

SKRIPSI

PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMETRI N₂O DENGAN OPTIMALISASI POLARISASI ELEKTRODA DAN KONSENTRASI ELEKTROLIT MENGGUNAKAN ELEKTRODA KERJA PERAK (Ag)

Oleh :

Vivi Andriani
NIM 031810301047

Dosen Pembimbing Utama : Drs. SISWOYO, M.Sc., PhD.
Dosen Pembimbing Anggota : Drs. ZULFIKAR, PhD.

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**



**PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMETRI N₂O DENGAN
OPTIMALISASI POLARISASI ELEKTRODA DAN
KONSENTRASI ELEKTROLIT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA PERAK (Ag)**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Oleh :

**VIVI ANDRIANI
NIM : 031810301047**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**



**PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMETRI N_2O DENGAN
OPTIMALISASI POLARISASI ELEKTRODA DAN
KONSENTRASI ELEKTROLIT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA PERAK (Ag)**

ARTIKEL ILMIAH

Oleh :

**VIVI ANDRIANI
NIM : 031810301047**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**



**PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMETRI N₂O DENGAN
OPTIMALISASI POLARISASI ELEKTRODA DAN
KONSENTRASI ELEKTROLIT MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KERJA PERAK (Ag)**

ARTIKEL ILMIAH

Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Meraih Gelar Sarjana Sains
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Oleh :

**VIVI ANDRIANI
NIM : 031810301047**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**

Pengembangan Sensor Voltammetri N₂O Dengan Optimalisasi Polarisasi Elektroda dan Konsentrasi Elektrolit Menggunakan Elektroda Kerja Perak (Ag)

Vivi Andriani⁽¹⁾, Siswoyo⁽²⁾, Zulfikar⁽²⁾

(1) Mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Mipa Universitas Jember

(2) Dosen Jurusan Kimia Fakultas Mipa Universitas Jember

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi elektrolit dan variasi *scan rate* dalam penentuan kondisi optimum pengukuran gas N₂O, mengetahui karakteristik sensor N₂O (sensitifitas, linier range, dan limit deteksi) menggunakan teknik polarisasi potensial secara siklik voltammetri (CYV) dan *differential pulse voltammetry* (DPV) dengan menggunakan membran dan tanpa menggunakan membran pada elektroda kerja perak (Ag). Pengukuran dilakukan pada rentang potensial 0-(1600) mV, didapatkan kondisi optimum pengukuran gas N₂O pada konsentrasi elektrolit KOH 1.5 M/KCl 0.15 M dan *scan rate* 100mV/detik. Respon yang diperoleh berupa arus yang digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi. Sensor gas N₂O menggunakan membran memiliki sensitifitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan sensor gas tanpa menggunakan membran, selain itu daerah kerja untuk sensor dengan menggunakan membran memiliki daerah kerja lebih linier dibandingkan dengan dengan sensor gas tanpa menggunakan membran. Limit deteksi N₂O yang dapat terekam oleh sensor tanpa menggunakan membran secara CYV dan DPV masing-masing sebesar 0.0711 g/L dan 0.6732 g/L, sedangkan limit deteksi untuk sensor menggunakan membran secara CYV dan DPV masing-masing adalah 0.0238 g/L dan 0.0733 g/L.

Kata kunci : N₂O, siklik voltammetri, dan *differential pulse voltammetry*

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lingkungan merupakan suatu sistem kompleks yang berada diluar individu yang mempengaruhi pertumbuhan dan perkembangan organisme. Mutu dari suatu lingkungan hanya dikaitkan dengan masalah lingkungan misalnya pencemaran. Salah satu contoh pencemaran lingkungan adalah pencemaran udara. Udara merupakan suatu campuran gas yang terdapat pada lapisan troposfer bumi dengan perbandingan komposisi yang konstan (Fardiaz, 1992). Pencemaran udara merupakan peristiwa masuknya zat, energi, atau komponen lainnya dalam lingkungan udara (Soedarmadji, 2004) dapat berasal dari asap kendaraan bermotor, mesin industri, teknologi, serta aktifitas manusia lainnya (Amsyari, 1986). Akibatnya kualitas udara menurun sehingga mengganggu kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya. Polutan udara ada yang langsung berdampak negatif pada makhluk hidup misalnya NO_2 , NO , NH_3 , SO_2 , adapula yang berdampak tidak langsung seperti kelompok gas rumah kaca yaitu N_2O , CH_4 , CO_2 , dan lain-lain. N_2O merupakan salah satu gas rumah kaca yang dapat merusak lapisan ozon yang berdampak pada pemanasan global dalam jangka panjang (Andersen, *et al.*, 2001), sehingga monitoring dan pengontrolan konsentrasi serta laju emisinya menjadi sangat penting.

Nitrous oksida atau dinitrogen oksida dikenal sebagai gas gelak dan merupakan oksida nitrogen yang memiliki kelimpahan yang besar di dalam atmosfer (Andersen, *et al.*, 2001). N_2O selain berperanan sebagai gas rumah kaca, juga dapat digunakan secara luas sebagai gas anastesi dan analgesik di dalam bidang klinis dan juga digunakan sebagai pendorong dalam wadah bertekanan dalam dunia industri (Albery and Hahn, 1983). Berbagai macam aplikasi dari gas N_2O ini mengakibatkan alat

ukur yang digunakan dalam pengontrolan dan monitoring harus mampu mengukur dalam range ppb sampai tingkat persen (Siswoyo, dkk, 2005).

Berbagai macam metode telah banyak ditemukan untuk menganalisis keberadaan gas N_2O di dalam lingkungan. Metode standart untuk menganalisis N_2O adalah spektrometri infra merah dan kromatografi gas. Spektrometri infra merah dan kromatografi gas biasanya sampel yang digunakan memerlukan perlakuan khusus secara intensif dengan biaya cukup besar dalam pelaksanaannya. 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 selektifitas yang jelek dan juga memerlukan tenaga listrik yang relatif tinggi (McPeak and Hahn, 1997).

Berbagai macam metode bermunculan untuk menganalisis keberadaan gas N_2O , hal ini memiliki tujuan untuk memperbaiki metode-metode yang sudah ada sebelumnya. Metode elektroanalisis banyak menarik perhatian para peneliti dengan alasan metode ini sederhana, murah, dan mudah dibangun jika dibandingkan dengan metode kromatografi dan spektrometri inframerah (Siswoyo, *et al.*, 2000). Salah satu teknik yang digunakan yaitu dengan menggunakan teknik voltametri. Voltametri merupakan kelompok elektroanalisis skala mikro yang mengkaji informasi tentang analit dari pengukuran arus (I) sebagai fungsi potensial (V) pada kondisi dimana elektroda indikator/elektroda kerja mengalami polarisasi (Skoog, 1994).

Metode elektroanalisis untuk mendeteksi N_2O diawali oleh Albery dan Hahn (1993) dengan menggunakan logam emas, platina dan perak sebagai elektroda kerja, dimana elektroda disini bekerja pada lingkungan elektrolit alkali yang selanjutnya diaplikasikan di dunia kesehatan. Penelitian lebih lanjut diteruskan oleh Hahn dan Clark yaitu pengukuran campuran gas diantaranya yaitu gas oksigen, karbon dioksida, dan nitrous oksida. Elektroda kerja yang digunakan adalah logam emas dan elektroda pembandingnya adalah Ag/AgCl. Elektroda disini bekerja pada elektrolit organik dimetilsulphoksida (DMSO)/tetraetilammonium perklorat (TEAP).

Permasalahan yang muncul pada metode ini yaitu terbentuknya gelembung gas N_2 pada permukaan mikroelektroda yang mengganggu pengukuran (McPeak and Hahn, 1997). Beberapa peneliti juga tertarik pada elektroda Pd/glassy-karbon (Wang dan Li, 1998) dan Au-nafion (Siswoyo, *et al.*, 2000). Metode elektroanalisis yang ada berbasis pada prinsip reduksi gas N_2O pada elektroda kerjanya.

Berdasarkan informasi di atas, sangat jelas bahwa nitrous oksida dapat dideteksi dengan menggunakan metode elektrokimia baik dalam larutan elektrolit berair maupun dalam larutan elektrolit organik, meskipun limit deteksinya masih menjadi masalah dalam pengukuran N_2O pada konsentrasi rendah. Metode ini diperkirakan lebih menguntungkan dibandingkan dengan dengan metode yang lain diantaranya biaya produksi yang rendah, pengoperasian dan pemeliharaan yang mudah, perangkat instrumen yang sederhana memungkinkan dapat diaplikasikan dilapangan secara langsung.

Penggunaan suatu material elektroda Logam perak (Ag) sebagai elektroda kerja yang dipolarisasi menggunakan teknik voltametri siklik dan *differensial pulse voltammetry*, variasi konsentrasi larutan elektrolit dan *scan rate* dalam pendeteksian gas N_2O untuk mendapatkan kondisi optimum dengan tujuan untuk mengkaji lebih dalam karakteristik sensor elektrokimia sebagai langkah awal untuk optimalisasi fungsi sensor untuk aplikasi di lapangan, mempelajari pengaruh perbedaan penggunaan membran (*shielded electrode*) dan tanpa menggunakan membran (*unshielded electrode*) pada elektroda kerja. Penggunaan membran yaitu PDMS yang bersifat permeabel akan dipelajari pengaruhnya terhadap unjuk kerja dari sensor dalam mendeteksi gas N_2O .

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas maka perumusan masalah yang dikemukakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Bagaimana pengaruh variasi *scan rate* dan variasi konsentrasi larutan elektrolit dalam penentuan kondisi optimum pengukuran gas N₂O?,
- 2) Bagaimana karakteristik kerja (sensitifitas, *linear range*, dan limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan teknik polarisasi potensial secara voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* dalam pengukuran gas N₂O?,
- 3) Bagaimana karakteristik kerja (sensitifitas, *linear range*, dan limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan menggunakan membran (*shielded electrode*) dan tanpa menggunakan membran (*unshielded electrode*) pada elektroda kerja?.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Elektroda kerja (WE) yang digunakan adalah logam perak (Ag)
- 2) Membran pemisah yang digunakan adalah PDMS dengan ketebalan tertentu,
- 3) Elektroanalisis dilakukan tanpa mengatur atau mengontrol temperatur reaksi (dilakukan dalam temperatur ruangan) dan pH sistem tidak dikontrol,
- 4) Elektroanalisis menggunakan potensiostat Amel model 433,
- 5) Variasi konsentrasi elektrolit yang digunakan KOH 0,50 M, 1,00 M, 1,50 M; KCl 0,05 M, 0,10 M, 0,15 M dan *scan rate* 40, 80, 100, 200 mV/detik.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Mengetahui pengaruh variasi *scan rate* dan variasi konsentrasi larutan elektrolit dalam penentuan kondisi optimum pengukuran gas N₂O,
- 2) Mengetahui karakteristik kerja (sensitifitas, *linear range*, dan limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan teknik polarisasi potensial secara voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* dalam pengukuran gas N₂O,

- 3) Mengetahui karakteristik kerja (sensitifitas, *linear range*, dan limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan menggunakan membran (*shielded electrode*) dan tanpa menggunakan membran (*unshielded electrode*) pada elektroda kerja.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu dasar pengembangan sensor gas secara elektrokimia untuk mendeteksi gas N₂O dan gas-gas yang lainnya, dapat digunakan sebagai alat alternatif dalam usaha monitoring lingkungan, dan dapat digunakan untuk peningkatan kapasitas laboratorium kimia analitik dalam rekayasa sensor.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 NITROUS OKSIDA

Berdasarkan IUPAC nitrous oksida, N_2O disebut sebagai dinitrogen oksida. N_2O ditemukan pertama kali pada tahun 1793 oleh Joseph Priestley yang juga dikenal dengan penemuannya mengisolasi gas-gas penting seperti oksigen O_2 , karbon monoksida CO , karbon dioksida CO_2 , ammonia NH_3 , dan sulfur dioksida SO_2 .

N_2O dikenal sebagai gas gelak memiliki sifat tidak berwarna dan berbau sedikit harum, pada temperatur normal bersifat kurang reaktif jika dibandingkan dengan oksida nitrogen yang lainnya. N_2O pada temperatur yang tinggi dapat berfungsi sebagai oksidan/pengoksidasi (Cameron and May, tanpa tahun). N_2O dapat larut dalam berbagai macam pelarut yaitu air, alkohol, dan asam sulfat. Gas ini juga dapat larut dalam lemak/minyak.

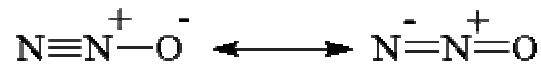
Sifat Fisik dari Nitrous Oksida, N_2O

Massa molar	: 44.0128 g/mol
Warna	: tidak berwarna
Bau/aroma	: harum
Titik leleh	: -90.81 °C
Titih didih	: -88.46 °C
Densitas gas	: 1.799 g/L pada suhu 25 °C pada tekanan 1 atm
Densitas N_2O : densitas air	: 1.52 : 1.00

Kelarutan : 56,7 mL/100 mL pada tekanan 1 atm

(Matson, *et al.*, 2002)

Struktur dari gas N₂O :

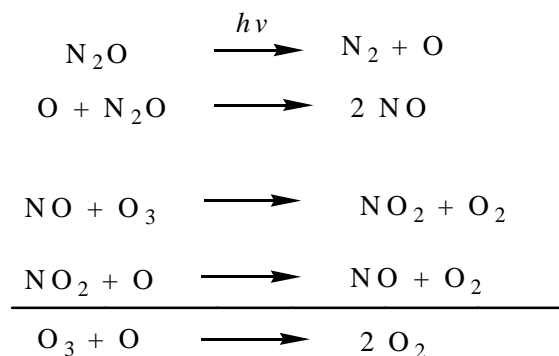


Kestabilan dan reaktifitas :

- dapat bereaksi cepat/kuat dengan materi yang mudah menyala,
- merupakan pengoksidasi kuat terhadap bahan organik,.
- pada suhu kamar N₂O tidak bersifat reaktif terhadap beberapa substansi termasuk golongan alkali, halogen, dan bahkan terhadap ozon.
- pemanasan dapat mengakibatkan N₂O terurai secara eksotermik menjadi N₂ dan O₂, dengan reaksi sebagai berikut :

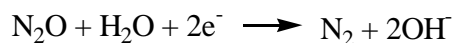


Nitrous oksida atau dinitrogen oksida banyak digunakan secara luas sebagai gas anastesi dan analgesik di bidang klinis dan juga sebagai gas pendorong dalam wadah bertekanan di dunia industri makanan (McPeak and Hahn, 1996), bahan pendorong aerosol seperti CFC, bahan aditif pada bahan bakar otomotif. N₂O sebagai salah satu gas rumah kaca memiliki potensi untuk merusak lapisan ozon (Cameron and May, tanpa tahun). N₂O di troposfer memiliki kekuatan 275 kali lebih reaktif dibandingkan dengan gas CO₂ sebagai gas rumah kaca sehingga memberikan kontribusi yang sangat besar terhadap terjadinya pemanasan global. N₂O di stratosfer dapat diuraikan oleh radiasi sinar ultraviolet menghasilkan nitrogen oksida (NO) radikal.



Konsentrasi dari N_2O di atmosfer semakin bertambah di karenakan aktifitas manusia, dengan rata-rata kenaikan 0.2-0.3% per tahun (Anderson, *et al.*, 2001). Berbagai macam aplikasi dari gas ini mengakibatkan usaha monitoring/pengontrolan konsentrasi dan laju emisinya menjadi sangat penting dengan syarat alat yang digunakan harus mampu mengukur dalam range ppb sampai tingkat persen (Siswoyo, *et al.*, 2000).

Teknik analisis elektrokimia dijadikan alternatif dalam pengukuran gas N_2O dengan alasan biaya yang lebih murah dibandingkan dengan metode yang lain (infra merah dan kromatografi gas), energi yang dibutuhkan rendah, pengoperasian dan pemeliharaan yang mudah, dan peralatan yang sederhana untuk penggunaan secara spesifik. Proses elektroanalisis yang akan dilakukan menggunakan teknik voltametri (voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry*) dengan logam perak sebagai elektroda kerja, elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, Stainless stel sebagai elektroda kounter dan KOH/KCl sebagai larutan elektrolit. Metode elektroanalisis yang dilakukan pada penelitian ini berbasis pada prinsip reduksi gas N_2O pada elektroda kerja (Hahn, 1998) dengan reaksi sebagai berikut :

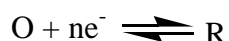


2.2 ELEKTROKIMIA

2.2.1 Prinsip Dasar Analisis Elektrokimia

Analisis elektrokimia merupakan metode analisis kuantitatif atau kualitatif yang didasarkan pada sifat-sifat kelistrikan suatu larutan zat yang dianalisis (cuplikan) di dalam suatu sel elektrokimia. Di dalam sel elektrokimia dapat dipelajari hubungan-hubungan antara konsentrasi dengan potensial (potensiometri), konsentrasi dengan daya hantar listrik (konduktometri), konsentrasi dengan jumlah muatan listrik (koulometri), konsentrasi dengan potensial dan arus listrik (polarografi dan voltametri), (Hendayana, dkk., 1994).

