BAB III
METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari hingga Juli 2013 di Laboratorium Kimia Riset Makanan dan Material Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, dan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Determinasi daun mint (*Mentha cordifolia Opiz*) dilakukan di Laboratorium Mikrobiologi, Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati, Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Hiroshima *University*, Jepang.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain alat sentrifugasi KOKUSAN CORPORATION tipe H-103N, *ball* pipet, batang pengaduk, botol semprot 250 mL, botol *vial*, corong tangkai pendek, gelas kimia 100 mL dan 500mL, gelas ukur 5 mL, 10 mL, dan 15 mL, *Hot Plate*, inkubator, instrumen UV-mini-1240V Shimadzu, kaca arloji, kertas saring Whatman No.1, Labu Erlenmeyer 50 mL, labu ukur 10 mL dan 50 mL, *magnetic stirrer*, neraca analitik dengan ketelitian 4 desimal, pH meter, pipet tetes, pipet volum 5 mL, *spatula*, tabung reaksi, tabung sentrifugasi, dan termometer.

3.2.2. Bahan

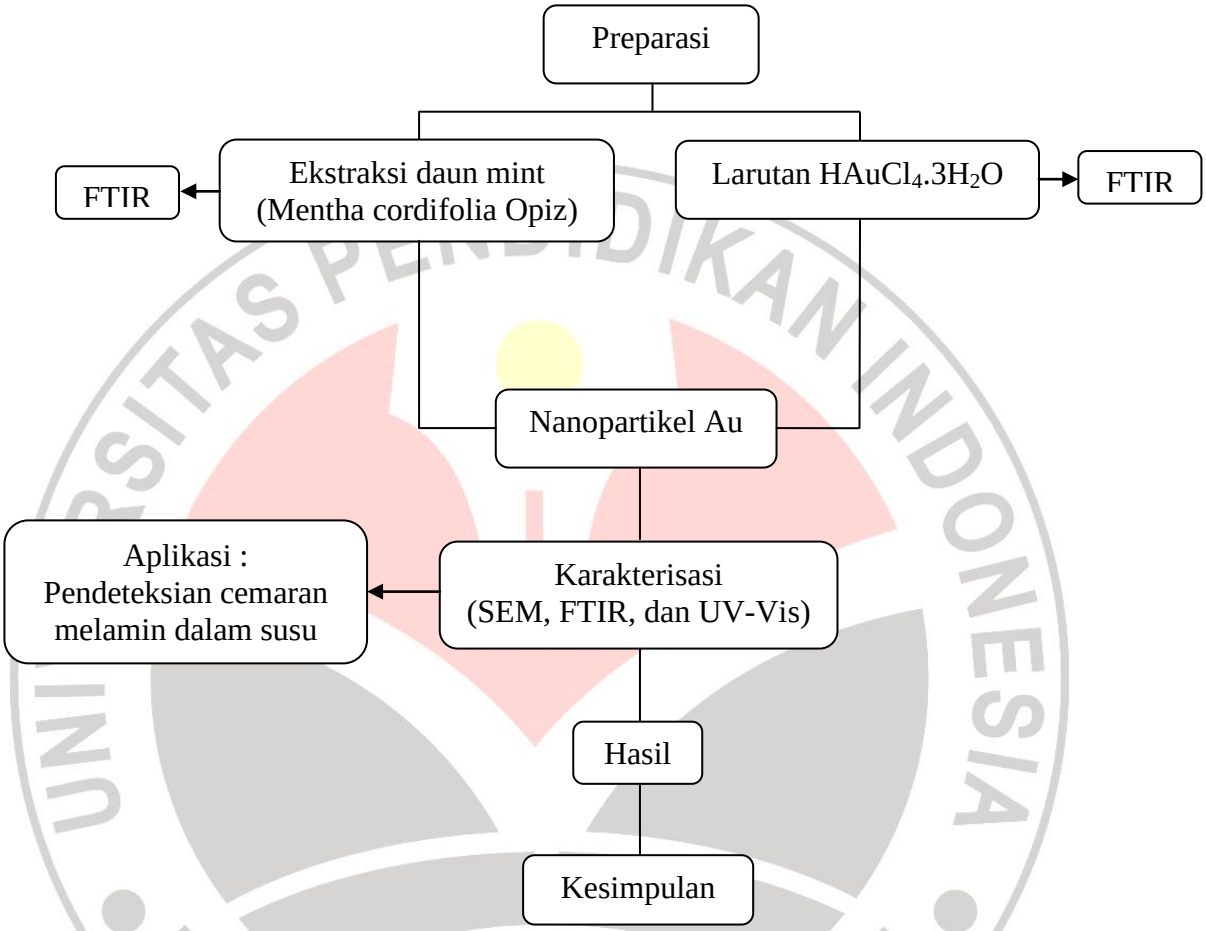
Bahan yang digunakan antara lain asam kloroaurat ($HAuCl_4.3H_2O$), daun *Mentha cordifolia*, Na-sitrat, sampel susu bubuk, melamin murni (≥ 99%), methanol, asam trikloroasetat, NaOH, HCl, akuabides, akuades, dan kertas saring whatman No.1.

