sup> dengan NPP hasil sintesis.

Berdasarkan hasil dari spektra UV-Vis, setiap kenaikan konsentrasi ion  $Cu^{2+}$  menurunkan nilai absorbansi NPP (Lampiran 9). Ini menandakan hubungan linear antara NPP dengan konsentrasi ion  $Cu^{2+}$ . Uji linearitas yang dilakukan menghasilkan nilai  $R^2 = 0.9886$ . Nilai R2 yang mendekati 1 menunjukkan adanya korelasi yang linear antara konsentrassi  $Cu^{2+}$  dengan absorbansi NPP, khususnya pada rentang konsentrasi 0.2 ppm sampai 1.4 ppm.



**Gambar 4.7.3** Kurva ΔAbs terhadap konsentrasi analit ion Cu<sup>2+</sup> menunjukkan hubungan linear antara konsentrasi analit Cu<sup>2+</sup> dengan penurunan absorbansi yang dialami NPP

Nilai LoD dan LoQ pada deteksi ion  $cu^{2+}$  dengan NPP berturut turut adalah 0,1609 dan 0,5179. Ini menunjukan bahwa konsentrasi terendah ion  $Cu^{2+}$  yang mampu direspon oleh NPP sebesar 0,1609 ppm dan konsentrasi terendah analit yang dapat ditentukan secara presisi sebesar 0,5179 ppm. Shrivas *et al.* (2019) telah melakukan uji deteksi ion  $Pb^{2+}$  menggunakan NPP dengan konsentrasi analit 20, 100, 300, 500, 700 dan 1000  $\mu g L^{-1}$  dan didapatkan nilai LoD dan LoQ berturut-turut adalah 8  $\mu g L^{-1}$  dan 200  $\mu g L^{-1}$ . Jika dibandingkan dengan data yang diperoleh oleh Shrivas *et al.* (2019) sensitivitas NPP lebih selektif terhadap ion logam  $Pb^{2+}$  dibanding ion logam  $Cu^{2+}$  .Sensitivitas beberapa metode analisis  $Cu^{2+}$  disajikan pada Tabel.4.7.2.

**Tabel 4.7.2** Sensitivitas terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dari beberapa metode analisis

No	Sumber data	Metode	LoD (ppm)	LoQ (ppm)
1	Primer	Kolorimetri NPP	0,1609	0,5179
2	Mustika <i>et al.</i> , (2016)	Deteksi ion menggunakan AAS	6,84 x 10 <sup>-5</sup>	-
3	Anggraini, (2018)	Kolorimetri NPP	1,207	4,024
4	Evan analytical group (2007)	ICP-EOS solution	5 x 10 <sup>-3</sup>	-
5	Evan analytical group (2007)	ICP-MS solution	5 x 10 <sup>-7</sup>	-
6	Mimura <i>et al.</i> , (2014)	ICP-MS	2 x 10 <sup>-4</sup>	6,65 x 10 <sup>-5</sup>
7	Shrives <i>et al.</i> , (2019)	Kolorimetri NPP	8 x 10 <sup>-3</sup>	2 x 10 <sup>-1</sup>

Tabel 4.7 menunjukan jika metode deteksi ion  $Cu^{2+}$  dalam penelitian ini telah menunjukan kinerja yang mendekati hasil yang diperoleh oleh metode yang sama berbasis NPP namun masih jauh apabila dibandingkan dengan uji dengan instrumentasi yang lebih kompleks seperti ICP\_MS dan AAS dalam mendeteksi ion  $Cu^{2+}$ .

Berdasarkan data pengujian ion logam yang telah disajikan dapat ditarik kesimpulan jika NPP hasil sintesis pada penelitian ini memiliki selektivitas yang lebih baik terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dibanding dengan ion Cd<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, dan Zn<sup>2+</sup>. Nilai LoD dan LoQ juga menggambarkan bahwa NPP sensisitif terhadap ion Cu<sup>2+</sup> sampai konsentrasi 0,1609 ppm.

## **BAB V**

#### **PENUTUP**

# 5.1 Simpulan

Berdasarkan analisis data yang telah dipaparkan dalam bab empat maka dapat ditarik kesimpulan.

- NPP dapat disintesis dari larutan prkeursor AgNO<sub>3</sub> dengan bioreduktor ekstrak. Perbandingan volume ekstrak dengan larutan AgNO<sub>3</sub> yang paling ideal untuk mendapatkan NPP adalah 0,5:10 dengan penambahan PVA 3%. NPP yang dihasilkan berupa nanokoloid dengan warna kuning kecoklatan, ukuran rata-rata 79,0 nm, dan menyerap radiasi sinar tampak pada Panjang gelomban 435 nm.
- 2. Pengujian terhadap ion-ion logam menunjukan bahwa NPP sensitif terhadap ion Cu<sup>2+</sup> yang ditandai dengan perubahan warna dari kuning kecoklatan menjadi merah muda. Pengujian terhadap ion logam Cd, Mn, Pb dan Zn tidak menunjukan perubahan warna. Berdasarkan spektra UV-Vis, pengujian ion logam dengan NPP telah menunjukan pita spektrum baru, yaitu pada panjang gelombang 518 nm. Hal tersebut menunjukan bahwa koloid sudah tidak menunjukan lagi sifat sebagai koloid NPP. Data PSA menunjukan bahwa ukuran partikel terakumulasi menjadi satu ukuran yang lebih homogen dengan rata-rata 158 nm.
- 3. NPP lebih selektif terhadap ion Cu<sup>2+</sup> dibandingkan ion-ion Cd, Mn, Pb, dan Zn. Keberadaan ion-ion tersebut dalam analit tidak berpengaruh secara signifikan terhadap nilai absorbansi analit yang hanya mengandung ion Cu<sup>2+</sup>.

## 5.2 Saran

Setelah melakukan penelitian ini terdapat saran untuk penelitian selanjutnya:

- 1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap senyawa spesifik yang terkandung dalam ekstrak teh hijau yang mampu mereduksi perak menjadi nanopartikel.
- 2. Untuk uji terhadap ion logam perlu dilakukan variasi pH larutan ion untuk mengetahui kondisi pH yang ideal pada pengujian terhadap ion logam tertentu.

