

**OPTIMASI ELEKTRODA PASTA TANAH NAPA ALUMINA MODIFIKASI
FEROSENIUM TETRAKLOROFERAT UNTUK PENENTUAN
BISPHENOL A SECARA VOLTAMMETRI**



FIQRHATUL ILMI

NIM/TM. 19036067/2019

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2023

**OPTIMASI ELEKTRODA PASTA TANAH NAPA ALUMINA MODIFIKASI
FEROSENIUM TETRAKLOROFERAT UNTUK PENENTUAN
BISPHENOL A SECARA VOLTAMMETRI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memproleh gelar
Sarjana Sains*



Oleh

FIQRHATUL ILMI

NIM/TM. 19036067/2019

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

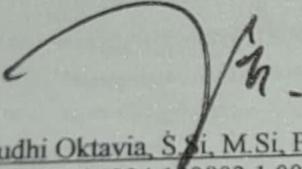
2023

PERSETUJUAN SKRIPSI

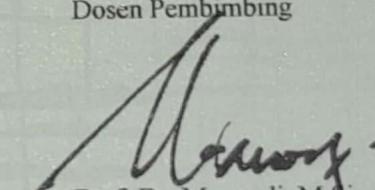
Judul : Optimasi Elektroda Pasta Tanah Napa Alumina Modifikasi *Ferosenium Tetrakloroferat* untuk Penentuan Bisphenol A Secara Voltammetri
Nama : Fiqrhatul Ilmi
NIM : 19036067
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, September 2023

Mengetahui :
Kepala Departemen Kimia


Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Disetujui Oleh :
Dosen Pembimbing


Prof. Dr. Mawardi, M.Si
NIP. 19611123 198903 1 002

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

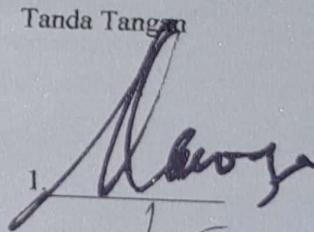
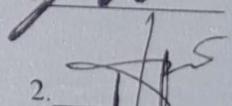
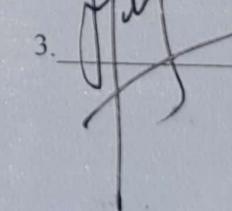
Nama : Fiqrhatul Ilmi
TM/NIM : 2019/19036067
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Optimasi Elektroda Pasta Tanah Napa Alumina Modifikasi *Ferosenium Tetrakloroferat* untuk Penentuan Bisphenol A Secara Voltammetri

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, September 2023

Tim Penguji

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Prof. Dr. Mawardi, M.Si	
2	Anggota	Alizar, S.Pd.,M.Sc.,Ph.D	
3	Anggota	Prof. Dr. Hardeli, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

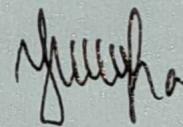
Saya yang bertandatangan dibawah ini
Nama : Fiqrhatul Ilmi
NIM : 19036067
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/07 Juli 2001
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Optimasi Elektroda Pasta Tanah Napa Alumina
Modifikasi Ferosenium Tetrakloroferat untuk
Penentuan Bisphenol A Secara Voltammetri

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani Asli oleh tim pembimbing dan tim pengujii.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima Sanksi Akademik berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, September 2023
Yang Menyatakan



Fiqrhatul Ilmi
NIM. 19036067

Optimasi Elektroda Pasta Tanah Napa Alumina Modifikasi *Ferosenium Tetrakloroferat* Untuk Penentuan Bisphenol A Secara Voltammetri

Fiqrhatul Ilmi

ABSTRAK

Bisphenol A (BPA) merupakan senyawa paling umum digunakan sebagai monomer dalam sintesis *polycarbonate* dan resin epoksi. BPA juga dapat diaplikasikan dalam sintesis *polyacrylate* dan *polysulfonate*. BPA telah dinyatakan sebagai zat beracun Paparan BPA dapat mempengaruhi fungsi otak, tiroid, ovarium dan organ reproduksi. Salah satu cara menentukan BPA adalah metode voltammetri. Tujuan penelitian ini dilakukan untuk merancang dan mengembangkan sensor BPA elektrokimia yang sederhana, cepat, sangat sensitif dan murah berbasis elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat*.