Reaksi oksidasi dan reduksi merupakan konsep dasar reaksi yang terjadi dalam elektrokimia. Adanya elektron yang berpindah dari satu spesi atom ke spesi atom yang lain atau pelepasan elektron (oksidasi) dan penangkapan elektron (reduksi) berarti ada elektron yang mengalir (Khopkar, 1990). Aliran elektron merupakan indikasi terjadinya arus listrik. Serah terima elektron mengakibatkan terjadinya perubahan muatan atom-atom yang berikatan atau spesi kimia yang terlibat. Perubahan muatan tersebut yang selanjutnya disebut peristiwa oksidasi dan reduksi atau dikenal sebagai reaksi redoks yang dapat memberikan informasi mengenai konsentrasi, kinetika, mekanisme reaksi, dan aktifitas dari spesi dalam larutan. Reaksi oksidasi dan reduksi (redoks) dapat dituliskan dalam bentuk $\frac{1}{2}$ reaksi sebagai berikut:



Dimana O adalah spesi yang dioksidasi dan R adalah spesi yang tereduksi. Setiap proses reduksi dan oksidasi terjadi pada permukaan elektroda dari sel elektrokimia. Dalam sistem yang dikontrol secara termodinamik, potensial elektroda dapat diukur dengan menentukan konsentrasi spesi elektroaktif pada permukaan elektroda berdasarkan persamaan Nerst:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[R]}{[O]}$$

Dimana E adalah potensial standar dari reaksi redoks, R konstanta gas (8.314 J/K mol), T temperatur (K), n bilangan yang menyatakan transfer elektron dalam reaksi, F adalah konstanta Faraday (96.487 coulombs) (Wang, 1994).

Elektrokimia mempelajari hubungan antara energi listrik dengan terjadinya reaksi kimia. Hubungan tersebut dapat dipahami melalui proses yang terjadi dalam sel elektrokimia.

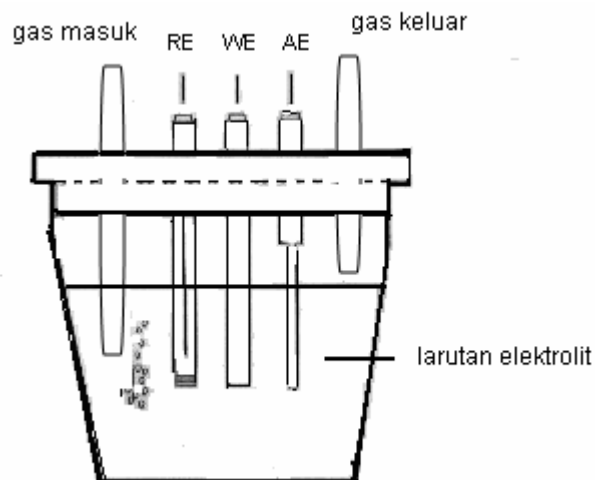
2.2.2 Sel Elektrokimia

Sel elektrokimia merupakan seperangkat komponen peralatan dan bahan elektrolit yang dapat menghantarkan arus listrik. Secara umum sel elektrokimia terdiri dari dua elektroda dan penghantar luar. Awal tahun 1950an sebagian besar percobaan elektrokimia menggunakan tiga elektroda dan instrumennya dilengkapi dengan potensiostat (Rieger, 1994). Elektrolit dalam sel elektrokimia dapat berupa leburan atau larutan. Elektroda dicelupkan dalam larutan elektrolit yang sesuai sehingga terjadi kontak antar muka elektroda dengan elektrolit. Kontak antar muka tersebut menimbulkan potensial sel yang menentukan berlangsungnya reaksi oksidasi dan reduksi (redoks). Setiap proses reduksi dan oksidasi terjadi pada permukaan elektroda dari sel elektrokimia. Kesatuan elektrolit dan elektroda dinamakan setengah sel. Setiap sel elektrokimia terdiri dari dua buah setengah sel. Elektroda yang merupakan tempat terjadinya proses oksidasi disebut anoda. Elektroda yang merupakan tempat terjadinya proses reduksi disebut katoda. Anoda dan katoda dalam sel elektrokimia dihubungkan dengan penghantar untuk mengalirkan elektron sehingga menghasilkan arus listrik.

Sel elektrokimia diklasifikasikan sebagai sel galvani dan sel elektrolisis, keduanya berguna dalam analisis elektrokimia. Sel galvani merupakan sel elektrokimia yang dapat menghasilkan listrik karena terjadinya reaksi kimia yang spontan, sedangkan sel elektrolisis adalah sel elektrokimia yang menggunakan listrik sebagai sumber energi untuk terjadinya reaksi kimia. Sel elektrokimia juga dapat

bersifat reversibel dan irreversibel. Reversibel jika arah reaksi elektrokimia dapat berbalik ketika arah dari aliran elektron diubah. Irreversibel jika perubahan arus menyebabkan perbedaan $\frac{1}{2}$ reaksi yang terjadi pada salah satu atau kedua elektroda (Skoog, *et al.*, 1992). Elektroanalisis sendiri mempelajari fenomena yang terjadi pada interfase antara permukaan elektroda dan lapisan tipis di sekitar elektroda.

Sel elektrokimia biasa digunakan beaker glas yang ditutup dengan tutup yang cocok. Penutup yang digunakan terdapat lubang sebagai tempat elektroda dan lubang udara (sebagai lubang *inlet/outlet*). Bentuk desain sel elektrokimia untuk percobaan menggunakan teknik voltametri, dilihat gambar 2.1. Terdiri dari tiga elektroda yang dicelupkan dalam larutan elektrolit. Sel elektrokimia juga terdiri dari pelarut, larutan elektrolit, dan spesi elektroaktif, dan jika dibutuhkan ditambahkan reagen. Jika reaksi yang akan diselidiki terdapat gas O_2 terlarut yang akan terjadinya reduksi oksigen, untuk itu sebelum melakukan percobaan sebaiknya oksigen terlarut dihilangkan terlebih dahulu karena dapat menyebabkan sinyal katodik yang dapat menginterferensi pengukuran arus, biasanya dengan cara mengalirkan gas inert melalui lubang udara misalnya gas nitrogen N_2 , argon Ar, dan helium He selama proses analisis (Fifield and Haines, 1995).



Gambar 2.1 Bentuk Sel Elektrokimia Voltametri

Bahan yang digunakan untuk pembuatan sel elektrokimia harus dapat dipakai pada range temperatur yang lebar, bentuk stabil, tahan terhadap larutan, pelarut organik dan reagen, tahan lama, dan yang terpenting adalah terbuat dari bahan yang transparan, sehingga larutan dan elektrodanya dapat diamati (Sawyer, *et al.*, 1995). Bahan penyusun dari sel yang umum digunakan adalah glas, teflon, dan quart.

2.2.3 Larutan Elektrolit

Analisis secara elektrokimia, tidak ada pelarut tunggal yang ideal. Pemilihan pelarut biasanya berdasarkan beberapa faktor diantaranya didasarkan pada konduktifitas, kemampuan melarutkan elektrolit dan elektroaktif analit, aktifitas redoks, dan reaktifitas dengan materi yang diteliti. Pelarut tidak boleh menimbulkan efek adsorpsi dari elektroaktif analit pada elektroda. Pelarut juga harus tidak bereaksi dengan analit atau dengan produk dan harus tidak mengalami reaksi elektrokimia pada range potensial berlebih (Gosser, 1993; Rieger, 1993).

Larutan elektrolit merupakan kombinasi dari pelarut dan elektrolit pendukung. Pemilihan larutan elektrolit bergantung pada aplikasinya. Larutan elektrolit digunakan untuk mengurangi hambatan dari larutan, menambah konduktifitas dan mengontrol potensial selama penelitian untuk mengurangi efek migrasi elektron yang mempengaruhi arus yang terukur tidak hanya terukur dari analit yang berdifusi melainkan juga dari migrasi (Skoog, *et al.*, 1991), serta mempertahankan agar kekuatan ion konstan (Wang, 1994). Larutan elektrolit yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan KOH/KCl. Penggunaan larutan berair KCl karena *potential junction* dapat dieliminasi (Rieger, 1993). Penambahan buffer dapat juga bertindak sebagai elektrolit pendukung.

2.2.4 Elektroda

Pada percobaan secara elektrokimia terdapat 4 parameter yang dapat diukur, yaitu potensial (E), arus (I), muatan (Q), dan waktu (t). Elektroda yang digunakan

dalam teknik elektrokimia terdiri dari tiga elektroda, yaitu elektroda kerja (WE), elektroda pembanding (RE), dan elektroda kounter/*auxiliary electrode* (CE), (Siswoyo, *et al.*, 2000).

a) Elektroda Kerja (WE)

Elektroda kerja merupakan elektroda tempat reaksi yang diinginkan terjadi (Underwood, 1986). Karakteristik yang ideal dari elektroda kerja adalah memiliki daerah potensial yang lebar, hambatan kecil, dan permukaan yang reproduibel. Daerah potensial dari masing-masing elektroda tergantung pada bahan elektroda dan komposisi dari elektrolit. Daerah potensial dapat disesuaikan dengan elektroda dan larutan elektrolit yang digunakan (Fifield and Haines, 1995). Elektroda kerja digunakan untuk menunjukkan secara tidak langsung jika elektroda ini merespon beberapa $\frac{1}{2}$ reaksi spesifik (Reiger, 1994). Elektroda kerja yang digunakan untuk mendeteksi N_2O adalah logam perak (Ag) dengan rentang potensial antara 0 sampai (-1,6) V vs Ag/AgCl dalam KCl/KOH.

b) Elektroda pembanding

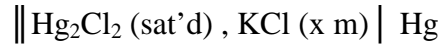
Elektroda pembanding merupakan elektroda yang mempunyai potensial elektrokimia konstan sepanjang tidak ada arus yang mengalir dan sama sekali tidak peka terhadap komposisi larutan yang akan diselidiki. Elektroda pembanding digunakan untuk mengukur potensial pada elektroda kerja. Pasangan elektroda pembanding adalah elektroda kerja. Potensial yang akan diukur bergantung pada konsentrasi zat yang akan diselidiki (Hendayana, dkk, 1994). Pemilihan elektroda pembanding harus memperhatikan beberapa faktor yaitu:

- elektroda pembanding harus reversibel dan sesuai dengan persamaan Nerst,
- tegangannya harus konstan setiap waktu,
- potensialnya harus kembali ke nilai dasar setelah arus kecil dilewatkan melalui elektroda (Sawyer, *et al.*, 1995).

Beberapa contoh elektroda pembanding:

1. Elektrode Kalomel (*Calomel Electrode*)

Setengah sel elektroda kalomel dapat ditunjukkan sebagai berikut:

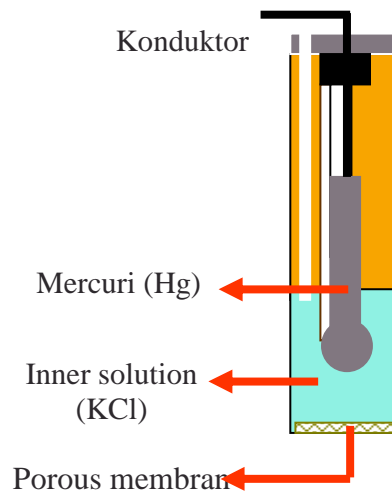


Dimana x menunjukkan konsentrasi KCl di dalam larutan. Reaksi elektrodanya adalah:



Potensial sel ini akan bergantung pada konsentrasi klorida x dan harga konsentrasi ini harus dituliskan untuk menjelaskan elektroda.

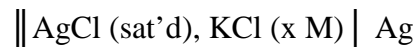
Saturated Calomel Electrode (SCE) digunakan sebagai standar karena konsentrasi klorida tidak mempengaruhi harga potensial elektroda dimana harga potensial SCE relatif konstan pada suhu 25 °C yaitu 0,244 V terhadap elektroda hidrogen standar (SHE).



Gambar 2.2. Elektroda Kalomel

2. Elektroda Perak / Perak klorida

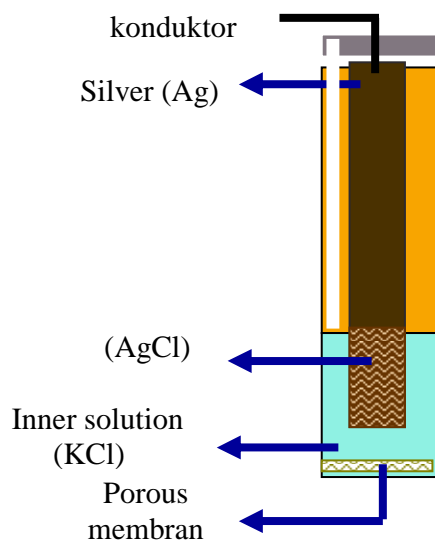
Elektroda pembanding yang digunakan pada penelitian ini adalah elektroda Ag/AgCl. Elektroda Ag/AgCl mirip dengan elektroda kalomel jenuh yang terdiri dari elektroda perak yang di celupkan dalam larutan sudah jenuh yaitu KCl dan AgCl



Reaksi setengah sel:



Biasanya elektroda ini terbuat dari suatu larutan jenuh atau 3,5 M KCl yang harga potensialnya adalah 0,199 V (jenuh) dan 0,205 V (3,5 M) pada 25 °C. Elektroda ini dapat digunakan pada suhu yang lebih tinggi sedangkan elektroda kalomel tidak.



Gambar 2.3. Elektroda Ag/AgCl

Elektroda ini tidak dipengaruhi oleh perubahan temperatur, mempunyai waktu deteksi lebih cepat daripada elektroda kalomel sehingga elektroda ini dapat dipakai pada temperatur tinggi untuk periode lama (Midgley and Torrance, 1991)

c) Elektroda kounter (*Counter Electrode*)

Counter elektrode adalah konduktor yang melengkapi sel. *Counter elektode* biasanya digunakan konduktor yang bersifat inert seperti platinum dan grafit, tapi dapat digunakan logam yang sama dengan elektroda kerjanya. Arus yang mengalir menuju larutan melalui elektroda kerja selanjutnya akan meninggalkan larutan melalui elektroda kounter. Elektroda kounter dapat sekaligus digunakan sebagai elektroda kerja pada saat arus yang mengalir dalam sel adalah kecil.

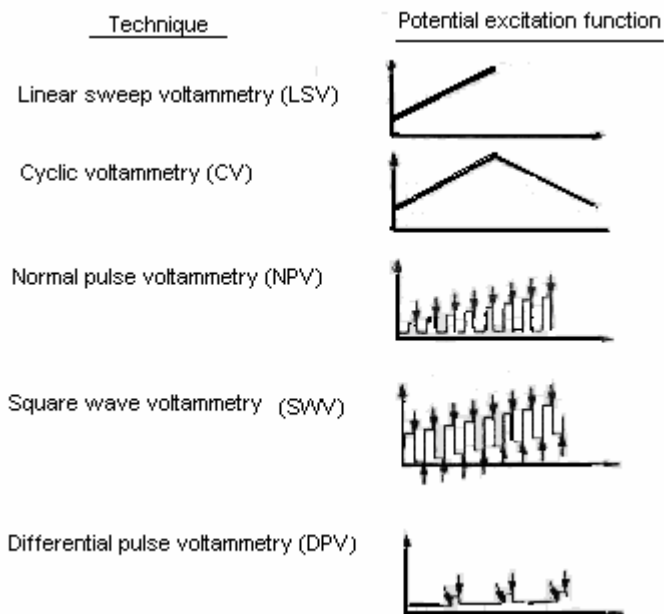
2.3 Voltammetri

Voltammetri merupakan salah satu metode elektroanalisis skala mikro yang mengkaji informasi tentang analit berdasar pengukuran arus (I) sebagai fungsi potensial (V) pada kondisi dimana elektroda indikator atau elektroda kerja mengalami polarisasi. Arus yang diukur adalah arus difusi yaitu arus yang timbul karena adanya proses oksidasi atau reduksi analit elektroaktif pada permukaan elektroda (Skoog, 1991). Voltammetri dikembangkan berdasarkan prinsip polarografi yang dikenal menggunakan tetesan air raksa (*Dropping Mercury Electrode, DME*) sebagai elektroda kerja, mikroelektroda lebih banyak digunakan dalam teknik voltammetri sebagai elektroda kerja. Elektroda yang terpolarisasi adalah elektroda kerja (WE) pasangannya adalah elektroda pembanding (RE) yang bisa berupa kalomel (*Saturated Calomel Electrode, SCE*) atau Ag/AgCl. Elektroda kounter (CE) juga digunakan untuk ikut mendukung proses-proses pertukaran elektron atau aliran arus dalam sel terutama untuk sistem yang menghasilkan arus yang cukup besar.

Teknik voltammetri merupakan teknik elektrokimia dinamik (tidak pada arus nol). Proses oksidasi dan reduksi yang terjadi pada permukaan elektroda pada dasarnya merupakan transfer elektron atau transfer muatan. Arus yang diukur dalam ampere atau coulomb/detik dari kecepatan alir muatan. Reaksi elektrokimia pada permukaan elektroda dikendalikan dengan mengaplikasikan potensial pada elektroda. Potensial yang diaplikasikan disebut sinyal eksitasi dan arus yang diukur disebut

sinyal hasil (Fifield and Haines, 1995). Respon dari sel elektrokimia sebagai arus direkam dan ditunjukkan dalam kurva arus-potensial disebut voltamogram. Sumbu horizontal sebagai potensial dalam volt sedangkan sumbu vertikal sebagai arus dalam μA . arus konstan yang diperoleh setelah peningkatan arus secara tajam adalah arus batas (*limiting current*) sedangkan arus konstan yang diperoleh sebelum peningkatan arus secara tajam (pengukuran larutan blanko sebelum analit ditambahkan) disebut arus residu (*residual current*).