3.3. Metode Penelitian

Metode penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan, yaitu preparasi nanopartikel Au dan ekstrak daun mint (*Mentha cordifolia Opiz*), karakterisasi nanopartikel Au, dan Aplikasi nanopartikel Au sebagai pendeteksi cemaran

Dewi Shalati Hasanah, 2013
Preparasi Nanopartikel Au Dengan Memanfaatkan Ekstrak Daun Mint (Mentha corditolia Opiz) Sebagai Pendeteksi Cemaran Malamin
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

melamin dalam susu. Adapun bagan alir penelitian yang terdapat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Bagan Alir Tahapan Penelitian

3.4. Langkah Kerja

a. Preparasi ekstraksi daun mint (*Mentha cordifolia Opiz)*

Dalam proses ekstraksi, daun mint (*Mentha cordifolia Opiz)* dibersihkan sebanyak 3 kali dengan menggunakan akuades. Daun yang telah bersih dikeringkan selama 5 hari dalam suhu ruang. Daun yang telah kering dihancurkan hingga menjadi bagian-bagian yang kecil dengan menggunakan *blender*. Serbuk daun yang diperoleh, kemudian disterilisasi dengan cara dioven pada suhu 121°C selama 10 menit. Serbuk daun steril kemudian ditimbang sebanyak 5 gram. 5

gram serbuk dimasukan ke dalam akuabides sebanyak 50 mL. Campuran tersebut diinkubasi pada suhu 60°C selama 10 menit. Campuran yang telah diinkubasi, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No.1. Ekstrak daun mint (*Mentha cordifolia Opiz)* disimpan pada lemari pendingin pada suhu 4°C.

b. Pembuatan larutan stock $HAuCl_4.3H_2O$ 1000ppm

Padatan $HAuCl_4.3H_2O$ ditimbang sebanyak 0.05 g dengan menggunakan neraca analitis. Padatan $HAuCl_4.3H_2O$ sebanyak 0,05 g dilarutkan dengan akuabides. Larutan dikocok, kemudian ditambahkan kembali dengan akuabides sampai tanda batas dan dihomogenkan.

c. Pembuatan larutan penstabil Na-sitrat 1 %

Padatan Na-sitrat ditimbang sebanyak 0,17 g dengan menggunakan neraca analitis. 0,17g Na-sitrat dilarutkan dengan akuabides dan dimasukan ke dalam labu ukur 10mL. Larutan dikocok dan ditambahkan kembali dengan akuabides sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

d. Pembuatan pelarut metanol 50 % (v/v)

Pelarut metanol 50 % (v/v) dibuat dengan cara mencampurkan sejumlah volume yang sama antara metanol dengan akuabides. Metanol sebanyak 50 mL diukur dengan menggunakan gelas ukur, kemudian dimasukan ke dalam gelas kimia yang telah berisi akuabides sebanyak 50 mL, diaduk dan dihomogenkan dengan menggunakan batang pengaduk.

e. Pembuatan larutan trikloroasetat (TCA) 10%

Padatan trikloroasetat (TCA) ditimbang sebanyak 1,32g dengan menggunakan neraca analitis. 1,32 padatan TCA dilarutkan dengan menggunakan pelarut metanol 50% (v/v), kemudian dimasukan ke dalam labu ukur 50 mL. Campuran dikocok dan dilarutkan kembali dengan pelarut metanol 50 % (v/v) sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

f. Pembuatan larutan stok melamin 1000 ppm

Padatan melamin sebanyak 0,05 g ditimbang dengan menggunakan neraca analitis. 0,05 g padatan melamin dilarutkan dengan menggunakan pelarut metanol 50 % (v/v) dalam labu ukur 50 mL. Kemudian, larutan melamin dikocok dan

dilarutkan kembali dengan menggunakan pelarut metanol 50 % (v/v) sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

g. Pembuatan larutan kerja melamin 1 ppm, 10 ppm, 100 ppm, dan 100 ppm

Larutan stok melamin 1000ppm dipipet masing-masing sebanyak 0,05 mL, 0,5 mL, dan 5 mL. Larutan melamin yang telah dipipet, kemudian dilarutkan dengan menggunakan pelarut metanol 50% (v/v) ke dalam labu ukur 50mL untuk masing-masing untuk konsentrasi 1 ppm, 10 ppm, 100 ppm, dan 1000 ppm.