Penelitian ini diawali dengan penelusuran referensi terkait pembuatan elektroda pasta dan bagaimana cara memodifikasi elektroda pasta, sintesis dan karakterisasi *ferosenium tetrakloroferat* sebagai *modifier*. Tujuan menambahkan modifier ini untuk meningkatkan konduktivitas dalam respon sensor. Melakukan karakterisasi *modifier* dan elektroda yang telah dimodifikasi.

Penelitian ini dilaporkan bahwa elektroda yang telah dimodifikasi dapat memberikan respons sensor ditandai dengan adanya puncak reduksi yang dihasilkan pada voltammogram siklik pada potensial -399,9 mV dengan arus puncak -1,132 μ A, sedangkan elektroda tanpa modifikasi tidak dapat merespon sensor. Elektroda yang telah dimodifikasi dapat menentukan bisphenol a berdasarkan respon sensor pada voltammetri siklik dengan adanya puncak reduksi pada potensial -419,9 mV pada arus puncak -934,2 nA. Optimasi pH dalam menentukan bisphenol a didapatkan pada kondisi optimum bisphenol a pada pH 7.

Kata Kunci : Tanah Napa, Alumina, *Ferosenium Tetrakloroferat*, Bisphenol A , Voltammetri

**Optimization Of Napa Soil Alumina Modified *Ferosenium Tetrakloroferat*
Paste Electrode For Determination Of Bisphenol A By Voltammetric
Fiqrhatul Ilmi**

ABSTRACT

Bisphenol A (BPA) is the most common compound used as a monomer in the synthesis of polycarbonate and epoxy resins. BPA can also be used in the synthesis of polyacrylate and polysulfonate. BPA has been declared a toxic substance. Exposure to BPA can affect the functioning of the brain, thyroid, ovaries, and reproductive organs. One of the ways to determine BPA is by the voltammetric method. The purpose of this study was to design and develop a simple, fast, highly sensitive, and inexpensive electrochemical BPA sensor based on a modified napa alumina ferrocenium tetrachloroferate modified napa soil alumina paste electrode.

This study begins with a reference search related to the manufacture of electrode paste and how to modify the electrode paste, including the synthesis and characterization of ferrocenium tetrachloroferate as a modifier. The purpose of adding this modifier is to increase the conductivity of the sensor response. Perform the characterization of modifiers and electrodes that have been modified.

This study reported that the modified electrode can provide a sensor response characterized by the peak reduction generated in the cyclic voltammogram at a potential of -399 mV with a peak current of -1.132 μ A, while the electrode without modification cannot respond to the sensor. The modified electrode can determine bisphenol A based on sensor response in cyclic voltammetry, with a peak reduction potential of -419,9 mV at a peak current of -934,2 nA. Optimization of pH in determining bisphenol A obtained at optimum conditions of bisphenol A at pH 7.

Keyword : Napa Soil, Alumina, *Ferosenium tetrakloroferat*, Biphenol A, Voltammetric

KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, penulis mengucapkan puji dan syukur atas kehadirat Allah SWT yang telah memberikan kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini yang berjudul **Optimasi Elektroda Pasta Tanah Napa Alumina Modifikasi Ferosenium tetrakloroferat Untuk Penentuan Bisphenol A Secara Voltammetri.**

Shalawat beserta salam senantiasa tercurah untuk Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi tauladan dalam setiap aktivitas yang penulis lakukan. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof Dr. Mawardi, M.Si., sebagai dosen pembimbing sekaligus Penasihat Akademik (PA) yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Prof Dr. Illyas bin Md Isa sebagai pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
3. Bapak Alizar, S.Pd., M.Sc., Ph.D sebagai dosen pembahas yang telah memberikan masukan dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
4. Bapak Prof Dr. Hardeli, M.Si sebagai dosen pembahas yang telah memberikan masukan dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.

5. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D., sebagai Ketua Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
6. Bapak dan Ibu dosen pengajar serta seluruh staff akademik dan non akademik di Departemen Kimia FMIPA UNP.
7. Orangtua yang telah memberikan dukungan baik berupa moril ataupun materil dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Rekan kimia Angkatan 2019 yang telah memberikan motivasi dan masukan yang sangat berharga dalam penulisan skripsi ini.

Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari pembaca untuk kesempurnaan karya tulis selanjutnya. Atas kritik dan saran yang diberikan, penulis mengucapkan terimakasih.