Beberapa teknik yang umum di gunakan untuk polarisasi potensial elektroda dalam voltametri yaitu: *Linear Sweep Voltammetry* (LSV), Voltametri siklik (CV), *Normal Pulse Voltammetry* (NPV), *Square Wave Voltammetry* (SWV), *Differential Pulse Voltammetry* (DPV) dapat dilihat pada gambar 2.4. *Linear Sweep Voltammetry* menunjukkan sinyal eksitasi voltametri klasik, dimana potensial DC yang diaplikasikan ke dalam sel bertambah secara linier (biasanya dengan range 2-3 V) sebagai fungsi waktu. Arus yang dihasilkan selanjutnya dicatat sebagai fungsi waktu dan juga sebagai fungsi potensial yang digunakan. *Differential pulse voltammetry* dan *square wave voltammetry* sinyal eksitasi ditunjukkan dengan tipe pulsa. Arus diukur pada variasi waktu selama life time dari pulsa. Voltametri siklik ditunjukkan dalam bentuk gelombang triangular. Potensial disikluskan antara dua nilai, pertama penambahan secara linier hingga maksimum kemudian berkurang secara linier dengan slope urutan angka yang sama. Proses ini dapat dilakukan dengan banyak pengulangan siklik dengan arus akan direkam sebagai fungsi waktu.

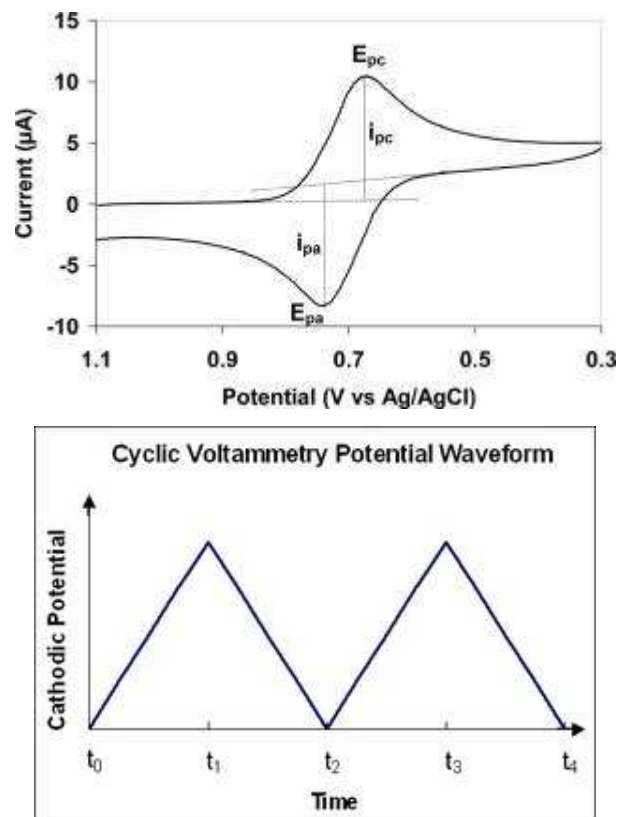


Gambar 2.4 Variasi metode eksitasi potensial pada teknik voltammetri (Skoog, *et al.*, 1992).

2.3.1 Voltammetri Siklik (CYV)

Voltammetri Siklik merupakan metode yang umum digunakan dalam teknik elektroanalisis dan merupakan metode yang bagus, dapat memungkinkan melakukan karakterisasi pada sistem elektrokimia, digunakan untuk mempelajari proses reduksi dan oksidasi (redoks), dan untuk memahami intermediet reaksi dan untuk mendapatkan stabilitas dari produk reaksi (Kounaves, tanpa tahun). Voltammetri siklik didasarkan pada variasi potensial yang digunakan pada elektroda kerja (Wang, 1994). Pengukuran menggunakan voltammetri siklik, potensiostat mengontrol potensial yang melewati elektroda kerja untuk mengubah potensial secara perlahan kembali ke potensial awal. Potensial awal bergerak ke arah negatif menuju ke potensial akhir yang dicapai dan terbentuk $\frac{1}{2}$ siklus yang menyatakan sebagai O direduksi menjadi R. Arus yang dihasilkan pada proses ini disebut arus katodik, kemudian scan akan kembali berbalik ke arah positif dan R akan dioksidasi kembali

menjadi O. Arus yang dihasilkan disebut arus anodik (Rieger, 1994). Aliran potensial yang dialirkan menuju elektroda, selanjutnya respon arus dapat diamati. Analisis dari respon arus dapat memberikan informasi mengenai termodinamika dan kinetika dari transfer elektron pada permukaan elektroda-larutan, kinetika dan mekanisme reaksi dari berbagai transfer elektron (Gosser, 1993).



Gambar 2.5. Voltametri siklik (a) arus sebagai fungsi potensial (b) potensial sebagai fungsi waktu

Bentuk dari gelombang ini adalah triangular yang menyatakan potensial sebagai fungsi waktu. Larutan yang digunakan tidak perlu dilakukan pengadukan, sehingga transport massa yang dikontrol adalah proses secara difusi (Fifield and Haines, 1995). Parameter yang penting dalam voltametri siklik adalah arus puncak dan potensial puncak yaitu keduanya berasal dari puncak katoda dan anoda. Reaksi dapat dikatakan

reversibel, jika proses transfer elektron lebih cepat dibandingkan dengan proses lainnya misalnya difusi, sehingga selisih antara potensial puncak dituliskan :

$$\begin{aligned}\Delta E_p &= E_{p \text{ anoda}} - E_{p \text{ katoda}} \\ &= 2,303 \frac{RT}{nF} = \frac{0,0592}{n} V \quad \text{pada } 25^\circ\end{aligned}$$

dengan n jumlah elektron. Jika reaksi irreversible maka $\Delta E_p > \frac{0,0592}{n} V$

potensial reduksi formal (E) untuk pasangan reversibel :

$$E = \frac{E_{p \text{ anoda}} + E_{p \text{ katoda}}}{2}$$

Arus puncak dapat dihitung dengan persamaan Randles-Sevcik:

$$i_p = 2,686 \times 10^5 n^{3/2} A C D^{1/2} v^{1/2}$$

dimana i_p adalah arus puncak (A), A luas elektroda (cm^2), D koefisien difusi (cm^2/s), C konsentrasi (mol/cm^3), v kecepatan scan (v/s) (Kounaves, tanpa tahun).

2.3.2 Differential Pulse Voltammetry

Differential Pulse Voltammetry merupakan teknik umum yang digunakan untuk pengukuran spesi organik dan anorganik dalam jumlah kecil karena limit deteksinya yang rendah. Penambahan pulsa ditentukan dari pulsa amplitude (10-100 mV) disuperimposikan secara perlahan pada perubahan potensial. Pengukuran arus dilakukan pada dua titik pada masing-masing pulsa, titik pertama (1) sebelum munculnya pulsa dan kedua pada akhir pulsa (setelah 40 ms). Perbedaan antara pengukuran arus pada titik ini [$\Delta i = i(t_2) - i(t_1)$] diplotkan terhadap potensial yang diaplikasikan (Kounaves, tanpa tahun). Voltamogram yang dihasilkan terdiri dari puncak arus, dimana jumlahnya proporsional terhadap konsentrasi dari analit. Potensial puncak diperkirakan sama dengan potensial standar $\frac{1}{2}$ reaksi untuk reaksi yang reversibl (Skoog, *et al.*, 1992)

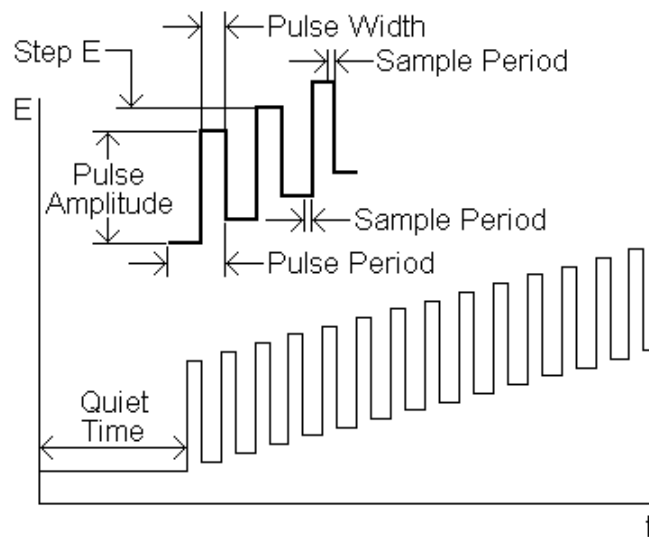
$$i_p = \frac{nFAD^{1/2}}{\sqrt{\pi a_m}} \left(\frac{1-\sigma}{1+\sigma} \right)$$

dimana $\sigma = \exp(nF/RT \Delta E/2)$. ΔE adalah amplitudo pulsa.

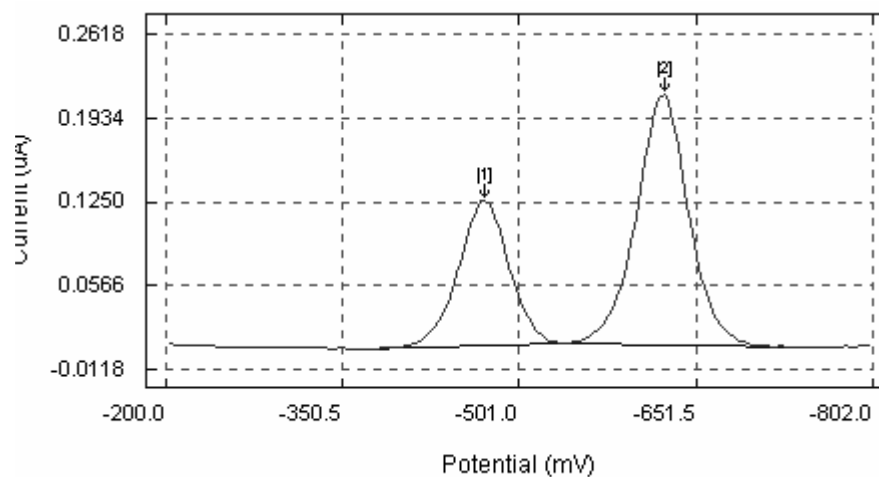
Potensial puncak (E_p) dapat digunakan untuk identifikasi spesi :

$$E_p = E_{1/2} - \Delta E/2$$

(Wang, 1994).



Gambar 2.6. Eksitasi sinyal pada differential pulse voltammetry



Gambar 2.7. Tipe Voltammogram *Differential Pulse Voltammetry*

Tujuan dari teknik pulsa ini adalah untuk meminimalkan jumlah arus kapasitif dalam pengukuran arus. Pemilihan pengukuran arus pada awal dan akhir pulsa untuk mengurangi arus nonfaraday (*capacitive charging current*) (Sawyer, *et al.*, 1995).

2.4 Arus dalam Voltammetri

Beberapa arus yang terjadi di dalam voltammetri diantaranya yaitu : *charging current*, *initial current*, *migration current* (arus migrasi), *convection current* (arus konveksi), *diffusion current* (arus difusi).

a) *Charging Current*

Beberapa elektron harus mengalir ke atau dari elektroda pada saat elektroda dipolarisasi sampai terjadi muatan sesuai dengan potensial polarisasi, kondisi ini mirip dengan proses *charging* suatu kapasitor. Arus yang terjadi bisa cukup besar dalam waktu sesaat, namun secepatnya akan menjadi nol.

b) *Initial Current*

Adanya terdapat spesies elektroaktif dalam hal ini adalah N_2O dalam KOH/KCl maka lapisan sangat tipis ion-ion yang berada sangat dekat dengan elektroda kerja akan direduksi. Arus yang timbul tidak akan besar dan akan terjadi hanya dalam periode yang singkat. Arus initial termasuk arus faradaik.

c) *Migration Current* (Arus Migrasi)

Arus yang terjadi pada saat terdapat aliran muatan positif (+) atau negatif (-) akibat medan listrik yang ada dalam larutan. Muatan positif (+) akan bergerak kearah elektroda yang bermuatan negatif (-) dan muatan negatif (-) akan bergerak menjauhi elektroda.

d) *Convection Current* (Arus Konveksi)

Merupakan arus yang diakibatkan oleh gerakan fisik spesi dalam larutan. Dapat disebabkan oleh pengadukan, gradien kerapatan dan temperatur. Besarnya arus konveksi dapat diabaikan asalkan dibuat kondisi yang sama selama pengukuran (pengadukan, kerapatan, temperatur).

e) *diffusion current* (arus difusi)

Merupakan arus yang diakibatkan oleh gradien konsentrasi spesi elektroaktif, dimana besarnya arus ini proporsional dengan konsentrasi. arus difusi digunakan untuk aspek kuantitatif dalam voltametri. Arus difusi merupakan arus faradaic.

Arus total dalam voltametri dapat diperoleh yaitu :

$$I_{\text{total}} = I_{\text{charging}} + I_{\text{initial}} + I_{\text{migration}} + I_{\text{convection}} + I_{\text{diffusion}}$$

Komponen arus selain arus difusi dapat dieliminasi atau diabaikan sehingga arus total sama dengan arus difusi jika mengatur kondisi percobaan

$$I_{\text{total}} = I_{\text{diffusion}} \rightarrow \text{Arus Batas}$$

Arus batas atau *limiting current* adalah arus konstan yang dihasilkan diakibatkan oleh keterbatasan laju dari analit untuk mencapai permukaan elektroda secara difusi. Arus batas (*limiting current*) proporsional dengan konsentrasi analit :

$$I_l = k [\text{analit}]$$

Untuk itu arus yang terjadi dalam voltametri ditentukan oleh :

- a) Laju transport massa analit larutan ke batas luar lapisan difusi
 - b) Laju transport massa analit dari batas luar lapisan difusi ke permukaan elektroda
- Karena produk P meninggalkan permukaan elektroda maka diperlukan arus untuk mempertahankan konsentrasi A pada permukaan elektroda yang diisyaratkan dengan persamaan Nerst.

Arus dapat menjadi fungsi dari transport massa analit menuju elektroda pada proses reduksi dan oksidasi. Transport massa analit didalam voltametri dapat terjadi melalui :

- (a) Migrasi, merupakan transport massa analit yang terjadi karena adanya gerakan dari spesi bermuatan dari gradien medan listrik,
- (b) Konveksi, merupakan transport massa analit yang terjadi akibat adanya gangguan mekanik contohnya pengadukan,
- (c) Difusi, merupakan transport massa analit yang terjadi akibat adanya gradien konsentrasi. Model transport yang paling berpengaruh adalah difusi, sehingga

prinsip dalam voltametri adalah memaksimalkan arus difusi, meminimalkan arus migrasi dan konveksi agar arus yang dihasilkan proporsional dengan konsentrasi analit.

2.5 SENSOR VOLTAMMETRI

Sensor kimia adalah suatu alat yang dapat mengenal konsentrasi senyawa kimia dalam cairan atau gas secara kontinyu, mengubah informasi sinyal yang di peroleh menjadi sinyal listrik atau sinyal optik. Sensor terdiri atas senyawa kimia sensitif, sistem pendeteksi, sebuah transduser, untuk mengubah informasi kimia menjadi sinyal listrik atau sinyal optik (Kellner, *et al*, 1998).

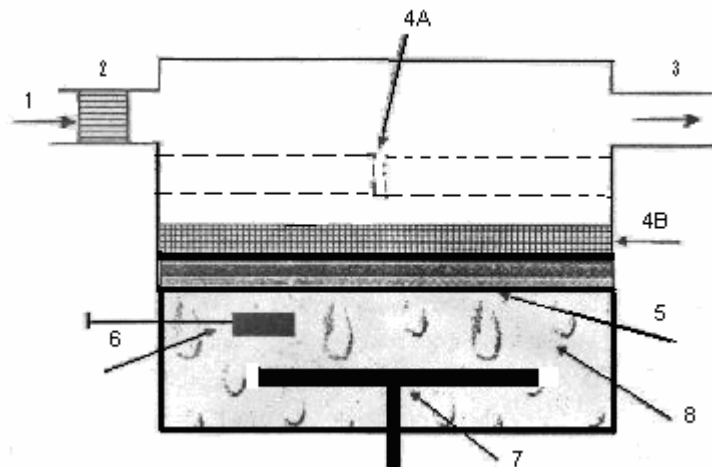
Sensor voltametri merupakan bagian dari sistem voltametri yang digunakan secara komersial untuk proses determinasi analit secara spesifik dalam dunia industri dan suatu penelitian. Sensor Clark adalah salah satu contoh dari desain sensor gas yang digunakan dalam mendeteksi oksigen (O_2) (Skoog, 1991; Siswoyo *et al.*, 2000). Perangkat elektrokimia dasar terdiri dari sel dengan dua elektroda yang dicelupkan dalam elektrolit. Ketika gas dialirkan akan terjadi reaksi pada salah satu interface elektroda-elektrolit atau dalam elektrolit, arus atau potensial yang mungkin dihasilkan berhubungan dengan konsentrasi gas tersebut. Reaksi yang terjadi pada elektroda kerja harus diimbangi dengan reaksi yang bersesuaian pada elektroda pelengkap, untuk menambah stabilitas dan meminimalkan efek polarisasi, maka digunakan elektroda pembanding. Sensor mungkin dibuat selektif terhadap gas tertentu dengan menggunakan membran yang cocok (Fifield and Haines, 1995).