# **DAFTAR PUSTAKA**

- Abraha, K. dan Absor, M.A.U. 2012. Pengaruh Quantum Dot Pada Sistem Surface Plasmon Polariton Berbasis Struktur Komposit Logam Dielektrik, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.
- Ahmed, S., Ahmad, M., Swami, B. L., & Ikram, S. (2016). A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: A green expertise. *Journal of Advanced Research*, 7(1), 17–28.
- Almayahi, B. A., & Alhusseini, L. B. (2016). Synthesis and Applications of Silver Nanoparticles on Bacterial Pathogens Activity. *International Journal of ChemTech Research*, 9(11), 287–298.
- Alzahrani, Eman., & Ahmed, Rasha A. (2016). Synthesis of Copper Nanoparticles with Various Sized and Shapes: Aplication as a Superior Non-Enzymatic Sensor and Antibacterial Agent. *International Journal of Electrochemical Science*, vol.11, 4712-4723.
- Apriandanu, DOB., S Wahyuni., S Hadisaputro., Harjono. (2013). Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Metode Poliol dengan Agen Stabilisator Polivinilalkohol (PVA). *Jurnal MIPA* 36 (2): 157-168.
- Anggraini, Fauzta Norma Ayu. 2018. Validasi Metode Analisis tembaga (II) Menggunakan Nanopartikel Perak (NPP) Hasil Bioreduksi Ekstrak Buah Kersen. Skripsi Sarjana Ilmu Farmas UIN Malang.
- Astutiningsih, Cristina. Wahyuningsih Setyani., Hindratna, Himawan. (2014). Uji Daya Antibakteri dan Identifikasi Isolat Senyawa Katekin dari Daun Teh (Camellia Sinensis L). *Jurnal Farmasi dan Komunitas*. Vol 11, 50-57.
- Bakir. 2011. Pengembangan Biosintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Air Rebusan Daun Bisbul Untuk Deteksi Ion Tembaga (Ii) dengan Metode Kolorimetri, Skripsi Sarjana Ilmu Farmasi Universitas Indonesia.
- Begum, N. A., Mondal, S., Basu, S., Laskar, R. A., & Mandal, D. (2009). Biogenic synthesis of Au and Ag nanoparticles using aqueous solutions of Black Tea leaf extracts. Colloids and Surfaces B: *Biointerfaces*, 71(1), 113–118.
- Chen, yuqing., Lian, Yawen., Huang, Mengna., Wei, Lin., Xiao, Lehui. (2019). A Dual-Model Fluorometric sensor for Cu<sup>2+</sup> detection based on Hybridized

- Carbon Dots and Gold Silver Core Shell Nanoparticles. *Royal Society of Chemistry*. 144, 4250-4257.
- Dai, L. L. (2012). Advanced Core-Shell Composite Nanoparticles Through Pickering Emulsion Polymerization. The Delivery of Nanoparticles, 1, 263-276.
- Dhanemozhi, A. C., Rajeswari, V., & Sathyajothi, S. (2017). Green Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticle Using Green Tea Leaf Extract for Supercapacitor Application. *Materials Today: Proceedings*, 4(2), 660–667.
- Evans Analytical Group. 2007. *ICP-OES and ICP-MS Detection Limit Guidance*. LLC EAG USA.
- F. Mallanganee, L. J. McGaw, F. N. Muda. (2017). The synergistic potential of various teas, herbs, and therapeutic drugs in health improvement: a review, *J. Sci. Food Agric*, 97,4679–4689.
- Farhadi, K., Forough, M., Pourhossein, A., & Molaei, R. (2014). Highly sensitive and selective colorimetric probe for determination of 1-cysteine in aqueous media based on Ag/Pd bimetallic nanoparticles. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 202, 993–1001.
- Firdhouse, M. J., Lalitha, P., Firdhouse, M. J., & Lalitha, P. (2015). Biosynthesis of Silver Nanoparticles and Its Applications. *Journal of Nanotechnology*, 2015, 1–18.
- Fisher, E., Kenisgberg, L., Carreira, M., Fernández-Gallardo, J., Baldwin, R., & Contel, M. (2016). Water-compatible gold and silver nanoparticles as catalysts for the oxidation of alkenes. *Polyhedron*, 120, 82–87.
- Fratoddi, I. (2017). Hydrophobic and Hydrophilic Au and Ag Nanoparticles. Breakthroughs and Perspectives. *Nanomaterials*, 8(2), 11.
- Han, C., Xu, K., Liu, Q., Liu, X., & Li, J. (2014). Colorimetric sensing of cysteine using label-free silver nanoparticles. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 202, 574–582.
- Handayani, W., Nurfadhilah, M., Nolia, I., & Imawan, C. (2018). The Role of pH in Controlling Size and Distribution of Silver Nanoparticles using Biosynthesis from Diospyros discolor Willd. (Ebenaceae). *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 367, 1-2.
- Hasan, M. I. (2012).Modifikasi Nanopartikel Perak Dengan Polivinil Alkohol Untuk Meningkatkan Selektivitas Dan Stabilitas Indikator Logam