Padang, Agustus 2023

Fiqrhatul Ilmi

DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB 1 PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah.....	3
C. Batasan Masalah	3
D. Rumusan Masalah.....	3
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
A. Tanah Napa	5
B. Alumina.....	8
C. Elektroda Pasta.....	9
D. Bisphenol A.....	11
E. Voltammetri.....	14
F. Instrumentasi	17
a. <i>Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)</i>	17
b. <i>X-ray Diffraction (XRD)</i>	19
c. Potensiostat	20
BAB III METODE PENELITIAN.....	22
A. Tempat dan Waktu Penelitian.....	22
B. Objek Penelitian.....	22
C. Variabel Penelitian	22
D. Alat dan Bahan.....	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
1. Sintesis dan Karakterisasi <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	26
2. Pembuatan Elektroda Tanah Napa Alumina Modifikasi <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	27
3. Penentuan Bisphenol A Menggunakan Elektroda Pasta Tanah Napa/Alumina/ <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	37
4. Pengaruh variasi pH terhadap optimalisasi Bisphenol A menggunakan Elektroda Pasta Tanah Napa / Alumina/ <i>Ferrocenium Tetrachloroferrate</i>	38

BAB V PENUTUP.....	39
A. Kesimpulan	39
B. Saran	39
LAMPIRAN.....	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Tanah Napa Pesisir Selatan	5
Gambar 2. Alumina	8
Gambar 3. (a) Transisi Struktur Alumina dan Aluminium hidroksida (b) Struktur α - Al_2O_3	9
Gambar 4. Bisphenol A	12
Gambar 5. Ilustrasi Paparan BPA dalam Sistem Darah	13
Gambar 6. <i>Fourier Transform Infrared</i> di Laboratorium Kimia	18
Gambar 7. X – Ray Diffraction di Laboratorium Fisika.....	20
Gambar 8. Potensiostat.....	20
Gambar 9. <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	26
Gambar 10. Spektra FTIR <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	27
Gambar 11. Karakterisasi Material yang telah Dimodifikasi.....	29
Gambar 12. Spektra FTIR a) material elektroda yang dimodifikasi b), tanah napa, c) ferrosenium	30
Gambar 13. Difraktogram XRD a) <i>aluminium silicate hydrate</i> , b) <i>aluminium oxide</i> c) <i>sodium chloride</i> , d) <i>silicon oxide</i>	31
Gambar 14. Difraktogram XRD Material elektroda yang telah dimodifikasi	32
Gambar 15. Elektroda Pasta.....	33
Gambar 16. Karakterisasi a) 50% napa soil 50% alumina b) 70% napa soil 30% alumina.....	34
Gambar 17. Ilustrasi Modifikasi Elektroda.....	35
Gambar 18. a) Napa soil 50% Alumina 50% b) Napa Soil 70% Alumina 30% c) Fero 5% Napa Soil 70% Alumina 25% 4,0 mM $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ in 1,0 M KCl	35
Gambar 19. Siklik Voltametri Penentuan Bisphenol A	37
Gambar 20. Variasi pH terhadap Arus.....	38

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Komposisi Tanah Napa di Sumatera Barat.....	6
Tabel 2.Transformasi fase alumina	9
Tabel 3. Sensor Elektrokimia dalam Penentuan BPA	13
Tabel 4. Perbedaan Spektra FTIR dari Tanah Napa, <i>Ferosenium</i> , Elektroda Modifikasi	30

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Prosedur Kerja.....	44
Lampiran 2. Dasar- dasar Perhitungan.....	46
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi FTIR <i>Ferosenium tetrakloroferat</i>	50
Lampiran 4. Hasil Karakteriasi Material Elektroda Modifikasi.....	50
Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian.....	53

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Bisphenol A (BPA) merupakan senyawa paling umum digunakan sebagai monomer dalam sintesis *polycarbonate* dan resin epoksi. BPA juga dapat diaplikasikan dalam sintesis *polyacrylate* dan *polysulfonate*. Berbagai jenis penyimpanan makanan atau bahan pengemas diproduksi dari *polycarbonate* seperti botol air, kotak makan, botol kaleng, *ovenware* *microwave*.

