

## DAFTAR ISI

|  |      |
|--|------|
| HALAMAN SAMPUL   | i    |
| HALAMAN PENGESAHAN   | ii   |
| PERNYATAAN   | iii  |
| KATA PENGANTAR   | iv   |
| DAFTAR ISI   | vi   |
| DAFTAR GAMBAR  | ix   |
| DAFTAR TABEL   | xii  |
| DAFTAR PUBLIKASI   | xiii |
| INTISARI   | xiv  |
| ABSTRACT   | xv   |
| BAB I PENDAHULUAN  | 1    |
| I.1 Latar Belakang   | 1    |
| I.2 Tujuan Penelitian  | 4    |
| I.3 Manfaat Penelitian   | 4    |
| I.4 Keaslian Penelitian  | 5    |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA  | 8    |
| II.1 Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel emas                  | 8    |
| II.1.1 Reduksi ion emas dengan berbagai senyawa pereduksi          | 8    |
| II.1.2 Penstabilan nanopartikel emas                               | 12   |
| II.1.3 Mekanisme pembentukan nanopartikel emas                     | 14   |
| II.1.4 Karakterisasi nanopartikel emas                             | 17   |
| II.2 Asam <i>p</i> -Aminobenzoat dan Asam <i>p</i> -Aminosalisilat | 19   |
| II.2.1 Asam <i>p</i> -aminobenzoat                                 | 19   |
| II.2.2 Asam <i>p</i> -aminosalisilat                               | 20   |
| II.3 Sifat dan Interaksi Nanopartikel Emas Dengan Senyawa Kimia    | 21   |
| II.3.1 Resonansi plasmon permukaan                                 | 21   |
| II.3.2 Hubungan sifat optis dengan bentuk dan ukuran partikel      | 23   |

|   |    |
|---|----|
| II.4 Penentuan Senyawa Organofosfat Menggunakan Nanopartikel Emas                       | 23 |
| II.4.1 Struktur senyawa klorpirifos dan bahayanya di lingkungan                         | 23 |
| II.4.2 Metode analisis klorpirifos  | 25 |
| II.4.3 Interaksi nanopartikel emas dengan senyawa organofosfat                          | 26 |
| II.5. Validasi Metode Analisis Kimia  | 29 |
| II.5.1 Rentang linearitas   | 29 |
| II.5.2 Akurasi  | 30 |
| II.5.3 Presisi  | 31 |
| II.5.4 Batas deteksi dan batas kuantitasi   | 33 |
| II.5.5 Selektivitas   | 33 |
| II.5.6 <i>Ruggedness</i> (ketangguhan metode) dan <i>robustness</i> (kehandalan)        | 34 |
| II.6 Landasan Teori dan Hipotesis   | 35 |
| II.7 Rancangan Penelitian   | 39 |
| BAB III METODE PENELITIAN   | 41 |
| III.1 Bahan Penelitian  | 41 |
| III.2 Alat Penelitian   | 41 |
| III.3 Prosedur Penelitian   | 41 |
| III.3.1 Preparasi larutan $\text{HAuCl}_4$  | 41 |
| III.3.2 Sintesis nanopartikel emas  | 42 |
| III.3.3 Uji kestabilan nanopartikel emas  | 43 |
| III.3.4 Karakterisasi nanopartikel emas   | 44 |
| III.3.5 Deteksi klorpirifos menggunakan nanopartikel emas                               | 44 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN   | 47 |
| IV.I Sintesis Nanopartikel Emas (AuNPs)   | 47 |
| IV.1.1 Kondisi pH dan waktu reaksi  | 47 |
| IV.1.2. Kemampuan reduksi asam <i>p</i> -aminobenzoat dan asam <i>p</i> -aminosalisilat | 56 |

