



**THE DEVELOPMENT OF VOLTAMMETRIC N₂O SENSOR WITH
PLATINUM WORKING ELECTRODE VIA OPTIMIZING
ELECTROLYTE SOLUTION AND POTENTIAL SCAN RATE WITH
CHARACTERISE ITS PERFORMANCE**

SCIENTIFIC ARTICLE

By:

**Harum Sekar Andini
NIM 071810301105**

**DEPARTEMENT OF CHEMISTRY
THE FACULTY OF MATHEMATIC AND NATURAL SCIENCES
THE UNIVERSITY OF JEMBER
2012**



**PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMMETRI N_2O DENGAN
ELEKTRODA KERJA PLATINA MELALUI OPTIMASI LARUTAN
ELEKTROLIT DAN POTENSIAL SCAN RATE SERTA
KARAKTERISASI KINERJANYA**

ARTIKEL ILMIAH

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Progam Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Harum Sekar Andini
NIM 071810301105**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2012**

PENGESAHAN

Artikel Ilmiah telah diterima oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Dosen Pembimbing,

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Drs. Siswoyo, M.Sc. PhD.

NIP. 19660521993031003

Dwi Indarti, S.Si. M.Si.

NIP. 197409012000032004

Pengembangan Sensor Voltammetri N₂O dengan Elektroda Kerja Platina melalui Optimasi Larutan Elektrolit dan Potensial Scan Rate serta Karakterisasi Kinerjanya

(The Development of Voltammetric N₂O Sensor with Platinum Working Electrode via Optimizing Electrolyte Solution and Potential Scan Rate with Characterise Its Performance)

Harum Sekar Andini¹, Siswoyo², Dwi Indarti²

¹Student of Chemistry Departement, The Faculty of Mathematic and Natural Sciences, The University of Jember.

²Lecturer of Chemistry Departement, The Faculty of Mathematic and Natural Sciences, The University of Jember.

Departement of Chemistry, The Faculty of Mathematic and Natural Sciences, The University of Jember.

ABSTRAK

Teknik voltammetri siklik digunakan untuk mengkarakterisasi respon elektroda secara elektrokimia. Elektroda platinum dengan diameter 10 µm telah diteliti responnya pada berbagai variasi konsentrasi dinitrogen oksida dalam sel elektrokimia berbasis membran yang terdiri dari dimetilsulphoksida (DMSO) dan tetrabutyl ammonium perkhlorat (TBAP) sebagai pelarut dan larutan elektrolit pendukung, emas sebagai elektroda bantu, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, politetrafluoroetilena sebagai membran dan polarisasi potensial dari 0mV sampai dengan -2800mV. Hasil menunjukkan bahwa nilai optimum sensor pada konsentrasi 0,1M TBAP/DMSO dan *scan rate* 100mV/s. Hal tersebut mengindikasikan bahwa sensor mampu bekerja dari konsentrasi N₂O 0%-20% dengan nilai *linier range* sebesar 0,971; nilai sensitivitas sebesar -0,392nA dan nilai limit deteksi sebesar 2,62%. Berdasarkan evaluasi selektivitas sensor menunjukkan bahwa terdapat interferensi dari O₂ yang muncul pada potensial yang sama dengan N₂O di sekitar -2300mV sampai dengan -2500mV. Sensor N₂O tidak dapat dibandingkan dengan sensor infra merah karena sensor N₂O tidak dapat mendeteksi N₂O di bawah konsentrasi 1%.

Kata Kunci: Voltammetri siklik, platina, sensor N₂O, sensor infra merah

ABSTRACT

Cyclic voltammetric technique has been used to characterise the electrochemical electrode response. Platinum electrode with diameter 10µm has been investigated its responses to various dinitrous oxide concentration in a shielded electrochemical cell consists of dimethylsulphoxide (DMSO) and tetrabutyl ammonium perchlorate (TBAP) as solvent and supporting electrolyte solution, gold as counter electrode, Ag/AgCl as reference electrode, polytetrafluoroetilena as membrane and polarizing voltage from 0mV to -2800mV. Results showed that the value of optimum sensor were 0,1M TBAP/DMSO concentration and scan rate 100mV/s. It is indicated that the sensor capable work from concentration of N₂O 0%-20% with *linier range* values of 0,971; sensitivity value of -0,392nA; and detection limit value of 2,62%. Based on selectivity sensor evaluation has shown that there was interference from O₂ that appearance of same potential with N₂O around -2300mV to -2500mV. The N₂O sensor incomparable with infra red sensor because the N₂O sensor coludn't detec N₂O under concentration 1%.

Keywords: Cyclic voltametric, platinum, N₂O sensor, infra red sensor.

