



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

SKRIPSI

Oleh

**Harum Sekar Andini
NIM 071810301105**

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



**PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMMETRI N₂O DENGAN
ELEKTRODA KERJA PLATINA MELALUI OPTIMASI LARUTAN
ELEKTROLIT DAN POTENSIAL SCAN RATE SERTA
KARAKTERISASI KINERJANYA**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program 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**

PERSEMBAHAN

Syukur Alhamdulillah atas segala rahmat, hidayah dan ridho Allah SWT yang tiada henti Engkau limpahkan kepadaku selama ini. Nabi Muhammada SAW yang menjadi suri tauladan bagi umatnya, semoga diriku mampu mengikuti jejaknya.

Karya tulis skripsi ini Saya Persembahkan Kepada :

1. Allah SWT, Pemilik seluruh alam raya;
2. Muhammad SAW, Pemimpin dan Panutan Ummat Manusia
3. Ayahanda Sumanto dan Ibunda Emy Bahagiati tersayang. Ananda akan terus berusaha memenuhi harapan-harapan yang telah engkau percayakan. Terimakasih atas rangkaian doa yang tulus tiada henti, segala dukungan, motivasi, perhatian, pendidikan serta kasih sayang yang tiada ternilai untuk ananda. Semoga Alloh senantiasa mencurahkan Rahmat dan Karunia-Nya baik di dunia maupun di akhirat, amin...
4. Kakakku Doni Eko Kurniawan serta kedua adikku tercinta Intan Bunga Rosdiana dan Dita Ayu Faradila, atas dukungan, doa dan kebersamaan kalian menemani adinda selama ini;
5. Abang Aditya Arrochman tersayang yang telah menemani hari-hari adinda dengan penuh kesabaran dan kesetiaan. Terimakasih untuk setiap motivasi, dukungan dan pengorbanan selama ini;
6. Bapak-Ibu guru SD Negeri 2 Genteng; SMP Negeri 1 Genteng; SMA Negeri 2 Jember; Bapak-Ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
7. Almameter tercinta, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;

MOTTO

*“Jadikan Sabar dan sholat sebagai penolongmu, dan sesungguhnya yang demikian itu sungguh berat kecuali bagi orang-orang yang khusyu”
(Q.S. Al Israa : 37)*

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Harum Sekar Andini

Nim : 071810301105

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: *Pengembangan Sensor Voltametri N_2O dengan Elektroda Kerja Platina melalui Optimasi Larutan Elektrolit dan Potensial Scan Rate serta Karakteristik Kinerjanya* adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 19 Januari 2012

Yang menyatakan,

Harum Sekar Andini

NIM 071810301105

SKRIPSI

PENGEMBANGAN SENSOR VOLTAMMETRI N₂O DENGAN ELEKTRODA KERJA PLATINA MELALUI OPTIMASI LARUTAN ELEKTROLIT DAN POTENSIAL SCAN RATE SERTA KARAKTERISTIK KINERJANYA

Oleh

Harum Sekar Andini
NIM: 071810301105

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Siswoyo, M.Sc. PhD.

Dosen Pembimbing Anggota : Dwi Indarti, S.Si. MSi.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Pengembangan Sensor Voltammetri N₂O dengan Elektroda Kerja Platina melalui Optimasi Larutan Elektrolit dan Potensial Scan Rate serta Karakteristik Kinerjanya* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari, tanggal :

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Drs. Siswoyo, M.Sc. PhD.

Dwi Indarti, S.Si. M.Si.

NIP. 19660521993031003

NIP. 197409012000032004

Anggota Tim Penguji

Penguji I,

Penguji II,

Asnawati, S.Si. M.Si.

Tri Mulyono, S.Si. M.Si.

NIP. 196808141999032001

NIP. 196810201998021002

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengtahuan Alam,

Universitas Jember

Prof. Drs. Kusno. DEA., Ph.D.

NIP.196101081986021001

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Voltammetri N₂O dengan Elektroda Kerja Platina melalui Optimasi Larutan Elektrolit dan Potensial Scan Rate serta Karakteristik Kinerjanya; Harum Sekar Andini, 071810301105; 2011: 55 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Nitrous Oksida atau dinitrogen oksida, N₂O dikenal sebagai gas gelak dan diketahui merupakan oksida nitrogen yang berlimpah di atmosfer. Gas ini digunakan secara luas sebagai gas anastesi dan analgesik di bidang klinis dan juga sebagai gas pendorong dalam wadah bertekanan di dunia industri makanan. Namun akhir-akhir ini telah disadari bahwa peranan gas ini sebagai gas rumah kaca memiliki potensi untuk merusak lapisan ozon dengan kenaikan sebesar 31%persen pertahun, sehingga usaha minitoring dan pengontrolan konsentrasi serta laju emisinya menjadi sangat penting. Melihat luasnya aplikasi gas N₂O ini, maka persyaratan alat ukur yang digunakan harus mampu mengukur dalam range ppb sampai tingkat persen.

Metode analisis N₂O yang terpercaya saat ini adalah spektrofotometri inframerah, kromatografi gas, dan semikonduktor oksida logam juga muncul sebagai kandidat material sensor untuk deteksi N₂O (Kanazawa, *et al.*, 2000, dalam Siswoyo, *et al.*, 2005), namun telah umum diketahui bahwa sensor jenis ini memiliki selektifitas yang jelek dan memerlukan tenaga listrik relatif tinggi. Metode elektroanalisis merupakan suatu metode yang murah, sensitif, dan selektif terhadap gas N₂O, oleh karena itu metode pengembangan sensor N₂O yang bekerja secara voltammetri siklik dengan prinsip mereduksi N₂O menggunakan mikroelektroda platina dan membran PTFE merupakan merupakan suatu metode yang dapat digunakan.

Permasalahan yang dipelajari dalam penelitian ini dititikberatkan pada bagaimana: 1) pengaruh variasi konsentrasi elektrolit TBAP dan *scan rate* terhadap hasil pengukuran gas N₂O secara voltammetri siklik dengan menggunakan mikroelektroda kerja platina, 2) *linear range*, limit deteksi dan sensitivitas sensor gas N₂O secara voltammetri siklik menggunakan

mikroelektroda kerja platina, 3) selektivitas sensor gas N₂O berbasis membran yang bekerja berdasarkan prinsip voltametri siklik terhadap gas O₂ dan CO₂, dan 4) karakteristik hasil pengukuran sensor gas N₂O secara elektrokimia dengan menggunakan mikroelektroda platina terhadap keberadaan gas N₂O bila dibandingkan dengan hasil pengukuran dari sensor infra merah (*infrared*). Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember..

Variasi konsentrasi elektrolit tetrabutylammoniumperchlorat dalam dimetilsulphoksida (TBAP/DMSO) yang digunakan adalah (0,01; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,15)M. Variasi *scan rate* yang digunakan yaitu (20; 40; 60; 80; 100; 200)mV/s. Variasi konsentrasi gas N₂O-N₂ yang digunakan adalah (2,24; 4,04; 9,09; 13,04; 16,67; 20)%. Alat yang digunakan yaitu Potensiostat Amel 433 A dengan sel elektrokimia yang dilengkapi dengan tiga elektroda yaitu mikroelektroda kerja platina (Pt) nomer CHI 107 dengan ukuran diameter 10µm, elektroda pembanding Ag/AgCl dan elektroda pelengkap aurum (Au). Polarisasi elektroda menggunakan voltametri siklik pada rentang potensial 0-(-2,8)V.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa respon sensor optimum pada *scan rate* 100mV/detik. Sensor N₂O bekerja pada daerah kerja konsentrasi gas N₂O sebesar 0%-20% dari campuran N₂O-N₂ dengan menghasilkan karakterisasi sensor N₂O untuk daerah linier sebesar 0,971; sensitivitas sebesar -0,392nA; limit deteksi sebesar 2,62%. Selektifitas sensor N₂O ini menunjukkan adanya interferensi dari gas O₂ yang muncul pada daerah potensial yang sama dengan N₂O yaitu pada potensial -2000-(-2500)mV. Sensor gas N₂O ini tidak dapat dibandingkan hasil pengukurannya dengan sensor gas infra merah komersial. Hal ini disebabkan oleh perbedaan kemampuan dalam merespon analit. Sensor gas infra merah mampu merespon gas N₂O pada konsentrasi 0-1%, sedangkan sensor gas N₂O yang bekerja secara voltametri siklik tidak mampu merespon konsentrasi N₂O di bawah 1%.

PRAKATA

Segala puji bagi Allah, yang tiada hentinya-hentinya memberikan kenikmatan berupa iman, rahmat, dan petunjuk kepada semua hamba-hambanya. Berkat petunjuk-Nya pula, skripsi dengan judul “Pengembangan Sensor Voltametri N₂O dengan Elektroda Kerja Platina melalui Optimasi Larutan Elektrolit dan Potensial *Scan Rate* serta Karakteristik Kinerjanya” dapat terselesaikan.

Penulisan karya ilmiah ini tidak lepas dari dukungan, bantuan, dan bimbingan berbagai pihak. Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D, selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Bapak Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Bapak Drs. Siswoyo, MSc. Ph.D dan Ibu Dwi Indarti, S.Si. M.Si selaku dosen Pembimbing tugas akhir;
4. Ibu Asnawati, S.Si. M.Si dan Tri Mulyono S.Si.M.Si selaku dosen Penguji tugas akhir;
5. Rekan kerjaku dalam penelitian (Aditya dan Zendi) yang telah membantu analisis,
6. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 19 Januari 2012

Harum Sekar Andini

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN.....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Dinitrogen Oksida.....	5
2.2 Platina	6
2.3 Elektrokimia.....	8
2.3.1 Sel Elektrokimia	10
2.3.2 Larutan Elektrolit.....	10
2.4 Mikroelektroda	15
2.5 Voltammetri	15
2.5.1 Voltammetri Siklik	16
2.6 Arus dalam Voltammetri	18
2.7 Sensor Voltammetri.....	20
2.8 Potensiostat.....	21
2.9 Membran <i>Politetrafluoroetilena</i> (PTFE).....	22

2.10 Sensor Infra Red (IR)	24
BAB 3. METODE PENELITIAN	26
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat.....	26
3.2.2 Bahan.....	26
3.3 Diagram Alir Penelitian	27
3.3.1 Kerangka Pemikiran Umum Penelitian	27
3.3.2 Preparasi Sel Elektrokimia	27
3.3.3 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltametri	28
3.3.4 Preparasi Sel Elektrokimia Berbasis Membran	29
3.3.5. Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N ₂ O Berbasis Membran ...	29
3.3.6 Uji Selektivitas Sensor Gas N ₂ O terhadap gas CO ₂ dan O ₂	30
3.3.7 Komparasi Hasil Pengukuran Gas N ₂ O menggunakan Sensor Gas N ₂ O dan Sensor Infra Merah Komersial	30
3.4 Prosedur Penelitian	31
3.4.1 Preparasi sel elektrokimia Berbasis Membran	31
3.4.2 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltametri	32
3.4.3 Preparasi Sel Elektrokimia Berbasis Membran	29
3.4.4. Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N ₂ O Berbasis Membran ...	29
3.4.5 Uji Selektivitas Sensor Gas N ₂ O terhadap gas CO ₂ dan O ₂	33
3.4.6. Komparasi Hasil Pengukuran Gas N ₂ O menggunakan Sensor Voltametri dan Sensor Infra Merah	33
3.4.7 Karakterisasi sensor	33
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltametri	35
4.1.1 Penentuan <i>Scan Rate</i> Optimum	35
4.1.2 Penentuan Konsentrasi Elektrolit Optimum	37
4.2 Proses Elektroanalisis menggunakan Membran Polyte- trafluoro Ethylene (PTFE)	41
4.3 Karakteristik Sensor	45
4.3.1 <i>Linier Range</i> (Daerah Linier)	45

4.3.2 Sensitivitas.....	46
4.3.3 Limit Deteksi.....	46
4.4 Selektifitas Sensor Gas N₂O.....	47
4.5 Komparasi Analisa Pengukuran Gas N₂O menggunakan Sensor Voltammetri dan Sensor Infra Merah Komersial.....	49
BAB 5. PENUTUP.....	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA.....	53
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisik N ₂ O.....	5
Tabel 2.2 Sifat Fisik Platina	7
Tabel 4.1 Data Pengukuran Gas N ₂ O pada berbagai variasi <i>Scan Rate</i>	37
Tabel 4.2 Data Pengukuran Gas N ₂ O pada berbagai Konsentrasi TBAP.....	40
Tabel 4.3 Arus Reduksi gas N ₂ O pada tiap variasi Konsentrasi N ₂ O.....	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur N ₂ O.....	5
Gambar 2.2. Bentuk Sel Elektrokimia Voltammetri.....	10
Gambar 2.3. Elektoda kalomel.....	13
Gambar 2.4 Macam-macam bentuk elektroda:	15
Gambar 2.5. Voltammogram voltammetri siklik arus sebagai fungsi potensial ...	17
Gambar 2.6 Struktur linier membran PTFE dengan pengulangan unit-unit- CF ₂ -CF ₂ -.....	23
Gambar 2.7 Porositas membran PTFE.....	23
Gambar 2.8 Sensor IR dan Dynament	25
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian	27
Gambar 3.2 Preparasi Sel Elektrokimia.....	27
Gambar 3.3 Optimasi <i>Scan Rate</i>	28
Gambar 3.4 Optimasi Konsentrasi Larutan Elektrolit	28
Gambar 3.5 Preparasi Sel Elektrokimia.....	29
Gambar 3.6 Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N ₂ O Berbasis Membran	29
Gambar 3.7 Uji Selektivitas Sensor Gas N ₂ O terhadap gas CO ₂ dan O ₂	30
Gambar 3.8 Komparasi Hasil Pengukuran Gas N ₂ O menggunakan Sensor Voltammetri dan Sensor Infra Merah Komersial	30
Gambar 4.1 Voltammogram Arus Reduksi N ₂ O terhadap Variasi <i>Scan Rate</i> , menggunakan Larutan elektrolit TBAP/DMSO 0,1M dan 0,1M Konsentrasi Gas N ₂ O 1,5%.....	35
Gambar 4.2 Kurva Pengaruh Variasi <i>Scan Rate</i> terhadap Arus Reduksi Gas N ₂ O	37
Gambar 4.3 Voltammogram Arus Reduksi Gas N ₂ O pada setiap konsentrasi TBAP menggunakan Larutan Elektrolit TBAP/DMSO 0,1M dan Konsentrasi Gas N ₂ O 1,5%.....	38

Gambar 4.4 Kurva Pengaruh Konsentrasi Larutan Elektrolit terhadap Arus Reduksi Gas N ₂ O	40
Gambar 4.5 Voltammogram Arus Reduksi N ₂ O terhadap Variasi Konsentrasi N ₂ O dari (2,24-20)% menggunakan Membran PTFE dengan ukuran pori 1µm, konsentrasi TBAP 0,1M dan <i>scan rate</i> 100mV/s.....	43
Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi N ₂ O pada konsentrasi 0%; 4,04% sampai dengan 20%.....	44
Gambar 4.7 Voltammogram CO ₂ yang terukur pada Sensor Gas N ₂ O menggunakan membran PTFE ukuran pori 1µm dengan <i>Scan Rate</i> 100mV/s dan konsentrasi TBAP 0,1M.....	48
Gambar 4.8 Voltammogram O ₂ yang terukur pada Sensor Gas N ₂ O menggunakan membran PTFE ukuran pori 1µm dengan <i>Scan Rate</i> 100mV/s dan konsentrasi TBAP 0,1M.....	49

DAFTAR LAMPIRAN

A. Perhitungan pembuatan Larutan TBAP dengan berbagai variasi konsentrasi ..	56
B. Perhitungan Konsentrasi N ₂ O pada Optimasi Kinerja Sensor	57
C. Perhitungan Konsentrasi N ₂	57
D. Perhitungan Konsentrasi N ₂ O pada Karakterisasi Kinerja Sensor.....	57
E. Perhitungan Konsentrasi CO ₂	59
F. Perhitungan Konsentrasi O ₂	59
G. Perhitungan Batas Deteksi	60
H. Desain Sensor Gas N ₂ O	61
I. Data Respon Gas N ₂ yang terukur pada Sensor Infra Red (IR).....	63
J. Data Respon Gas N ₂ O yang terukur pada Sensor Infra Red (IR).....	634
K. Data Kurva Kalibrasi N ₂ O	639

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

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 tetrabutylamonium 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 N₂O menggunakan membran PTFE (*Polytetrafluoroetilena*). Desain sensor gas N₂O berbasis membran tersebut akan dilihat unjuk kerjanya dengan membandingkan karakteristik kerja antara sensor voltametri dengan kinerja sensor infra merah komersial dalam pengukuran gas N₂O. Dengan demikian, diharapkan dalam penelitian ini akan diperoleh data karakteristik kerja antara kedua sensor tersebut dalam pengukuran gas N₂O.

1.2 Rumusan Masalah

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

- 1) Bagaimana pengaruh variasi *scan rate* dan variasi konsentrasi larutan elektrolit dalam penentuan pengukuran gas N₂O?
- 2) Bagaimana karakteristik kerja (sensitifitas, *linier range*, dan limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan menggunakan membran PTFE 1µm pada elektroda kerja?
- 3) Bagaimana selektivitas sensor voltametri berbasis membran terhadap gas CO₂ dan O₂?
- 4) Bagaimana perbandingan karakteristik kerja (sensitifitas, *linier range*, dan limit deteksi) antara sensor voltametri dengan kinerja sensor infra merah komersial dalam pengukuran gas N₂O?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1) Membran pemisah yang digunakan adalah PTFE dengan ukuran pori tertentu,
- 2) elektroanalisis dilakukan tanpa mengatur atau mengontrol temperatur reaksi (dilakukan dalam temperatur ruangan) dan pH sistem tidak terkontrol,
- 3) elektroanalisis menggunakan potensiostat Amel model 433-A.

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, *linier range*, limit deteksi) dari sensor gas N₂O dengan menggunakan membran PTFE 1µm pada elektroda kerja.
- 3) Mengetahui selektivitas gas CO₂ dan O₂ pada elektroda kerja Platina (Pt).
- 4) Mengetahui hasil perbandingan karakteristik kerja (sensitifitas, *linier range*, dan limit deteksi) antara sensor voltametri dengan kinerja sensor infra merah dalam pengukuran gas N₂O.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat bagi :

- 1) Pengembangan sensor gas secara elektrokimia, khususnya gas N₂O,
- 2) usaha alternatif monitoring lingkungan,
- 3) peningkatan kualitas dan kuantitas perlengkapan laboratorium berkaitan dengan pengembangan sensor maupun analisis.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Dinitrogen Oksida

Berdasarkan IUPAC nitrous oksida, N₂O disebut sebagai dinitrogen oksida. N₂O ditemukan pertama kali pada tahun 1793 oleh Joseph Priesrley yang juga dikenal dengan penemuannya mengisolasi gas-gas seperti oksigen O₂, karbon monoksida CO, karbon dioksida CO₂, ammonia NH₃, dan sulfur dioksida SO₂.