Gas analit akan berdifusi melalui membran dan membentuk kesetimbangan dengan larutan elektrolit. Dibagian ruang dalam (antara membran dan elektroda kerja) yang terdapat lapisan tipis (5-15 μ m) larutan elektrolit, gas akan mengalami reaksi kimia, pembentukan atau pelepasan ion akan dideteksi oleh elektroda kerja. Aktifitas dari ion sebanding dengan jumlah dari gas yang terlarut dalam sampel, respon dari elektroda berhubungan secara langsung dengan konsentrasi gas dalam

sampel (Wang, 1994). Dalam pendeteksian gas nitrous oksida, digunakan membran polidimetilsiloksan (PDMS) sebagai membran yang permeabel terhadap nitrous oksida.

Proses identifikasi analit gas menggunakan sensor gas dapat diidentifikasi melalui tahapan-tahapan sebagai berikut (Tierney *et al.*, dalam Siswoyo, 2003):

- a. transport gas atau masuknya gas menuju membran permeabel,
- b. proses difusi menuju membran,
- c. larut dalam elektrolit,
- d. terjadi reaksi disosiasi dalam elektrolit,
- e. proses difusi pada permukaan elektroda,
- f. reaksi elektrokimia pada permukaan sensor.



1. gas masuk; 2.filter gas; 3.gas keluar; 4A.kapiler; 4B.membran; 5. elektroda kerja; 6. elektroda pembanding; 7.elektroda kounter; 8.elektrolit

Gambar 2.8. Diagram Sensor Gas Voltammetri

2.6 Potensiostat

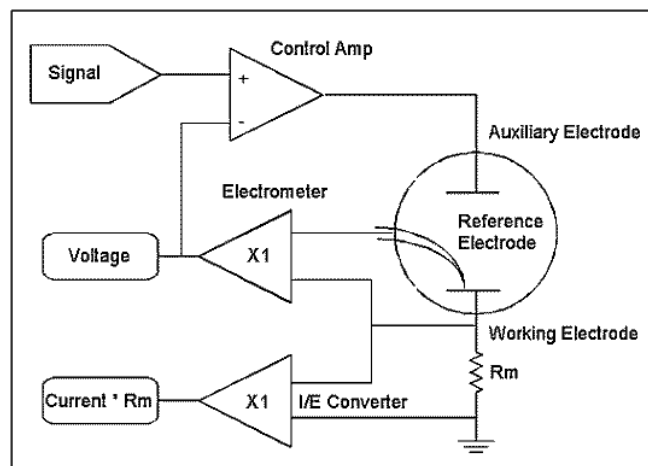
Teknik elektrokimia untuk keperluan analisis kuantitatif instrumental membutuhkan pengetahuan dan alat-alat tambahan untuk pengolahan data . Hal ini berkenaan dengan kenyataan bahwa pembangkit sinyal analitik yang dihasilkan

dalam komponen instrumen memerlukan pengolahan agar dapat memberikan data yang mudah dibaca dan diolah untuk bahan informasi (Suharman dan Mulja, 1995).

Potensiostat merupakan instrumen yang dapat digunakan untuk mengukur arus yang melewati pasangan elektroda kerja dan elektroda kounter dan selalu menjaga keseimbangan beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding (Bard and Faulker, 1980). Potensiostat mengukur arus yang mengalir antara elektroda kerja dan elektroda pembanding. Variabel yang dikontrol oleh potensiostat adalah potensial sel, sedangkan variabel yang diukur adalah arus sel. Bentuk dari potensiostat dapat dilihat pada gambar 2.9 yang terdiri dari lima komponen yaitu: sinyal generator, power amplifier, elektrometer, *I/E converter* dan perekam.

a) *Signal Generator* (Pembangkit Sinyal)

Pembangkit sinyal ini menghasilkan perbedaan potensial antara elektroda kerja dengan elektroda pembanding. Perbedaan potensial dibentuk dari potensial tunggal atau potensial yang dikontrol oleh komputer. Output digital ke analog (D/A) mengubah bilangan yang dihasilkan komputer kedalam potensial. Pemilihan yang tepat dari urutan bilangan memungkinkan komputer menghasilkan potensial yang konstan, potensial yang linier dan gelombang sinus-datar (sinusoidal). Bilangan dari eksitasi potensial menghasilkan variasi yang berbeda dari voltammetri.



Gambar 2.9 Susunan Dasar dari Potensiostat

b) Elektrometer

Rangkaian elektrometer mengukur beda potensial antara elektroda kerja dengan elektroda pembanding. Outputnya memiliki dua fungsi yaitu *feedback signal* pada rangkaian potensiostat dan sinyal diukur sewaktu-waktu potensial sel dibutuhkan. Elektrometer yang ideal memiliki arus input nol dan memiliki impedansi input yang tidak terbatas.

c) *The I/E converter* (pengubah arus ke potensial)

Pengubah arus ke potensial merupakan rangkaian pengikat arus untuk mengukur arus sel dan menampilkan sebagai potensial. Potensial output, E_{out} diperoleh dari arus sel X resistor *feedback*.

d) *The Power Amplifier* (Daya Amplifier)

Daya amplifier atau pengontrol amplifier dari potensiostat berfungsi mengatur potensial pada elektroda kounter–elektroda kerja untuk mencapai selisih yang tepat pada elektroda pembanding–elektroda kerja. Pengontrol amplifier membandingkan potensial sel yang diukur dengan potensial yang diharapkan dan mengendalikan arus yang masuk ke dalam sel untuk memaksa potensialnya menjadi sama. Potensial yang diukur adalah input yang masuk ke dalam *input* negatif dari pengontrol amplifier.

e) Perekam Data/ *The Recorder*

Merupakan peralatan sederhana untuk menampilkan dan merekam output potensiostat dalam bentuk *chart recorder* atau voltmeter digital (Siswoyo, *et al.*, 2000).

2.7 Membran *Polydimetylsiloxane* (PDMS)

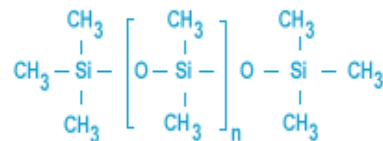
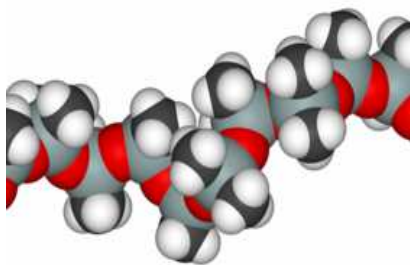
Kata membran berasal dari bahasa latin “membrana” yang berarti potongan kain (Jones, 1987). Istilah membran didefinisikan sebagai lapisan tipis (film) yang fleksibel, barrier antara dua fasa yang bersifat semipermeabel. Membran tersebut

dapat berupa padatan atau cairan (Jones, 1987; Mulder, 1996). Membran yang digunakan PDMS sebagai membran yang melapisi sensor.

PDMS merupakan polimer organik-anorganik. Bersifat optik, inert, tidak beracun, dan tidak mudah terbakar. Nama lain dari PDMS adalah *dimeticone* yang merupakan salah satu jenis silikon dalam bentuk minyak. (www.wikipedia.org).

Sifat fisika dari PDMS:

- Bersifat bening/optik
- inert
- hidrofobik
- tidak berasa
- memiliki berat molekul dari 176 sampai 1000
- stabil pada temperatur antara -60 sampai 300 °C
- sifat volatil rendah sehingga lebih stabil
- tegangan permukaan yang rendah 21mN/m



Gambar 2.10 Struktur PDMS (*Polydimethylsiloxane*)

Rumus struktur PDMS adalah $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, dimana n adalah jumlah pengulangan dari monomer $[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]$.

PDMS dapat bertahan pada temperatur tinggi tanpa terjadi dekomposisi dan mempunyai temperatur transisi glas yang rendah sehingga membuatnya sebagai bahan performa tinggi dan dapat menghantarkan listrik. PDMS merupakan karet *silicone* berpori yang sebagian besar bersifat lentur dan permeabel karena ikatannya yang fleksibel. PDMS lebih permeabel terhadap uap organik daripada gas sederhana

karena sifat kelarutannya. Membran PDMS dapat juga digunakan dalam pemisahan gas dari larutan (Wu, *et al.*, 2003).

PDMS merupakan membran polimer yang rantainya berbentuk lurus, sifat utama yang mempengaruhi karakteristik polimer adalah ukuran rata-rata makromolekul, distribusi ukuran makromolekul, bentuk makromolekul, kandungan bahan kimia makromolekul yang spesifik, letak rantai, bentuk rantai, dan seluruh keadaan dari makromolekul. Pemilihan polimer sebagai bahan baku membran dilakukan berdasarkan faktor strukturalnya. Faktor struktural ini akan menentukan sifat termal, kimia, dan mekanik. Setiap faktor tersebut akan mempengaruhi sifat intrinsik polimer yaitu permeabilitas. Kinerja membran ditunjukkan oleh fluks dan selektifitasnya. Selektifitas adalah ukuran kemampuan membran untuk memisahkan komponen dari aliran umpan dan merupakan parameter utama dari membran ultrafiltrasi. Idealnya membran memiliki selektifitas dan permeabilitas yang tinggi.

BAB 3 . METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember, dimulai pada bulan Februari sampai Agustus 2007.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang diperlukan diantaranya sel elektrokimia standart yang terbuat dari gelas dengan elektroda kerja Ag, elektroda pembanding Ag/AgCl, elektroda Bantu stainless stel. Peralatan untuk proses pembuatan dan pemasukan sampel gas digunakan tabung reaksi, bunsen, erlenmeyer dan selang. Beakerglass, labu ukur dan stirrer magnetik digunakan dalam pembuatan variasi konsentrasi larutan elektrolit. Peralatan yang diperlukan untuk semua pengukuran adalah potensiostat AMEL instrument Model 433-A, dan komputer yang sesuai dengan spesifikasinya, serta software *analyzer* AMEL 433 yang bekerja di bawah Windows. Peralatan untuk pembuatan sensor terdiri dari kawat perak Ag, pipa polietilen berbentuk silinder, ampelas halus, dan O-ring.

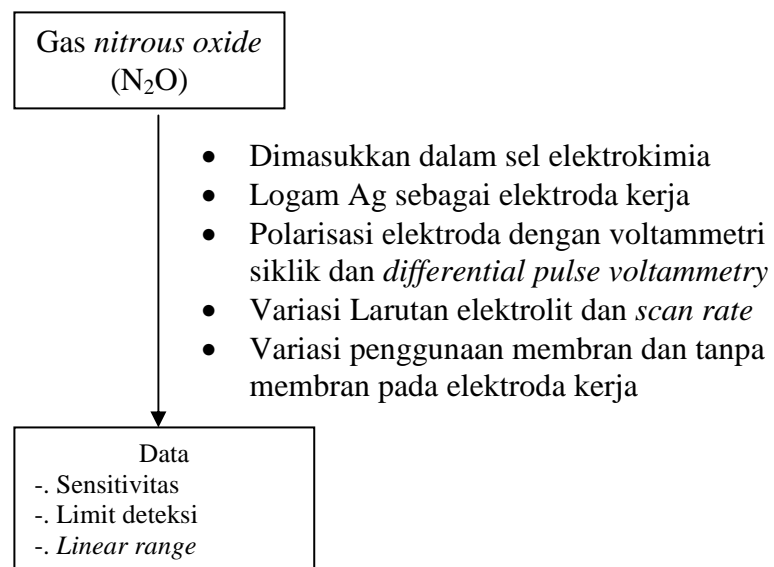


Gambar 3.1 Potensiostat Amel *Instrument Model 433A*

3.2.2 Bahan

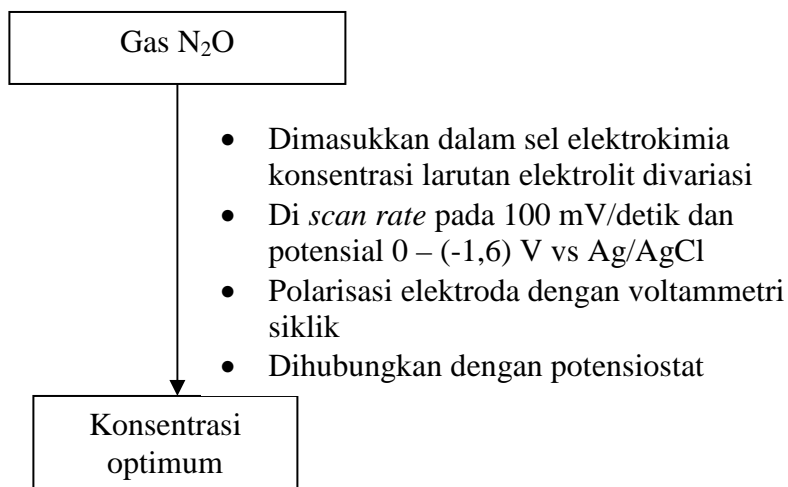
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah ammonium nitrat, larutan elektrolit KOH/KCl dengan variasi konsentrasi KOH 0,5 M; 1 M; 1,5 M, dan KCl 0,05 M; 0,1 M; 0,15 M, HCl, dan silica gel

3.3 Diagram Alir Penelitian



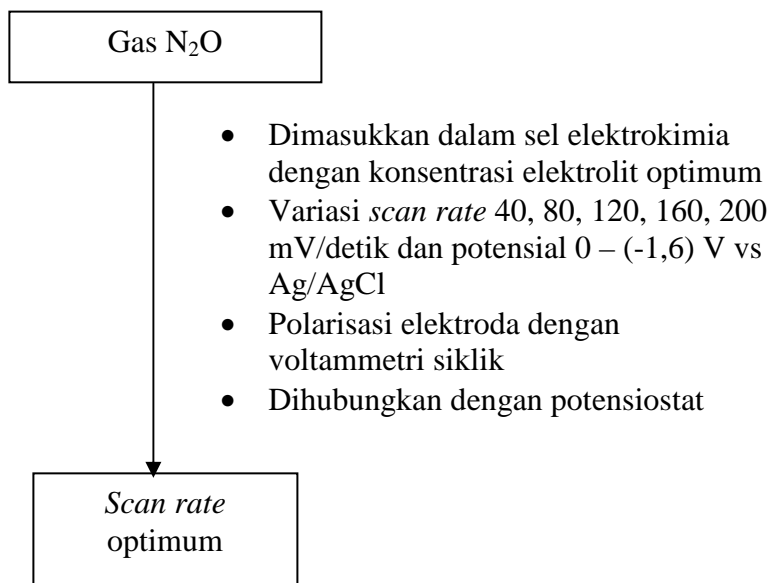
Gambar 3.2 Diagram Alir Penelitian

3.2.3. Penentuan Konsentrasi Elektrolit Optimum



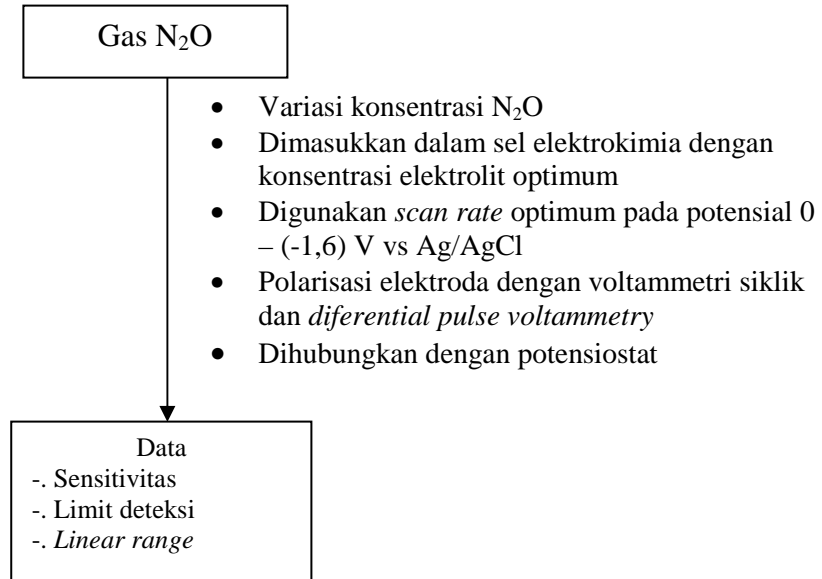
Gambar 3.3. Skema Penentuan Konsentrasi Elektrolit Optimum