- Tembaga (Cu): Uji Coba Pada Makroalga Merah (Kappaphycus alvarezii. Skripsi Sarjana Ilmu Farmasi Universitas Indonesia.
- Hortigüela, M., Yuste, L., Rojo, F., & Aranaz, I. (2016). Green Synthesis of Hierarchically Structured Silver-Polymer Nanocomposites with Antibacterial Activity. *Nanomaterials*, 6(8), 137.
- Huang, K.W., C.J, Yua., W.-L. Tseng. (2010). Sensitivity Enhancement In The Colorimetric Detection Of Lead (II) Ion Using Gallic Acid—Capped Gold Nanoparticles: Improving Size Distribution And Minimizing Interparticle Repulsion, *Biosens Bioelectron*. 25 (2010) 984–989.
- Ilma Nafia. 2012. Nanopartikel Perak Termodifikasi L-Sisteian sebagai Indikator Warna Untuk Logam Pencemar Pada Sampel Ikan Tongkol. Skripsi Sarjana Ilmu Farmasi Universitas Indonesia.
- Jerrard, J. (2007). New study reveals increased cancer risks for firefighters. *Fire Rescue Magazine*, 25(1), 14.
- Shrivasas, Kamlesh., Bhuneshwari, Sahua., Manas, Kanti Deba. (2019). Colorimetric and Paper-Based Detection of Lead Using PVA Capped Silver Nanoparticles: Experimental and Theoretical Approach. *Microchemical Journal*. 150 (2019) 104-156.
- Khan, M. Z. H., Tareq, F. K., Hossen, M. A., & Roki, M. N. A. M. (2018). Green synthesis and characterization of silver nanoparticles using Coriandrum sativum leaf extract. *Journal of Engineering Science and Technology*, 13(1), 158–166.
- Khaydarov, R., Estrin, Y., & Branch, S. (2009). Nanomaterials: Risks and Benefits, *J Nanopart Res*, 2(3), 287-297.
- Li, H., & Bian, Y. (2009). Selective colorimetric sensing of histidine in aqueous solutions using cysteine modified silver nanoparticles in the presence of Hg<sup>2+</sup>. *Nanotechnology*, 20(14), 145502.
- Makarov, V. V., Love, A. J., Sinitsyna, O. V., Makarova, S. S., Yaminsky, I. V., Taliansky, M. E., & Kalinina, N. O. (2014). "Green" nanotechnologies: Synthesis of metal nanoparticles using plants. *Acta Naturae*, 6(20), 35–44.
- Nagarajan, R. dan Hatton, T.A. (Ed). (2008). *Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Passivation, and Functionalization*. Washington, DC: American Chemical Society.
- Nidya, M., Umadevi, M., & Rajkumar, B. J. M. (2014). Structural, morphological and optical studies of 1-cysteine modified silver nanoparticles and its application as a probe for the selective colorimetric detection of Hg<sup>2+</sup>.

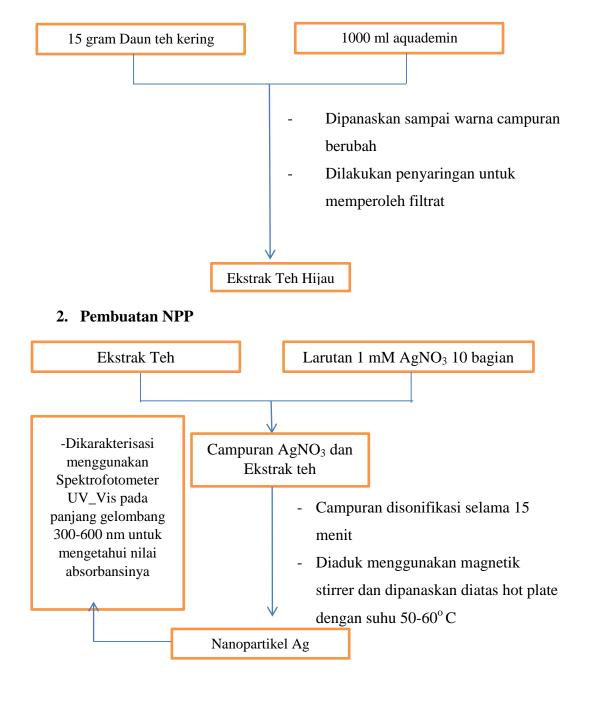
- Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 133, 265–271.
- Oćwieja, M., Barbasz, A., Walas, S., Roman, M., & Paluszkiewicz, C. (2017). Physicochemical properties and cytotoxicity of cysteine-functionalized silver nanoparticles. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 160, 429–437.
- Onitsuka, S., Hamada, T., & Okamura, H. (2019). Preparation of antimicrobial gold and silver nanoparticles from tea leaf extracts. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 173, 242–248.
- Panigrahi, T. (2013). Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticles Using Leaf Extract of Azadirachta Indica. *Zhurnal Eksperimental'noi i Teoreticheskoi Fiziki*, vol 25, 0–69.
- Parsons, J.G., Peralta-Videa, J.R., Gardea-Torresdey, J.L. (2007). Use of plants in biotechnology: Synthesis of metal nanoparticles by inactivated plant tissues, plant extracts, and living plants. In Sarkar, D. R, Dalta. R, Hannigan. (Ed). *Development in Environmental Science* (vol.5, pp. 463-485). Elsevier.
- Phanjom, P., and Ahmed, G. (2015). Biosynthesis of silver nanoparticles by Aspergillus oryzae (MTCC No. 1846) and its characterizations. *Nanoscience and Nanotechnology*, 5(1), 14-21.
- Ismaya, S.P., M. Lutfi Firdaus, & Elvia Rina. (2017). Pembuatan Nanopartikel Perak (Npp) Dengan Bioreduktor Ekstrak Buah Muntingia Calabura L Untuk Analisis Logam Merkuri. *Jurnal Alotrop*, 1(1), 20–26.
- Septyaningsih, D. (2010). Isolasi dan identifikasi komponen utama ekstrak biji buah merah ( Pandanus conoideus lamk). Skripsi Sarjana Kimia Universitas Sebelas Maret.
- Shaik, M. R., Khan, M., Kuniyil, M., Al-Warthan, A., Alkhathlan, H. Z., Siddiqui, M. R. H., Adil, S. F. (2018). Plant-Extract-Assisted green synthesis of silver nanoparticles using Origanum vulgare L. Extract and their microbicidal activities. Sustainability (Switzerland), 10(4), 1–14.
- Shankar, S.S., *et al.* (2004). Rapid Synthesis of Au, Ag, and Bimetallic Au Core-Ag Shell Nanoparticles Using Neem (Azadirachta indica) Leaf Broth. *J. Coloid Interface Science*, 275, 496-502.
- Shittu, K. O., & Ihebunna, O. (2017). Purification of simulated waste water using green synthesized silver nanoparticles of Piliostigma thonningii aqueous leave extract. *Advances in Natural Sciences*: Nanoscience and Nanotechnology, 8(4).