Nitrous oksida digunakan secara luas sebagai gas anastesi dan gas analgesik di bidang klinis dan juga sebagai gas pendorong dalam wadah bertekanan di dunia industri makanan 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 pemansan global (Anderson, *et al.*, 2001).

Tabel 2.1 Sifat Fisik Nitrous Oksida, N₂O

Massa molar	: 44.0128 g/mol
Warna	: tidak bewarna
Bau/ aroma	: harum
Titik leleh	: -90.81°C
Titik didih	: -88.46°C
Densitas gas	: 1.799g/L pada suhu 25°C pada tekanan 1atm
Densitas N ₂ O : densitas air	: 1.52 : 1.00
Kelarutan	: 56,7mL/ 100mL pada tekanan 1atm



Gambar 2.1. Struktur N₂O

Kestabilan dan reaktifitas N₂O adalah 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 terhadap ozon.

Pemanasan dapat mengakibatkan N₂O terurai secara eksotermik menjadi N₂ dan O₂ dengan reaksi sebagai berikut :



Konsentrasi dari N₂O di atmosfer semakin bertambah dikarenakan aktivitas 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 N₂O 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. Metode elektroanalisis yang dilakukan pada penelitian ini berbasis pada prinsip reduksi gas N₂O pada elektroda kerja .

Proses elektroanalisis yang akan dilakukan pada penelitian ini menggunakan teknik Voltametri siklik dengan logam platina sebagai elektroda kerja, elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding, Aurum sebagai elektroda counter dan DMSO/TBAP sebagai larutan elektrolit. Metode elektroanalisis yang dilakukan pada penelitian ini berbasis pada prinsip reduksi gas N₂O pada elektroda kerja .

2.2 Platina

Nama platinum sendiri berasal dari bahasa spanyol yaitu platina yang berarti *little silver*. Platinum ditemukan bersama-sama logam lainnya, seperti Iridium, Osmium, Paladium, Emas, Perak dan Rhodium. Logam-logam tersebut di dalam tabel periodik termasuk dalam golongan *Platinum Group metals* (PGMs). Platinum memiliki kepadatan nomor tiga setelah Iridium dan Osmium dan kira-kira 12% lebih padat dibanding emas untuk per 1g/cm³ (Rushforth, 2004).

Daerah potensial dari elektroda tergantung dari bahan elektroda dan larutan elektrolit yang digunakan sedangkan untuk karakteristik elektroda kerja

yang baik adalah memiliki hambatan yang kecil, daerah potensial yang lebar dan permukaan yang reproduibel.

Beberapa sifat Platina yang menguntungkan adalah :

1. Titik leleh platinum 1768,3°C jauh lebih tinggi dibanding emas yaitu hampir dua kalinya. Hal ini yang membuat platinum merupakan bahan favorit di laboratorium untuk studi temperatur dan tekanan tinggi.
2. Platinum pada suhu tinggi bersifat stabil dibandingkan dengan emas.
3. Platina memiliki sifat fisik yang cukup keras dibandingkan dengan emas sehingga platina digunakan dalam keadaan murni sedangkan emas memerlukan logam campuran lain untuk menambah kekuatan bentuk dan warna pada perhiasan.
4. Platina memiliki sifat-sifat elektrokimia yang sama dengan paladium, tetapi ada pula perbedaan antara keduanya yaitu pada suhu kamar paladium dapat mengabsorpsi hidrogen (Burke, 1992).

Tabel 2.1 Sifat-Sifat dari Logam Platina

Simbol	: Pt
Radius atom	: 1.39 Å
Volume Atom	: 9.1 cm ³ /mol
Massa Atom	: 195.08 gr/mol
Titik Didih	: 4100 K
Radius Kovalensi	: 1.3 Å
Struktur Kristal	: <i>cubic face centered</i> (fcc)
Massa Jenis	: 21.45 g/cm ³
Konduktivitas Listrik	: 9.4 x 10 ⁶ ohm ⁻¹ cm ⁻¹
Elektronegativitas	: 2.28
Konfigurasi Elektron	: [Xe]4f ¹⁴ 5d ⁹ 6s ²
Formasi Entalpi	: 19.66 kJ/mol
Potensial Ionisasi	: 9 V
Konduktivitas Panas	: 71.6 Wm ⁻¹ K ⁻¹
Titik Lebur	: 2024.1 K
Bilangan Oksidasi	: 2,4
Kapasitas Panas	: 0.13 Jg ⁻¹ K ⁻¹
Entalpi Penguapan	: 510.45 kJ/mol
Energi ionisasi	: 1) 870 kJ/mol, 2) 1791 kJ/mol

2.3 Elektrokimia

Sel elektrokimia dapat dipelajari hubungan-hubungan antara konsentrasi dengan beda potensial (potensiometri), daya hantar listrik (konduktometri), 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 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 aktivitas 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. Sistem yang dikontrol secara termodinamik, potensial elektroda dapat diukur dengan menggunakan konsentrasi spesi elektroaktif pada permukaan elektroda berdasarkan persamaan Nerst:

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[R]}{[O]} \dots\dots\dots (1)$$

Dimana E adalah potensial standar dari reaksi redoks, R konstanta gas (8.314 J/Kmol), 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.

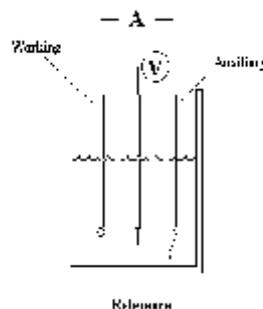
2.3.1 Sel Elektrokimia

Sel elektrokimia merupakan seperangkat komponen peralatan dan bahan elektrolit yang dapat menghantarkan arus listrik. Secara umum sel elektrokimia terdiri dari dua elektoda dan penghantar luar. Awal tahun 1950an sebagian besar percobaan elektrokimia menggunakan tiga elektroda dan instrumennya dilengkapi dengan potensiostat (Reiger, 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 reduksi disebut katoda. Anoda dan katoda dalam sel elektrokimia dihubungkan dengan penghantar untuk mengalirkan elektron sehingga menghasilkan arus listrik.

Sel elektrokimia diklasifikasikan sebagai sel galvanik dan sel elektrolisis, keduanya berguna dalam analisis elektrokimia. Sel galvanik 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 pengubahan 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 disekitar elektroda.

Sel elektrokimia biasa digunakan beaker glass 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 dapat dilihat pada gambar 2.2. Sel 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 (Fiefield and Haines, 1995).



Gambar 2.2. Bentuk Sel Elektrokimia Voltammetri

Bahan yang digunakan untuk pembuatan sel elektrokimia harus dapat dipakai pada range temperatur yang lebar, bentuk yang 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 *glass*, teflon, dan quart. Penelitian ini menggunakan bahan dari teflon sebagai bahan penyusun dari sel elektrokimia dikarenakan teflon resisten terhadap suhu tinggi dan bersifat inert.

2.3.2 Larutan Elektrolit

Larutan adalah campuran homogen yang terdiri dari dua atau lebih zat. Salah satu jenis larutan adalah larutan elektrolit dan non elektrolit. Larutan yang dapat menghantarkan listrik disebut larutan elektrolit sedangkan yang tidak

menghantarkan listrik disebut larutan non elektrolit. Senyawa elektrolit membentuk ion- ion dalam larutan sedangkan senyawa non elektrolit membentuk molekul netral.

Larutan elektrolit merupakan kombinasi dari pelarut dan larutan elektrolit pendukung Pemilihan pelarut yang digunakan dalam penelitian ini didasarkan pada beberapa faktor diantaranya adalah konduktivitas, kemampuan melarutkan elektrolit dan elektroaktif analit, aktivitas redoks, dan reaktivitas dengan materi yang diteliti. Pelarut tidak boleh menimbulkan efek adsorbs 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).

Air digunakan sebagai pelarut tetapi dapat juga digunakan medium lain yaitu pelarut organik seperti asetonitril, propilen karbonat, dimetil formida (DMF), dimetil sulfoksida (DMSO), metanol (Wang, 1994). Semua pelarut organik murni tersebut pada dasarnya adalah nonkonduktor, tanpa penambahan elektrolit, hambatannya menjadi besar sehingga potensial yang dibutuhkan untuk melewati arus juga besar (Sawyer, *et al.*, 1995). Elektrolit pendukung ini dibutuhkan dalam teknik elektrokimia, khususnya Voltametri untuk mengurangi hambatan dari larutan, mengurangi efek elektromigrasi dan mempertahankan agar kekuatan ion konstan (Wang, 1994). Fungsi utama dari elektrolit pendukung adalah sebagai medium penghantar. Kombinasi antara pelarut dan elektrolit pendukung harus dipilih untuk memberikan nilai hambatan sekecil mungkin (Sawyer, *et al.*, 1995). Larutan elektrolit yang digunakan pada penelitian ini adalah kombinasi dari pelarut organik DMSO dan larutan elektrolit pendukung yaitu TBAP.

Elektroda disebut inert bila tidak berperan secara langsung dalam reaksi kimia. Contoh elektroda inert adalah Pt, Au, C. Elektroda aktif adalah elektroda yang terbuat dari unsur- unsur dan berada dalam kesetimbangan dengan ion unsur tersebut dalam suatu larutan, contoh elektroda aktif adalah Ag, Hg, dan H₂. Elektroda kalomel dan elektroda gelas merupakan kombinasi elektroda aktif dan

inert dari unsur yang sesuai. Sistem elektroda tersebut dikenal sebagai separuh sel (Khopkar, 2003).

Parameter dalam percobaan elektrokimia terdiri dari 4 parameter yang 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 counter/ *auxiliary elektroda* (CE) (Siswoyo, *et al.*, 2000).

a). Elektroda Pembanding

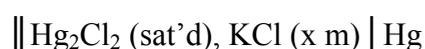
Di dalam beberapa penggunaan analisis elektrokimia, diperlukan suatu elektrode pembanding (*reference elektroda*) yang memiliki syarat harga potensial setengah sel yang diketahui, konstan, dan sama sekali *tidak peka* terhadap komposisi larutan yang sedang diselidiki. Pasangan elektroda pembanding adalah elektroda kerja (*working elektroda*) yang potensialnya bergantung pada konsentrasi zat yang sedang diselidiki. Syaratnya adalah mematuhi persamaan Nerst bersifat reversible, memiliki potensial elektroda yang konstan oleh waktu, segera kembali ke harga potensial semula apabila dialiri arus yang kecil, hanya memiliki efek *hysteresis* yang kecil jika diberi suatu siklus suhu

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 atau elektroda indikator. Potensial yang akan diukur bergantung pada konsentrasi zat yang akan diselidiki (Hendayana, dkk, 1994).

Beberapa contoh elektroda pembanding:

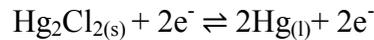
1. Elektroda Kalomel (*Calomel Elektroda*)

Setengah sel elektroda kalomel dapat ditunjukkan sebagai berikut:



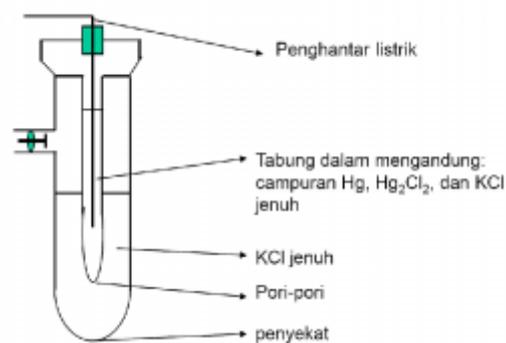
Dimana x menunjukkan konsentrasi KCl di dalam larutan.

Reaksi elektrodanya adalah:



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

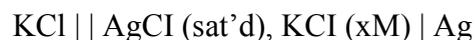
Saturated Calomel Elektroda (SCE) digunakan sebagai standar karena konsentrasi klorida tidak mempengaruhi harga potensial elektroda dimana harga potensial SCE relatif konstan pada suhu 25⁰C yaitu 0,244V terhadap elektroda hidrogen standar (SHE). Gambar elektroda kalomel ditunjukkan pada gambar 2.3.



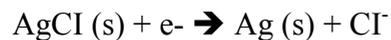
Gambar 2.3. Elektoda kalomel

2. Elektroda perak / perak klorida

Elektroda perak / perak klorida merupakan elektroda yang terdiri dari suatu elektroda perak yang dicelupkan ke dalam larutan KCl yang dijenuhkan dengan AgCl. Setengah sel elektroda perak dapat ditulis :



Reaksi setengah selnya adalah



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 (3,5M) pada 25⁰C. Kelebihan elektroda ini dapat digunakan pada suhu yang lebih tinggi sedangkan elektroda kalomel tidak.

b) Elektroda Kerja (WE)

Elektroda kerja atau elektroda indikator merupakan tempat reaksi yang diinginkan terjadi (Underwood, 1986). Karakteristik yang ideal dari elektroda kerja adalah memiliki daerah potensial yang lebar, hambatan kecil, dan permukaan yang reproduisible. 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 digunakan bersama dengan elektroda counter dan elektroda reference dalam tiga sistem elektroda. Hal ini tergantung pada reaksi yang terjadi di elektroda adalah reduksi atau oksidasi. Elektroda kerja dapat ditunjuk sebagai katoda atau anoda. Elektroda kerja dapat dibuat dari C, Hg, logam (Pt, Pd, Au) (Wang, 1994). Elektroda kerja yang digunakan untuk mendeteksi N_2O adalah logam platina (Pt) dengan rentang potensial antara 0 sampai (-2,8) V vs Ag/AgCl dalam DMSO/ TBAP.

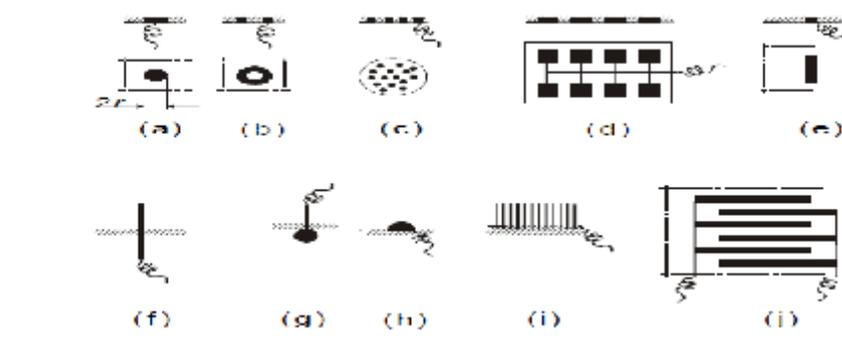
c) Elektroda counter (*Counter elektroda*)

Counter elektroda adalah konduktor yang melengkapi sel. *Counter elektroda* 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 counter. Elektroda counter dapat sekaligus digunakan sebagai elektroda kerja pada saat arus yang mengalir dalam sel adalah kecil.

2.4 Mikroelektroda

Mikroelektroda dibuat dari bahan yang sama seperti makroelektroda yang lain tetapi diameternya tidak lebih dari $50\mu\text{m}$ (Field dan Haines, 1995.) Mikroelektroda digunakan untuk pengukuran arus yang sangat rendah. Mikroelektroda platina yang digunakan dalam penelitian ini adalah jenis mikroelektroda nomer CHI 107 dengan ukuran diameter $10\mu\text{m}$. Mikroelektroda platina tersebut kawat logam atau serabut yang dilindungi oleh bahan gelas dan

pada ujung permukaan elektroda dilindungi oleh penutup karet yang terbuat dari bahan sulfur (CH Instrument, 2011). Macam-macam bentuk elektroda terdapat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Macam-macam bentuk elektroda: (a) *microdisk*; (b) *microring*; (c) *microdisk array*; (d) *lithographically produced microband array*; (e) *microband*; (f) *single fiber (microcylinder)*; (g) *microsphere*; (h) *microhemispher*; (i) *fiber array*; (j) *interdigitated array*.

2.5 Voltammetri

Voltammetri merupakan salah satu metode elektroanalisis skala mikro yang mengkaji informasi tentang analit berdasarkan 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, 1992). Voltammetri dikembangkan berdasarkan prinsip polarografi yang dikenal menggunakan tetesan air raksa (*Dropping Mercury Elektrode*, DME) sebagai elektroda kerja. Elektroda yang terpolarisasi adalah elektroda kerja (WE) pasangannya adalah elektroda pembanding (RE) yang biasa berupa kalomel (*Saturated Calomel Elektroda*, SCE) atau Ag/AgCl. Elektroda counter (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

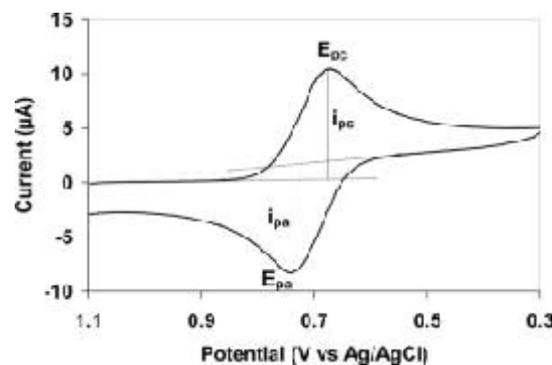
dalam ampere atau coulomb/detik dari kecepatan alir muatan. Reaksi elektrokimia pada permukaan elektroda dikendalikan dengan mengaplikasikan potensial pada elektroda. Potensial yang diaplikasikan disebut sinyal eksitasi dan arus yang diukur disebut sinyal hasil (Fifield and Haines, 1995). Respon dari sel elektrokimia sebagai arus direkam dan ditunjukkan dalam kurva arus-potensial disebut voltammogram. 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 digunakan untuk polarisasi potensial elektroda dalam voltametri yaitu : *Linier Sweep Voltametri* (LSV), voltametri siklik (CV), *Normal Pulse Voltametri* (NPV), *Square Wave Voltametri* (SWV), *Differential Pulse Voltametri* (DPV). *Linier Sweep Voltametri* menunjukkan sinyal eksitasi voltametri siklik, dimana potensial DC yang diaplikasikan ke dalam sel bertambah secara linier (biasanya dengan range 2-3V) sebagai fungsi waktu. Arus yang dihasilkan selanjutnya dicatat sebagai fungsi waktu dan juga sebagai fungsi potensial yang digunakan. *Square Wave Voltammetry* (SWV), *Differential Pulse Voltametri* (DPV) 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 yang direkam sebagai fungsi waktu.