|  |     |
|--|-----|
| IV.2 Kestabilan Nanopartikel Emas  | 66  |
| IV.3 Karakterisasi Nanopartikel Emas   | 69  |
| IV.3.1 <i>Transmission electron microscopy</i> (TEM), zeta<br>potensial, dan <i>dynamic light scattering</i> (DLS) | 69  |
| IV.3.2 Difraksi sinar-X  | 74  |
| IV.3.3 Spektrometri inframerah   | 76  |
| IV.4 Mekanisme Reaksi Pembentukan Nanopartikel Emas  | 80  |
| IV.5 Deteksi Klorpirifos Menggunakan Nanopartikel Emas   | 83  |
| IV.5.1 Selektifitas dan interferensi   | 86  |
| IV.5.2 Linearitas  | 88  |
| IV.5.3 Batas deteksi dan batas kuantitasi  | 89  |
| IV.5.4 Presisi   | 90  |
| IV.5.5 Akurasi   | 90  |
| IV.6 Mekanisme Reaksi Interaksi Klorpirifos dengan AuNPs/pABA  | 91  |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN   | 94  |
| V.1 Kesimpulan   | 94  |
| V.2 Saran  | 94  |
| DAFTAR PUSTAKA   | 95  |
| LAMPIRAN   | 103 |

## DAFTAR GAMBAR

|              |   |    |
|--------------|---|----|
| Gambar II.1  | Skema sintesis nanopartikel emas dengan metode reduksi kimia (Herizchi dkk., 2014)  | 9  |
| Gambar II.2  | Mekanisme pembentukan nanopartikel emas menggunakan natrium sitrat (Polte dkk., 2010)   | 15 |
| Gambar II.3  | Mekanisme pembentukan nanopartikel emas menggunakan kefaklor (Rai dkk., 2010)   | 16 |
| Gambar II.4  | Mekanisme umum pembentukan AuNPs (Polte, 2015)  | 16 |
| Gambar II.5  | Spektra FTIR nanopartikel emas-kloroplas (Zhang dkk., 2011)   | 18 |
| Gambar II.6  | Citra TEM nanopartikel emas (Miranda-Andrades dkk., 2016)   | 19 |
| Gambar II.7  | Struktur asam <i>p</i> -aminobenzoat  | 20 |
| Gambar II.8  | Struktur asam <i>p</i> -aminosalisilat  | 20 |
| Gambar II.9  | Interaksi cahaya dan elektron pada nanopartikel menghasilkan plasmon dwikutub (Eustis dan El Sayed, 2006)   | 21 |
| Gambar II.10 | Struktur klorpirifos  | 25 |
| Gambar II.11 | Proses agregasi nanopartikel emas pada deteksi etil paration (Bala dkk., 2014)  | 27 |
| Gambar II.12 | Formasi terjadinya agregasi pada nanopartikel emas (Barman dkk., 2013)  | 28 |
| Gambar II.13 | Ikatan hidrogen intramolekuler asam <i>p</i> -aminosalisilat  | 37 |
| Gambar II.14 | Mekanisme reaksi deteksi senyawa organofosfat menggunakan AuNPs (Zhu dkk., 2015)  | 38 |
| Gambar IV.1  | A) Spektra resonansi plasmon permukaan dan warna nanopartikel emas dengan pereduksi B) asam <i>p</i> -aminobenzoat C) asam <i>p</i> -aminosalisilat | 48 |
| Gambar IV.2  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat pada berbagai variasi pH  | 50 |
| Gambar IV.3  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminosalisilat pada berbagai variasi pH  | 51 |
| Gambar IV.4  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat pada berbagai variasi waktu reaksi  | 53 |