3.2.4. Penentuan *Scan Rate* Optimum



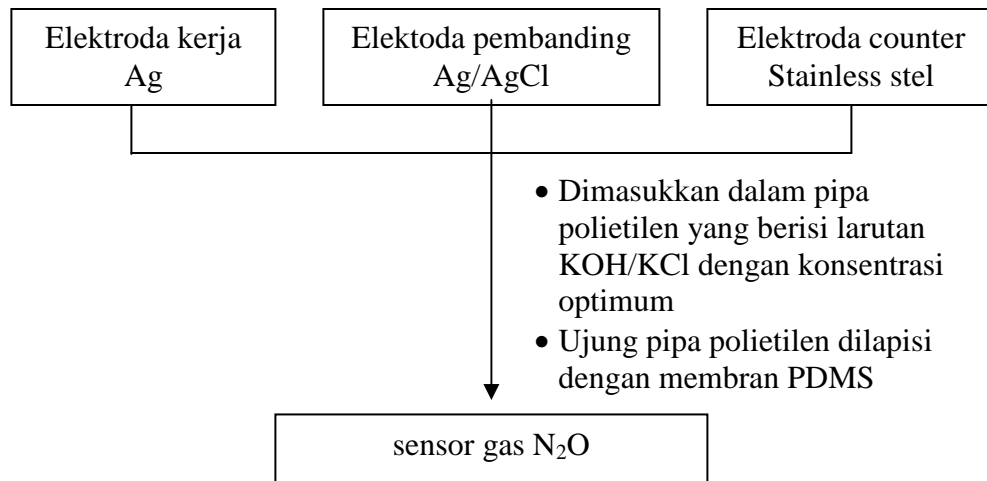
Gambar 3.4. Skema Penentuan *Scan Rate* Optimum

3.2.5. Elektroanalisis Menggunakan Elektoda Kerja Ag tanpa Menggunakan Membran (*unshielded electrode*)



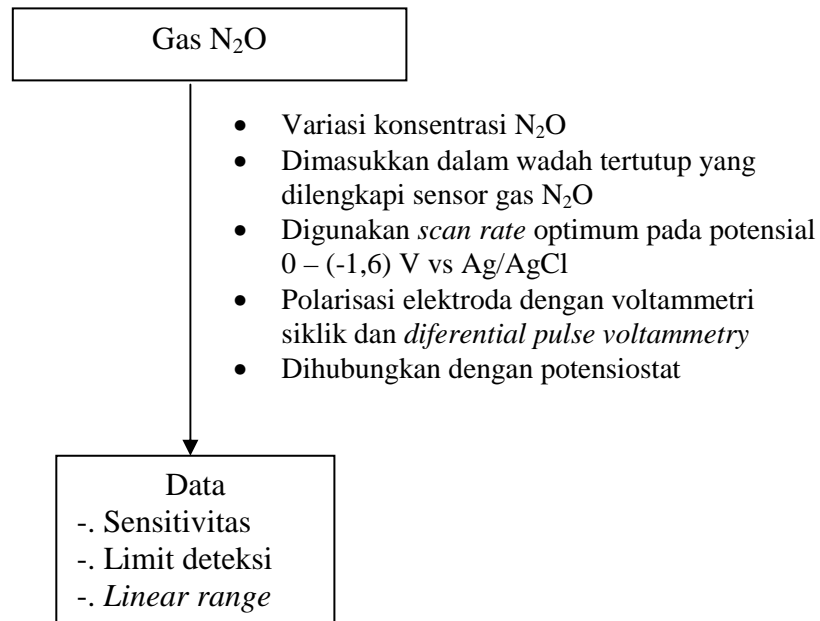
Gambar 3.5. Skema Elektroanalisis Menggunakan Elektoda Kerja Ag tanpa Menggunakan Membran (*unshielded electrode*)

3.2.6. Skema pembuatan sensor gas N₂O



Gambar 3.6. Pembuatan Sensor gas N₂O

3.2.7. Elektroanalisis Menggunakan Elektoda Kerja Ag dengan Membran PDMS (*membrane covered*)



Gambar 3.7. Skema Elektroanalisis Menggunakan Elektoda Kerja Ag dengan Membran PDMS (*membrane covered*)

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Penyiapan Alat dan Bahan

a) Pembuatan gas N₂O

Gas N₂O diperoleh dari reaksi pemanasan ammonium nitrat. Variasi gas diperoleh dengan memvariasi jumlah ammonium nitrat yang direaksikan. Elektroanalisis tanpa menggunakan membran pada elektroda kerja digunakan variasi jumlah ammonium nitrat sebanyak 1, 1.5, 2, 2.5, 3 gram didapatkan 1.68, 2.50, 3.36, 4.20, 5.04 g/L gas N₂O, sedangkan untuk elektroanalisis menggunakan membran pada elektroda kerja jumlah ammonium nitrat yang digunakan yaitu antara 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 gram didapatkan 0.0912, 0.183, 0.275, 0.367, 0.458 g/L gas N₂O. Gas N₂O yang terbentuk tergantung pada proses pemanasan, sehingga panas yang digunakan diusahakan tetap konstan.

b) Pembuatan Larutan Elektrolit

— Larutan KOH

Sebanyak 4 gram kalium hidroksida (KOH) dilarutkan menggunakan aquades dalam labu ukur 50 mL hingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 1.5 M, dari larutan induk ini akan didapatkan larutan KOH yang lain yaitu konsentrasi 0.5 M, 1.0 M dengan melakukan pengenceran secara kuantitatif.

— Larutan KCl

Sebanyak 0.56 gram kalium klorida (KCl) dilarutkan menggunakan aquades dalam labu ukur 50 mL hingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 0.15 M, dari larutan induk ini akan didapatkan larutan KCl yang lain yaitu konsentrasi 0.05 M, 0.10 M dengan melakukan pengenceran secara kuantitatif.

c) Preparasi Sel Elektrokimia

Sel elektrokimia terdiri dari gelas beker 10 mL, penutup dari bahan karet yang didesain sedemikian rupa sehingga ketiga elektroda dapat terpasang dengan jarak yang berdekatan. Elektroda yang digunakan elektroda kerja perak (Ag), elektroda pembanding (RE) Ag/AgCl dan elektroda counter menggunakan stainless stel dengan larutan elektrolit KOH/KCl.

3.4.2 Optimalisasi Parameter

a) Penentuan Konsentrasi Larutan Elektrolit Optimum

Penentuan konsentrasi larutan elektrolit optimum adalah untuk mendukung jalannya reaksi redoks dalam sel elektrokimia. Konsentrasi larutan elektrolit optimum merupakan konsentrasi larutan elektrolit yang menghasilkan selisih arus puncak dengan arus background yang terbesar, hal ini ditandai dengan selisih arus tertinggi dimana larutan elektrolit ini menghantarkan seluruh perubahan elektron hasil reduksi nitrous oksida. Jumlah gas N_2O yang dimasukkan dalam sel elektrokimia dibuat tetap dengan pemanasan 1 gram ammonium nitrat pada masing-masing variasi konsentrasi elektrolit sebagai berikut:

Penentuan Konsentrasi Optimum KOH

KOH	KCl
0,50 M	0,10 M
1,00 M	0,10 M
1,50 M	0,10 M

Penentuan Konsentrasi Optimum KCl

KCl	KOH
0,05 M	Konsentrasi optimum
0,10 M	
0,15 M	

Sel elektrokimia dihubungkan dengan potensiostat, arus reduksi diukur dengan menggunakan teknik voltametri siklik. Potensial yang digunakan antara 0 sampai (-1,6) V vs Ag/AgCl dengan *scan rate* dibuat konstan 100 mV/detik. Dari arus reduksi optimum yang diperoleh, dapat ditentukan konsentrasi optimum dari elektrolit.

b) Penentuan *Scan rate* Optimum

Proses pemasukan gas N₂O kedalam sel elektrokimia menggunakan konsentrasi yang tetap yaitu dari pemanasan 1 gram ammonium nitrat. Konsentrasi elektrolit yang digunakan adalah konsentrasi elektrolit optimum dan di buat konstan. Sel elektrokimia dihubungkan dengan potensiostat, selanjutnya pengukuran arus reduksi dilakukan menggunakan teknik voltametri siklik dengan *scan rate* yang divariasikan pada 40, 80, 100, dan 200 mV/detik. *Scan rate* optimum dapat diketahui dengan melihat arus reduksi optimum.

3.4.3 Elektroanalisis Menggunakan Elektroda Kerja (WE) Perak Ag tanpa Menggunakan Membran PDMS

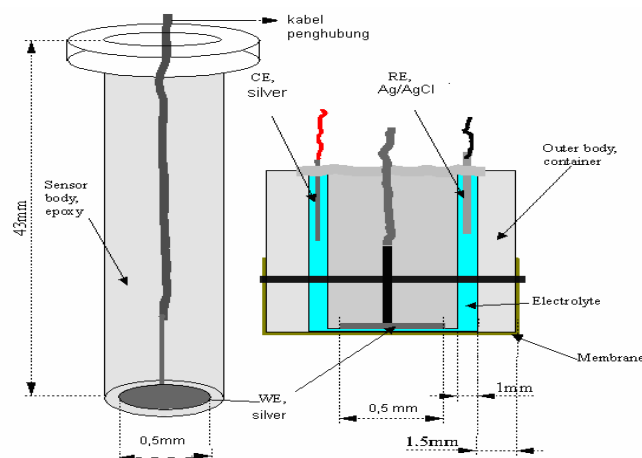
Proses elektroanalisis dilakukan pada konsentrasi larutan elektrolit optimum dan digunakan *scan rate* optimum, yang divariasikan adalah konsentrasi dari gas N₂O. Sampel gas N₂O yang dihasilkan terlebih dahulu dialirkan dalam suatu filter erlenmeyer yang berisi silica gel, dengan tujuan agar uap air tidak ikut masuk

ke dalam sel elektrokimia. Gas dari erlenmeyer dimasukkan kedalam wadah berisi elektrolit dan elektroda. Variasi konsentrasi gas diatur dengan variasi pemanasan 1, 1.5, 2, 2.5, 3 gram ammonium nitrat. Setiap pengukuran arus reduksi dilakukan setelah mengalirkan gas nitrous oksida ke dalam sel elektrokimia. Sebuah potensiostat Amel model 433 digunakan untuk semua pengukuran pada teknik polarisasi voltametri siklik (CYV) dan *differential pulse voltammetry* (DPV). Potensial yang digunakan antara 0 sampai (-1,6) V vs Ag/AgCl, masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 6 kali.

3.4.4 Elektroanalisis Menggunakan Elektroda Kerja (WE) Perak Ag dengan Membran PDMS (*Shielded electrode*)

a) Pembuatan sensor gas N₂O

Elektroda kerja (Ag), elektroda stainless stel, dan elektroda pembanding (Ag/AgCl) dimasukkan dalam pipa polietilen yang berisi larutan elektrolit KOH/KCl dengan konsentrasi optimum. Selanjutnya membran PDMS dengan ketebalan tertentu direkatkan pada ujung pipa polietilen menggunakan O-ring. Adanya membran memisahkan antara analit gas dengan larutan elektrolit. Gambar proses pelapisan membran pada elektroda kerja dapat dilihat pada gambar 3.10.



Gambar 3.10. Sensor gas N₂O

b) Proses Elektroanalisis dan Pengukuran Arus Reduksi

Proses elektroanalisis dengan elektroda kerja Ag dengan membran pemisah menggunakan metode sama seperti pada proses elektroanalisis tanpa membran. Proses pemasukan sampel, gas N₂O yang dihasilkan langsung dimasukkan dalam labu leher tiga. Gas dengan sendirinya akan masuk melalui membran. Setiap pengukuran arus reduksi dilakukan setelah mengalirkan gas nitrous oksida ke dalam sel elektrokimia. Sebuah potensiostat Amel model 433 digunakan untuk semua pengukuran pada teknik polarisasi voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* (DPV). Potensial yang digunakan antara 0 sampai (-1,6) V vs Ag/AgCl, *scan rate* yang digunakan adalah *scan rate* optimum dan masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 6 kali.

3.4.5 Karakterisasi Sensor

Unjuk kerja dari sensor dievaluasi karakteristiknya meliputi *linear range*/ daerah kerja, sensitivitas, limit deteksi.

1) *Linear range*

Linear range merupakan daerah (*range*) dimana kurva respon yang linier terhadap slope yang diperoleh. *Linear range* dapat digambarkan dari kurva kalibrasi dengan memplotkan antara sumbu x dan y, dimana sumbu x adalah konsentrasi nitrous oksida dan sumbu y adalah arus yang dihasilkan. Respon yang linier ditunjukkan melalui peramaan garis sebagai berikut:

$$y = bx + a$$

dimana, b = slope atau kemiringan dari kurva kalibrasi

a = intersep atau perpotongan terhadap sumbu y (Caulcutt dan Boddy, 1983)

2) Penentuan Limit Deteksi

Limit deteksi dapat ditentukan dengan mencatat sinyal yang masih bisa dideteksi pada konsentrasi analit paling rendah. Limit deteksi dapat ditentukan dengan cara mencari nilai penyimpangan dari kurva kalibrasi ($S_{y/x}$). Nilai $S_{y/x}$ ini ditentukan dengan persamaan;

$$S_{y/x} = \left\{ \frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n - 2} \right\}$$

Langkah berikutnya adalah dengan memasukkan nilai $S_{y/x}$ dalam persamaan LOD:

$$\text{LOD} = y - 3 \text{ SD}$$

dimana :

$\text{SD} = S_{y/x}$ = standart deviasi dari kurva kalibrasi

y = intersep dari kurva kalibrasi

Harga y selanjutnya dapat disubstitusikan pada persamaan garis lurus yang di dapat dari kurva kalibrasi (Millerr and Miller,1991)

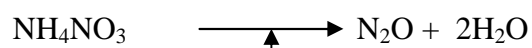
3) Sensitivitas

Menurut Ingle dan Crouch (1988), sensitivitas dinyatakan sebagai slope dari grafik yang diperoleh dengan range tertentu. Sensitivitas merupakan ratio perubahan sinyal tiap unit perubahan konsentrasi analit (Kateman dan Buydens, 1993). Sensitivitas dapat dinyatakan sebagai slope dari kurva yang diperoleh dengan range tertentu (Miller dan Miller, 1991). Hal ini sesuai dengan aturan IUPAC, bahwa sensitivitas yang dinyatakan dengan slope merupakan sensitivitas kurva. Nilai sensitivitas yang besar berarti bahwa perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang berarti. Sensitivitas dari sensor ini dapat ditentukan dengan pengukuran dari sinyal sensor (arus reduksi) yang diperoleh dari konsentrasi analit yang sudah ditentukan.

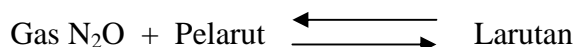
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Gas N₂O

Gas N₂O yang digunakan dalam penelitian ini merupakan hasil dari pemanasan ammonium nitrat, berdasarkan persamaan reaksi sebagai berikut :



Pengambilan sampel gas N₂O dilakukan dengan dua cara. Proses elektroanalisis tanpa menggunakan membran, gas yang dihasilkan dihubungkan dengan Erlenmeyer yang berisi silica gel. Hal ini dilakukan untuk menahan uap air yang dihasilkan agar tidak masuk ke dalam sel elektrokimia yang berisi larutan elektrolit, harapannya gas yang masuk ke dalam larutan elektrolit benar-benar gas N₂O. Gas yang diukur dalam penelitian ini adalah gas yang terlarut dalam larutan elektrolit. Gas dapat larut dalam cairan karena molekul gas yang terdapat di atas cairan akan menumbuk pada permukaan cairan itu dan larut didalamnya. Jika ruang di atas cairan tertutup, maka jumlah molekul yang larut akan konstan. Keadaan ini terjadi kesetimbangan, artinya jumlah molekul gas yang masuk sama dengan jumlah molekul yang keluar dari cairan. Keadaan setimbang dapat dituliskan sebagai berikut :



Kesetimbangan dapat bergeser kekanan atau kekiri sesuai dengan asas *Le Chatelier*, bergantung pada kerapatan molekul gas di atas permukaan. Kerapatan besar, misalnya dengan memperkecil volume gas maka tekanan permukaan cairan bertambah dan kemungkinan gas yang larut semakin banyak sehingga kesetimbangan bergeser kekanan. Berarti gas yang larut bertambah banyak. Pergeseran ini tidak lama, dan berakhir sampai kerapatan gas di atas sama seperti semula (Syukri, 1999)

Elektroanalisis menggunakan membran gas N₂O langsung dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang sudah divakum terlebih dahulu, sehingga gas N₂O yang

dihasilkan akan masuk berdifusi menuju membran dan larut dalam larutan elektrolit dan selanjutnya akan terjadi reaksi elektrokimia pada permukaan elektroda.

4.2 Optimalisasi Sensor

4.2.1 Konsentrasi Larutan Elektrolit Optimum

Larutan elektrolit disini merupakan kombinasi dari pelarut dan elektrolit pendukung, dimana pelarut yang digunakan adalah air sedangkan larutan pendukungnya digunakan KOH dan KCl. Larutan elektrolit digunakan dengan tujuan untuk mengurangi hambatan dari larutan, menambah konduktifitas, dan mengontrol potensial selama penelitian untuk mengurangi efek migrasi elektron. Arus migrasi dapat mempengaruhi arus kuantitatif yang ingin diukur yang berasal dari analit (Skoog, *et al.*, 1991), serta mempertahankan agar kekuatan ion konstan, karena jika didalam sel terdapat supporting elektrolit 50-100 kali konsentrasi analit yang dianalisis maka elektroda akan dikelilingi partikel bermuatan listrik dimana ion-ion memiliki muatan yang sama dengan analit, sehingga mampu menetralkan pengaruh elektroda yang bermuatan dan selanjutnya tarikan elektrostatik akan terarah (Wang, 1994).