2.5.1 Voltametri Siklik

Votametri siklik merupakan merupakan metode yang umum digunakan dalam teknik elektroanalisis dan merupakan metode yang bagus, dapat memungkinkan melakukan karakterisasi pada sistem elektrokimia, mempelajari proses reduksi dan oksidasi (redoks), memahami intermediet reaksi dan untuk

mendapatkan stabilitas dari produk reaksi (Skoog, 1992). Voltammetri siklik didasarkan pada variasi potensial yang digunakan pada elektoda kerja (Wang, 1994). Pengukuran menggunakan voltammetri siklik, potensiostat mengontrol potensial yang melewati elektoda kerja untuk mengubah potensial secara perlahan kembali ke potensial awal. Potensial awal bergerak ke arah negatif menuju 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 elektoda, selanjutnya respon arus dapat diamati. Analisis dari respon arus dapat memberikan informasi mengenai termodinamika dan kinetika dari transfer elektron pada permukaan elektoda-larutan, kinetika dan mekanisme reaksi dari berbagai transfer elektron (Gosser, 1993).



Gambar 2.5. Voltammogram voltammetri siklik arus sebagai fungsi potensial

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 (Fifeld and Haines, 1995). Parameter yang penting dalam voltammetri 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:

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

Dengan n jumlah elektron. Jika reaksi irReversibel maka:

$$\Delta E_p > \frac{0,0592}{n} V \dots\dots\dots(3)$$

Potensial reduksi formal (E) untuk pasangan Reversibel :

$$E = \frac{E_{p \text{ anoda}} + E_{p \text{ katoda}}}{2} \dots\dots\dots(4)$$

Arus puncak dapat dihitung dengan persamaan Randles – Sevcik:

$$I_p = 2,686 \times 10^5 n^{3/2} ACD^{1/2} v^{1/2}$$

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) (Wang, 2001).

2.6 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*

Arus initial termasuk arus faradaik. Spesies elektroaktif dalam hal ini adalah N_2O dalam DMSO/ TBAP 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.

c) *Migration Current* (Arus Migrasi)

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

d) *Convection Current* (Arus Konveksi)

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

e) *Diffusion Current* (Arus Difusi)

Arus difusi merupakan arus yang diakibatkan oleh gradient konsentrasi spesi elektroaktif, dimana besarnya arus ini proposional dengan konsentrasi. Arus difusi digunakan untuk aspek kuantitatif dalam voltametri. Arus difusi merupakan arus faradaik. 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*) proposional dengan konsentrasi analit:

$$I_1 = k [\text{analit}]$$

Arus yang terjadi dalam voltametri ditentukan oleh laju transport massa analit larutan ke batas luar lapisan difusi dan laju transport massa analit dari batas luas 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 di dalam voltametri dapat terjadi melalui (Wang, 2001):

- 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.

2.7 Sensor Voltametri

Sensor kimia adalah suatu alat yang dapat mengenal konsentrasi senyawa kimia dalam cairan atau gas secara kontinu, mengubah informasi sinyal yang diperoleh 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 ada dalam dunia industri dan suatu penelitian. Sensor Clark adalah salah satu contoh bagian desain sensor gas yang digunakan dalam mendeteksi oksigen (O_2) (Skoog, 1992; Siswoyo *et al.*, 2000). Perangkat elektrokimia dasar terdiri sel dengan dua elektroda yang dicelupkan dalam elektrolit. Ketika gas dialirkan akan terjadi reaksi pada salah satu interfase 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. Di bagian ruang dalam (antara membran dan elektroda kerja) yang terdapat lapisan tipis (5-15 μm) larutan elektrolit, gas akan mengalami reaksi kimia, pembentukan atau pelepasan ion akan dideteksi

oleh elektroda kerja. Aktivitas dari ion sebanding dengan jumlah dari gas yang terlarut dalam sampel, respon dari elektroda berhubungan secara langsung dengan konsentrasi gas dalam sampel (Wang, 1994). Pendeteksian gas nitrous oksida, digunakan membran politetrafluoroetilena (PTFE) sebagai membran yang permeabel terhadap nitrous oksida.

Proses identifikasi analit gas menggunakan sensor gas dapat diidentifikasi melalui tahapan-tahapan sebagai berikut transport gas atau masuknya gas menuju membran permeabel, proses difusi menuju membran, larut dalam elektrolit, terjadi reaksi disosiasi dalam elektrolit, proses difusi pada permukaan elektroda, reaksi elektrokimia pada permukaan sensor (Tierney *et al.*, dalam Siswoyo, 2003).

2.8 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 counter dan selalu menjaga kesetimbangan beda potensial antara elektroda kerja dan elektroda pembanding (Bard and Faulkner, 1980). Potensiostat mengukur arus yang mengalir antara elektroda kerja dan elektroda pembanding. Variabel yang dikontrol oleh potensiostat terdiri dari lima komponen yaitu: sinyal generator, power amplifier, elektrometer, *I/E converter* dan perekam (Milano, 1995).

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 dengan komputer. Output digital ke analog D/A mengubah bilangan yang dihasilkan komputer ke dalam 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 dengan Voltammetri.

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 yang diukur sewaktu – waktu potensial sel dibutuhkan. Elektrometer yang ideal memiliki arus input nol dan memiliki impedensi input yang tidak terbatas.

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

Pengubah arus ke potensial merupakan rangkaian pengikut 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 counter-elektroda kerja untuk mencapai selisih yang tepat pada elektroda pembanding-elektroda kerja. Pengontrol amplifier membandingkan potensial sel yang diukur dengan potensial sel yang diharapkan dan mengendalikan arus yang masuk kedalam sel untuk memaksa potensialnya yang sama. Potensial yang diukur adalah input yang masuk ke dalam *input* negatif dari pengontrol amplifier.

e) Perekam Data / *The Recorder*

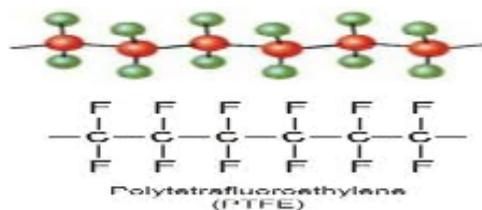
Merupakan peralatan sederhana untuk menampilkan dan merekam output potensiostat dalam bentuk *chart recorder* atau voltameter digital (Siswoyo, *et al.*,2000).

2.9 Membran *Politetrafluoroetilena* (PTFE)

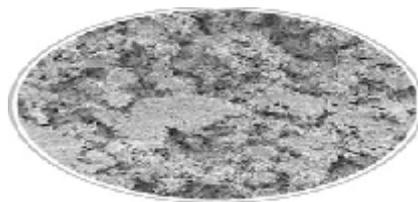
Membran merupakan penghlang atau pembatas selektif permeabel yang diletakkan diantara dua fase. Proses pemisahan membran berupa perpindahan materi secara selektif karena gaya dorong atau penggerak yang berupa perbedaan konsentrasi, tekanan, potensial listrik atau suhu. Kinerja membran ditunjukkan

oleh fluks dan selektivitasnya. Selektivitas adalah ukuran kemampuan membran untuk memisahkan komponen dari aliran umpan dan merupakan parameter utama dari membran ultrafiltrasi. Idealnya membran memiliki selektivitas dan permeabilitas yang tinggi (Jones, 1987).

Membran PTFE mempunyai sifat-sifat antara lain: inert, hidrofobik, tidak beres, memiliki sifat volatil rendah sehingga lebih stabil, memiliki berat jenis $2,2 \text{ g/cm}^3$, mempunyai koefisien gesekan rendah, tahan terhadap panas sampai kira-kira 250°C . Struktur rantai PTFE dapat dilihat pada gambar 2.6 yang memiliki 2 karakteristik yaitu: terdapat ikatan kovalen antara karbon dan fluor yang kuat dengan energi disosiasi sebesar 460 kJ/mol , resistensi kimia yang tinggi dari membran PTFE adalah dari rantai karbon yang terdekad dengan atom fluornya yang akan melindungi dari pengaruh eksternal (Mark, 1999), sedangkan gambar porositas membran PTFE dapat dilihat pada gambar 2.7.



Gambar 2.6 Struktur linier membran PTFE dengan pengulangan unit– $\text{CF}_2\text{-CF}_2\text{-}$



Gambar 2.7 Porositas membran PTFE

Penelitian ini menggunakan membran PTFE sebagai membran pembatas pada larutan elektrolit DMSO/ TBAP di dalam sel agar tidak bocor keluar sel dan

sifat permeabilitas membran PTFE yang tinggi terhadap gas N_2O . Membran PTFE ini akan 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) terdapat lapisan tipis (5-15 μ m), gas akan mengalami reaksi reduksi/ oksidasi akibat beda potensial tertentu. Aktivitas dari ion sebanding dengan jumlah dari gas yang terlarut dalam larutan elektrolit, dimana respon dari elektroda berhubungan langsung dengan konsentrasi gas dalam larutan elektrolit (Wang, 1994).

2.10 Sensor Infra Red (IR)

Sensor infra merah beroperasi dengan menggunakan prinsip NDIR untuk memantau adanya gas yang akan dideteksi. Komponen alat dari sensor infra merah ini terdiri dari filament tungsten sebagai sumber cahaya inframerah, sebuah *optical cavity, dual temperature* yang terdiri dari filamen tungsten sebagai sumber cahaya inframerah, sebuah rongga optik sebagai tempat gas berdifusi, detektor inframerah piroelektrik dan termistor integral untuk memonitor suhu. Detektor piroelektrik memproduksi dua sinyal output dalam merespon radiasi dari sumber cahaya infra merah yaitu sinyal aktif akan menurun dengan adanya gas target dan sinyal pembanding (*reference*) yang digunakan untuk memonitor intensitas sumber cahaya infra merah. Komponen sensor ini memiliki sensitivitas yang tinggi dan selektivitas untuk oksida nitrogen, memiliki respon yang cepat, range pengukuran gas N_2O dari 0-1000ppm, resolusinya 1% range pengukuran gas, range temperatur operasi alat berkisar $-20^{\circ}C$ - $50^{\circ}C$ ($-4^{\circ}F$ - $122^{\circ}F$), sinyal temperaturnya merupakan thermistor untuk pemantauan lingkungan (Dynament, 2010). Gambar sensor infra merah komersial dapat dilihat pada gambar 2.8.

Penelitian ini akan menggunakan sensor gas komersial yang bekerja dengan prinsip infra merah sebagai pembanding untuk pendeteksian gas N_2O . Terdapat dua jenis sensor gas tersebut yaitu *NDIR sensor (non dispersive infrared sensor)* dan *DIR sensor (dispersive infrared sensor)*. Perbedaan diantara keduanya yaitu pada *NDIR* sensor semua cahaya yang masuk akan langsung mengenai

sampel dan hanya akan difilter sebelum memasuki detektor untuk menentukan gas apa yang akan dianalisa, sedangkan pada *DIR* sensor digunakan prisma untuk memilih panjang gelombang yang cocok dengan sampel, jadi hanya panjang gelombang yang sesuai yang akan mengenai sampel. *DIR* sensor banyak digunakan dalam keperluan analitik karena sensitivitasnya yang tinggi. Bagian penting dari sensor infra merah adalah sumber radiasi IR. Prinsip kerjanya yaitu ketika gas berdifusi dan mengenai sensor IR maka gas tersebut akan menyerap radiasi IR pada panjang gelombang tertentu untuk melakukan vibrasi. Akibatnya detektor akan menerima lebih sedikit cahaya radiasi dibanding keadaan normalnya. Pengurangan radiasi ini digunakan untuk mengukur konsentrasi sampel karena radiasi yang diserap sebanding dengan konsentrasi sampel.



Gambar 2.8 Sensor IR dan Dynament

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 mulai bulan Mei sampai Oktober 2011.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

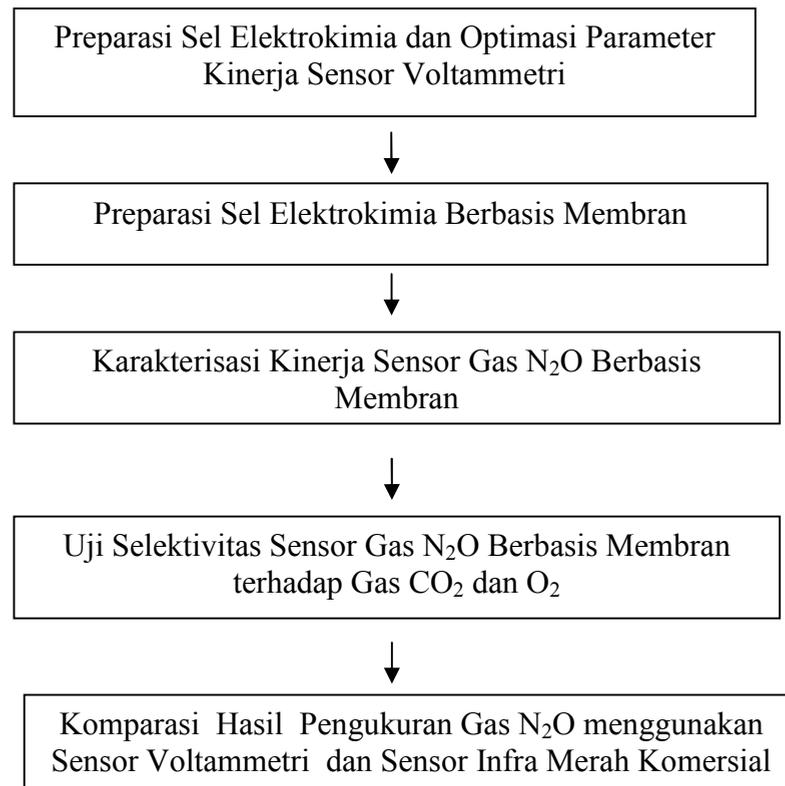
Potensiostat Amel 433-A yang dihubungkan dengan computer, elektroda pembanding Ag/AgCl, mikroelektroda kerja Pt, elektroda *counter* Au, *mass flow controller* STEC SAC 4400, beaker glass 10mL; 50mL; 150mL, pipet volum, pipet tetes, pipet mohr, ball pipet, labu ukur, botol semprot, pipa polietilen, Sensor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

3.2.2 Bahan

Gas N₂O, gas O₂, gas CO₂, gas N₂, teflon, membran PTFE ukuran pori 1µm, tetrabutylamonium perklorat (TBAP) (puris, electrochemical grade, CAS: 1923-702), dimetilsulphoksida (DMSO) (merk schuchardt OHG, 85662 hohemburn, Germany), aquademin, asam sulfat >98%.

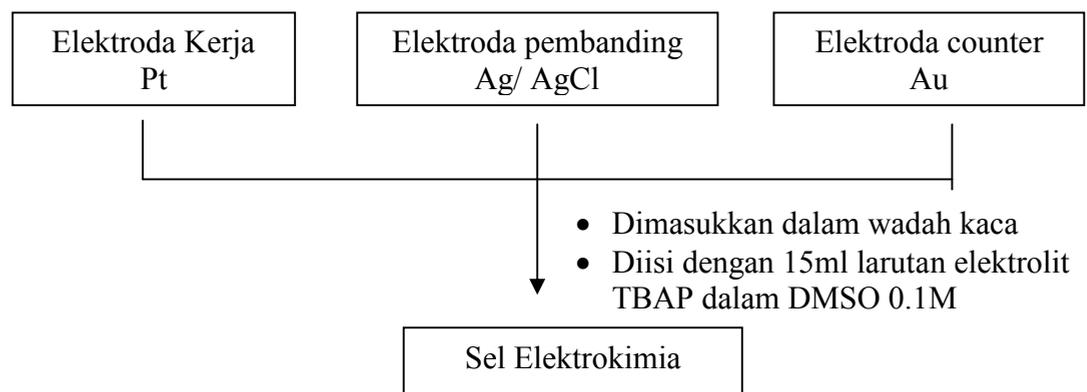
3.3 Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Kerangka pemikiran umum penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