- Singht, A., S.Jha, G. Srivastava, P. Sarkar, P. Gogoi. 2013. Silver Nanoparticles as Fluorescent Probes: New Approach For Bioimaging. *International Journal of Scientific and Technology Research*, 2(11),153-157.
- Sökmen, M., Alomar, S. Y., Albay, C., & Serdar, G. (2017). Microwave assisted production of silver nanoparticles using green tea extracts. *Journal of Alloys and Compounds*, 725, 190–198.
- Song JY, Jang HK, Kim BS. 2009. Biological synthesis of gold nanoparticles using Magnolia kobus and Diopyros kaki leaf extracts. *Process Biochemistry* 44(10):1133–1138
- Suhartati, T. (2017). Dasar-Dasar Spektrofotometri Uv-Vis Dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik. Lampung: CVAnugrah Utama Raharja.
- Thomas, A., Sivasankaran, U., & Kumar, K. G. (2018). Biothiols induced colour change of silver nanoparticles: A colorimetric sensing strategy. Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 188, 113–119.
- Vollath, D. (2013). Microwaves in Nanoparticle Synthesis. *Erste Auflage*, 3, 1–24.
- Wahbeh, M. 2011. "Discrete-Dipole-Approximation (DDA) Study of The Plasmon Resonance In Single And Coupled Spherical Silver Nanoparticles In Various Configurations". *Thesis*. Concordia University.
- Wahyudi, T., Sugiyana, D., & Helmy, Q. (2011). Sintesis Nanopartikel Perak dan Uji Aktivitasnya terhadap Bakteri E.coli dan S.aureus. *Balai Besar Tekstil*, 26(1), 55–60.
- Xiong, D., & Li, H. (2008). Colorimetric detection of pesticides based on calixarene modified silver nanoparticles in water. *Nanotechnology*, 19(46).
- Yasui, K., & Kimizuka, N. (2005). Enzymatic Synthesis of Gold Nanoparticles Wrapped by Glucose Oxidase. *Chemistry Letters*, 34(3), 416–417.
- Zhang, X. F., Liu, Z. G., Shen, W., & Gurunathan, S. (2016). Silver nanoparticles: Synthesis, characterization, properties, applications, and therapeutic approaches. *International Journal of Molecular Sciences*, 17(9), 23-30.

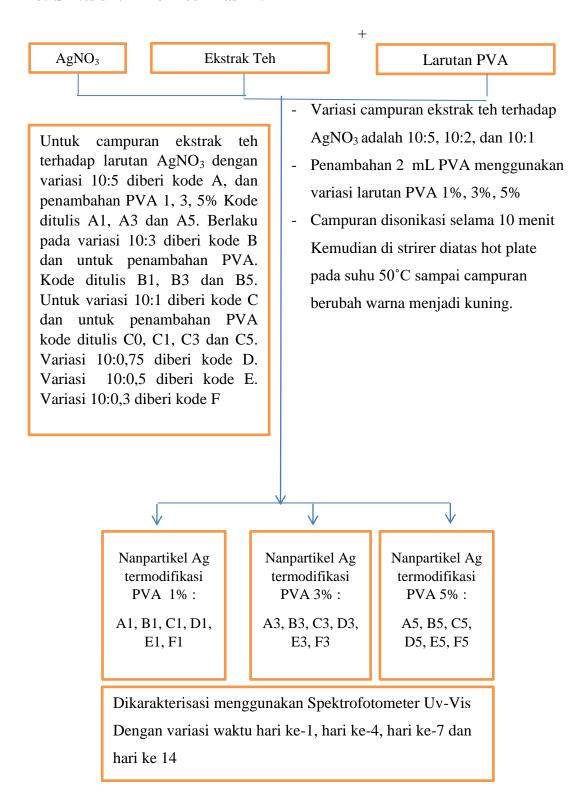
#### **LAMPIRAN**

#### Lampiran 1. Prosedur kerja

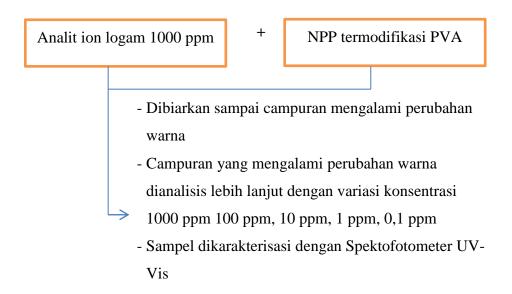
#### 1. Pembuatan Ekstrak Teh Hijau



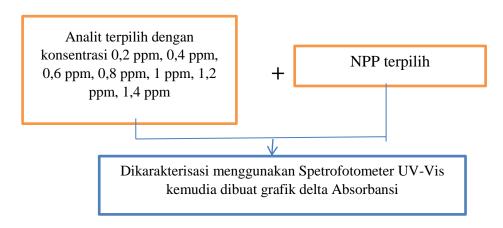
#### 3. Sintesis NPP Termodifikasi PVA



#### 4. Uji deteksi ion logam dengan metode kalorimaetri



## 5. Uji Linearitas deteksi analit Cu<sup>2+</sup>



# 6. Uji Selektivitas analit terpilih.

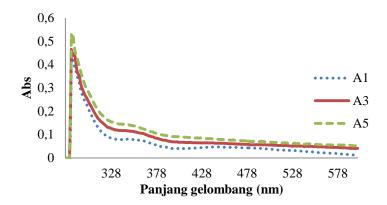


Lampiran 2. Uji metabolit sekunder

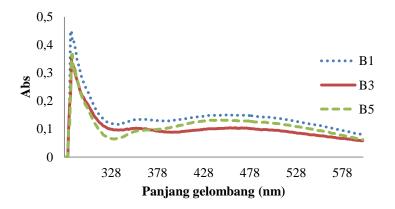
No		Keterangan	Gambar
1	Uji Alkaloid	Positif mengandung senyawa alkaloid karena terdapat endapan jingga.	13 JASM
2	Uji Flavonoid	Positif mengandung senyawa flavonoid karena warna larutan berubah menjadi jingga	
3	Uji Terpenoid	Negatif mengandung senyawa terpenoid karena tidak terbentuk endapan merah atau endapan ungu	100
4	Uji Steroid	Positif mengandung senyawa steroid karena warna koloid berubah menjadi hijau	100
5	Uji Tanin	Positif mengandung senyawa Tanin karena warna larutan berubah menjai hijau kecoklatan.	00