h. Preparasi sampel susu bubuk

Susu bubuk ditimbang sebanyak 1 gram. Susu bubuk tersebut dilarutkan di dalam akuabides sebanyak 15 mL. Larutan susu tersebut diaduk dan dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 50°C. Kemudian, larutan susu diambil sebanyak 4mL. Lalu larutan susu dicampurkan dengan larutan TCA 1% sebanyak 5 mL di dalam setrifugasi *tubes*. Setelah itu, larutan sampel disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Larutan hasil sentrifugasi dipisahkan antara supernatan dan endapannya. Supernatan yang diperoleh ditambahkan dengan NaOH 6 M sampai pH larutan netral. Kemudian larutan supernatant kembali disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 3000 rpm.

i. Preparasi sampel susu yang telah ditambahkan dengan melamin standar

Masing-masing sampel susu bubuk netral hasil preparasi diukur sebanyak 1 mL ke dalam 4 tabung reaksi. Kemudian ke dalam 4 tabung reaksi tersebut ditambahkan masing-masing melamin dengan konsentrasi 1 ppm, 10 ppm, 100ppm, dan 1000 ppm. Larutan campuran tersebut didiamkan selam 30 menit untuk digunakan sebagai sampel uji.

j. Preparasi nanopartikel Au

Larutan stock $HAuCl_4.3H_2O$ 1000 ppm diukur maisng-masing sebanyak 0,8 mL, 1 mL, 1,2 mL, dan 2 mL untuk konsentrasi 80 ppm, 100 ppm, 120 ppm, dan 200 ppm. Kemudian masing-masing, larutan tersebut dimasukan ke dalam labu Erlenmeyer lalu diaduk dan dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 50°C selama 2 menit. Setelah itu, ekstrak daun mint (*Mentha cordifolia Opiz)* ditambahkan sebanyak 0,25 mL. Larutan diaduk dan dipanaskan kembali sampai terjadi perubahan warna larutan dari larutan berwarna kuning menjadi larutan

berwarna merah delima yang secara kualitatif menunjukan terbentuknya nanopartikel Au . Kemudian, pada larutan nanopartikel Au ditambahkan larutan Na-sitrat 1% sebanyak 1mL. Larutan merah delima yang terbentuk diukur nilai panjang gelombang maksimum dan absorbansinya dengan menggunakan spektroskopi UV-tampak pada panjang gelombang antara 400-800 nm. Agregat yang terbentuk selama proses reaksi diuji dengan menggunakan spektroskopi infra merah.

k. Optimasi pH nanopartikel Au

Larutan nanopartikel Au dengan konsentrasi 200ppm diukur sebanyak 1mL ke dalam 10 tabung reaksi. 5 tabung reaksi pertama yang berisi larutan nanopartikel Au 1mL ditambahkan dengan larutan NaOH 0,1N hingga pH larutan basa. Lalu, 5 tabung reaksi kedua yang berisi larutan nanopartikel Au 1 mL ditambahkan dengan larutan HCl 0,1N hingga pH larutan asam. Amati perubahan warna yang terjadi dan ukur pH larutan yang terbentuk.

l. Pengujian melamin dengan nanopartikel Au

Larutan nanopartikel Au dengan konsentrasi 200 ppm dan pH basa yang terdapat dalam 5 tabung rekasi ditambahkan dengan larutan sampel susu dan larutan sampel susu yang telah ditambahkan dengan melamin standar sebanyak 1mL. Penambahan larutan dilakukan tetes demi tetes hingga terjadi perubahan warna larutan dari warna larutan merah anggur menjadi larutan berwarna biru. Larutan biru yang terbentuk diukur nilai panjang gelombang maksimum dan absorbansi dengan menggunakan spektroskopi UV-tampak pada panjang gelombang 400-800 nm. Serta agregat yang terbentuk selama proses reaksi diuji dengan menggunakan spektroskopi infra merah.