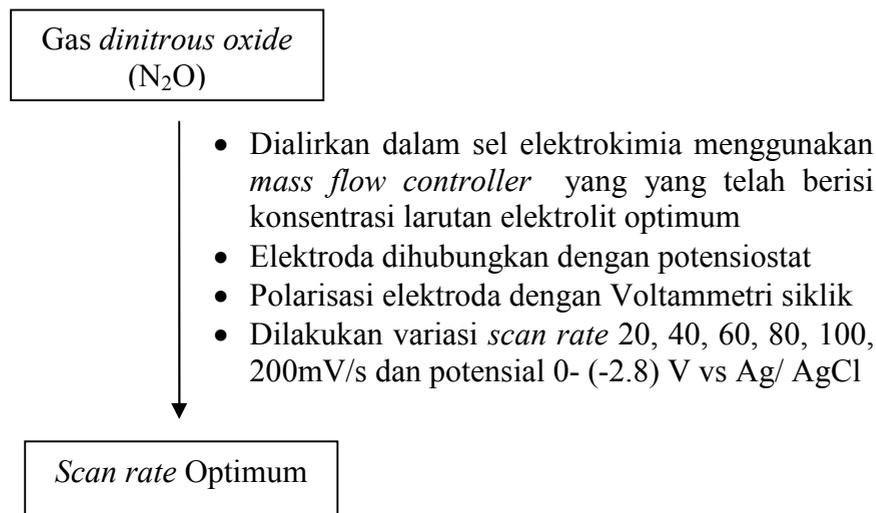
3.3.2 Preparasi Sel Elektrokimia



Gambar 3.2 Preparasi Sel Elektrokimia

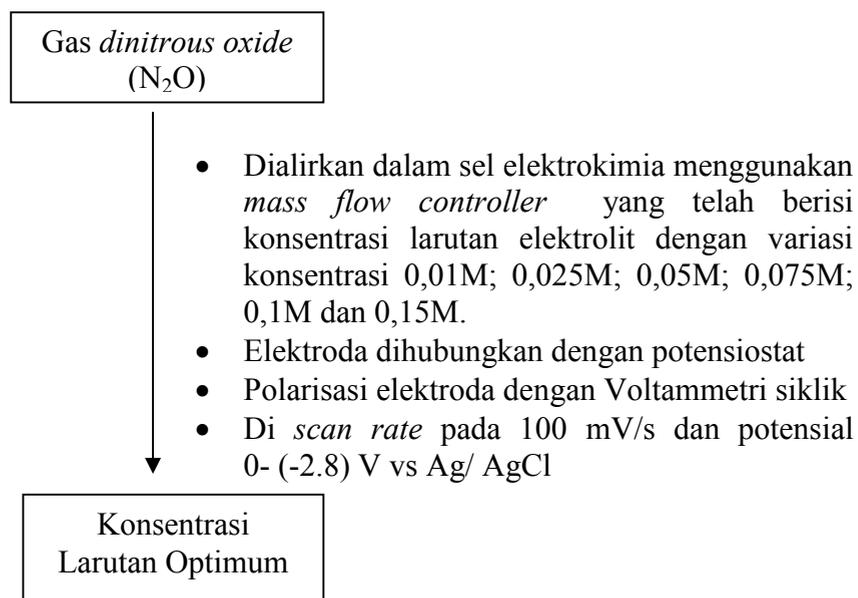
3.3.3 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltammetri

a) Optimasi *Scan Rate*



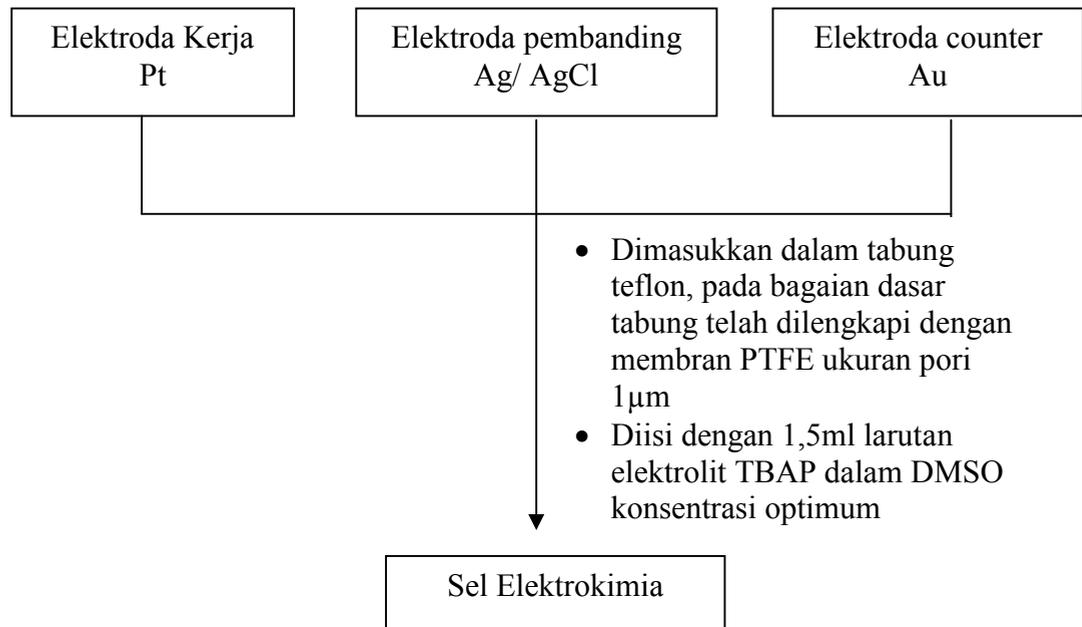
Gambar 3.3 Optimasi *Scan Rate*

b) Optimasi Konsentrasi Larutan Elektrolit



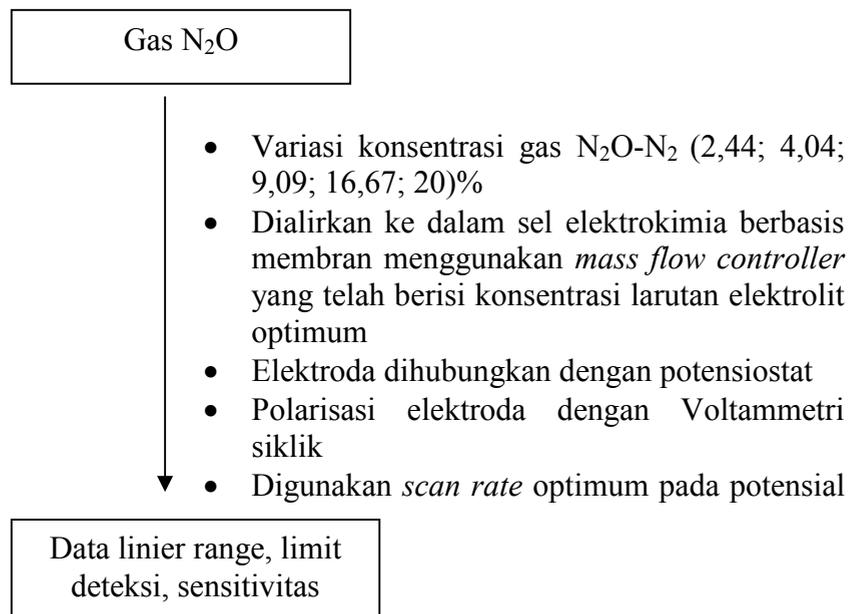
Gambar 3.4 Optimasi Konsentrasi Larutan Elektrolit

3.3.4 Preparasi Sel Elektrokimia Berbasis Membran



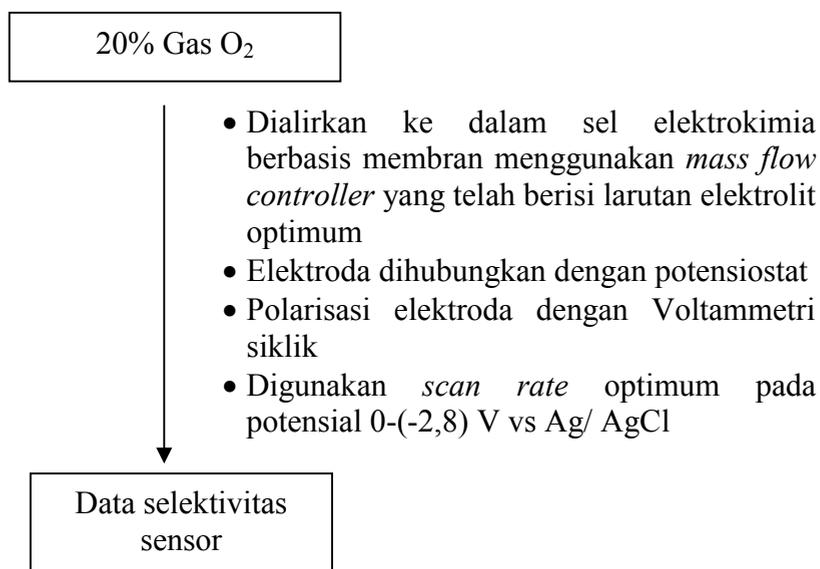
Gambar 3.5 Preparasi Sel Elektrokimia

3.3.5. Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N₂O Berbasis Membran



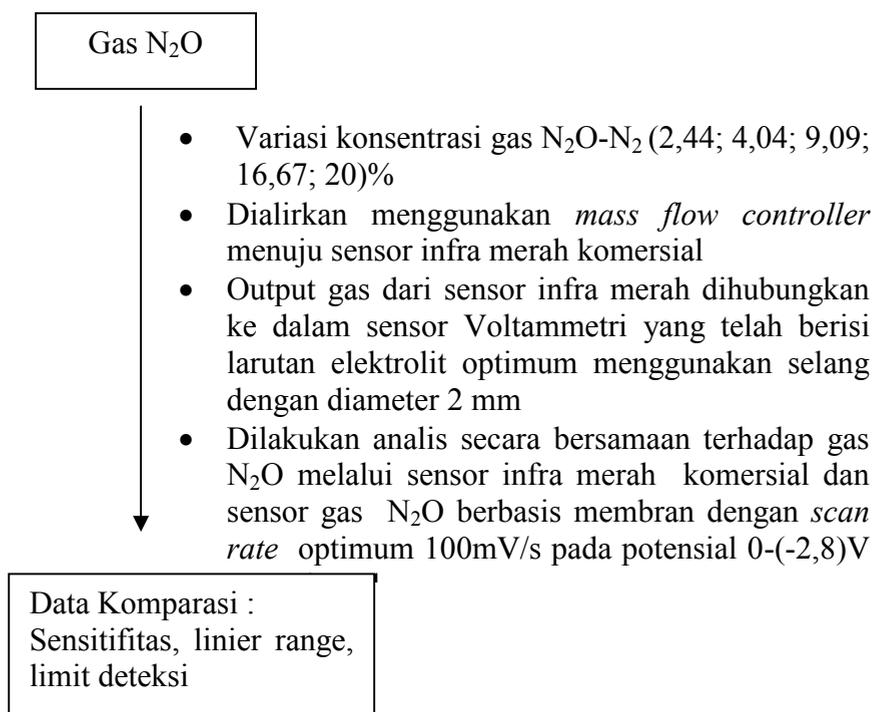
Gambar 3.6 Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N₂O Berbasis Membran

3.3.6 Uji Selektivitas Sensor Gas N₂O terhadap gas CO₂ dan O₂



Gambar 3.7 Uji Selektivitas Sensor Gas N₂O terhadap gas CO₂ dan O₂

3.3.7 Komparasi Hasil Pengukuran Gas N₂O menggunakan Sensor Gas N₂O dan Sensor Infra Merah Komersial



Gambar 3.8 Komparasi Hasil Pengukuran Gas N₂O menggunakan Sensor Voltametri dan Sensor Infra Merah Komersial

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 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 tetrabutylammonium perklorat (TBAP) dalam dimetil sulfoksida (DMSO).

3.4.2 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltametri

a) Penentuan *Scan rate* Optimum

Uji optimasi *scan rate* menggunakan mikroelektroda kerja platina, elektroda pembanding Ag/AgCl dan elektroda bantu emas, kemudian dimasukkan ke dalam sel elektrokimia yang telah berisi 15ml larutan elektrolit TBAP 0,1M. Sejumlah gas N₂O dialirkan ke dalam sel elektrokimia menggunakan *mass flow controller* dengan konsentrasi jenuh ($2,43 \times 10^{-2}$ M pada 25°C), kemudian dilakukan proses elektrolisis. Pemberian potensial dilakukan dengan menggunakan potensiostat Amel model 433 *trace analyzer* secara siklik Voltametri pada rentang potensial 0-(-2,8)Volt, kemudian *scan rate* divariasikan dan didapatkan 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.

b) Optimasi Konsentrasi Larutan Elektrolit

Penentuan konsentrasi larutan elektrolit optimum adalah untuk mendukung jalannya reaksi redoks dalam sel elektrokimia. Konsentrasi elektrolit optimum diperoleh dari puncak reduksi gas N₂O pada variasi konsentrasi larutan elektrolit yang mampu memberikan selisih arus *background* dengan arus reduksi dari analit yang terbesar. Arus optimum didapatkan dari *scanning* potensial pada masing-masing konsentrasi dengan potensial 0-(-2,8)Volt dan *scan rate* 100mV/s. Gas N₂O dialirkan dalam sel elektrokimia melalui *mass flow controller* pada masing-masing variasi konsentrasi elektrolit pada volume 15ml larutan TBAP/DMSO. Analit gas N₂O yang dilarutkan dalam larutan elektrolit dibuat konstan dengan konsentrasi gas N₂O jenuh (2,43

$\times 10^{-2}\text{M}$ pada 25°C). Arus reduksi yang diperoleh, dapat ditentukan sebagai konsentrasi optimum dari elektrolit.

3.4.3 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 $1\mu\text{m}$ 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.

3.4.4 Karakterisasi Kinerja Sensor Berbasis Membran

Proses pemasukan sampel, gas N_2O 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 N_2O dan gas N_2 pada berbagai konsentrasi. Adanya perbedaan tekanan yang ada dalam wadah menyebabkan gas N_2O berdifusi masuk ke dalam badan sensor.

Penentuan variasi jumlah gas N_2O yang masuk ke dalam sensor menggunakan *mass flow controller* SEC -4400M untuk N_2O dan *Mass Flow Controller* Tylan 2900 untuk N_2 . Variasi kecepatan alir gas N_2O yang digunakan adalah (0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0) SCCM (*Standard Centimeter Cubic Perminute*) dan pada saat bersamaan diberikan campuran gas N_2 , karena keberadaan gas N_2O di alam bercampur dengan gas-gas lain (udara bebas), sehingga untuk menguji responnya diujikan dengan mencampur dengan gas lain yaitu N_2 . Gas N_2 yang dicampurkan mempunyai jumlah/ komposisi yang dianggap konstan yaitu sebesar 0.1SLPM (*Standard Liter Per Minute*) sehingga didapatkan variasi konsentrasi N_2O sebesar (2,24; 4,48; 9,09; 13,04; 16,67; 20)%. Teknik elektroanalisis adalah Voltametri siklik pada *scanning* potensial 0-(-2,8)Volt vs Ag/AgCl.

3.4.5 Uji Selektivitas Sensor Gas N₂O terhadap gas CO₂ dan O₂

Proses elektroanalisis dengan elektroda kerja Pt dengan membran pemisah PTFE ukuran pori 1 μ m . Proses pemasukan sampel, gas CO₂ dan O₂ dialirkan melalui *mass flow controller* menuju tabung teflon tertutup yang telah berisi konsentrasi 1,5ml larutan elektrolit optimum. Gas dengan sendirinya akan masuk melalui membran. Setiap pengukuran arus reduksi dilakukan setelah mengalirkan gas ke dalam sel elektrokimia. Sebuah potensiostat Amel model 433 digunakan untuk pengukuran pada teknik Voltametri siklik. Potensial yang digunakan adalah pada potensial 0-(-2,8) V vs Ag/ AgCl dengan *scan rate* optimum 100mV/s.

3.4.6. Komparasi Hasil Pengukuran Gas N₂O menggunakan Sensor Voltametri dan Sensor Infra Merah

Komparasi pengukuran gas N₂O ini dilakukan dengan mengalirkan gas N₂O melalui *mass flow controller*, input gas N₂O ini akan masuk ke dalam sensor infra merah untuk dideteksi sinyal dari respon N₂O pada sensor infra merah, kemudian output dari gas ini akan diteruskan dengan menggunakan selang berdiameter 2mm menuju sensor gas N₂O berbasis membran untuk dibaca puncak arus reduksi yang tergambar pada Voltammogram. Kemudian didapatkan data karakteristik kerja (sensitivitas, linier range, limit deteksi) dari kedua sensor tersebut untuk dibandingkan.

3.4.7 Karakterisasi sensor

Karakteristik kerja dari sensor meliputi *linier range/* daerah kerja, sensitivitas, limit deteksi.

1) *Linier Range* (Daerah Kerja Sensor)

Linier range merupakan daerah (range) dimana kurva respon yang linier terhadap slope yang diperoleh. Linier 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 persamaan garis sebagai berikut:

$$Y=bx+a$$

Dimana, b= intersep atau kemiringan dari kurva kalibrasi a = intersep atau perpotongan terhadap sumbu y (Calcutt dan Boddy, 1983).

2) Sensitivitas

Menurut Ingle dan Crouch (1998), sensitivitas dinyatakan sebagai slope dari grafik yang diperoleh dengan range tertentu. Sensitivitas merupakan ratio perubahan sinyal tiap unit berubah 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 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.

3) Batas Deteksi (Limit Deteksi)

Limit deteksi pada pengukuran N_2O dengan menggunakan teknik siklik Voltametri adalah konsentrasi terkecil dari N_2O yang dapat terekam oleh sensor. Dengan menggunakan signal blanko dengan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, dapat diperoleh konsentrasi analit yang memberikan signal yang hampir sama dengan signal dari blanko. Limit deteksi dapat ditentukan dengan cara mencari nilai penyimpangan atau standart deviasi dari blanko (SD).

Langkah berikutnya adalah dengan memasukkan nilai SD dalam persamaan

$$y_{LOD} = Y_b + 3SD$$

Dimana: y_{LOD} = Limit deteksi

Y_b = Sinyal rata- rata blanko

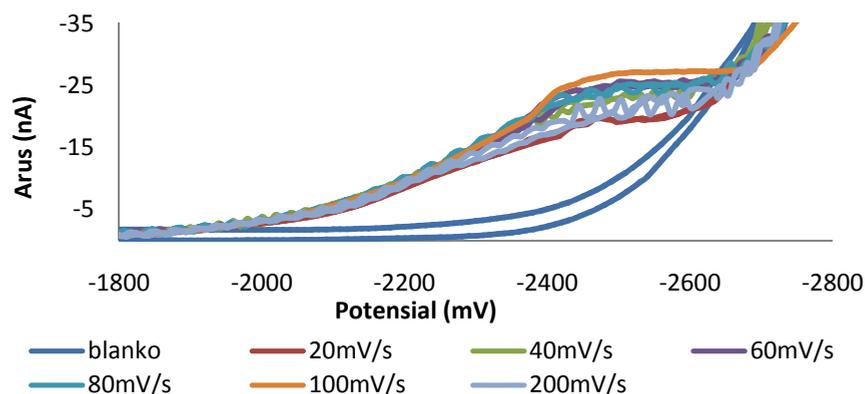
SD = Standart deviasi blanko (Miller dan Miller, 1991).

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Optimasi Parameter Kinerja Sensor Voltametri

4.1.1 Penentuan *Scan Rate* Optimum

Scan rate adalah besarnya potensial yang diberikan tiap satuan waktu. *Scan rate* optimum dapat diketahui berdasarkan besarnya arus reduksi dari N₂O pada masing-masing variasi *scan rate*, dimana *scan rate* yang memberikan selisih arus reduksi dengan arus *background* paling tinggi merupakan *scan rate* optimum. Penentuan *scan rate* 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 *scan rate* yang penulis gunakan adalah 20mV/detik, 40mV/detik, 80mV/detik, 100mV/detik dan 200mV/detik. Respon sensor N₂O terhadap sinyal reduksi N₂O yang dihasilkan dari masing-masing variasi *scan rate* dapat dilihat pada gambar 4.1. Profil Voltammogram pada gambar 4.1 menunjukkan bahwa masing-masing *scan rate* memberikan signal puncak reduksi N₂O yang berbeda-beda.



Gambar 4.1 Voltammogram Arus Reduksi N₂O terhadap Variasi *Scan Rate* menggunakan Larutan elektrolit TBAP/DMSO 0,1M dan Konsentrasi Gas N₂O 1,5%.