Konsentrasi larutan elektrolit optimum adalah konsentrasi larutan elektrolit yang mampu memberikan selisih arus background dengan arus reduksi/oksidasi dari analit yang terbesar. Penentuan konsentrasi larutan elektrolit optimum memiliki tujuan untuk mendukung jalannya reaksi redoks dalam sel elektrokimia. Variasi kosentrasi larutan elektrolit yang digunakan adalah sebagai berikut:

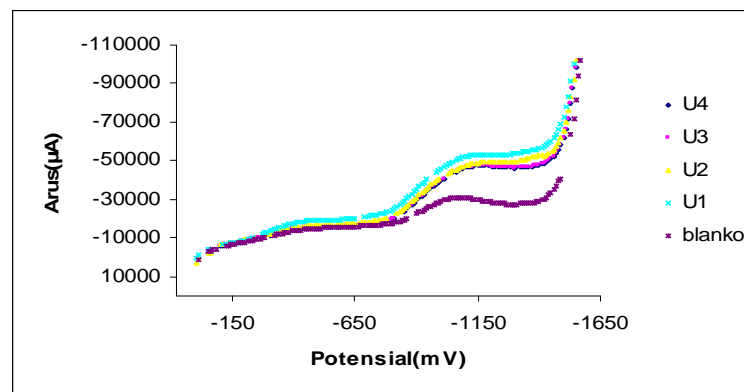
Penentuan Konsentrasi Optimum KOH

KOH	KCl
0,50 M	0,10 M
1,00 M	0,10 M
1,50 M	0,10 M

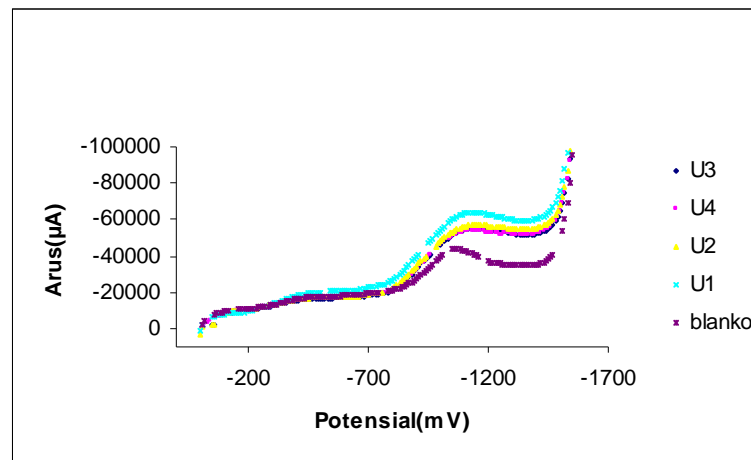
Penentuan Konsentrasi Optimum KCl

KCl	KOH
0,05 M	1.5 M
0,10 M	
0,15 M	

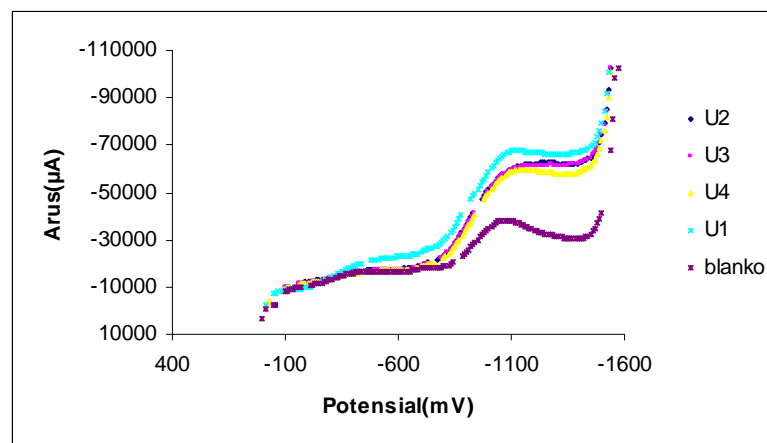
Jumlah gas N_2O yang dimasukkan ke dalam sel elektrokimia dibuat tetap yaitu dari pemanasan 1 gram ammonium nitrat. Pemanasan dijaga konstan, dengan asumsi semua ammonium nitrat terkonversi menjadi 1.68 g/L gas N_2O . Gambar 4.1, 4.2, 4.3 menunjukkan respon arus yang dihasilkan dari proses reduksi N_2O pada masing-masing konsentrasi larutan elektrolit, dimana konsentrasi KOH dibuat bervariasi sedangkan konsentrasi KCl dibuat tetap yaitu 0.1M. Masing-masing gambar terlihat adanya puncak saat dialirkan gas N_2O , sehingga dapat dibandingkan pada voltammogram keadaan sebelum dan sesudah dialiri gas pada sel elektrokimia. Variasi konsentrasi elektrolit memberikan respon yang berbeda terhadap arus reduksi yang dihasilkan, dimana kenaikan puncak arus reduksi sebanding dengan bertambahnya konsentrasi larutan elektrolit. Puncak yang dihasilkan merupakan arus difusi yang ditimbulkan oleh gerakan spontan dari senyawa kimia yang disebabkan oleh gradien konsentrasi, dimana kecepatan difusi berbanding lurus dengan gradien konsentrasi dan konsentrasi senyawa aktif dalam larutan (Skoog *et al.*, 1998).



Gambar 4.1 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 0.5M/KCl 0.1 M



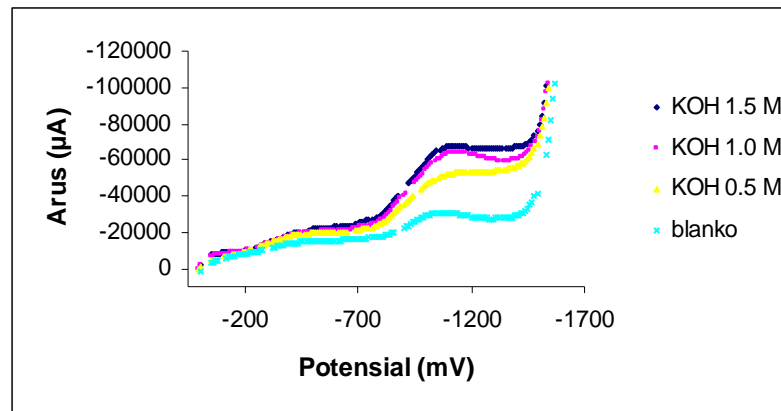
Gambar 4.2 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 1.0M/KCl 0.1 M



Gambar 4.3 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 1.5M/KCl 0.1 M

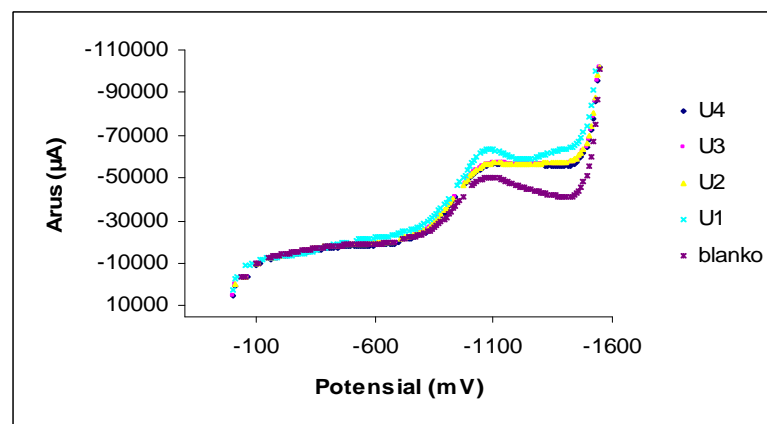
Tabel 4.1 Data pengukuran N_2O pada berbagai konsentrasi KOH

[KOH]M/KCl0.1 M	Arus (μA)				Rata-rata
	U1	U2	U3	U4	
0.5	-52950	-49600	-47400	-47400	-49337.5
1.0	-64050	-56950	-55050	-53900	-57487.5
1.5	-67700	-62950	-61750	-59600	-63000.0

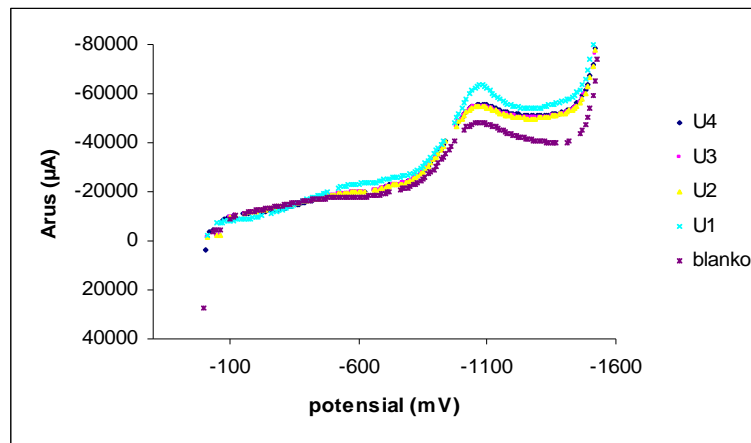


Gambar 4.4 Voltammogram Respon Arus pada Berbagai Konsentrasi KOH

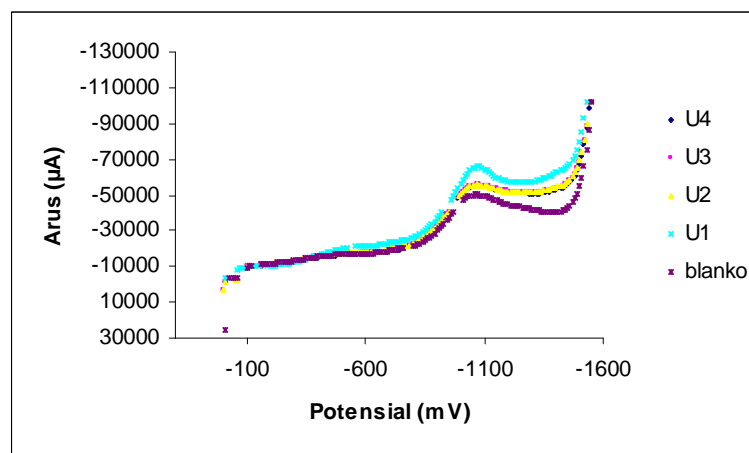
Berdasarkan gambar 4.4 diketahui bahwa KOH dengan konsentrasi 1.5 M, memiliki selisih puncak arus reduksi dengan arus background yang paling tinggi, sehingga pada kondisi ini merupakan konsentrasi optimum dari KOH. Larutan elektrolit yang digunakan merupakan campuran dari KOH dan KCl, sehingga untuk penentuan konsentrasi optimum KCl digunakan KOH dengan konsentrasi 1.5 M. Voltammogram respon arus penentuan konsentrasi optimum KCl ditunjukkan pada gambar 4.5, 4.6, 4.7 di bawah ini:



Gambar 4.5 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 1.5M/KCl 0.05 M



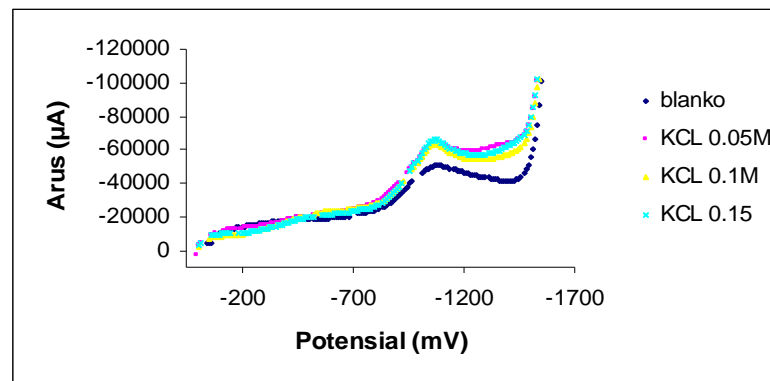
Gambar 4.6 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 1.5M/KCl 0.10 M



Gambar 4.7 Voltammogram dari Larutan Elektrolit KOH 1.5M/KCl 0.15 M

Tabel 4.2 Data pengukuran N_2O pada berbagai konsentrasi KCl

[KOH] 1.5M/[KCl]M	Arus (μA)				Rata-rata
	U1	U2	U3	U4	
0.05	-63550	-54000	-54100	-54900	-56637.5
0.10	-63400	-54950	-55000	-55600	-57237.5
0.15	-65850	-55600	-55700	-55400	-58137.5

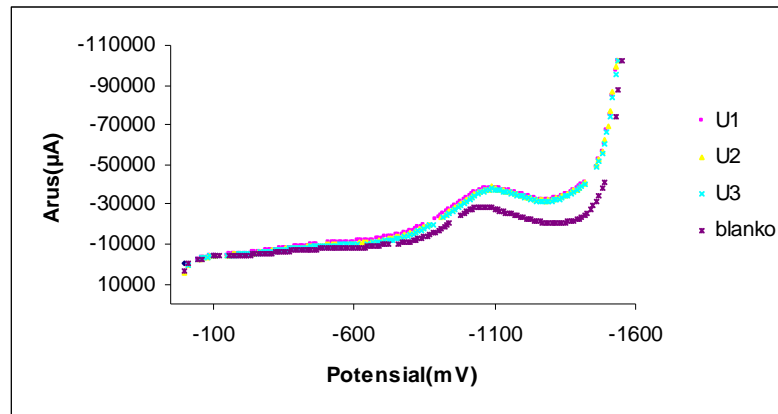


Gambar 4.8 Voltammogram Respon Arus pada Berbagai Kosentrasi KCl

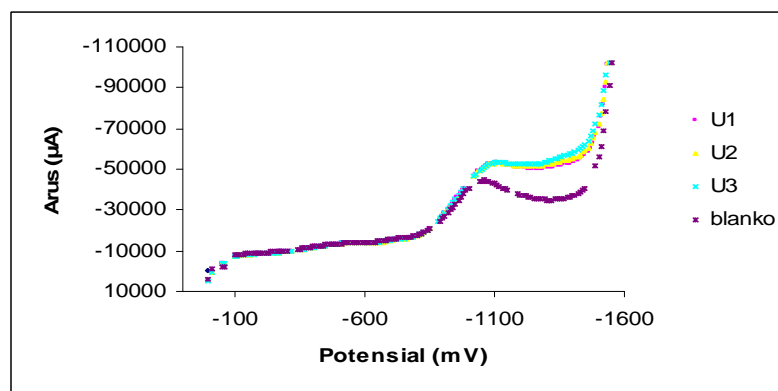
Gambar 4.8 diketahui puncak arus tertinggi pada larutan KCl adalah pada konsentrasi 0.15 M dengan rata-rata arus reduksi paling tinggi, sehingga kondisi optimum dari larutan elektrolit adalah pada campuran elektrolit KOH 1.5M/KCl 0.15M.

4.2.2 Scanrate Optimum

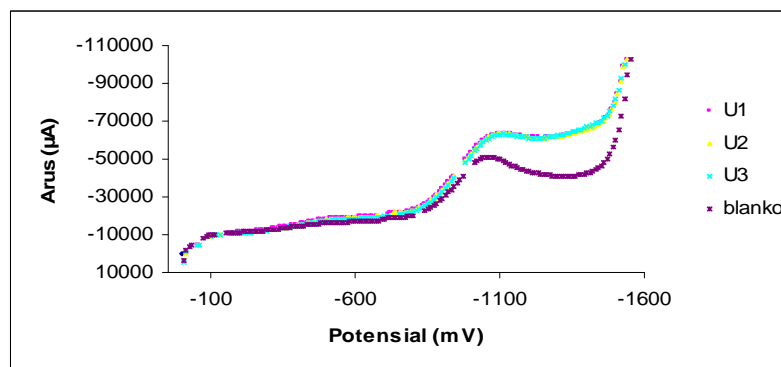
Scanrate merupakan kecepatan perubahan scanning potensial tiap satuan waktu. Perubahan *scanrate* memberikan pengaruh pada laju pertukaran aliran elektron dalam larutan elektrolit pada potensial yang sesuai dengan potensial reduksi/oksidasi dari analit, sehingga untuk tiap perubahan yang terjadi pada hasil arus reduksi dapat lebih mudah diamati. *Scanrate* optimum dapat diketahui berdasarkan besarnya arus reduksi dari N_2O pada masing-masing variasi *scanrate*, dimana *scanrate* yang memberikan selisih arus reduksi dengan arus background paling tinggi merupakan *scanrate* optimum. Variasi *scanrate* yang digunakan adalah 40, 80, 100, 200 mV/detik. Gas N_2O yang dimasukkan ke dalam sel elektrokimia dibuat sama dengan penentuan konsentrasi larutan elektrolit optimum yaitu 1.68 g/L pada penentuan *scanrate* optimum. Respon arus dari masing-masing variasi *scanrate* dapat dilihat pada voltammogram ditunjukkan pada gambar 4.9, 4.10, 4.11, dan 4.12



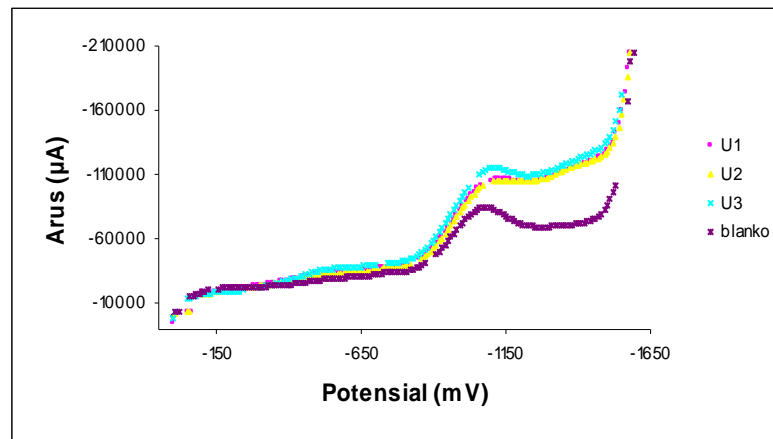
Gambar 4.9 Voltammogram Arus Reduksi N₂O pada *Scanrate* 40 mV/detik