|              |  |    |
|--------------|--|----|
| Gambar IV.5  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat pada berbagai variasi waktu reaksi   | 54 |
| Gambar IV.6  | Absorbansi nanopartikel emas yang di sintesis dengan asam <i>p</i> -aminobenzoat setelah reaksi dan setelah penyimpanan 7 hari   | 55 |
| Gambar IV.7  | Absorbansi nanopartikel emas yang di sintesis dengan asam <i>p</i> -aminobenzoat setelah reaksi dan setelah penyimpanan 7 hari   | 55 |
| Gambar IV.8  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat pada berbagai variasi konsentrasi HAuCl <sub>4</sub>   | 57 |
| Gambar IV.9  | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminosalisilat pada berbagai variasi konsentrasi HAuCl <sub>4</sub>   | 58 |
| Gambar IV.10 | Grafik hubungan konsentrasi HAuCl <sub>4</sub> dengan absorbansi nanopartikel emas dari kedua jenis reduktor   | 59 |
| Gambar IV.11 | Voltamogram siklik senyawa a) asam <i>p</i> -aminobenzoat b) asam <i>p</i> -aminosalisilat   | 60 |
| Gambar IV.12 | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat pada berbagai variasi konsentrasi asam <i>p</i> -aminobenzoat  | 61 |
| Gambar IV.13 | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminosalisilat pada berbagai variasi konsentrasi asam <i>p</i> -aminosalisilat  | 62 |
| Gambar IV.14 | Citra TEM dan distribusi ukuran AuNPs dengan reduktor a) [asam <i>p</i> -aminobenzoat] 15 mM b) [asam <i>p</i> -aminobenzoat] 20 mM dan c) [asam <i>p</i> -aminobenzoat] 25 mM       | 64 |
| Gambar IV.15 | Citra TEM dan distribusi ukuran AuNPs dengan reduktor a) [asam <i>p</i> -aminosalisilat] 15 mM b) [asam <i>p</i> -aminosalisilat] 20 mM dan c) [asam <i>p</i> -aminosalisilat] 25 mM | 65 |
| Gambar IV.16 | Grafik kestabilan nanopartikel emas hasil sintesis   | 67 |
| Gambar IV.17 | Spektra SPR AuNPs dengan reduktor asam <i>p</i> -aminosalisilat dan asam <i>p</i> -aminobenzoat setelah disimpan 5 bulan   | 68 |
| Gambar IV.18 | Citra TEM nanopartikel emas yang disintesis dengan reduktor asam <i>p</i> -aminobenzoat  | 70 |
| Gambar IV.19 | Distribusi rata-rata ukuran AuNPs-pABA menggunakan DLS   | 71 |

|              |   |    |
|--------------|---|----|
| Gambar IV.20 | Citra TEM nanopartikel emas yang disintesis dengan reduktor asam p-aminosalisilat   | 72 |
| Gambar IV.21 | Distribusi rata-rata ukuran AuNPs-pASA menggunakan DLS  | 73 |
| Gambar IV.22 | Difraktogram sinar-X AuNPs hasil sintesis menggunakan asam <i>p</i> -aminobenzoat dan asam <i>p</i> -aminosalisilat                           | 75 |
| Gambar IV.23 | Spektra FTIR a) asam <i>p</i> -aminobenzoat dan b) AuNPs/pABA   | 77 |
| Gambar IV.24 | Spektra FTIR a) asam <i>p</i> -aminosalisilat dan b) AuNPs/pASA   | 79 |
| Gambar IV.25 | Mekanisme reaksi pembentukan nanopartikel emas menggunakan asam <i>p</i> -aminobenzoat  | 80 |
| Gambar IV.26 | Mekanisme reaksi pembentukan nanopartikel emas menggunakan asam <i>p</i> -aminosalisilat  | 81 |
| Gambar IV.27 | Spektra SPR AuNPs/pABA sebelum dan sesudah bereaksi dengan klorpirifos  | 85 |
| Gambar IV.28 | Citra TEM AuNPs/pABA sebelum penambahan Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (kiri) dan sesudah penambahan Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (kanan) | 86 |
| Gambar IV.29 | Perubahan spektra SPR AuNPs/pABA pada penambahan berbagai jenis analit  | 87 |
| Gambar IV.30 | Kurva linearitas AuNPs/pABA setelah berinteraksi dengan klorpirifos   | 89 |
| Gambar IV.31 | Citra TEM AuNPs setelah bereaksi dengan klorpirifos   | 91 |
| Gambar IV.32 | Mekanisme deteksi senyawa klorpirifos menggunakan AuNPs/pABA  | 92 |

## DAFTAR TABEL

|            |  |    |
|------------|--|----|
| Tabel II.1 | Persen perolehan kembali yang diterima sesuai dengan level analit                                    | 31 |
| Tabel II.2 | Struktur dan nilai pKa asam <i>p</i> -aminobenzoat dan asam <i>p</i> -aminosalisilat                 | 36 |
| Tabel IV.1 | Nilai potensial zeta dan ukuran partikel AuNPs   | 73 |
| Tabel IV.2 | Perubahan absorbansi serapan puncak utama dan puncak sekunder AuNPs pada berbagai jenis interferensi | 88 |
| Tabel IV.3 | Nilai Presisi AuNPs/pABA dengan tujuh kali pengulangan   | 90 |