#### Lampiran 3. Spektra kelompok NPP A,B dan C

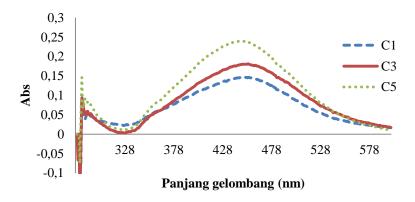
1. Spektra UV-Vis sampel kelompok 10:5 (A)



2. Spektra UV-Vis sampel kelompok 10:3 (B)



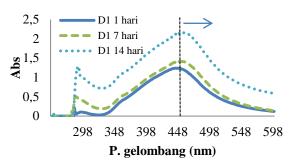
3. Spektra UV-Vis sampel kelompok 10:1

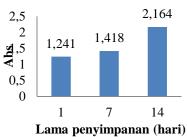


#### Lampiran 4. Adsorbansi NPP D, E, F

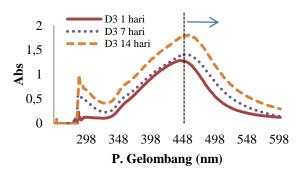
#### NPP Kategori D

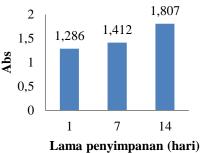
#### 1. Sampel NanoAg D1



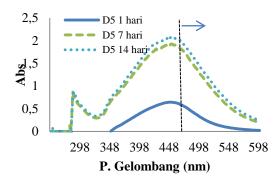


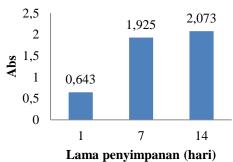
#### 2. Sampel NanoAg D3



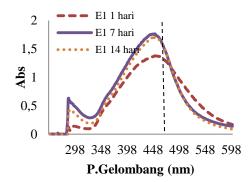


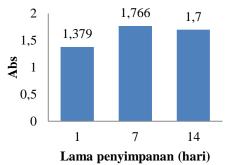
#### 3. Sampel NanoAg D5



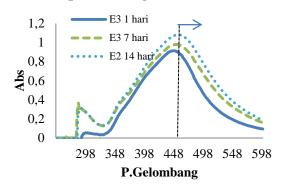


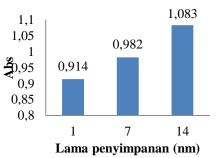
#### 1. Sampel NanoAg E1



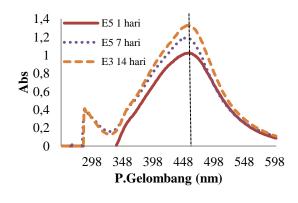


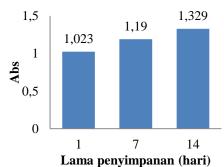
#### 2. Sampel NanoAg E3





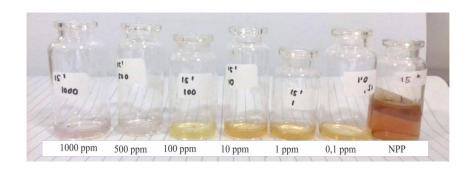
#### 3. Sampel NanoAg E5

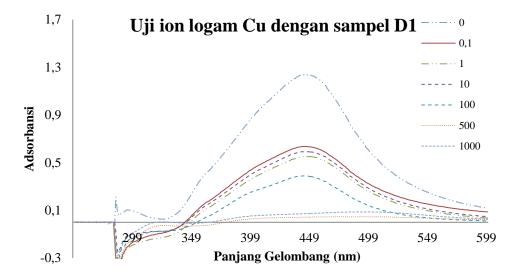




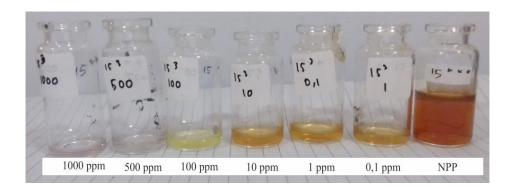
# Lampiran 5. Spektra UV-Vis serta Visual Uji ion Cu<sup>2+</sup>