PENDAHULUAN

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi mulai abad 20, memberikan dampak positif dalam hal kemudahan akses disegala bidang serta dampak negatif berkaitan dengan menurunnya kualitas lingkungan hidup. Salah satunya adalah produksi gas dinitrogen oksida. Gas dinitrogen oksida (N_2O) sebagian besar di manfaatkan di dunia klinik sebagai gas perunut dalam analisis laju alir darah (Hahn, 1998). Disisi lain, meningkatnya produksi gas N_2O menyebabkan menurunnya kualitas lingkungan. Gas ini berpotensi untuk merusak lapisan ozon dan mengakibatkan pemanasan global sehingga usaha pemantauan dan pengendalian terhadap konsentrasi dan laju emisinya menjadi sangat penting.

Berbagai macam metode telah banyak ditemukan untuk menganalisis keberadaan gas N_2O di dalam lingkungan yaitu dengan metode spektrometri infra merah dan kromatografi gas. Gas dinitrogen oksida (N_2O) sangat sensitif jika dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas, tetapi pengukuran yang dilakukan begitu sulit dan memerlukan perlakuan ekstraksi gas dinitrogen oksida (N_2O) dari sampelnya (Revbech, 1998). Metode lain yang muncul dalam menganalisis N_2O yaitu dengan menggunakan semikonduktor oksida logam sebagai material sensor untuk mendeteksi adanya N_2O . Kelemahan dari metode ini adalah terletak pada sensor yang umumnya memiliki selektivitas yang jelek dan juga memerlukan tenaga listrik yang relatif tinggi (McPeak dan Hahn, 1997).

Beberapa peneliti telah mencoba mendesain sensor gas berbasis elektrokimia. Metode sensor elektrokimia ini lebih menguntungkan karena mempunyai sensitivitas yang baik, mudah digunakan, dan tergolong murah. Pendeteksian gas N_2O bersamaan dengan gas O_2 dan halotan dengan metode elektrokimia ditemukan oleh Albery dan Hahn (1983) menggunakan logam emas, platina dan perak sebagai elektroda kerja yang diterapkan dalam bidang kesehatan. Platina, emas dan paladium terletak dalam grup yang sama yaitu grup VIII dalam tabel periodik unsur, sehingga emas dan paladium mempunyai sifat-sifat elektrokimia yang hampir sama dengan platina, tetapi adapula perbedaan antara ketiga logam tersebut diantaranya adalah platina memiliki potensial reduksi lebih kecil daripada emas dan paladium, platina pada suhu tinggi bersifat lebih

stabil dibandingkan dengan emas dan pada suhu kamar paladium dapat mengabsorpsi hidrogen (Burke, 1992). Selanjutnya McPeak dan Hahn (1997), menggunakan elektroda emas, larutan elektrolit tetraetilammoniumperklorat dalam dimetilsulphoksida (TEAP/DMSO) dan membran pemisah PTFE untuk pendeteksian gas N_2O . Andersen, *et al.* (2001), telah melakukan penelitian gas N_2O dengan sensor elektrokimia menggunakan membran silikon dan larutan askorbat sebagai larutan elektrolitnya.

Metode elektroanalisis pada umumnya berbasis pada prinsip reduksi gas dinitrogen oksida (N_2O), dimana pada elektroda kerjanya mengalami polarisasi. Beberapa teknik yang umum digunakan untuk polarisasi potensial elektroda dalam voltametri adalah voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry*. Penelitian Purwoko (2007) menggunakan makroelektroda kerja platina (Pt) dan larutan elektrolit tetrabutylammonium perklorat dalam dimetilsulphoksida (TBAP/DMSO), diperoleh data voltammogram arus reduksi yang terekam menggunakan teknik *differential pulse voltammetry* tidak begitu stabil, sehingga sulit dalam menentukan puncak reduksi dinitrogen oksida (N_2O). Oleh karena itu, penelitian ini menggunakan teknik polarisasi potensial elektroda kerja menggunakan voltametri siklik.

Analisis gas N_2O dengan sensor elektrokimia, memerlukan media larutan sebagai pelarut gas N_2O . Secara langsung gas N_2O dapat teradsorb (tanpa dilarutkan terlebih dahulu) dengan memanfaatkan membran yang akan menjadi pemisah antara gas analit dengan sensor, sehingga gas N_2O berikut gas – gas lain di udara bebas secara otomatis akan masuk ke dalam sensor melalui membran. Penelitian ini akan meneliti penggunaan membran (*Polytetrafluoroetilena*) PTFE, karena merujuk pada penelitian yang telah dilakukan oleh Mukhakikin (2011) diperoleh data selektivitas dan permeabilitas dari membran PTFE yang lebih tinggi daripada membran PDMS (*Polydimethylsiloxane*) dalam merespon gas N_2O .