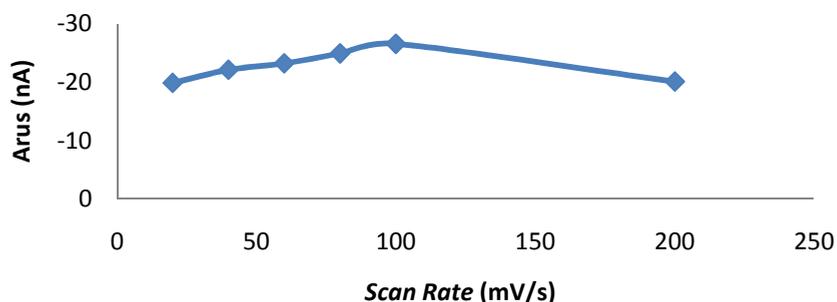
Berdasarkan Voltammogram arus reduksi gas N_2O pada setiap variasi *scan rate* (Gambar 4.1), maka dipilih potensial reduksi N_2O di daerah -2300mV sampai dengan -2500mV dari masing-masing variasi *scan rate*. Pemilihan daerah potensial -2300mV sampai dengan -2500mV disebabkan oleh tidak adanya kenaikan puncak arus reduksi N_2O sehingga dapat diperkirakan puncak arus reduksi yang dihasilkan pada range potensial tersebut relatif stabil. Kemudian dipilih data puncak arus reduksi pada range potensial tersebut dengan mengambil nilai titik tengah puncak arus reduksi N_2O pada tiap variasi *scan rate*. Data puncak reduksi N_2O tersebut dipilih pada potensial yang sama yang dapat mewakili sebagai data respon sensor N_2O berdasarkan pada variasi *scan rate* sehingga data puncak arus reduksi N_2O yang diperoleh dapat dijadikan sebagai data pembanding pada tiap variasi *scan rate*. Data puncak arus reduksi N_2O tersebut dapat dilihat pada tabel 4.1. Berdasarkan nilai arus reduksi pada tabel 4.1, maka di plot nilai *scan rate* vs arus reduksi N_2O yang dapat dilihat pada kurva gambar 4.2. Gambar 4.2 tersebut dapat terlihat jelas pengaruh variasi *scan rate* terhadap arus reduksi gas N_2O .

Kecepatan *scan* mempengaruhi tinggi arus puncak analit. Arus sebanding dengan kecepatan elektrolisis yang terjadi pada permukaan elektroda. Elektrolisis yang berlangsung pada permukaan elektroda sebagai respon dari pemberian potensial. Kecepatan *scan* yang semakin tinggi, maka kecepatan reaksi elektrolisis semakin cepat sehingga tinggi arus puncak semakin bertambah (Kissinger dan Heineman, 1996, dalam Sitorus, 2005), tetapi pada *scan rate* tertentu akan terjadi penurunan puncak arus reduksi analit. Penurunan arus reduksi ini diperkirakan karena pada potensial yang terlalu tinggi, reduksi gas N_2O terlalu cepat akibat pergantian potensial yang terlalu cepat, sehingga proses reduksi N_2O menjadi tidak optimal. Kenaikan arus reduksi N_2O (Gambar 4.2) dapat diketahui bahwa terjadi dari kecepatan scan 20 mV/s sampai 100 mV/s kemudian turun arus reduksinya pada kecepatan *scan* 200 mV/s. *Scan rate* optimum yang dipilih dalam penelitian ini adalah 100mV/detik karena menghasilkan arus reduksi N_2O paling besar yaitu -26,5133 nA, selain itu pemilihan pada *scan rate* ini karena pada awalnya terjadi peningkatan arus reduksi N_2O yang signifikan dari *scan rate*

20mV/s sampai dengan *scan rate* 100mV/s kemudian arus reduksi N₂O turun pada *scan rate* 200mV/s yaitu sebesar -20,293nA.

Tabel 4.1 Data Pengukuran Gas N₂O pada berbagai variasi *Scan Rate*

<i>Scan Rate</i> (mV/s)	Arus (nA)
20	-19,680
40	-22,210
60	-23,340
80	-24,923
100	-26,513
200	-20,293



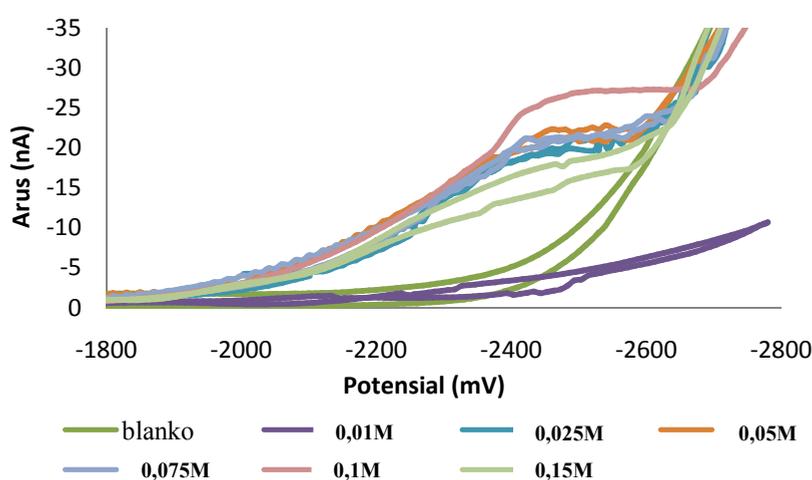
Gambar 4.2. Kurva Pengaruh Variasi *Scan Rate* terhadap Arus Reduksi Gas N₂O

4.1.2 Penentuan Konsentrasi Elektrolit Optimum

Variasi konsentrasi elektrolit memberikan respon yang berbeda terhadap arus reduksi analit yang dihasilkan. Pemvariasian konsentrasi elektrolit optimum bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari larutan elektrolit dalam menghantarkan arus serta mendukung jalannya reaksi redoks dalam sel elektrokimia. 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 akan memberikan puncak arus reduksi N₂O yang berbeda-

beda, hasil tersebut dapat dilihat pada profil Voltammogramnya yang terdapat pada gambar 4.3.

Voltammogram arus reduksi gas N_2O pada setiap variasi konsentrasi larutan elektrolit TBAP (Gambar 4.3), maka dipilih potensial reduksi N_2O di daerah $-2300mV$ - $(-2500)mV$ dari masing-masing variasi konsentrasi TBAP. Pemilihan daerah potensial $-2300mV$ - $(-2500)mV$ disebabkan oleh tidak adanya kenaikan puncak arus reduksi N_2O sehingga dapat diperkirakan puncak arus reduksi yang dihasilkan pada range potensial tersebut relatif stabil. Kemudian dipilih data puncak arus reduksi pada range potensial tersebut berdasarkan pada nilai titik tengah puncak arus reduksi N_2O pada tiap variasi konsentrasi TBAP. Data puncak reduksi N_2O tersebut dipilih pada potensial yang sama yang dapat mewakili sebagai data respon sensor N_2O berdasarkan variasi konsentrasi TBAP sehingga data puncak arus reduksi N_2O yang diperoleh dapat dijadikan sebagai data pembandingan optimasi konsentrasi TBAP. Data puncak arus reduksi N_2O tersebut dapat dilihat pada tabel 4.2. Berdasarkan nilai arus reduksi pada tabel 4.2, maka di plot kurva arus reduksi vs konsentrasi TBAP yang dapat dilihat pada gambar 4.4. Gambar 4.4 tersebut dapat terlihat jelas pengaruh variasi konsentrasi TBAP terhadap arus reduksi gas N_2O .



Gambar 4.3 Voltammogram Arus Reduksi Gas N_2O pada setiap Konsentrasi TBAP menggunakan Larutan elektrolit TBAP/DMSO 0,1M dan Konsentrasi Gas N_2O 1,5%.

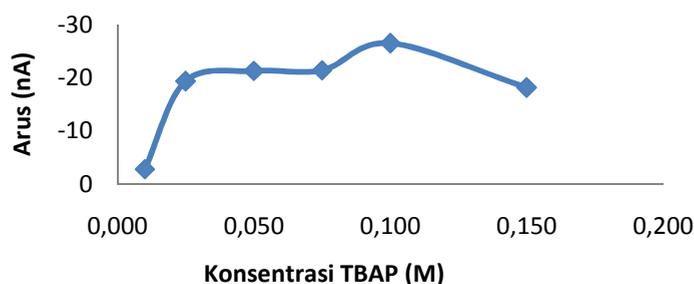
Peningkatan konsentrasi larutan elektrolit akan menghasilkan puncak arus reduksi N_2O yang terbentuk semakin tinggi tetapi pada konsentrasi tertentu akan terjadi penurunan puncak reduksi. Penurunan puncak arus reduksi N_2O dapat terlihat pada profil voltammogram dari variasi konsentrasi pada gambar 4.4. Profil voltammogram arus reduksi gas N_2O pada gambar 4.4, terlihat bahwa semakin besarnya konsentrasi elektrolit akan memberikan respon puncak arus reduksi yang semakin besar pula. Konsentrasi larutan elektrolit yang semakin besar, maka semakin kecil hambatan yang diberikan larutan sehingga arus reduksi yang terukur juga akan semakin besar. Siswoyo dkk, (2005), pada *scanning* potensial 0-(-2800)mV menggunakan mikroelektroda kerja platina (Pt) menghasilkan dua puncak pada potensial -700-(-1000)mV dan -1500-(-2500)mV, sedangkan pada penelitian ini hanya di dapatkan puncak pada potensial -2000-(-2500)mV. Puncak yang terbentuk ini merupakan puncak arus reduksi N_2O , karena pada saat dialiri udara pada potensial ini tidak terbentuk puncak.

Umumnya konsentrasi larutan elektrolit yang rendah maka konduktifitas larutan elektrolit dalam menghantarkan arus kecil. Konduktifitas larutan elektrolit memiliki peranan penting dalam reaksi reduksi maupun oksidasi dalam sel elektrokimia, akan tetapi hal tersebut tidak dapat diartikan bahwa konduktifitas larutan elektrolit yang tinggi akan menghasilkan respon sensor yang lebih baik dalam mendeteksi analit (Siswoyo, 2003). Gambar 4.4 menunjukkan bahwa reduksi N_2O pada konsentrasi TBAP 0,01M menghasilkan nilai arus reduksi yang kecil yaitu di sekitar -2,825nA. Hal ini disebabkan pada konsentrasi larutan elektrolit TBAP yang rendah, maka konduktifitas larutan elektrolit dalam menghantarkan arus reduksi N_2O yang terukur oleh sensor kecil. Konduktifitas dari larutan elektrolit TBAP 0,01M yang rendah ini disebabkan oleh jumlah elektrolit yang terkandung di dalam larutan elektrolit TBAP kecil, sehingga arus yang dihasilkan juga terlalu kecil, sedangkan pada konsentrasi larutan TBAP yang terlalu tinggi (0,15M) menghasilkan respon sensor yang kurang bagus. Hal ini disebabkan semakin banyak larutan elektrolit yang terlarut, maka jarak antar partikel akan semakin rapat dan mengakibatkan terbatasnya difusi analit.

Hubungan antara konsentrasi larutan elektrolit dengan permukaan elektroda juga mempengaruhi dalam pendeteksian. Hal ini harus disesuaikan dengan kemampuan permukaan elektroda yang kecil dengan konsentrasi elektrolit dalam mereduksi analit (Siswoyo,2003). Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa peningkatan arus reduksi N_2O terjadi pada larutan TBAP 0,025 sebesar -20,185nA; 0,05 sebesar -22,310nA; 0,075 sebesar -21,230nA dan 0,1M sebesar -26,490nA, sedangkan penurunan puncak arus reduksi N_2O pada larutan TBAP 0,15M sebesar -17,980nA. Konsentrasi elektrolit TBAP optimum yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0,1M karena memiliki nilai arus reduksi paling tinggi yaitu -26,513nA pada potensial -2480,25mV.

Tabel 4.2 Data Pengukuran Gas N_2O pada berbagai Konsentrasi TBAP

Konsentrasi TBAP (M)	Arus (nA)
0,010	-2,825
0,025	-20,185
0,050	-22,310
0,075	-21,230
0,100	-26,490
0,150	-17,980



Gambar 4.4 Kurva Pengaruh Konsentrasi Larutan Elektrolit terhadap Arus Reduksi Gas N_2O

Potensial reaksi reduksi N_2O secara normal terjadi pada daerah -1,6Volt sampai -2,0Volt. Proses reduksi bisa juga terjadi pada potensial yang lebih negatif

jika produk dari reaksi teradsorpsi pada permukaan elektroda. Permukaan elektroda yang tertutupi oleh produk akan menyebabkan elektroda menjadi tidak aktif untuk mereduksi N_2O . Hal ini menyebabkan pergeseran puncak arus reduksi tidak terjadi pada potensial yang tetap (Siswoyo, 2003). Produk yang mungkin terjadi pada permukaan elektroda telah penulis minimalisasi dengan berbagai alternatif yaitu:

1. mensiklik elektroda berulang kali dengan menggunakan larutan TBAP pada potensial 0-(-2,8)Volt sampai didapatkan profil Voltammogram yang stabil (profil Voltammogram yang tidak terlalu banyak *noise*).
2. mensiklik elektroda berulang kali dengan larutan H_2SO_4 1M dengan *scanning* potensial -0,2-1,0V vs Ag/AgCl sampai didapatkan profil Voltammogram yang stabil (Ranganathan, 1999).
3. menggunakan program *electrode cleaning* yang terdapat dalam potensiostat amel 433-A.
4. mengalirkan gas inert N_2 ke dalam larutan elektrolit agar pengaruh gas O_2 yang menjadi gas interferensi dalam proses elektrolisis dapat diminimalisasi. Jika reaksi yang akan diselidiki terdapat gas O_2 terlarut, maka yang akan terjadi bukan reduksi terhadap analit melainkan reduksi O_2 yang menyebabkan terjadinya sinyal katodik sebagai interferensi dalam pengukuran arus (Fiefield and Haines, 1995).

4.2 Proses Elektroanalisis menggunakan Membran *Polytetrafluoro Ethylene* (PTFE).

Sensor N_2O pada tahap ini menggunakan prinsip voltametri yang didesain dengan menggunakan membran yang berfungsi sebagai penahan agar larutan elektrolit tidak tumpah ke dalam *container* dan sebagai jalan difusi gas N_2O agar dapat berkontak langsung dengan larutan elektrolit internal. Gas N_2O sebagai analit diharapkan akan masuk ke dalam sensor melalui membran yang selanjutnya berinteraksi dengan larutan elektrolit. Sejumlah gas N_2O yang terlarut akan mengalami reduksi setelah proses voltametri dijalankan pada sistem dan

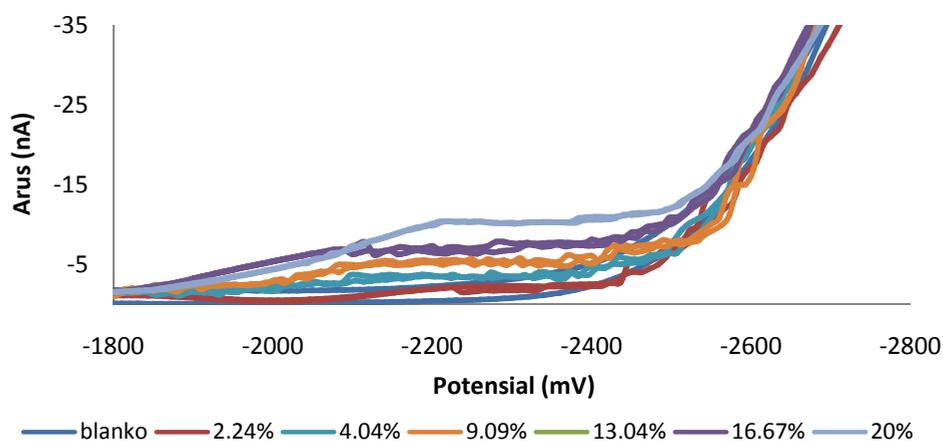
secara otomatis besarnya arus reduksi dari gas N_2O akan tergambar pada puncak voltammogram.

Proses elektroanalisis ini menggunakan membran pemisah PTFE yang di desain untuk memisahkan larutan dengan gas N_2O sebagai analitnya. Merujuk penelitian Amalia (2011) yaitu optimasi membran PTFE dengan ukuran pori-pori (0,22 μm ; 0,45 μm ; 1,0 μm) diperoleh data bahwa arus reduksi N_2O menggunakan membran ukuran pori-pori 1,0 μm lebih tinggi dibandingkan dengan ukuran pori membran yang lain dikarenakan ukuran pori-pori yang lebih besar memungkinkan adanya suplai analit gas N_2O yang lebih banyak masuk ke dalam larutan elektrolit internal sehingga mengakibatkan semakin besar konsentrasi N_2O tersebut yang larut ke dalam larutan elektrolit. Berdasarkan data tersebut, maka peneliti lebih menggunakan membran PTFE dengan ukuran pori-pori 1,0 μm agar gas N_2O yang berdifusi lebih optimal.

Hasil pengujian terhadap sensor dapat dilihat pada gambar 4.5. Pengukuran arus reduksi N_2O menggunakan sensor berbasis membran diperoleh data pengukuran arus reduksi N_2O yang terukur kecil. Gambar 4.5 menunjukkan terjadinya kenaikan puncak arus reduksi N_2O yang kecil dengan bertambahnya konsentrasi N_2O , hal ini disebabkan oleh semakin sedikitnya gas N_2O yang berdifusi melalui membran dan larut dalam larutan elektrolit dan juga kemampuan difusi dari gas N_2O mampu berdifusi masuk melalui membran. Proses elektroanalisis ini dibandingkan tanpa menggunakan membran, gas N_2O yang dialirkan ke dalam sel elektrokimia berkontak langsung dengan permukaan elektroda tanpa adanya penghalang, sehingga arus reduksi terukur lebih besar dibandingkan pada saat menggunakan membran. Data perbandingan pengukuran arus reduksi tanpa menggunakan membran dapat dilihat pada tabel 4.2 sedangkan data pengukuran arus reduksi menggunakan membran dapat dilihat pada tabel 4.3.

