

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan dimulai sejak Februari sampai Mei 2013 yang bertempat di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material, serta pengujian menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan FTIR di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Serta Analisis SEM dilakukan di Hiroshima *University*, Jepang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang telah digunakan adalah gelas kimia, tabung reaksi, rak tabung reaksi, spatula, batang pengaduk, corong saring, *magnetic stirrer*, *heater dan stirrer*, neraca analitis, plastik *wrap*, kertas saring, labu erlenmeyer, labu ukur, volume pipet, botol vial coklat, pipet tetes, inkubator, sentrifugator, sonikator, Spektroskopi UV-Vis, dan FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang telah digunakan adalah Au (III) kloridehidrat ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 99,999%), daun teh hijau, aquabidest, etanol, metanol, melamin, TCA, dan susu bubuk.

3.3 Metode Penelitian

Nanopartikel Au disintesis dengan bantuan ekstrak daun teh hijau sebagai oksidator kuat sehingga menurunkan muatan Au +3 menjadi 0. Nanopartikel Au yang telah terbentuk diamati serapan gelombang menggunakan UV-Vis dan FTIR untuk mengetahui apakah getaran yang dihasilkan telah sesuai atau tidak. SEM digunakan untuk mengetahui Au yang terbentuk apakah telah berbentuk nano atau

tidak. Nanopartikel Au diaplikasikan pada pendeteksian keberadaan senyawa melamin dalam susu bubuk dengan adanya perubahan warna atau pergeseran nilai serapan gelombang menggunakan UV-Vis dan menggunakan FTIR untuk mengamati puncak getaran pada setiap ikatan kimia yang khas.

3.4 Langkah Kerja

Pada penelitian ini dilakukan tiga langkah kerja yaitu proses preparasi, karakterisasi dan aplikasi. Dibawah ini merupakan langkah kerja secara rinci.

3.4.1 Preparasi Ekstrak Daun Teh Hijau

Teh hijau dipilih lalu dibersihkan dan dipotong kecil-kecil, kemudian dikeringkan untuk menghilangkan kadar air. Teh hijau ditimbang sebanyak 5 gram kemudian direndam dalam 100 mL etanol untuk memperoleh ekstrak dari daun teh hijau. Ekstraksi diawali dengan mengaduk larutan dengan *magnetic stirrer* dan dipanaskan. Kemudian diekstraksi secara maserasi. Ekstrak daun teh hijau yang telah didapat kemudian disaring.

3.4.2 Preparasi Larutan H_{Au}Cl₄

Larutan H_{Au}Cl₄.3H₂O 1000 ppm dibuat dengan cara mengambil 0,025 gram padatan H_{Au}Cl₄ kemudian dilarutkan dengan aquabidest sampai volume 25 mL. Larutan H_{Au}Cl₄ dibuat 3 variasi konsentrasi yaitu 80 ppm, 100 ppm, dan 120 ppm. Diambil 0,8 mL, 1 mL, dan 1,2 mL larutan H_{Au}Cl₄ kemudian masing-masing dilarutkan dengan aquabidest sampai 10 mL.

3.4.3 Preparasi Larutan Melamin 500 ppm

Ditimbang serbuk padatan melamin sebanyak 0,025 gram (hasil penimbangan = 0,0258 gram). Kemudian dilarutkan dengan campuran metanol-aquabidest 50% v/v sampai 500 mL, dan dikocok untuk menghomogenkan larutan.

3.4.4 Preparasi Nanopartikel Au Menggunakan Medium Ekstrak Daun Teh Hijau

Diambil 10 mL larutan HAuCl_4 kemudian dimasukkan kedalam labu erlenmeyer masukkan *magnetic stirrer*, lalu diaduk sambil dipanaskan dengan suhu 37°C . Setelah itu ditambahkan ekstrak teh hijau per-tetes sampai warna merah anggur. Ekstrak teh hijau ditambahkan sebanyak 10 tetes pada larutan nanopartikel Au dengan konsentrasi 80 ppm, 100 ppm, dan 120 ppm.

3.4.5 Preparasi Susu Bubuk Sampel

Susu bubuk sampel (dancow) sebanyak 1 gram dilarutkan dengan 10 mL aquabides dan ditambahkan TCA sebanyak 2 mL, lalu dikocok sampai semuanya benar-benar bercampur. Lalu disentrifugasi 3000 rpm, sampai terbentuk endapan dan larutan. Kemudian hasilnya disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan endapannya.

3.4.6 Karakterisasi Larutan Nanopartikel Au

Larutan nanopartikel Au yang telah berhasil dipreparasi kemudian dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui ukuran partikel yang terbentuk. Selanjutnya, 10 mL larutan nanopartikel dibagi 2 bagian, 5 mL pertama diukur dengan UV-Vis dan 5 mL kedua ditambahkan dengan larutan melamin 500 ppm. Kemudian dibuat variasi kedua yaitu penambahan ekstrak teh hijau 8 tetes, 10 tetes, dan 12 tetes. Larutan didinginkan dan dibagi 2 bagian, 5 mL pertama diukur dengan UV-Vis dan 5 mL kedua ditambahkan dengan larutan melamin 500 ppm. Kemudian larutan nanopartikel Au dikeringkan untuk selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR.

3.4.7 Aplikasi Nanopartikel Au

Larutan nanopartikel Au diaplikasikan untuk mendeteksi keberadaan melamin dalam susu bubuk. Larutan melamin dan susu bubuk yang telah dipreparasi kemudian ditambahkan kedalam larutan nanopartikel Au yang berwarna merah anggur. Kemudian dikocok perlahan dan diamati perubahan

warna menggunakan analisis organoleptis. Serta dilakukan pula analisis UV-Vis untuk mengetahui perubahan serapan panjang gelombang dan analisis FTIR untuk mengetahui adanya puncak yang muncul akibat adanya ikatan baru dari hasil interaksi melamin dan nanopartikel Au pada larutan nanopartikel Au yang telah ditambahkan melamin.