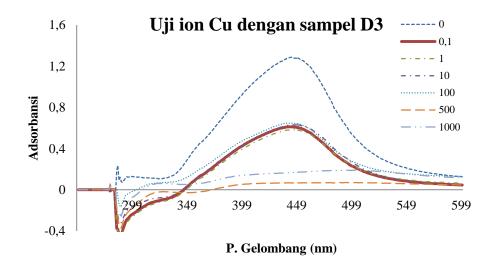
## 1. Sampel D1



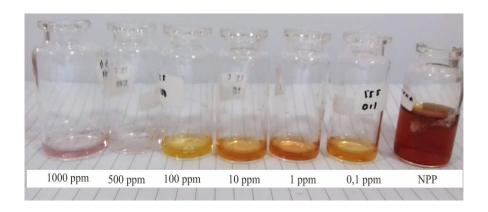


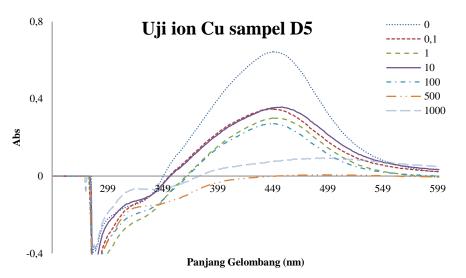
#### 2. Sampel D3



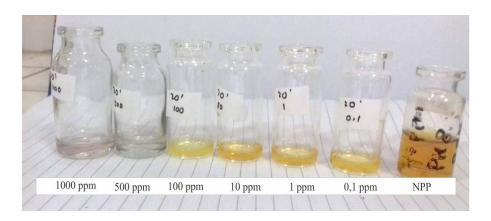


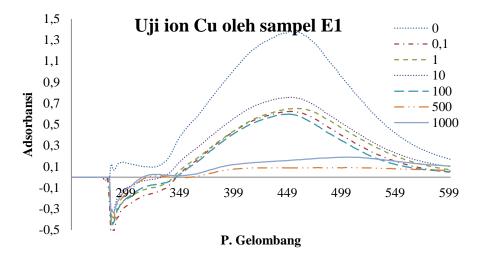
## 1. Sampel D5



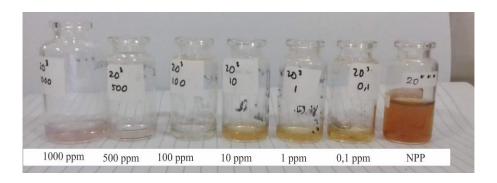


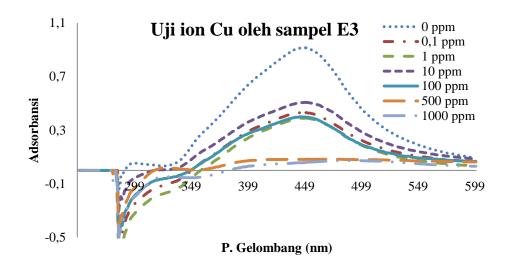
# 3. Sampel E1



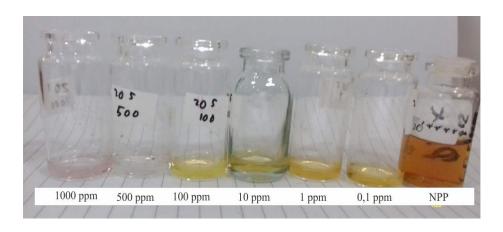


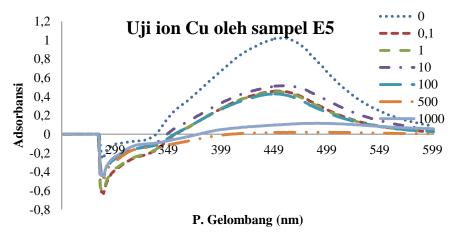
## 4. Sampel E3



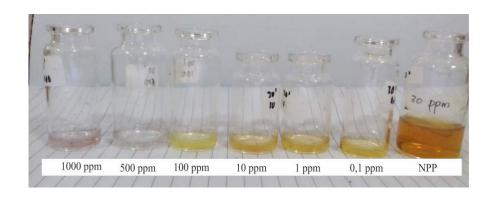


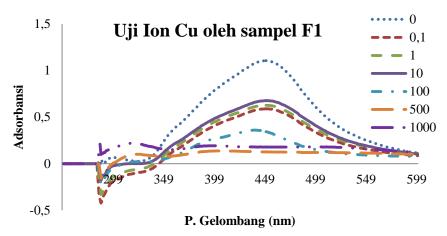
## 6. Sampel E5



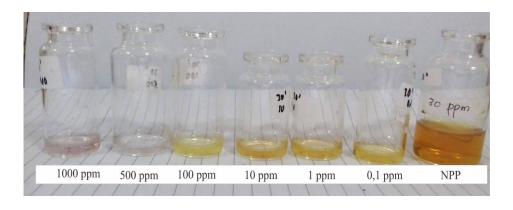


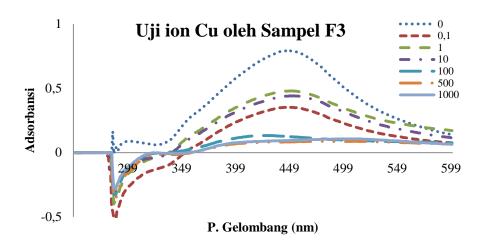
#### 7. Sampel F1



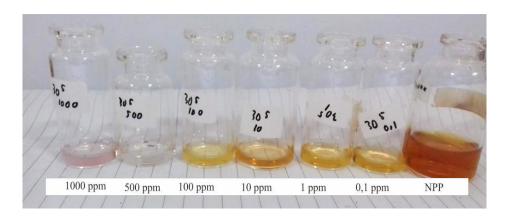


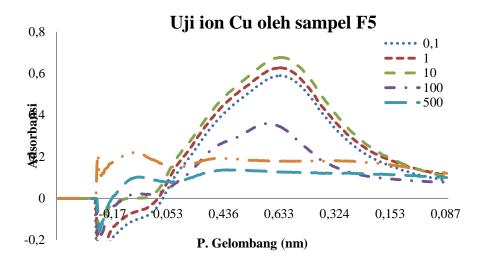
## 8. Sampel F3





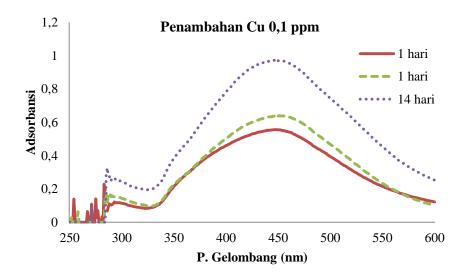
## 6. Sampel F5

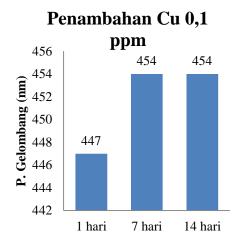


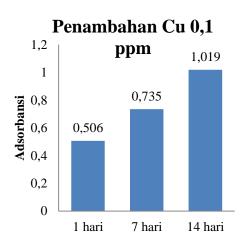


# Lampiran 6. Data Absorbansi uji ion Cu<sup>2+</sup> Berdasarkan usia Nanopartikel perak

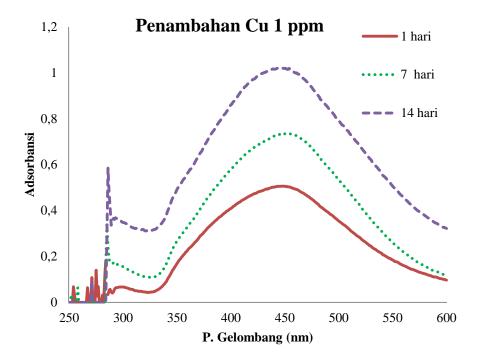
# 1. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 0,1 ppm