Daerah -2000 sampai -2500mV (gambar 4.5), terdapat puncak pada profil voltammogram N_2O menggunakan membran yang diindikasikan sebagai puncak arus reduksi N_2O . Puncak reduksi N_2O muncul pada saat konsentrasi dari luar sensor sebesar (4,04; 9,09; 13,04; 16,67; 20)%, sedangkan di bawah 4,48% yaitu pada konsentrasi N_2O 2,24% puncak reduksi N_2O pada profil voltammogramnya

hampir sama dengan *base line*. Puncak reduksi pada konsentrasi N₂O 2,24% yang dimunculkan relatif kecil, artinya sinyal yang dihasilkan tidak terlalu besar, hal ini disebabkan karena pada saat bersamaan dalam satu tabung sensor, kecepatan gas N₂O lebih kecil dibandingkan dengan kecepatan gas N₂. Kecepatan N₂ (dalam SLPM) 1000 kali lebih cepat dibandingkan dengan kecepatan gas N₂O (dalam SCCM). Hal ini menyebabkan gas N₂O terbawa kuat oleh gas N₂, sehingga gas N₂O akan keluar dari sensor dengan waktu yang cepat, akibatnya kesetimbangan gas N₂O dalam sensor selalu bergeser yang dipengaruhi oleh kecepatan gas yang melewati sensor. Kecepatan N₂O dari luar sensor yang semakin besar, maka arus reduksi N₂O yang dihasilkan juga semakin besar. Peningkatan arus reduksi terjadi pada range konsentrasi N₂O sebesar 4,04%-20% karena semakin banyaknya jumlah N₂O yang berdifusi ke dalam larutan elektrolit mengakibatkan reduksi analit gas N₂O mengalami peningkatan. Data arus reduksi gas N₂O terdapat pada tabel 4.3. Berdasarkan respon sensor pada range konsentrasi N₂O sebesar 4,04%-20%, maka dibuat kurva kalibrasinya yang terdapat pada gambar 4.6.

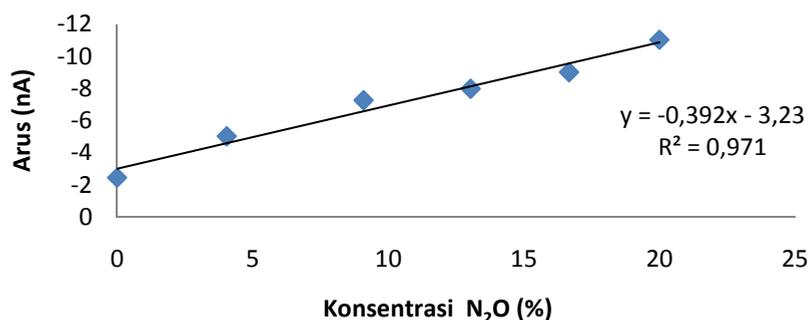


Gambar 4.5 Voltammogram Arus Reduksi N₂O terhadap Variasi Konsentrasi N₂O dari (2,24-20)% menggunakan Membran PTFE dengan ukuran pori 1 μ m, konsentrasi TBAP 0,1M dan *scan rate* 100mV/s.

Daerah kerja sensor N_2O yang ditunjukkan pada data tabel 4.3, dapat diketahui bahwa konsentrasi N_2O 2,24% tidak dapat dipilih sebagai variasi konsentrasi untuk kurva kalibrasi N_2O karena respon yang ditimbulkan tidak lagi sensitif dan hampir sama dengan *base line*. Konsentrasi terendah yang masih dideteksi oleh elektroda yaitu 4,04% dengan arus reduksi N_2O yang dihasilkan sebesar -5,030 nA. Besarnya nilai daerah kerja minimal pada konsentrasi gas N_2O 4,04% disebabkan oleh kecepatan alir N_2O kurang sebanding dengan N_2 , sehingga N_2O yang masuk ke dalam sensor akan cepat terbawa ke luar oleh N_2 yang berkecepatan 1000 kali lebih cepat, maka konsentrasi gas N_2O 2,24% tidak dapat digunakan untuk data kurva kalibrasi.

Tabel 4.3 Arus Reduksi gas N_2O pada tiap variasi Konsentrasi N_2O

Konsentrasi N_2O (%)	Arus (nA)
0,00	-2,460
2,24	-1,960
4,04	-5,030
9,09	-7,270
13,04	-7,983
16,67	-9,017
20,00	-11,027



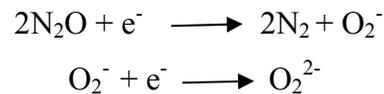
Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi N_2O pada konsentrasi 0% sampai dengan 20%

Metode pengukuran gas N_2O menggunakan membran lebih sesuai pada konsentrasi N_2O yang lebih kecil sedangkan tanpa menggunakan membran lebih

sesuai pada konsentrasi yang besar. Metode pengukuran dengan menggunakan membran lebih sesuai digunakan di lapang meskipun sensitivitas yang didapatkan dalam penelitian ini kecil dibandingkan tanpa menggunakan membran. Pemilihan ini didasarkan pada kemudahannya dalam elektroanalisis di lapang, lebih mudah menggunakan sensor dengan membran.

4.3 Karakteristik Sensor

Karakterisasi sensor ini menggunakan variasi konsentrasi N₂O sebesar 0%-20%. Kondisi di dalam sensor juga menggunakan kondisi optimum. Penentuan variasi jumlah gas N₂O yang masuk menggunakan *Mass Flow Controller* SEC-4400M untuk N₂O dan *Mass Flow Controller Tylan* 2900 untuk gas N₂. Gas N₂ digunakan sebagai campuran gas N₂O karena keberadaan gas N₂O di alam bercampur dengan gas-gas lain dan gas N₂ merupakan gas hasil reduksi dari gas N₂O. Reaksi reduksi yang terjadi di dalam sensor sebagai berikut:



4.3.1 Linier Range (Daerah Linier)

Linier range merupakan daerah dimana elektroda dapat merespon adanya analit secara sensitif. Daerah linier dapat diamati dari variasi konsentrasi analit yang diberikan kepada elektroda sehingga menghasilkan signal yang linier, artinya kenaikan konsentrasi analit akan sebanding dengan kenaikan arus reduksinya. Daerah kerja sensor N₂O digambarkan melalui kurva kalibrasi dengan cara memplotkan antara jumlah variasi gas N₂O (kecepatan N₂O) sebagai x dan arus reduksi N₂O yang dihasilkan sebagai sumbu y.

Data respon linier gas N₂O yang ditunjukkan oleh kurva kalibrasi pada lampiran K.2 dengan nilai regresi (R²) sebesar 0,971, dan K.3 dengan nilai regresi (R²) sebesar 0,969. Berdasarkan nilai regresi tersebut maka dapat diketahui bahwa respon linier N₂O yang paling besar adalah 0,971 yang ditunjukkan pada kurva kalibrasi (Lampiran K.2) dengan variasi konsentrasi gas N₂O dari luar sensor sebesar 0% sampai dengan 20%. Nilai regresi linier sebesar 0,971 dipilih sebagai

daerah linier yang dapat dilihat pada kurva kalibrasi (Gambar 4.6) dan akan digunakan untuk karakterisasi selanjutnya. Daerah linier dinyatakan dengan koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh dari kurva kalibrasi konsentrasi N_2O vs arus reduksi N_2O dan didapatkan harga koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,971. Daerah kerja sensor yang digunakan dalam penelitian ini hanya dibatasi pada range konsentrasi N_2O sampai sebesar 20% karena berdasarkan data regresi linier yang terdapat pada kurva kalibrasi N_2O telah didapatkan kelinieran yang cukup bagus sampai pada range konsentrasi N_2O 0% sampai dengan 20% yaitu sebesar 0,971.

4.3.2 Sensitivitas

Sensitivitas dinyatakan sebagai slope dari kurva yang diperoleh dengan range tertentu (Miller dan Miller, 1991) dan menyatakan sensitivitas dari mikroelektroda kerja platina dalam mendeteksi N_2O secara voltametri siklik. Nilai sensitivitas sensor ini diperoleh dari variasi konsentrasi gas N_2O dari luar sensor sebesar (4,04; 9,09; 13,04; 16,67; 20)%. Nilai sensitivitas sensor yang tinggi menunjukkan bahwa dengan adanya perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang besar.

Sensitivitas dinyatakan sebagai *slope* (m) dari kurva kalibrasi dari pengukuran sensor menggunakan membran. Kurva kalibrasi pada gambar 4.6 diperoleh data pengukuran arus reduksi N_2O vs konsentrasi gas N_2O dan didapatkan persamaan regresinya yaitu $y = -0,392x - 3,023$ dengan koefisien korelasinya sebesar 0,971. Berdasarkan kurva kalibrasi tersebut dapat diketahui bahwa nilai sensitivitas sensor N_2O sebesar -0,392. Tanda negatif menyatakan arus yang diukur adalah arus reduksi. Nilai sensitivitas tersebut menunjukkan setiap perubahan jumlah gas N_2O yang masuk ke dalam sensor menghasilkan perubahan arus reduksi sebesar -0,392nA.

4.3.3 Limit Deteksi

Limit deteksi pada pengukuran N_2O dengan menggunakan teknik siklik voltametri adalah konsentrasi terkecil dari gas N_2O yang dapat terekam oleh sensor atau limit deteksi merupakan kuantitas (konsentrasi) terkecil dari suatu

analit yaitu N_2O yang masih dapat ditentukan atau dideteksi. Semakin kecil N_2O yang dapat dideteksi maka kinerja dari mikroelektroda kerja platina secara voltametri siklik ini semakin baik.

Penentuan limit deteksi ini dilakukan dengan pengukuran terhadap larutan blanko. Blanko yang dipakai pada penelitian ini adalah gas inert yaitu gas N_2 . Analisis dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan, dengan menggunakan sinyal blanko dan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi, dapat diperoleh konsentrasi analit yang memberikan signal hampir sama dengan blanko. Berdasarkan data sinyal blanko, maka dilakukan perhitungan standart deviasinya dengan menggunakan program dari *Microsoft excel 2007*. Data sinyal blanko yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan regresi dari kuva kalibrasi untuk didapatkan nilai konsentrasi analit.

Berdasarkan perhitungan batas deteksi pada lampiran G, diperoleh nilai batas deteksi sensor voltametri berbasis membran menggunakan teknik polarisasi voltametri siklik sebesar 2,62 %. Nilai batas deteksi tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi terendah gas N_2O yang masih mampu dideteksi oleh sensor berbasis membran ini adalah 2,62%.

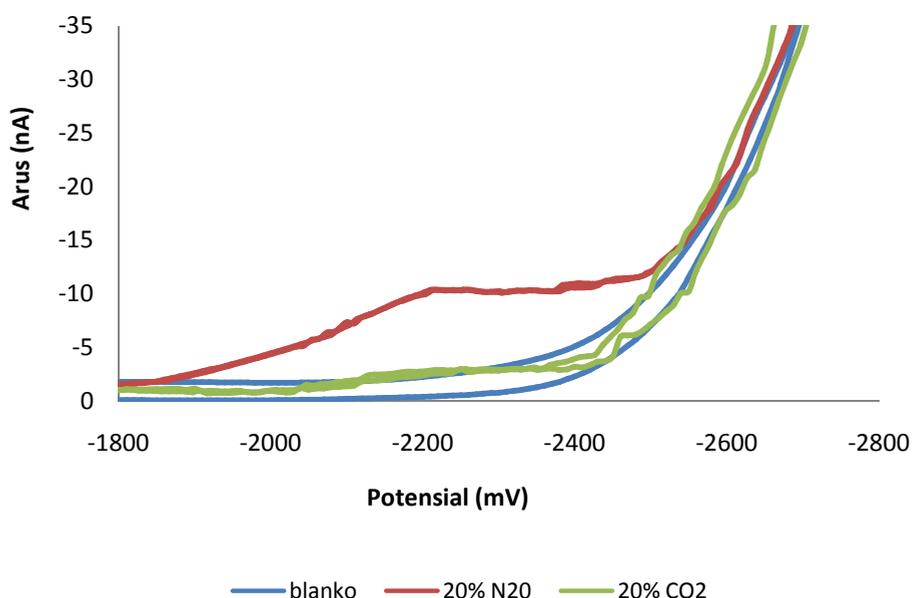
4.4 Selektivitas Sensor Gas N_2O

Uji selektivitas sensor ini didasarkan pada sejauh mana sensor yang peneliti gunakan dapat menentukan analit tertentu (N_2O) dalam campuran atau matriks gas lain tanpa gangguan dari komponen lainnya. Pengujian kerja selektivitas sensor berbasis membran ini dilakukan dengan mengamati selektivitasnya terhadap gangguan-gangguan dari komponen gas lain. Gas CO_2 dan O_2 ini digunakan sebagai bahan uji disebabkan oleh keberadaanya di alam yang cukup besar yaitu sekitar 20% dan diperkirakan dapat menjadi gas interferensi dalam pengukuran.

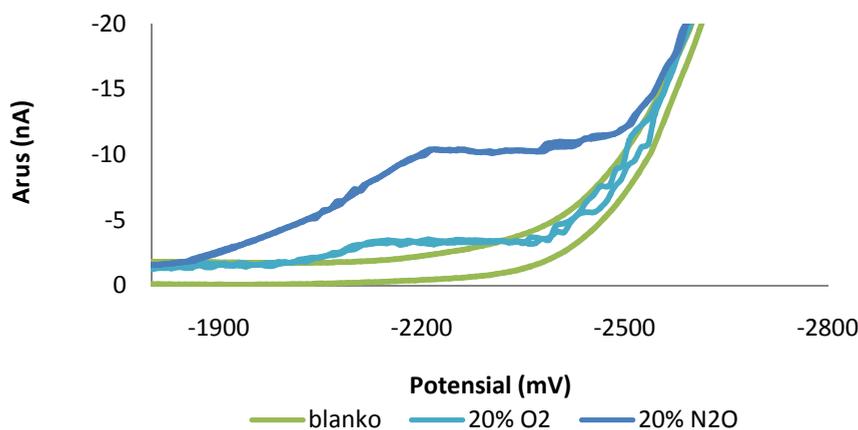
Uji unjuk kerja sensor pada tahap selektivitas ini dilakukan dengan mengalirkan gas CO_2 dan O_2 dengan laju alir 5,0 SCCM (*Standard Liter Per Minute*) dengan konsentrasi 20% dan campuran N_2 dengan laju alir 0,1SLPM (*Standard Liter Per Minute*). Voltammogram hasil pengujian selektivitas pada

gambar 4.7 menunjukkan bahwa sensor N_2O tidak terinterferensi dengan adanya gas CO_2 , hal tersebut dapat dibuktikan pada profil voltammogram dari gas CO_2 yang menunjukkan bahwa sinyal reduksi CO_2 yang ditunjukkan hampir sama dengan *base line* (blanko) atau tidak adanya puncak reduksi CO_2 yang terbentuk terutama di sekitar reduksi N_2O yaitu pada potensial di sekitar $-2000mV$ sampai $-2500mV$.

Konsentrasi gas O_2 20% diperoleh dengan mengatur *flow rate* gas O_2 sebesar 5,0 SCCM dan mencampur dengan gas N_2 dengan laju alir 0,1SLPM. Berdasarkan profil voltammogram gambar 4.8 menunjukkan bahwa gas O_2 dapat menjadi gas penginterferensi dari sensor N_2O . Hal tersebut dapat dilihat pada profil voltammogram gambar 4.8 bahwa masih terdapat sinyal reduksi O_2 disekitar wilayah reduksi N_2O pada potensial $-2000(-2500)mV$, namun nilai arus reduksi gas O_2 20% ini lebih rendah bila dibandingkan nilai arus reduksi N_2O 20% dengan puncak reduksi O_2 sebesar $-3,92nA$. Akibat adanya puncak O_2 menjadikan sensor N_2O ini kurang selektif terhadap N_2O itu sendiri, dikarenakan masih adanya sinyal lain pada wilayah potensial yang sama dengan N_2O .



Gambar 4.7 Voltammogram CO_2 yang terukur pada Sensor Gas N_2O menggunakan membran PTFE ukuran pori $1\mu m$ dengan *Scan Rate* $100mV/s$ dan konsentrasi TBAP $0,1M$.



Gambar 4.8 Voltammogram O_2 yang terukur pada Sensor Gas N_2O menggunakan membran PTFE ukuran pori $1\mu m$ dengan *Scan Rate* $100mV/s$ dan konsentrasi TBAP $0,1M$.

4.5 Komparasi Analisa Pengukuran Gas N_2O menggunakan Sensor Voltametri dan Sensor Infra Merah Komersial.

Sensor infra merah merupakan metode pengukuran standar untuk analisis gas N_2O . Deteksi sensor infra merah pada analit gas berdasarkan pada prinsip resonansi atau vibrasi struktur molekul gas yang berkorelasi dengan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu. Molekul gas memiliki sifat optik yang spesifik dimana dapat digunakan untuk membedakan komponen-komponen pada atmosfer gas dan kemampuan deteksinya, identifikasi dan pengukuran konsentrasinya. Sifat optik timbul akibat dari emisi atau absorpsi pada rotasi, vibrasi, atau energi elektronik yang spesifik pada struktur kimia analit. Jenis-jenis transisi energi yang berkorelasi dengan panjang gelombang adalah transisi elektronik ($1,5\mu m$), vibrasi ikatan ($1,5-30\mu m$), rotasi molekul ($30-1000\mu m$). Spektroskopi pada gas N_2O di dalam wilayah infra merah telah dipelajari secara intensif. Keberadaan gas N_2O di atmosfer memiliki absorpsi bands pada $4-5\mu m$ dan $16-98\mu m$ (Siswoyo, 2003).

Sensor gas komersial yang digunakan adalah sensor gas N_2O tipe MSH- N_2OTC jenis NDIR (*non dispersive infrared sensor*). Komparasi analisa data

dilakukan dengan cara mengalirkan gas N_2O menggunakan *mass flow controller* pada 6 variasi konsentrasi gas N_2O yaitu 2,44%; 4,48%; 9,09%; 13,04%, 16,67%; 20%. Gas tersebut dialirkan ke dalam sensor infra merah untuk di deteksi jumlah sinyal per satuan waktu dari respon gas N_2O yang terekam oleh sensor infra merah. Gas N_2O tersebut akan berdifusi dan mengenai sensor infra merah, kemudian gas tersebut akan menyerap radiasi IR pada panjang gelombang tertentu untuk melakukan vibrasi. Output gas dari sensor infra merah ini kemudian dialirkan ke dalam sensor voltametri melalui selang kecil yang menjadi penghubung antara kedua sensor tersebut. Desain ke dua sensor dalam analisis gas N_2O dibuat dalam 2 *container* yang berbeda, apabila sensor di desain dalam 1 *container*, maka di perkirakan tekanan gas yang masuk ke dalam dua sensor tersebut tidak sama. Selain itu, diperkirakan waktu analisis gas N_2O dari kedua sensor tersebut, karena analisis gas N_2O dari kedua sensor ini dicatat pada perbandingan waktu analisis yang sama, sehingga analisis N_2O dilakukan pada sensor infra merah terlebih dahulu. Hal ini disebabkan oleh proses analisisnya cepat tanpa adanya proses reduksi analit seperti pada sensor voltametri yang membutuhkan waktu analisis yang lama. Data yang dihasilkan dari kedua sensor tersebut dicatat dan dikomparasikan berdasarkan waktu analisis yang sama.