Gambar 4.10 Voltammogram Arus Reduksi N₂O pada *Scanrate* 80 mV/detik



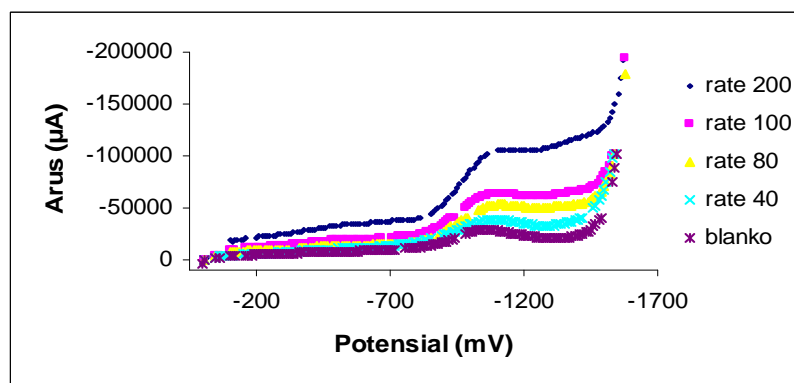
Gambar 4.11 Voltammogram Arus Reduksi N₂O pada *Scanrate* 100 mV/detik



Gambar 4.12 Voltammogram Arus Reduksi N_2O pada *Scanrate* 200 mV/detik

Tabel 4.3 Data pengukuran N_2O pada berbagai variasi *scanrate*

<i>Scanrate</i> mV/detik	Arus (μA)			Rata-rata
	U1	U2	U3	
40	-38600	-38840	-38320	-38586.7
80	-53350	-53100	-53150	-53200
100	-63700	-63600	-63750	-63683
200	-115400	-105600	-106500	-109166.7



Gambar 4.13 Voltammogram Arus Reduksi N_2O pada Berbagai *Scanrate*

Berdasarkan voltammogram di atas, semakin besar *scan rate* yang digunakan puncak arus reduksi semakin tinggi. Puncak arus tertinggi ditunjukkan pada *scanrate*

200, namun kondisi optimum yang digunakan bukan pada *scanrate* 200. Hal ini dikarenakan pada *scanrate* ini scanning potensial terlalu cepat, sehingga perubahan arus reduksi sulit diamati. Fenomena ini nampak pada voltammogram yang menunjukkan garis putus-putus dikarenakan arus reduksi yang terdeteksi tidak pada semua potensial, sehingga meskipun pada *scanrate* ini menunjukkan arus puncak yang tinggi tapi tidak dianggap sebagai kondisi optimum. *Scanrate* optimum yang digunakan adalah pada *scanrate* 100 mV/detik, reduksi dari gas N₂O tercatat pada daerah potensial antara -1 V sampai -1.4 V. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya oleh Siswoyo, *et al.*, 2000.

4.3 Proses Elektroanalisis Tanpa Menggunakan Membran PDMS

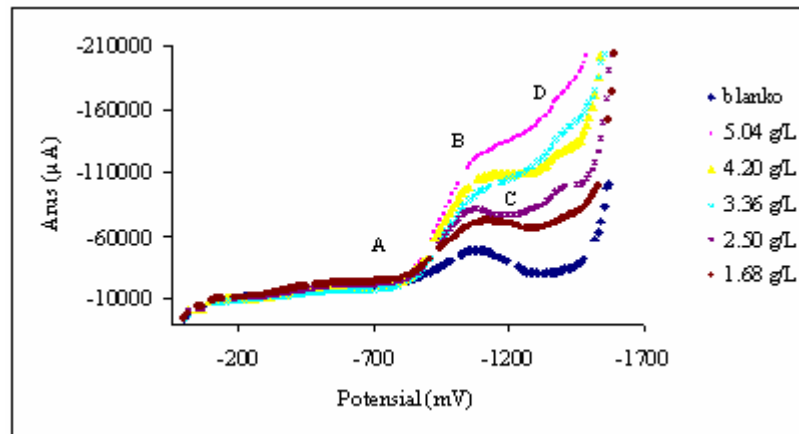
Proses elektroanalisis tanpa menggunakan membran pengukuran gas N₂O menggunakan konsentrasi elektrolit optimum yaitu KOH 1.5 M/KCl 0.15 M dan *Scanrate* optimum 100 mV/detik, dengan berbagai variasi konsentrasi gas N₂O yaitu 1.68, 2.50, 3.36, 4.20, 5.04 mg/L. Teknik elektroanalisis adalah siklik voltametri dan *differential pulse voltammetry* pada rentang potensial 0 sampai -1600 mV vs Ag/AgCl.

4.3.1 Proses Elektroanalisis Tanpa Menggunakan Membran PDMS Secara Siklik Voltametri

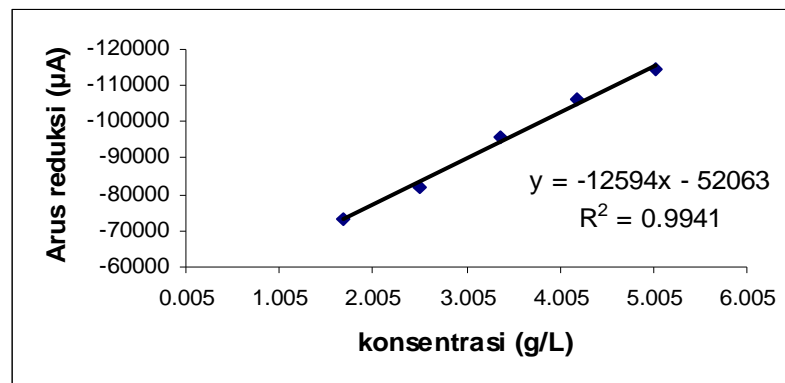
Voltametri siklik didasarkan pada variasi potensial yang digunakan pada elektroda kerja (Wang, 1994). Potensiostat mengontrol potensial yang melewati elektroda kerja untuk mengubah potensial secara perlahan kembali ke potensial awal (Rieger, 1994). Hasil penelitian terhadap respon arus disajikan dalam gambar 4.14 dan 4.15. Data voltammogram yang diperlihatkan hanya setengah dari total satu siklik, yaitu dalam rentang potensial 0 sampai -1.6V, dimana puncak arus reduksi berada pada rentang potensial -1 sampai -1.4V untuk kemudahan penampilan.

Gambar 4.14 memperlihatkan seri voltammogram yang dihasilkan dari berbagai variasi gas N₂O akibat perbedaan konsentrasi gas yang digunakan,

sedangkan gambar 4.15 menjelaskan puncak arus sebagai fungsi jumlah pembakaran ammonium nitrat yang mewakili variabel konsentrasi gas N_2O .



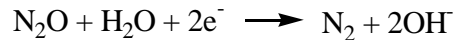
Gambar 4.14 Voltammogram Arus vs Potensial Tanpa Menggunakan Membran Secara Siklik Voltametri



Gambar 4.15 Arus Reduksi Sebagai Fungsi Konsentrasi Gas N_2O

Hubungan antara besarnya arus yang dihasilkan pada berbagai potensial dengan berbagai konsentrasi gas secara siklik voltametri ditunjukkan pada gambar 4.14. Voltammogram potensial/arus yang diplotkan selama scanning potensial diperoleh 4 daerah karakteristik. Arus latar belakang awal (bagian A) menjelaskan bahwa potensial belum cukup untuk menyebabkan reduksi N_2O . Arus latar belakang ini terukur mungkin disebabkan oleh beberapa hal diantaranya pengaruh tahanan sel, reduksi gas oksigen, arus kapasitif dan nois elektronik dari rangkaian listrik.

Bagian pada puncak (bagian B) sudah mendekati potensial reduksi, dapat dilihat terjadi kenaikan puncak arus dan N₂O tereduksi pada elektroda dengan kecepatan yang lebih cepat, sesuai dengan reaksi :

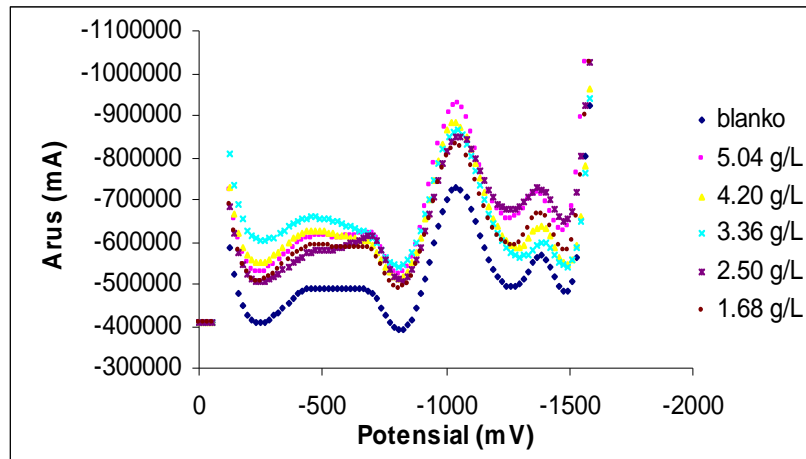


Selanjutnya bagian menurun dari puncak (bagian C), arus menurun disebabkan kecepatan scanning potensial tinggi sehingga senyawa elektroaktif tidak mampu mencapai lebih awal pada permukaan elektroda. Keadaan ini tidak berlangsung lama bahkan hampir tidak terjadi, terlihat pada arus batas yang rata (plateau current) yang teramati terlihat sangat jelas (bagian D). Hal ini dikarenakan, pada elektroanalisis tanpa menggunakan membran, konsentrasi gas N₂O yang terlarut dalam larutan elektrolit sangat tinggi karena pada saat gas dialirkan, gas langsung masuk pada larutan elektrolit dan larut didalamnya, sehingga analit akan dengan bebas berkontak langsung dengan permukaan elektroda dan direduksi secara elektrokimia. Tingginya konsentrasi analit dalam larutan elektrolit, mengakibatkan terjadi aliran spontan dari N₂O lain yang terlarut dalam larutan elektrolit pada saat kandungan N₂O pada lapisan difusi menjadi lebih sedikit setiap waktunya. Dengan kata lain laju difusi analit gas masih dapat mengatasi suplai analit dipermukaan elektroda pada saat proses reaksi reduksi terjadi, dimana kecepatan gerakan N₂O kearah lapisan difusi berbanding lurus dengan konsentrasi N₂O dalam larutan elektrolit.

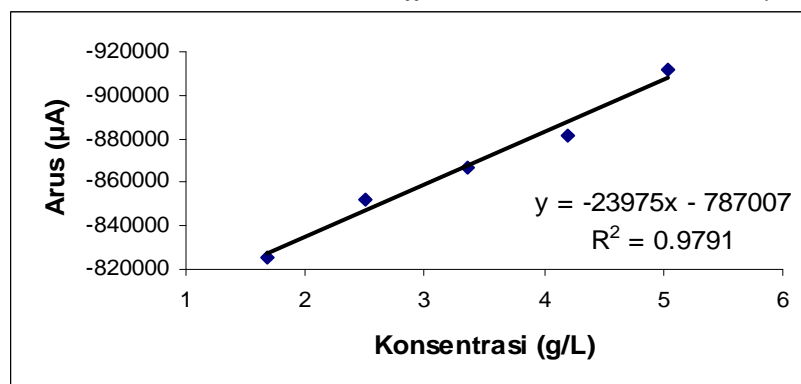
4.3.2 Proses Elektroanalisis Tanpa Menggunakan Membran PDMS Secara *differential pulse Voltammetry*

Differential pulse Voltammetry merupakan salah satu teknik pulsa yang digunakan dalam pengukuran secara voltametri yang memiliki limit deteksi yang rendah. Voltamogram yang dihasilkan terdiri dari puncak arus, dimana jumlahnya proporsional terhadap konsentrasi dari analit (Skoog, *et al.*, 1992). Pengukuran arus dilakukan pada dua titik pada masing-masing pulsa, titik pertama sebelum munculnya pulsa dan kedua pada akhir pulsa. Pemilihan pengukuran arus pada awal dan akhir

pulsa untuk meminimalkan arus nonfaraday (*capacitative charging current*) dalam pengukuran arus agar arus yang terukur benar-benar dari arus difusi (Sawyer, *et al.*, 1995). Hal ini dikarenakan arus kapasitif dapat bertindak sebagai interferensi dari arus faradaik (arus dari reduksi senyawa elektroaktif). Voltammogram dari respon arus yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 4.16 dan 4.17, dimana gambar 4.16 memperlihatkan seri voltammogram yang dihasilkan dari berbagai variasi gas N₂O akibat perbedaan konsentrasi gas yang digunakan, sedangkan gambar 4.17 menjelaskan puncak arus sebagai fungsi jumlah pembakaran ammonium nitrat yang mewakili variabel konsentrasi gas nitrous oksida.



Gambar 4.16 Voltammogram Arus vs Potensial Tanpa Menggunakan Membran Secara *Differential Pulse Voltammetry*

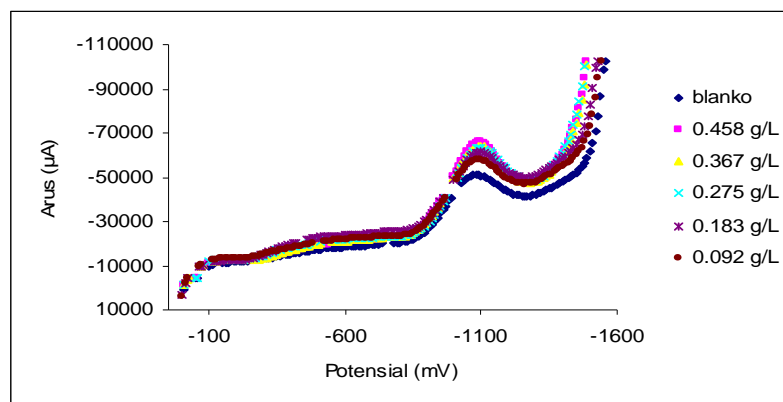


Gambar 4.17 Arus Reduksi sebagai Fungsi Konsentrasi Gas N₂O

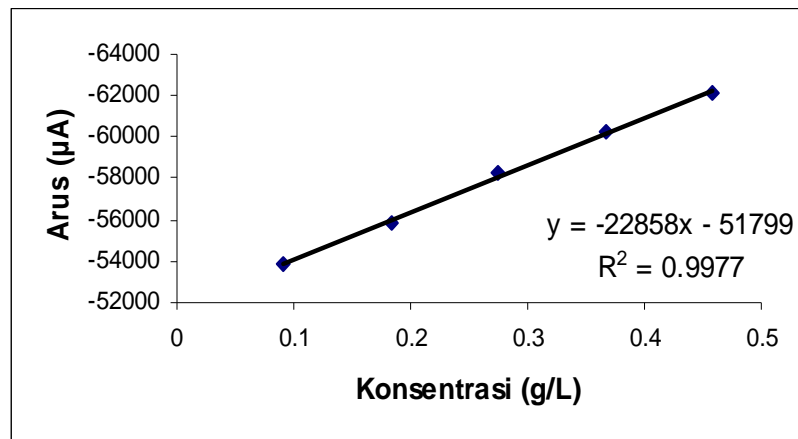
Berdasarkan gambar di atas menunjukkan bahwa kenaikan arus reduksi sebanding dengan penambahan gas N_2O . Puncak arus reduksi terjadi pada potensial antara -1V sampai -1.1V. Suplai gas yang semakin banyak maka semakin banyak gas yang direduksi, dimana tinggi arus puncak sebanding dengan konsentrasi senyawa elektroaktif dalam larutan. Berdasarkan fenomena diatas dapat diambil kesimpulan selain teknik siklik voltametri, teknik *differential pulse voltammetry* juga dapat digunakan untuk mengukur gas N_2O .