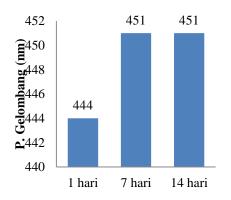


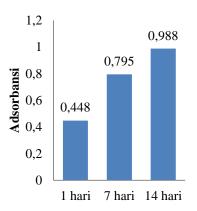




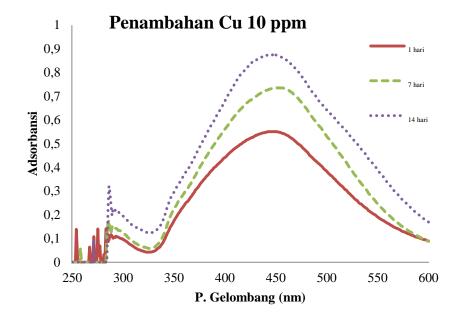
# 2. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 1 ppm

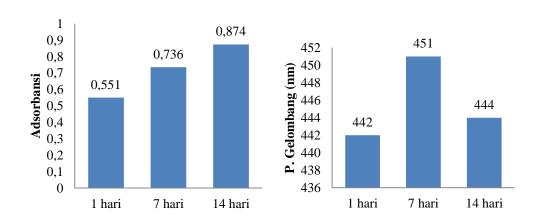




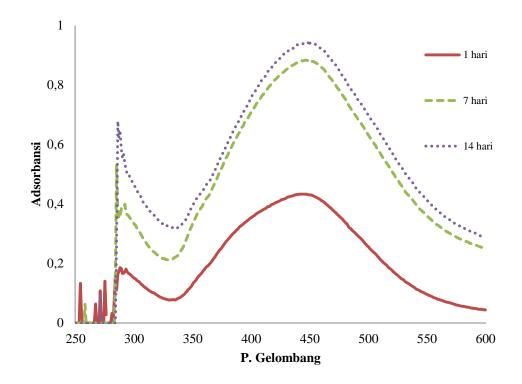


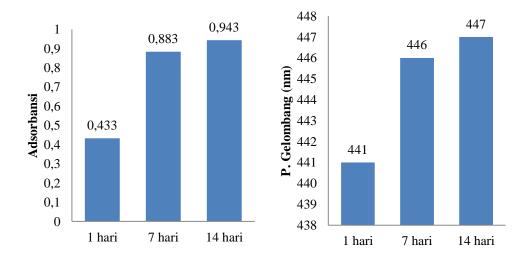
# 3. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 10 ppm



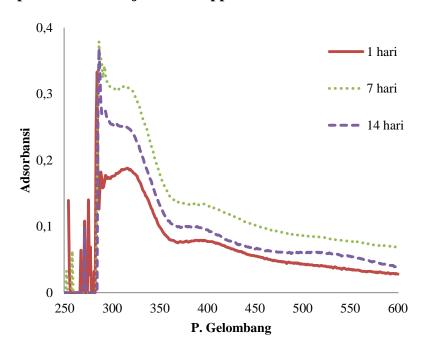


# 4. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 100 ppm

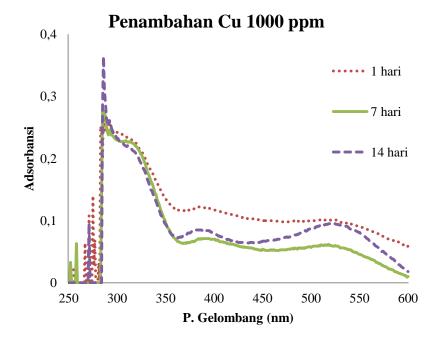


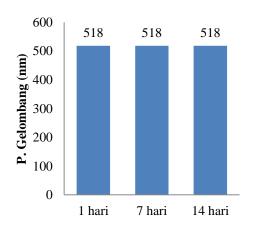


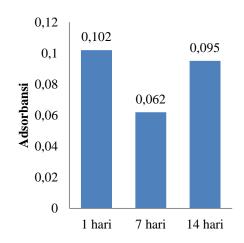
# 5. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 500 ppm



# 6. Spektra UV-Vis Uji Cu<sup>2+</sup> 1000 ppm







#### Lampiran.7 Data PSA

#### 1. Pengujian NPP E3 pada Umur 21 hari



0000 58 /4\*5=9 ! ?6+# +80000

SZ-100

# TAUFIQ NANO Ag.nsz Measurement Results

Date : 10 Oktober 2019 10:40:42

Measurement Type: Particle SizeSample Name: nano AgScattering Angle: 173

Temperature of the Holder : 25.0 deg. C Dispersion Medium Viscosity : 0.896 mPa.s

Transmission Intensity before Meas. : 366

Distribution Form : |Standard|
Distribution Form(Dispersity) : Polydisperse

Representation of Result : Scattering Light Intensity

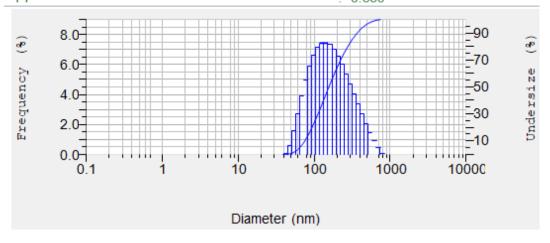
Count Rate : 3908 kCPS

# Calculation Results

Peak No.	S.P.Area Ratio	Mean	S. D.	Mode
1	1.00	193.3 nm	123.8 nm	142.5 nm
2		nm	nm	nm
3		nm	nm	nm
Total	1.00	193.3 nm	123.8 nm	142.5 nm

#### **Cumulant Operations**

Z-Average : 79.0 nm PI : 0.650



## 2. Data PSA pengujian analit Cu<sup>2+</sup> 500 ppm



000 58 /4\*5=9 ! ?6+# +80000

SZ-100

# nano Ag+Cu taufiq nanopoli.nsz

## **Measurement Results**

Date : 08 Oktober 2019 14:47:42

Measurement Type : Particle Size

Sample Name : Muhammad Taufiq Nano

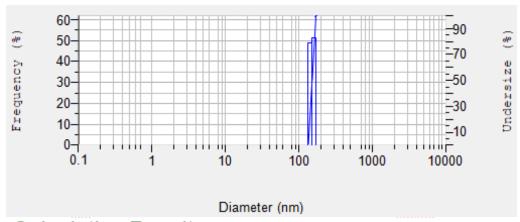
Scattering Angle : 90

Temperature of the Holder : 25.0 deg. C Dispersion Medium Viscosity : 0.896 mPa.s