Data sensor infra merah yang diperoleh pada lampiran J menunjukkan bahwa nilai *reading IR-USER* untuk range konsentrasi analit (N_2O) sebesar 2,24% sampai dengan 20% adalah 1000. Nilai *reading IR-USER* tersebut menunjukkan bahwa sensor ini tidak bisa digunakan untuk mendeteksi analit pada range konsentrasi tersebut, hal ini disebabkan oleh range konsentrasi analit (N_2O) yang dapat dideteksi oleh sensor infra merah adalah pada 0-1000ppm atau sekitar 0-1%, sehingga menunjukkan nilai *reading IR-USER* sebesar 1000. Berdasarkan data tersebut maka dapat disimpulkan bahwa sensor gas infra merah tidak dapat dibandingkan hasilnya dengan sensor voltametri berbasis membran karena sensor voltametri berbasis membran yang digunakan pada penelitian ini tidak mampu menganalisis analit (N_2O) di bawah 1%.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Respon sensor optimum pada *scan rate* 100mV/s sedangkan konsentrasi larutan TBAP optimum untuk respon pada 0,1M.
2. Sensor voltametri berbasis membran memiliki respon linier dan sensitivitas terhadap gas N₂O dalam campuran gas N₂-N₂O pada daerah kerja 4,48%-20%, dan limit deteksi sebesar 2,62%.
3. Sensor voltametri berbasis membran ini terinterferensi terhadap gas O₂, namun tidak terinterferensi terhadap gas CO₂ karena tidak adanya respon pada daerah potensial yang sama dengan N₂O yaitu di sekitar -2000mV sampai dengan -2500mV.
4. Desain sensor voltametri berbasis membran tidak dapat dibandingkan kinerjanya dengan sensor *infra red* dalam pengukuran gas N₂O dikarenakan range konsentrasi yang mampu dideteksi oleh sensor infra merah adalah 0-1% sedangkan untuk sensor voltametri berbasis membran tidak dapat menganalisis gas N₂O di bawah 1%.

5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut yang perlu dilakukan adalah:

1. Pemeriksaan lebih lanjut terhadap kemurnian larutan elektrolit yang telah digunakan terkait dengan waktu, preparasi penggunaan membran sebelum digunakan dalam analisis gas N₂O dan preparasi mikroelektroda kerja sebelum digunakan dalam analisis gas N₂O dan kalibrasi alat *mass flow controller* yang dicurigai sebagai salah satu penyebab berkurangnya respon gas N₂O.
2. Karakteristik logam dan parameter lain mengenai pengaruh pada unjuk kerjanya sebagai sistem deteksi gas N₂O pada pengukuran nyata yang meliputi bentuk elektroda, dan jenis membran lain yang dapat digunakan untuk deteksi gas N₂O. Sensor yang dihasilkan masih perlu dikarakterisasi lebih lanjut mengenai reproduktibilitas dan ketahanan sensor dalam jangka waktu yang lama agar dapat digunakan sebagai sensor gas N₂O yang memberikan sinyal yang akurat.

3. Sensor N_2O dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai sensor O_2 sebab sinyal arus reduksi O_2 bertumpang tindih dengan sinyal reduksi N_2O dan keberadaan O_2 di alam lebih besar dari pada N_2O .

DAFTAR PUSTAKA

- Amalia, A.E. 2001. *Optimasi dan Karakterisasi Kinerja Sensor Gas N₂O secara Voltametri Siklik Menggunakan Mikroelektroda Emas (Au) dengan Membran PTFE (Polytetrafluoroethylene)*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember: Jember.
- Albery J W, and Hahn C E W. 1983. Electrochemical Method of Determining Oxygen, Halothone and Nitrous Oxide *US Patent* 4400242.
- Andersen, *et al.* 2001. An Oxygen Intensive Microsensor for Nitrous Oxide. Departement of Microbial Ecology, Universiy of Aarhus, Ny Munkegade, *Building 540 DK-8000 Aarhus C*, Denmark.
- Bard, A. W and L. R . Faulker. 1980. *Electrochemical Methodes Fundamentals and Aplications*. Singapore: John Wiley and Sons. Inc.
- Burke, L. D dan Casey, J. K. 1992. *The electrocatalytic behavior of palladium in acid and base*. Ireland: Chemistry Departement, University College Cork.
- Caulcut, R and Boddy, R.1983. *Statistic for Analytical Chemistry*. London: Chapman and Hall.
- CH Instrument. 2011. CHI 10710 μ m Pt Disk Microelectrode. USA: Austin, TX 78738.
- Dynament. 2010. Nitrous Oxide Infrared Sensor Temperature Compensated. Certified Version Type msh-N₂O/tc.
- Fifield, F. W (Ed) and Haines, P. J (Ed). 1995. *Enviromental analytical chemistry*. London: Chapman and Hall.
- Gosser, David. K. Jr. 1993. *Cyclic Voltametri Simulation and Analysis of Reaction Mechanism*. USA: VCH Publiser.
- Hadiati. 1996. *Kamus Ilmu Pengetahuan Alam: untuk umum dan pelajar*. Jakarta: PT Balai Pustaka.
- Hahn C E W. 1998. Tutorial review: Electrochemical Analysis of Clinical Blood Gases, Gases and Vapours. *Analyst*. 123 57R-86R.
- Hendayana, S., dkk. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang.
- 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 Australian 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 Authentic Text to The FECS Curriculum Analytical Chemistry*. New York: Wiley – VHC, Inc.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Mark, James E. 1999. *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, Inc.
- McPeak H, and Hahn, C E W. 1997. The Development of New Microelektrode Gas Sensor: an Odsey. Part III. O₂ and N₂O Reduction at Unshielded and Membran Covered Gold Microdisc Elektroda. *J electroanal, Chem.* 427, 179-188.
- Milano. 1995. Multipolarographic Analyser Model 433-A (Version 5.00). Europea: Perla Compatibilita Elettromagnetica 89/336/EEC.
- Miller and Miller. 1991. *Statistika Untuk Kimia edisi kedua*. Bandung: Penerbit ITB.
- Miller, J.C., and J.N. Miller. 1993. *Statistic for Analytical Chemistry*. England: Ellis Horward. PTR. Trentice. Hall. hal: 101-129.
- Mukhakikin. 2011. *Disain Sensor Gas Dinitrogen Oksida (N₂O) Berbasis Membran Menggunakan Elektroda Kerja Karbon-Paladium (C-Pd)*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember: Jember.
- Purwoko, A.E. 2007. *Optimalisasi Sensor Elektrokimia Gas N₂O Menggunakan Elektroda Platina (Pt)*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember: Jember
- Ranganathan, *et al.* 1999. Preparation of Active Glassy Carbon Electrodes with Activated Carbon and Organic Solvents. *Anal. Chem.* 71, 3574-3580.
- Reiger, P. H. 1994. *Electrochemistry*. 2nd edition USA: Chapman and Hall, Inc
- Revsbech, Niels Peter. 1998. Combine Oxygen and Nitrogen Oxide Microsensor for Denitrification Studies. Departement of Microbial Ecology, University of Aarhus, Ny Munkegade, Building 540 DK-8000 Aarhus C, Denmark.

- Rushforth, Roy. 2004. Palladium in Restorative Dentistry: Superior Physical Properties Make Palladium an Ideal Dental Metal. Birmingham: *Charles Booth Ltd. Platinum Metals Rev.* Vol. 48 (2004) (1): 30-31.
- Sawyer, *et al.* 1995. *Experimental Electrochemistry for Chemist.* 2nd Edition. Canada: John Wiley & Sons, Inc.
- Siswoyo, dkk. 2005. Kajian Awal Penggunaan Logam Ag, Au, dan Pt Sebagai Elektroda Kerja untuk Deteksi Gas N₂O Secara Voltametri Siklik. *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 *Elektronic Noses and Olfaction.* 2000, Eds J W Gardner and K.C Persaud, Institute of Physics, London.
- Siswoyo, 2003. *Design of Flux Measurement System For Nitrous Oxide, PhD Thesis.* United Kingdom: Departement of instrumentation and Analytical Science, UMIST,.
- Siswoyo. 2005. Measurement Techniques for Nitrous Oxide Gas, Prosiding Seminar Nasional Kimia 2005, 5 February 2005, Universitas Negeri Surabaya, Indonesia.
- Sitorus, Y. 2005. *Analisis Nikel(II) secara Voltametri Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Dimetil Glioksim (DMG).* Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA. Universitas Sebelas Maret.
- Skoog, D A and Leary, j j 1992. *Prisiple of Instrumental Analysis.* 4th Ed. London: Saunders College publishing.
- Suharman dan Muja. 1995. *Analisis Instrumental.* Surabaya: Airlangga University Press.
- Tierney MJ and Kim HOL. 1993. Electrochemical Gas Sensor with Extremely Fast- Response Times. *Anal. Chem.* 65, 3435
- Underwood, A. L. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif.* Pujaatmaka edisi kelima. Jakarta: Erlangga.
- Wang, Joseph. 1994. *Electrochemical Analysis.* USA: Wiley-VHC, Inc.
- Wang, Joseph. 2001. *Analytical Electrochemistry,* Second edition. Singapore: John Wiley & Sons, Inc.

LAMPIRAN

A. Perhitungan pembuatan Larutan TBAP dengan berbagai variasi konsentrasi

A.1 membuat Larutan TBAP 0,15M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{Mr}$$

$$0,025L. M = \frac{1,281g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,15M$$

A.2 membuat Larutan TBAP 0.1M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{Mr}$$

$$0,025L. M = \frac{0,854g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,1M$$

A.3 membuat Larutan TBAP 0,075M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{Mr}$$

$$0,025L. M = \frac{0,640g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,075M$$

A.4 membuat Larutan TBAP 0,05M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{Mr}$$

$$0,025L. M = \frac{0,423g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,05M$$

A.5 membuat Larutan TBAP 0,025M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{Mr}$$

$$0,025L. M = \frac{0,213g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,025M$$

A.6 membuat Larutan TBAP 0,01M

$$V_1.M_1 = \frac{m}{M_r}$$

$$0,025L. M = \frac{0,085g}{341,5g/mol}$$

$$M = 0,01M$$

B. Perhitungan Konsentrasi N₂O pada Optimasi Kinerja Sensor

Kecepatan *Mass Flow Controller* maksimum= 50 SCCM (Standart Centimeter Cubic Perminute) dengan tegangan 0-5 Volt.

$$1,5\text{Volt} : X \text{ SLPM} = 5 \text{ Volt} : 50\text{SCCM}$$

$$X = \frac{1,5 \text{ Volt} \times 50\text{SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 15\text{SCCM}$$

$$X = 0,015\text{SLPM} = 0,015\text{L/menit}$$

C. Perhitungan Konsentrasi N₂

Kecepatan *Mass Flow Controller* maksimum= 10 SLPM (Standart Liter Per Minute) dengan tegangan 0-5 Volt.

Tegangan yang digunakan 0,1V

$$0,1\text{Volt} : X \text{ SLPM} = 5 \text{ Volt} : 10 \text{ SLPM}$$

$$X = \frac{0,1 \text{ Volt} \times 10 \text{ SLPM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 0,2 \text{ SLPM}$$

D. Perhitungan Konsentrasi N₂O pada Karakterisasi Kinerja Sensor

Kecepatan *Mass Flow Controller* maksimum= 50 SCCM (Standart Centimeter Cubic Perminute) dengan tegangan 0-5 Volt

$$\% \text{ Volume} = \frac{VN_2O}{VN_2O+VN_2} \times 100\%$$

D.1 Tegangan 0,5 V

$$0,5 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50\text{SCCM}$$

$$X = \frac{0,5 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 5 \text{ SCCM} = 0,05 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0,005}{0,005+0,2} \times 100\% = 2,24 \%$$

D.2 Tegangan 1 V

$$1 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{1 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 10 \text{ SCCM} = 0,01 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0,01}{0,01+0,2} \times 100\% = 4,48 \%$$

D.3 Tegangan 2 V

$$2 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{2 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 20 \text{ SCCM} = 0,02 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0,02}{0,02+0,2} \times 100\% = 9,09 \%$$

D.4 Tegangan 3V

$$3 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{3 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 30 \text{ SCCM} = 0,03 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0,03}{0,03+0,02} \times 100\% = 13,04 \%$$

D.5 Tegangan 4V

$$4 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{4 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 40 \text{ SCCM} = 0,04 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0.04}{0.04+0.2} \times 100\% = 16.67 \%$$

C.6 Tegangan 5V

$$5 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{5 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 50 \text{ SCCM} = 0.05 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0.05}{0.05+0.2} \times 100\% = 20 \%$$

E. Perhitungan Konsentrasi CO₂

Kecepatan *Mass Flow Controller* maksimum= 50 SCCM (Standart Centimeter Cubic Perminute) dengan tegangan 0-5 Volt

$$5 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{5 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 50 \text{ SCCM} = 0,05 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0.05}{0.05+0.2} \times 100\% = 20 \%$$

F. Perhitungan Konsentrasi O₂

Kecepatan *Mass Flow Controller* maksimum= 50 SCCM (Standart Centimeter Cubic Perminute) dengan tegangan 0-5 Volt

$$5 \text{ Volt} : X \text{ SCCM} = 5 \text{ Volt} : 50 \text{ SCCM}$$

$$X = \frac{5 \text{ Volt} \times 50 \text{ SCCM}}{5 \text{ Volt}}$$

$$X = 50 \text{ SCCM} = 0,05 \text{ L/ menit}$$

$$\frac{0.05}{0.05+0.2} \times 100\% = 20 \%$$

G. Perhitungan Batas Deteksi

Konsentrasi N ₂ O (%)	Sinyal Blanko (nA)					Rata - rata	STDEV
	U1	U2	U3	U4	U5		
0	-2,24	-2,31	-2,62	-2,53	-2,6	-2,46	0,1555

$$y_{\text{lod}} = \text{rata-rata sinyal blanko} + 3x \text{STDEV}_{\text{blanko}}$$

$$= -2,46 + 3x 0,1555$$

$$= -1,993$$

Persamaan regresi dari kurva kalibrasi :