4.3 Proses Elektroanalisis Menggunakan Membran PDMS

Proses elektroanalisis dengan menggunakan membran, pengukuran gas N_2O menggunakan sensor voltametri yang terdiri dari elektroda kerja perak, elektroda pembanding Ag/AgCl ukuran mikro, elektroda counter stainless stel, permukaan sensor dilapisi dengan membran PDMS. Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan elektrolit optimum yaitu KOH 1.5 M/KCl 0.15 M dengan *Scanrate* optimum 100 mV/detik. Variasi konsentrasi gas yang digunakan adalah 0.092, 0.183, 0.275, 0.367, 0.458 g/L. Teknik elektroanalisis adalah siklik voltametri dan *differential pulse voltammetry* pada rentang potensial 0 –(-1600) mV vs Ag/AgCl. Hasil pengujian terhadap sensor secara siklik voltametri dapat dilihat pada gambar di bawah ini:

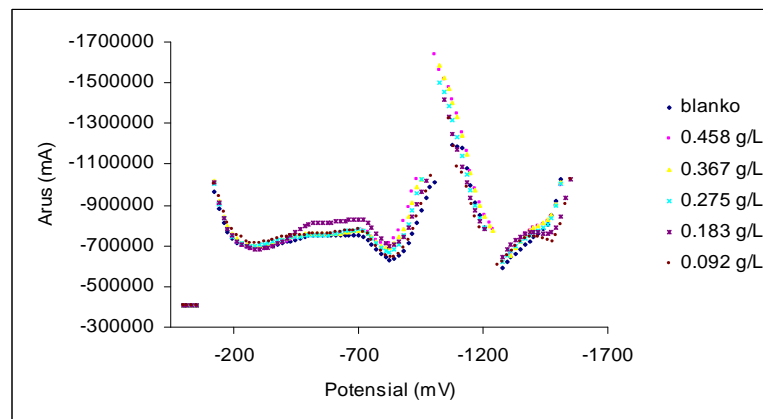


Gambar 4.18 Voltammogram Arus vs Potensial Menggunakan Membran secara Voltametri Siklik

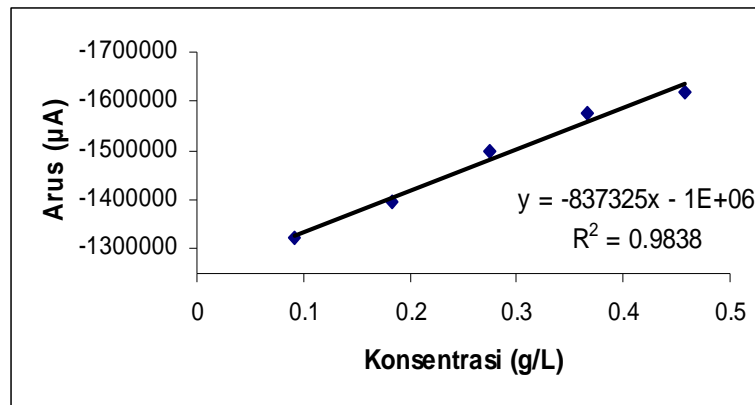


Gambar 4.19 Arus Reduksi Sebagai Fungsi Konsentrasi Gas N₂O

Hasil pengujian terhadap sensor secara *differential pulse voltammetry* dapat dilihat pada gambar di bawah ini:



Gambar 4.20 Voltammogram Arus vs Potensial Menggunakan Membran secara *Differential Pulse Voltammetry*



Gambar 4.21 Arus Reduksi sebagai Fungsi Konsentrasi Gas N₂O

Berdasarkan gambar 4.18 memperlihatkan profil voltammogram yang tidak jauh berbeda dengan pengukuran gas N₂O tanpa penggunaan membran. Reduksi dari gas N₂O tercatat pada daerah antara potensial -0.9V sampai -1.3V, puncak arus yang terbentuk menunjukkan pergeseran arus reduksi ke arah potensial yang lebih positif dibandingkan dengan pengukuran tanpa membran. Puncak arus untuk *differential pulse voltammetry* terjadi pada potensial sekitar -1V sampai -1,1V dan reduksi N₂O tidak terdeteksi pada semua potensial. Potensial 1.1 V dan potensial 1.3 V menunjukkan sensor tidak mampu mendeteksi arus reduksi, sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa sensor yang dihasilkan tidak dapat bekerja dengan baik pada daerah potensial 1.1 dan 1.3 Volt.

Penggunaan membran PDMS disini mengakibatkan gas analit tidak secara bebas masuk dalam larutan elektrolit, tapi akan berdifusi terlebih dahulu melalui membran dan membentuk kesetimbangan dengan larutan elektrolit. Ruang dalam (antara membran dan elektroda kerja) yang terdapat lapisan tipis (5-15µm), gas akan mengalami reaksi reduksi/oksidasi akibat beda potensial tertentu. Aktifitas dari ion sebanding dengan jumlah dari gas yang terlarut dalam larutan elektrolit, dimana respon dari elektroda berhubungan secara langsung dengan konsentrasi gas dalam larutan elektrolit (Wang, 1994).

Proses identifikasi analit gas menggunakan sensor gas dapat diidentifikasi melalui tahapan-tahapan sebagai berikut (Tierney *et al.*, dalam Siswoyo, 2003) :

- a. transport gas atau masuknya gas menuju membran permeabel,
- b. proses difusi menuju membran,
- c. larut dalam elektrolit,
- d. terjadi reaksi disosiasi dalam elektrolit,
- e. proses difusi pada permukaan elektroda,
- f. reaksi elektrokimia pada permukaan sensor.

Arus reduksi akan terjadi pada potensial reduksi yang tepat, yang ditunjukkan pada puncak arus yang ditampilkan oleh voltammogram. Elektroanalisis menggunakan membran secara siklik voltametri menunjukkan besarnya arus reduksi yang dihasilkan lebih kecil jika dibandingkan dengan elektroanalisis tanpa menggunakan membran. Hal ini disebabkan konsentrasi gas N_2O dalam larutan elektrolit pada elektroanalisis menggunakan membran lebih rendah daripada konsentrasi gas dalam larutan elektrolit saat elektroanalisis tanpa menggunakan membran, karena pada saat elektroanalisis tanpa menggunakan membran gas lebih mudah mengalir dalam larutan elektrolit tanpa harus melewati membran terlebih dahulu. Sedangkan pada elektroanalisis dengan menggunakan membran, gas tidak langsung larut dalam larutan elektrolit tapi harus melewati membran terlebih dahulu. Sehingga pada saat proses reduksi berlangsung lapisan difusi akan kekurangan N_2O . Laju difusi analit gas tidak dapat mengatasi suplai analit menuju permukaan elektroda pada saat proses reaksi reduksi terjadi, karena konsentrasi gas yang rendah didalam larutan elektrolit. Penggunaan membran PDMS pada proses elektroanalisis dapat dikatakan sudah menunjukkan hasil yang cukup baik, mengingat jumlah gas N_2O yang digunakan juga tidak sebanyak pada saat elektroanalisis tanpa menggunakan membran tapi masih mampu memberikan respon kenaikan puncak arus reduksi N_2O yang linier, sehingga dapat diambil kesimpulan membran PDMS dapat digunakan dalam pengukuran gas N_2O .

4.5 Karakterisasi Sensor

4.5.1 Sensitifitas

Berdasarkan kurva kalibrasi yang diperoleh dari pengukuran arus reduksi N_2O Vs konsentrasi N_2O didapatkan persamaan regresi sebagai berikut :

- a) Elektroanalisis tanpa menggunakan membran pemisah, secara voltametri siklik (CYV) dan *differential pulse voltammetry* (DPV) masing-masing persamaan regresi diperoleh $y = -12594x - 52063$, $y = -23975x - 787007$, dengan koefisien korelasi sebesar 0.9941 dan 0.9791
- b) Elektroanalisis menggunakan membran pemisah secara voltametri siklik (CYV) dan *differential pulse voltammetry* (DPV) masing-masing persamaan regresi diperoleh $y = -22858x - 51799$, $y = -837325x - 1E+06$ dengan koefisien korelasi sebesar 0.9977 dan 0.9838

Berdasarkan persamaan regresi tersebut dapat diketahui bahwa pada elektroanalisis tanpa menggunakan membran, teknik DPV memiliki sensitifitas lebih tinggi dibandingkan teknik CYV dapat dilihat pada harga slope DPV lebih tinggi daripada harga slope CYV. Sedangkan pada elektroanalisis menggunakan membran juga menunjukkan bahwa DPV memiliki sensitifitas lebih besar dibandingkan CYV. Perbandingan antara elektroanalisis tanpa menggunakan membran dengan elektroanalisis menggunakan membran, maka yang memiliki sensitifitas yang lebih tinggi adalah elektroanalisis menggunakan membran. Namun secara keseluruhan dapat diketahui bahwa nilai masing-masing slope kurva memiliki nilai cukup tinggi yang berarti sensor memiliki sensitifitas cukup tinggi, dengan sedikit penambahan konsentrasi gas N_2O mampu memberikan respon sinyal yang cepat dan besar.

4.5.2 Daerah Kerja (*Linier Range*)

Linier range yang dimaksud pada pengukuran gas N_2O ini adalah respon yang linier terhadap slope yang diperoleh. Linier range ditentukan berdasarkan kurva kalibrasi yang dihasilkan. Kurva kalibrasi yang dibuat merupakan plot antara konsentrasi N_2O dengan arus yang dihasilkan. Dari gambar 4.19 dan 4.21 diketahui bahwa koefisien korelasi dari pengukuran N_2O untuk elektroanalisis tanpa

menggunakan membran secara siklik voltametri dan *differential pulse voltammetry* masing-masing sebesar 0.9941 dan 0.9791, sedangkan koefisien korelasi untuk pengukuran N₂O dengan menggunakan membran PDMS secara siklik voltametri dan *differential pulse voltammetry* masing-masing sebesar 0.9977 dan 0.9838. Hal ini menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan arus yang dihasilkan memiliki hubungan yang linier, dimana elektroanalisis dengan menggunakan membran lebih linier jika dibandingkan dengan elektroanalisis tanpa menggunakan membran.

4.5.3 Batas Deteksi (Limit Deteksi)

Limit deteksi pada pengukuran N₂O dengan menggunakan teknik siklik voltametri dan *differential pulse voltammetry* adalah konsentrasi terkecil dari N₂O yang dapat terekam oleh sensor. Secara teoritis menggunakan perhitungan diketahui bahwa konsentrasi N₂O yang dapat terekam oleh sensor tanpa menggunakan membran secara voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* masing-masing sebesar 0.0711 g/L dan 0.6732 g/L. Sedangkan limit deteksi untuk sensor menggunakan membran secara voltametri siklik dan *differential pulse voltammetry* masing-masing adalah 0.0238 g/L dan 0.0733 g/L. Untuk itu sensor ini tidak dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi gas N₂O yang kurang dari yang telah disebutkan di atas.

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pada penelitian ini dalam pengukuran gas N₂O dengan metode voltammetri siklik dan *differential pulse voltammetry* menggunakan elektroda kerja perak tanpa membran (unshielded electrode) dan menggunakan membran pemisah (shielded electrode) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut

1. Konsentrasi optimum dari larutan elektrolit adalah pada KOH 1.5 M/KCl 0.15 M sedangkan *scanrate* optimum didapatkan pada *scanrate* 100 mV/detik.
2. Pengukuran gas N₂O dapat dilakukan dengan menggunakan sensor voltammetri dengan teknik polarisasi potensial secara voltammetri siklik dan *differential pulse voltammetry*, dimana teknik *differential pulse voltammetry* memiliki sensitifitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan teknik voltammetri siklik. Daerah kerja sensor untuk teknik voltammetri siklik lebih linier dibandingkan dengan daerah kerja teknik *differential pulse voltammetry*.
3. Sensor gas N₂O menggunakan membran memiliki sensitifitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan sensor gas tanpa menggunakan membran, selain itu daerah kerja untuk sensor dengan menggunakan membran memiliki daerah kerja lebih linier dibandingkan dengan dengan sensor gas tanpa menggunakan membran. Limit deteksi N₂O yang dapat terekam oleh sensor tanpa menggunakan membran secara voltammetri siklik dan *differential pulse voltammetry* masing-masing sebesar 0.0711 g/L dan 0.6732 g/L. Sedangkan limit deteksi untuk sensor menggunakan membran secara voltammetri siklik dan *differential pulse voltammetry* masing-masing adalah 0.0238 g/L dan 0.0733 g/L .

5.2 Saran

Teknik voltametri baik voltametri siklik maupun *differential pulse voltammetry* dengan elektroda kerja perak Ag dapat digunakan untuk pengukuran gas N_2O dengan hasil yang cukup baik, namun jika penelitian ini hendak diaplikasikan untuk keperluan monitoring udara di lingkungan sebaiknya dilakukan beberapa hal sebagai berikut

1. Gas N_2O yang digunakan dalam penelitian ini dihasilkan dari reaksi pemanasan ammonium nitrat yang masih belum memenuhi standar internasional. Oleh karena itu untuk penelitian lebih lanjut hendaknya menggunakan gas N_2O yang telah dijual bebas di pasaran yang memenuhi standar internasional.
2. Penelitian lanjutan masih diperlukan untuk mendapatkan informasi tentang karakteristik logam dan parameter lain yang berpengaruh pada unjuk kerjanya sebagai sistim deteksi gas N_2O pada pengukuran nyata yang meliputi ukuran dan bentuk elektroda, dan jenis membran lain yang dapat digunakan untuk deteksi gas N_2O . Sensor yang dihasilkan masih perlu dikarakterisasi lebih lanjut mengenai reproduisibilitas dan ketahanan sensor dalam jangka waktu yang lama agar dapat digunakan sebagai sensor gas N_2O yang memberikan sinyal yang akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Albery J W, and Hahn C E W. 1983. *Electrochemical Methode of Determining Oxygen, Halothane and Nitrous Oxide US Patent 4400242*
- Amsyari, F. 1986. *prinsip-prinsip masalah pencemaran lingkungan*. Jakarta: Ghalia Indonesia.
- Andersen, *et al.*, 2001. *An oxygen intensive microsensors for nitrous oxide*
- Bard, A. W and L. R. Faulker. 1980. *Electrochemical Metodes Fundamentals and Applications*. Singapore: John Wiley and Sons. Inc
- Cameron and May. Tanpa tahun. *Nitrous Oxide- laughing gas*
- Caulcut, R. and Boddy, R. 1983. *Statistic for Analytical Chemistry*. London: Chapman and Hall.
- Fifield, F. W (Ed) and Haines, P. J (Ed). 1995. *Environmental analytical chemistry*. London : Chapman and Hall.
- Fardiaz, S. 1992. *polusi Air Dan Udara*. Yogyakarta : Penerbit Kanisius.
- Gosser, David. K. Jr. 1993. *Cyclic Voltammetry Simulation and Analysis of Reaction Mechanism*. USA: VCH Publisher
- Hahn C E W. 1998. Tutorial review : *Electrochemical Analysis of Clinical Blood Gases, Gases and Vapours*. *Analyst*, 123 57R-86R
- Hahn C and Clark D. 1995. *Determining gas Concentration World Intelectual property*, Organitation Patent No. WO 95 00838
- Hendayana, S., dkk. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang.
- ["http://en.wikipedia.org/wiki/Polydimethylsiloxane"](http://en.wikipedia.org/wiki/Polydimethylsiloxane)
- Ingle, J.D and Crouch, S.R. 1998. *Spectrometry Chemical Analysis*. USA: Prentice-Hall international, inc.
- Jones, A.J., 1987, *Membran and separation Technology; The Australiant Government Publishing Service*.

- Kateman, G. dan Buydens, L. 1993. *Quality Control in Analytical Chemistry*. USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Kellner, *et al.*, 1998 *Analytical Chemistry: The Autentic Text to The FECS Curriculum Analytical Chemistry*. New york: Wiley – VHC, Inc
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Matson, *et al.* tanpa tahun. *Microscale gas chemistry: Experimeny with Nitrous Oxide*
- McPeak H, and Hahn, C E W. 1997. *The Development of New Microelektrode Gas Sensor: an Odysey. Part III. O₂ and N₂O Reduction at Unshielded and Membrane Covered Gold Microdisc Electrodes*, *J Electroanal, Chem.* 427, 179-188.
- Midgley and Torrance. 1991. *Potentiometric Water Analysis Second Edition*. UK: John Wiley and Sons. Inc
- Miller and Miller. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik edisi kedua*. Bandung : Penerbit ITB
- Mulder, M., 1996, *Basic Prinsiples of membrane Technologi*. Dordrecht: KluwerAcademic Publisher
- Reiger, P. H. 1994. *Electrochemistry*. 2nd edition USA: Chapman and Hall, Inc
- Sawyer, D. T, *et al.* 1995. *Experimental Electrochemistry for Chemist*. 2nd edition. Canada
- Siswoyo, dkk. 2005. *Kajian Awal Penggunaan Logam Ag, Au, dan Pt Sebagai Elektroda Kerja untuk Deteksi Gas N₂O Secara Voltametrik*, *Jurnal Kimia Lingkungan*, 7 (1) 45-52
- Siswoyo, Persaud, K C and Philips, V R. 2000. *Design of electrochemical Sensor for Nitrous oxide in Low Concentration, in Electronic Noses and Olfaction*. 2000, Eds J W Gardner and K.C Persaud, institute of Physic, London
- Siswoyo, 2003. *Design of Flux Measurement System For Nitrous Oxide*, PhD Thesis, Departement Of instrumentation and Analytical Science, UMIST, United Kingdom

- Siswoyo, 2005, *Measurement Techniques for Nitrous Oxide Gas*, Prosiding Seminar Nasional Kimia 2005, 5 februari 2005, Universitas Negeri Surabaya, Indonesia
- Skoog, D A and Leary, J J. 1992. *Prisiple of Instrumental analysis. 4th Ed.*, Saunders College publishing, London
- Skoog, D.A., West, D.M. and Holler, F.J. 1963. *Fundamental Analytical Chemistry. Sixth Edition*. USA: Saunders College Publishing.
- Tierney MJ and Kim HOL. 1993. *Electrochemical Gas Sensor with Extremely Fast-Response Times. Anal. Chem.* 65, 3435
- Underwood, A.L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatip*. Pujaatmaka edisi kelima. Jakarta: Erlangga.
- Wang B and Li X, 1998. *Electrocatalytic Properties of Nitrous Oxide and its Voltammetric detection at Palladium Electrodeposited on a Glassy Carbon Electrode. Anal. Chem* 70:2181-2187
- Wang, Joseph. 1994. *Electrochemical Analysis*. USA: Wiley-VHC, Inc