Transmission Intensity before Meas. : 21078
Distribution Form : |Standard|
Distribution Form(Dispersity) : Polydisperse

Representation of Result : Scattering Light Intensity

Count Rate : 2659 kCPS



## Calculation Results

Peak No.	S.P.Area Ratio	Mean	S. D.	Mode
1	1.00	152.0 nm	9.3 nm	151.9 nm
2		nm	nm	nm
3		nm	nm	nm
Total	1.00	152.0 nm	9.3 nm	151.9 nm

Cumulant Operations

Z-Average : 131.0 nm PI : 0.515

# Lampiran 8. Perhitungan LoQ dan LoD

y = 0.0121x + 0.0079

R2 = 0.9896

No	Konsentrasi analit (ppm)	absorbansi	Yi	Y-Yi	(Y-Yi)2
1	0,2 ppm	0,02	0,01032	0,00968	9,3702E-05
2	0,4 ppm	0,031	0,01274	0,01826	0,00033343
3	0,6 ppm	0,041	0,01516	0,02584	0,00066771
4	0,8 ppm	0,06	0,01758	0,04242	0,00179946
5	1 ppm	0,07	0,02	0,05	0,0025
6	1,2 ppm	0,082	0,02242	0,05958	0,00354978
7	1,4 ppm	0,089	0,02484	0,06416	0,00411651
Σ					0,01306057

Simpangan baku (Sb)

$$Sb = \sqrt{\frac{\sum (y - yi)^2}{(n - 2)}} = \sqrt{\frac{0,01306057}{(7 - 2)}} = 0,051$$

$$LOD = yB + 3SB$$

$$= 0,0079 + 3(0,051)$$

$$= 0,1609$$

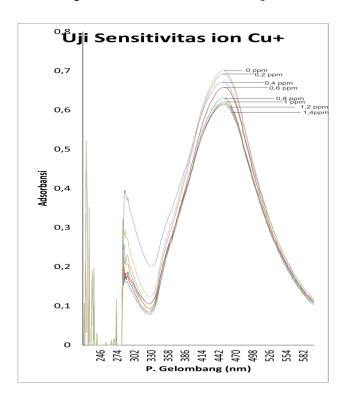
$$LOQ = yB + 10SB$$

$$= 0,0079 + 10(0,051)$$

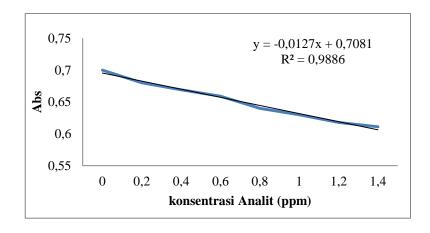
$$= 0,5179$$

#### Lampiran 9. Uji Sensitivitas

## 1. Spektra UV-Vis Linearitas uji Analit Cu<sup>2+</sup>



# 3. Kurva linearitas uji analit Cu<sup>2+</sup>



Lamiran 10. Reaksi reduksi Oksidasi dalam uji analit

No	Reaksi	$E^{0}(V)$	Keterangan
1.	$2Ag_{(s)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-}$	-0,8	
	$Cu^{2+}_{(aq)} + 2e^{-} \leftrightarrow Cu_{(s)}$	+0,34	
	$2Ag_{(s)} + Cu^{2+}{}_{(aq)} \longleftrightarrow 2Ag^{+}{}_{(aq)} + Cu_{(s)}$	-0,46	Tidak bereaksi
2.	$2Ag_{(s)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-}$	-0,8	
	$\operatorname{Cd}^{2+}_{(aq)} + 2e^{-} \leftrightarrow \operatorname{Cd}_{(s)}$	-0,40	
	$2Ag_{(s)} + Cd^{2+}_{(aq)} \longleftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + Cd_{(s)}$	-1,20	Tidak bereaksi
3.	$2Ag_{(s)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-}$	-0,80	
	$\operatorname{Mn}^{2+}_{(aq)} + 2e^{-} \leftrightarrow \operatorname{Mn}_{(s)}$	-1,51	
	$2Ag_{(s)} + Mn^{2+}_{(aq)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + Mn_{(s)}$	-2,31	Tidak bereaksi
4.	$2Ag_{(s)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-}$	-0,80	
	$Pb^{2+}_{(aq)} + 2e^{-} \leftrightarrow Pb_{(s)}$	-0,13	
	$2Ag_{(s)} + Pb^{2+}_{(aq)} \longleftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + Pb_{(s)}$	-0,93	Tidak bereaksi
5.	$2Ag_{(s)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-}$	-0,80	
	$\operatorname{Zn}^{2+}_{(aq)} + 2e^{-} \leftrightarrow \operatorname{Zn}_{(s)}$	-0,76	
	$2Ag_{(s)} + Zn^{2+}_{(aq)} \leftrightarrow 2Ag^{+}_{(aq)} + Zn_{(s)}$	-1,56	Tidak bereaksi

#### **Deret Volta**

Li K Ba Sr Ca Na Mg Al Mn Zn Cr Fe Cd Co Ni Sn Pb H Sb Bi Cu Hg Ag Pt Au

Analit memiliki
 harga E<sup>0</sup> yang kecil
 mengakibatkan sukar
 bereaksi dengan

NPP.

- Mudah teroksidasi sehingga tidak dapat bereaksi dengan Ag<sup>0</sup> karena Ag<sup>0</sup> mudah mengalami oksidasi.
- 3. Harga E<sup>0</sup> yang kecil mengakibatkan ion logam tidak mampu mengganggu interaksi dipol ion gugus aktif PVA dengan NPP.

- Analit memiliki
   harga E<sup>0</sup> yang kecil
   mengakibatkan sukar
   bereaksi dengan
   NPP.
- 2. Mudah tereduksi karena memiliki harga E<sup>0</sup> yang lebih besar daripada Ag<sup>0</sup> karena Ag<sup>0</sup> mudah mengalami oksidasi.
- 3. Harga E<sup>0</sup> yang besar mengakibatkan ion logam memiliki kemampuan untuk mengganggu interaksi dipol ion gugus aktif PVA dengan NPP. sehingga dapat terbentuk kompleks antara Ion logam dengan PVA dan NPP.