Penelitian ini akan meneliti penggunaan salah satu material mikorelektroda kerja platina (Pt) dengan menitikberatkan pada aspek larutan elektrolit, variasi *scan rate* dan karakteristik kerja (sensitifitas, *linier range*, dan

limit deteksi) terhadap sensor gas N_2O menggunakan membran PTFE (*Polytetrafluoroetilena*). Desain sensor gas N_2O berbasis membran tersebut akan dilihat unjuk kerjanya dengan membandingkan karakteristik kerja antara sensor voltametri dengan kinerja sensor infra merah komersial dalam pengukuran gas N_2O . Dengan demikian, diharapkan dalam penelitian ini akan diperoleh data karakteristik kerja antara kedua sensor tersebut dalam pengukuran gas N_2O .

METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: Potensiostat Amel 433-A yang dihubungkan dengan computer, elektroda pembanding Ag/AgCl, mikroelektroda kerja Pt, elektroda *counter* Au, *mass flow controller* STEC SAC 4400, beaker glass 10mL; 50mL; 150mL, pipet volum, pipet tetes, pipet mohr, ball pipet, labu ukur, botol semprot, pipa polietilen, Sensor *Infra Red*, O-ring, jarum suntik.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: Gas N_2O , gas O_2 , gas CO_2 , gas N_2 , teflon, membran PTFE ukuran pori $1\mu m$, tetrabutylamonium perklorat (TBAP) (puris, electrochemical grade, CAS: 1923-702), dimetilsulphoksida (DMSO) (merk schuchardt OHG, 85662 hohelnburn, Germany), aquademin, asam sulfat >98%.

PROSEDUR PENELITIAN

Preparasi sel elektrokimia

Sel elektrokimia terdiri dari elektroda kerja (WE) Pt, elektroda pembanding (RE) Ag/AgCl, elektroda counter (CE) Au, larutan elektrolit yang digunakan dalam sel elektrokimia adalah larutan elektrolit tak berair tetrabutylamonium perklorat (TBAP) dalam dimetil sulfoksida (DMSO).

Optimasi parameter kinerja sensor voltametri

Penentuan *scan rate* optimum

Penentuan *scan rate* optimum dilakukan menggunakan konsentrasi N_2O sebesar 1,5% dengan cara mengalirkan gas N_2O dalam larutan elektrolit 15mL TBAP/DMSO 0,1M dengan kecepatan alir gas 0,015L/menit selama 10 menit.

Variasi *scan rate* yang penulis gunakan adalah 20mV/detik, 40mV/detik, 80mV/detik, 100mV/detik dan 200mV/, kemudian dilakukan proses elektrolisis. pada rentang potensial 0-(-2,8)Volt dan di dapatkan voltammogram arus terhadap potensial dimana salah satu puncak yang dihasilkan terbaca sebagai sinyal reduksi gas N₂O. *Scan rate* optimum dapat diketahui dengan melihat arus reduksi optimum.

Optimasi konsentrasi larutan elektrolit

Penentuan konsentrasi optimum dilakukan menggunakan konsentrasi N₂O sebesar 1,5% dengan cara mengalirkan gas N₂O dalam larutan elektrolit TBAP/DMSO 0,1M dengan kecepatan alir gas 0,015L/menit selama 10 menit. Variasi konsentrasi larutan elektrolit TBAP 0,01M; 0,025M; 0,05M; 0,075M; 0,1M, 0,15M, kemudian dilakukan proses elektrolisis. pada rentang potensial 0- (-2,8)Volt dan di dapatkan voltammogram arus terhadap potensial dimana salah satu puncak yang dihasilkan terbaca sebagai sinyal reduksi gas N₂O. *Scan rate* optimum dapat diketahui dengan melihat arus reduksi optimum.

Preparasi sel elektrokimia berbasis membran

Elektroda kerja (WE) Pt, elektroda pembanding (RE) Ag/AgCl, elektroda counter (CE) Au dimasukkan ke dalam tabung teflon yang bagian dasar tabung tersebut telah dilengkapi dengan membran PTFE ukuran pori 1 μ m kemudian dipasang O-ring agar membran dan tutup tabung terpasang dengan kuat, selanjutnya larutan TBAP/DMSO dengan konsentrasi 0,1M sebanyak 1,5ml dimasukkan ke dalam tabung menggunakan jarum suntik.

Karakterisasi kinerja sensor berbasis membrane

Proses pemasukan sampel, gas N₂O dialirkan oleh *mass flow controller* menuju tabung teflon tertutup yang telah dilengkapi oleh membran di bagian dasar tabung kemudian diberikan 1,5ml larutan elektrolit TBAP dengan konsentrasi optimum 0,1M dan *scan rate* optimum 100mV/s. Uji karakteristik sensor dilakukan dengan mengekspos sensor pada campuran N₂O dan gas N₂ pada