$$y = -0,392x - 3,023$$

$$-1,993 = -0,392x - 3,023$$

$$-1,993 + 3,023 = -0,392x$$

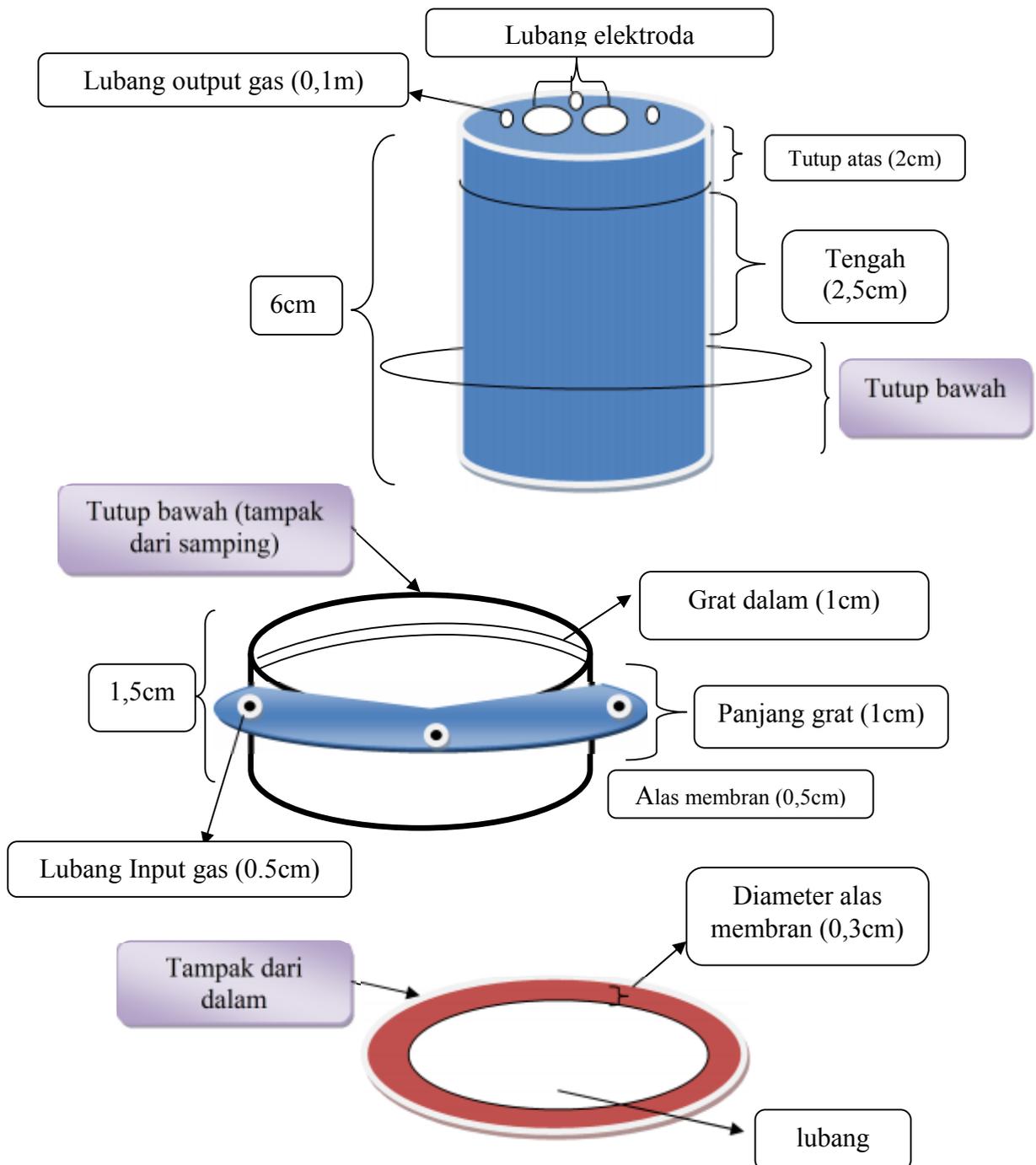
$$1,033 = -0,392x$$

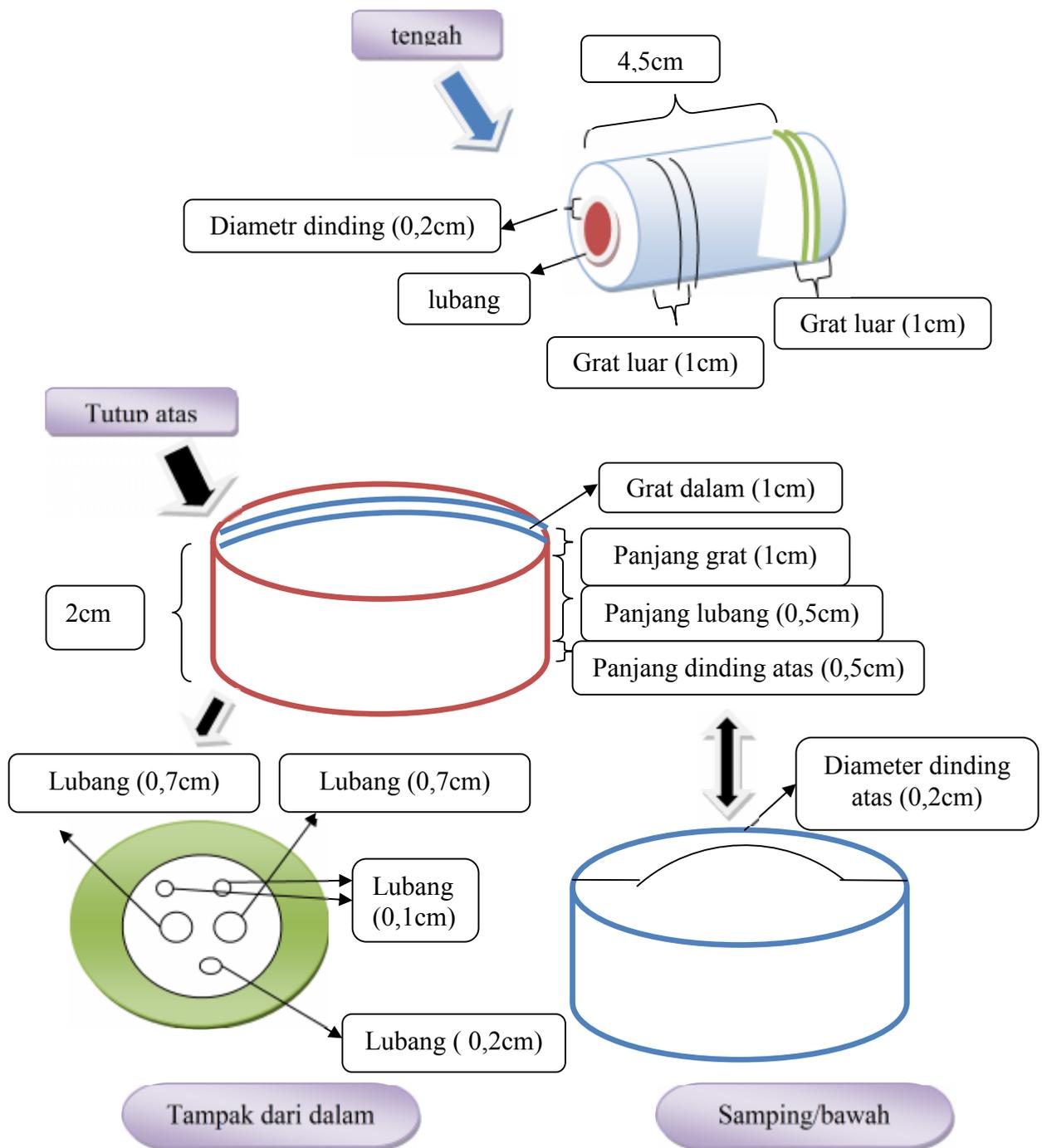
$$x = 1-2,621$$

$$x = 2,62$$

Jadi Limit Deteksi Sensor N₂O adalah sebesar 2,62% dengan arus reduksi yang dihasilkan sebesar -1,993nA.

H. Desain Sensor Gas N₂O





I. Data Respon Gas N₂ yang terukur pada Sensor Infra Red (IR)

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	7:45:06 AM	50	33,6	156	2974
Monday, October 10, 2011	7:46:07 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:47:07 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:48:08 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:49:09 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:50:09 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:51:10 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:52:11 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:53:10 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:54:10 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:55:10 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:56:11 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:57:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:58:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:59:14 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:60:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:57:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:58:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	7:59:14 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:00:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:01:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:02:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:03:14 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:04:15 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:05:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:06:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:07:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:08:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:09:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:10:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:11:12 AM	50	33,6	156	2974

Monday October 10, 2011	8:12:12 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:13:13 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:14:14 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:15:15 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:16:15 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:17:16 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:18:16 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:19:17 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:20:18 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:21:19 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:22:19 AM	50	33,6	156	2974
Monday October 10, 2011	8:23:20 AM	50	33,6	156	2974

J. Data Respon Gas N₂O yang terukur pada Sensor Infra Red (IR)

J.1 Konsentrasi Gas N₂O 2.24%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	9:32:28 AM	1000	33,6	156	2974
Monday, October 10, 2011	9:33:28 AM	1000	33,5	124	2963
Monday, October 10, 2011	9:34:28 AM	1000	33,5	98	2949
Monday, October 10, 2011	9:35:29 AM	1000	33,5	134	2952
Monday, October 10, 2011	9:36:29 AM	1000	33,5	143	2959
Monday, October 10, 2011	9:37:29 AM	1000	33,5	140	2965
Monday, October 10, 2011	9:38:29 AM	1000	33,5	161	2971
Monday, October 10, 2011	9:39:29 AM	1000	33,5	179	2979
Monday, October 10, 2011	9:40:29 AM	1000	33,5	198	2983
Monday, October 10, 2011	9:41:30 AM	1000	33,5	211	2986
Monday, October 10, 2011	9:42:29 AM	1000	33,5	185	2986
Monday, October 10, 2011	9:43:29 AM	1000	33,5	156	2978
Monday, October 10, 2011	9:44:29 AM	1000	33,5	148	2975
Monday, October 10, 2011	9:45:29 AM	1000	33,5	149	2968
Monday, October 10, 2011	9:46:28 AM	1000	33,6	156	2974
Monday, October 10, 2011	9:47:28 AM	1000	33,5	124	2963
Monday, October 10, 2011	9:48:28 AM	1000	33,5	98	2949

Monday, October 10, 2011	9:49:29 AM	1000	33,5	134	2952
Monday, October 10, 2011	9:50:29 AM	1000	33,5	143	2959
Monday, October 10, 2011	9:51:29 AM	1000	33,5	140	2965
Monday, October 10, 2011	9:52:29 AM	1000	33,5	161	2971
Monday, October 10, 2011	9:53:29 AM	1000	33,5	179	2979
Monday, October 10, 2011	9:54:29 AM	1000	33,5	198	2983
Monday, October 10, 2011	9:55:30 AM	1000	33,5	211	2986
Monday, October 10, 2011	9:56:29 AM	1000	33,5	185	2986
Monday, October 10, 2011	9:57:29 AM	1000	33,5	156	2978
Monday, October 10, 2011	9:58:29 AM	1000	33,5	148	2975
Monday, October 10, 2011	9:59:29 AM	1000	33,5	149	2968

J.2 Konsentrasi Gas N₂O 4.04%%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	10:00:48 AM	1000	33,6	100	2930
Monday, October 10, 2011	10:01:49 AM	1000	33,5	84	2924
Monday, October 10, 2011	10:02:49 AM	1000	33,5	93	2921
Monday, October 10, 2011	10:03:50 AM	1000	33,5	5539	2911
Monday, October 10, 2011	10:04:52 AM	1000	33,5	10992	2887
Monday, October 10, 2011	10:05:52 AM	1000	33,5	13713	2857
Monday, October 10, 2011	10:06:50 AM	1000	65,7	13655	939
Monday, October 10, 2011	10:07:49 AM	1000	47,0	19128	1761
Monday, October 10, 2011	10:08:33 AM	1000	74,3	5461	711
Monday, October 10, 2011	10:09:33 AM	1000	56,2	5472	1307
Monday, October 10, 2011	10:10:33 AM	1000	36,1	5513	2616
Monday, October 10, 2011	10:11:33 AM	1000	33,6	5530	2856
Monday, October 10, 2011	10:12:33 AM	1000	33,6	5533	2854
Monday, October 10, 2011	10:13:33 AM	1000	33,6	5520	2849

J.3 Konsentrasi N₂O 9.09%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	10:21:59 AM	1000	62,1	13666	1051
Monday, October 10, 2011	10:22:58 AM	1000	41,7	21877	2099

Monday, October 10, 2011	10:23:58 AM	1000	33,5	27337	2794
Monday, October 10, 2011	10:24:58 AM	1000	33,5	19157	2793
Monday, October 10, 2011	10:25:58 AM	1000	33,5	21869	2790
Monday, October 10, 2011	10:26:58 AM	1000	33,5	21873	2789
Monday, October 10, 2011	10:27:58 AM	1000	33,5	27327	2784
Monday, October 10, 2011	10:28:58 AM	1000	33,5	-32752	2778
Monday, October 10, 2011	10:29:58 AM	1000	33,5	27328	2770
Monday, October 10, 2011	10:30:59 AM	1000	33,5	30050	2760
Monday, October 10, 2011	10:31:58 AM	1000	33,5	21875	2753
Monday, October 10, 2011	10:32:59 AM	1000	33,5	19157	2746
Monday, October 10, 2011	10:33:59 AM	1000	33,5	-21830	2712
Monday, October 10, 2011	10:34:58 AM	1000	33,5	-19124	2709
Monday, October 10, 2011	10:35:58 AM	1000	33,5	-32733	2707
Monday, October 10, 2011	10:40:17 AM	1000	69,6	13652	777
Monday, October 10, 2011	10:41:17 AM	1000	45,0	21869	1776
Monday, October 10, 2011	10:42:17 AM	1000	35,9	27345	2440
Monday, October 10, 2011	10:43:17 AM	1000	33,4	13736	2657
Monday, October 10, 2011	10:44:17 AM	1000	33,4	19189	2651
Monday, October 10, 2011	10:45:17 AM	1000	33,4	21911	2647
Monday, October 10, 2011	10:46:17 AM	1000	33,4	21908	2637
Monday, October 10, 2011	10:47:17 AM	1000	33,4	11007	2629
Monday, October 10, 2011	10:48:17 AM	1000	33,4	13730	2621
Monday, October 10, 2011	10:54:15 AM	1000	62,0	2766	963

J.4 Konsentrasi N₂O 13.04%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	10:56:59 AM	1000	33,3	93	2549
Monday, October 10, 2011	10:58:00 AM	1000	33,3	2817	2541
Monday, October 10, 2011	10:59:00 AM	1000	33,3	5543	2538
Monday, October 10, 2011	11:00:00 AM	1000	33,3	5547	2534
Monday, October 10, 2011	11:01:01 AM	1000	33,4	5551	2527
Monday, October 10, 2011	11:02:02 AM	1000	33,4	116	2515
Monday, October 10, 2011	11:03:01 AM	1000	33,4	119	2510

Monday, October 10, 2011	11:04:01 AM	1000	33,4	2855	2495
Monday, October 10, 2011	11:05:01 AM	1000	33,4	2852	2487
Monday, October 10, 2011	11:06:01 AM	1000	33,4	2847	2489
Monday, October 10, 2011	11:07:01 AM	1000	33,4	113	2494
Monday, October 10, 2011	11:08:01 AM	1000	33,4	104	2500
Monday, October 10, 2011	11:09:01 AM	1000	33,4	104	2514
Monday, October 10, 2011	11:11:13 AM	1000	33,3	2825	2532
Monday, October 10, 2011	11:17:09 AM	1000	85,0	13	437
Monday, October 10, 2011	11:18:09 AM	1000	53,2	2768	1310
Monday, October 10, 2011	11:19:10 AM	1000	41,4	5515	1963
Monday, October 10, 2011	11:20:10 AM	1000	33,3	8265	2609
Monday, October 10, 2011	11:21:09 AM	1000	33,2	5548	2599
Monday, October 10, 2011	11:22:10 AM	1000	33,2	2830	2592
Monday, October 10, 2011	11:23:09 AM	1000	33,2	2830	2583

J.5 Konsentrasi N₂O 16.67%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	11:30:59 AM	1000	33,3	93	2549
Monday, October 10, 2011	11:31:00 AM	1000	33,3	2817	2541
Monday, October 10, 2011	11:32:00 AM	1000	33,3	5543	2538
Monday, October 10, 2011	11:33:00 AM	1000	33,3	5547	2534
Monday, October 10, 2011	11:34:01 AM	1000	33,4	5551	2527
Monday, October 10, 2011	11:35:02 AM	1000	33,4	116	2515
Monday, October 10, 2011	11:36:01 AM	1000	33,4	119	2510
Monday, October 10, 2011	11:37:01 AM	1000	33,4	2855	2495
Monday, October 10, 2011	11:38:01 AM	1000	33,4	2852	2487
Monday, October 10, 2011	11:39:01 AM	1000	33,4	2847	2489
Monday, October 10, 2011	11:40:01 AM	1000	33,4	113	2494
Monday, October 10, 2011	11:41:01 AM	1000	33,4	104	2500
Monday, October 10, 2011	11:42:01 AM	1000	33,4	104	2514
Monday, October 10, 2011	11:43:13 AM	1000	33,3	2825	2532
Monday, October 10, 2011	11:44:09 AM	1000	85,0	13	437
Monday, October 10, 2011	11:45:09 AM	1000	53,2	2768	1310

Monday, October 10, 2011	11:46:10 AM	1000	41,4	5515	1963
Monday, October 10, 2011	11:47:10 AM	1000	33,3	8265	2609
Monday, October 10, 2011	11:48:09 AM	1000	33,2	5548	2599
Monday, October 10, 2011	11:49:10 AM	1000	33,2	2830	2592
Monday, October 10, 2011	11:50:09 AM	1000	33,2	2830	2583

J.6 Konsentrasi N₂O 20%

Date	Time	Reading IR-USER	Temp deg C	Active Counts	Reference Counts
Monday, October 10, 2011	11:51:20 AM	1000	91,8	2736	331
Monday, October 10, 2011	11:52:19 AM	1000	65,3	10929	881
Monday, October 10, 2011	11:53:21 AM	1000	44,7	13691	1757
Monday, October 10, 2011	11:54:20 AM	1000	35,6	13721	2415
Monday, October 10, 2011	11:55:20 AM	1000	33,1	11016	2626
Monday, October 10, 2011	11:56:20 AM	1000	33,1	8292	2623
Monday, October 10, 2011	11:57:20 AM	1000	33,1	8299	2615
Monday, October 10, 2011	11:58:19 AM	1000	33,1	8300	2607
Monday, October 10, 2011	11:59:20 AM	1000	33,1	11018	2600
Monday, October 10, 2011	12:00:19 AM	1000	33,1	8291	2591
Monday, October 10, 2011	12:01:20 AM	1000	33,1	5560	2568
Monday, October 10, 2011	12:02:19 AM	1000	33,1	2819	2553
Monday, October 10, 2011	12:03:20 AM	1000	33,1	2801	2534
Monday, October 10, 2011	12:04:20 AM	1000	33,1	2801	2522
Monday, October 10, 2011	12:05:20 AM	1000	33,1	5548	2516
Monday, October 10, 2011	12:06:20 AM	1000	33,1	2849	2510
Monday, October 10, 2011	12:07:20 AM	1000	91,8	2736	331
Monday, October 10, 2011	12:08:19 AM	1000	65,3	10929	881
Monday, October 10, 2011	12:09:21 AM	1000	44,7	13691	1757
Monday, October 10, 2011	12:10:20 AM	1000	35,6	13721	2415
Monday, October 10, 2011	12:11:20 AM	1000	33,1	11016	2626
Monday, October 10, 2011	12:12:20 AM	1000	33,1	8292	2623
Monday, October 10, 2011	12:13:20 AM	1000	33,1	8299	2615
Monday, October 10, 2011	12:14:19 AM	1000	33,1	8300	2607
Monday, October 10, 2011	12:15:20 AM	1000	33,1	11018	2600
Monday, October 10, 2011	12:16:19 AM	1000	33,1	8291	2591

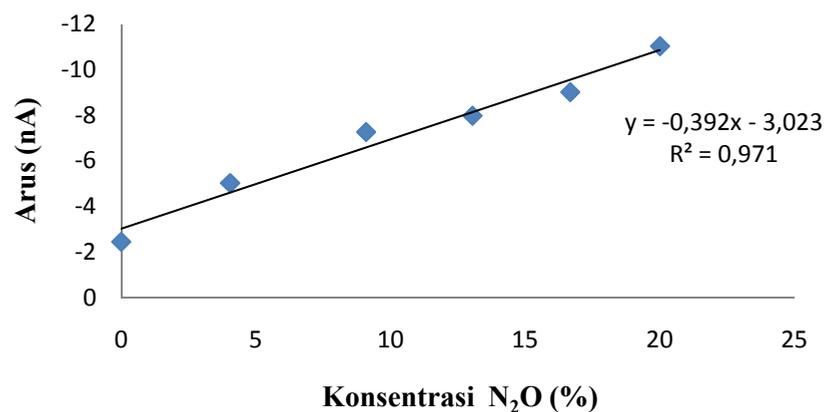
Monday, October 10, 2011	12:17:20 AM	1000	33,1	5560	2568
Monday, October 10, 2011	12:18:19 AM	1000	33,1	2819	2553
Monday, October 10, 2011	12:19:20 AM	1000	33,1	2801	2534
Monday, October 10, 2011	12:20:20 AM	1000	33,1	2801	2522
Monday, October 10, 2011	12:21:20 AM	1000	33,1	5548	2516
Monday, October 10, 2011	12:22:20 AM	1000	33,1	2849	2510

K. Data Kurva Kalibrasi N₂O

K.1. Tabel Arus Reduksi Gas N₂O pada tiap Variasi Konsentrasi N₂O

Konsentrasi N ₂ O(%)	Arus (nA)
0,00	-2,460
2,24	-1,960
4,04	-5,030
9,09	-7,270
13,04	-7,983
16,67	-9,017
20,00	-11,027

K.2 Kurva Kalibrasi N₂O pada konsentrasi N₂O 0%-20%



K.3 Kurva Kalibrasi N₂O pada konsentrasi N₂O 4,04%-20%