BPA telah dinyatakan sebagai zat beracun (Zhan dkk., 2016). Paparan BPA terdapat di berbagai makanan dan barang-barang lainnya yang dapat mencemari lingkungan biotik dan abiotik (Fu & Kawamura, 2010). Paparan BPA dapat mempengaruhi fungsi otak, tiroid, ovarium dan organ reproduksi (Rubin, 2011). Selain itu, BPA dikaitkan dengan penyakit kardiovaskular, obesitas dan karsinogenisitas (Tharp dkk., 2012).

Otoritas Keamanan Pangan Eropa mengizinkan batas BPA 50 µg/Kg berat badan dalam satu hari (Shelnutt dkk., 2013). Kesehatan Canada mengizinkan batas BPA 25µg/Kg(X. L. Cao dkk., 2008). Selain itu Badan POM pada tahun 2019 telah mengeluarkan batas migrasi maksimal BPA yaitu sebesar 0,6 mg/kg.

Dalam menentukan BPA telah digunakan berbagai instrument dan metode, termasuk kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) (Sungur dkk., 2014), kromatografi cair– spektrometri massa (LC–MS) (Ferrer dkk., 2011), *enzyme linkedimmunosorbent assay* (ELISA), dan kromatografi gas- spektrometri massa (GC-MS). Namun, sebagian besar metode tersebut

memakan waktu, relatif mahal, membutuhkan cadangan infrastruktur yang besar dan sulit digunakan dalam kondisi *in situ*.

Metode elektrokimia dapat mengatasi hal tersebut dalam menentukan BPA. Pilihan ini karena metode elektrokimia dikenal dengan biaya rendah, sensitivitas dan selektivitas tinggi, presisi yang baik, penggunaan peralatan yang sederhana sehingga cocok untuk pemantauan cepat dibandingkan dengan metode lainnya (ter Halle dkk., 2015).

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Kochana dkk., 2015) biosensor TYR/TiO₂/MWCNT/PDDA/Nafion/GE yang dikembangkan menunjukkan sensitivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan biosensor berbasis tirosinase lainnya yang dilaporkan untuk penentuan BPA. Penentuan BPA dengan menggunakan biosensor ini dilakukan dengan metode amperometri pada pH 6 dengan sampel plastik *packing* nasi menghasilkan sensitivitas 9,137 μA/μM.

Berdasarkan tinjauan literatur hingga sekarang belum ada penelitian yang menggunakan tanah napa sebagai elektroda dalam mendeteksi Bisphenol A. Meskipun tanah napa dapat dimanfaatkan sebagai material alami untuk pembuatan alumina, yang mana tanah napa ini sangat banyak di Sumatera Barat, selain itu tanah napa belum banyak dimanfaatkan dan diolah menjadi lebih berguna dan memiliki nilai ekonomis. Jadi, pada penelitian ini akan merancang dan mengembangkan sensor BPA elektrokimia yang sederhana, cepat, sangat sensitif dan murah berbasis elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *feroselenium tetrakloroferasit*.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang yang ada, dapat dijabarkan permasalahan sebagai berikut:

1. Tanah Napa merupakan kelompok mineral aluminasilika yang tinggi akan kandungan alumina, namun belum dimanfaatkan secara komersial.
2. Pembuatan elektroda pasta tanah napa belum pernah dilakukan sebelumnya.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Mineral tanah napa yang digunakan berasal dari Kabupaten Pesisir Selatan.
2. Karakterisasi elektroda tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat* dilakukan dengan menggunakan FTIR, XRD dan potensiostat.
3. Optimasi elektroda tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat* dilakukan dengan menggunakan metode voltammetri.

D. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana cara pembuatan elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat*?
2. Bagaimana hasil dari karakterisasi elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat*?
3. Bagaimana hasil dari optimasi elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *ferosenium tetrakloroferat*?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui cara pembuatan elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *feroselenium tetrakloroferat*.
2. Mengetahui hasil dari karakterisasi elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *feroselenium tetrakloroferat*.
3. Mengetahui hasil dari optimasi elektroda pasta tanah napa alumina modifikasi *feroselenium tetrakloroferat*.

F. Manfaat Penelitian

Berdasarkan penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan nilai dari tanah napa sebagai sumber aluminasilikat yang dapat digunakan dalam berbagai sektor diantaranya sektor industri maupun laboratorium. Hasil penelitian ini dapat dimanfaatkan sebagai salah satu referensi untuk penelitian selanjutnya, terutama pada bidang pengembangan penelitian berbasis tanah napa.