

**DETEKSI KANDUNGAN ION LOGAM BERAT PADA AIR MINUM
MENGUNAKAN FLUORESENSI KARBON DOTS**



TESIS

Ilham Alkian

30000119420029

**PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU LINGKUNGAN
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG
2021**

HALAMAN PERSETUJUAN

TESIS

**DETEKSI KANDUNGAN ION LOGAM BERAT PADA AIR MINUM
MENGUNAKAN FLUORESENSI KARBON DOTS**

Disusun oleh :

Ilham Alkian

30000119420029

Mengetahui,
Komisi Pembimbing

Pembimbing Utama




Prof. Dr. Heri Sutanto, S.Si., M.Si.
NIP.197502151998021001

Dekan Sekolah Pascasarjana
Universitas Diponegoro

Dr. R.B. Sularto, S.H., M.Hum.
NIP. 196701011991031005

Pembimbing Kedua



Prof. Dr. Hadiyanto, S.T., M.Sc.
NIP.197510281999031004

Ketua Program Studi
Magister Ilmu Lingkungan



Dr. Eng. Maryono, S.T., M.T.
NIP. 197508112000121001

HALAMAN PENGESAHAN**DETEKSI KANDUNGAN ION LOGAM BERAT PADA AIR MINUM
MENGUNAKAN FLUORESENSI KARBON DOTS**

Disusun oleh :

Ilham Alkian

30000119420029

Telah dipertahapkan di depan Tim Penguji

Pada Tanggal 16 Agustus 2021

dan dinyatakan telah memenuhi syarat untuk diterima

Ketua

Prof. Dr. Ir. Syafrudin, CES., M.T.

Tanda Tangan



Anggota

1. Ferry Hermawan, S.T., M.T., P.hD.



2. Prof. Dr. Hadiyanto, S.T., M.Sc.



3. Prof. Dr. Heri Sutanto, S.Si., M.Si.



4. Dr. Fuad Muhammad, S.Si., M.Si.



HALAMAN PERNYATAAN

Dengan ini saya **Ilham Alkian** menyatakan bahwa Tesis yang berjudul DETEKSI KANDUNGAN ION LOGAM BERAT PADA AIR MINUM MENGGUNAKAN FLUORESENSI KARBON DOTS adalah benar-benar karya asli yang saya buat sendiri dan karya ilmiah/tesis ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar Magister (S-2) di Universitas Diponegoro maupun di Perguruan Tinggi lainnya.

Semua informasi yang dimuat dalam Tesis ini yang berasal dari karya orang lain, baik yang dipublikasikan atau tidak, telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar dan semua isi dari tesis ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab penulis.

Apabila di kemudian hari ditemukan seluruh atau sebagian tesis ini bukan hasil karya saya sendiri atau adanya plagiat dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi pencabutan gelar akademik yang saya sandang dan sanksi-sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Semarang, 16 Agustus 2021

Ilham Alkian

BIODATA PENULIS



Ilham Alkian, lahir di Pati pada tanggal 8 Januari 1996. Anak terakhir dari lima bersaudara pasangan Bapak Sukarmat dan Ibu Sripah. Penulis telah menyelesaikan pendidikan di SD N Tanggel tahun 2008, SMP N 01 Winong tahun 2011, SMA N 01 Jakenan tahun 2014 dan pada tahun yang sama penulis diterima di Program Studi S-1 Fisika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro melalui jalur SNMPTN. Pada tahun 2018, penulis menyelesaikan studi S-1 dengan menulis skripsi yang berjudul “Sintesis Carbon Nanodots dengan Metode *Microwave Irradiation* serta Aplikasinya sebagai *Sensitizer* Sel Surya *Dye-Sensitized Solar Cell*”. Penulis melanjutkan pendidikan S-2 di Magister Ilmu Lingkungan Universitas Diponegoro pada Januari 2020 melalui jalur PMDSU-Undip. Tesis yang disusun penulis sebagai syarat kelulusan program S-2 adalah Deteksi Kandungan Ion Logam Berat pada Air Minum Menggunakan Fluoresensi Karbon Dots.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan Proposal Tugas akhir/Tesis dengan judul “Deteksi Kandungan Ion Logam Berat pada Air Minum Menggunakan Fluoresensi Karbon Dots” dapat diselesaikan. Tugas akhir ini merupakan bagian persyaratan untuk mencapai derajat magister pada Program Studi Ilmu Lingkungan Program Pascasarjana Universitas Diponegoro (Undip) Semarang.

Pada kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penyusunan tesis ini, yaitu :

1. Dr. R. B. Sularto, SH., M. Hum selaku Dekan Sekolah Pascasarjana Universitas Diponegoro;
2. Dr. Eng. Maryono, S.T., M.T selaku Ketua Program Studi dan Dosen Wali penulis di Magister Ilmu Lingkungan;
3. Prof. Dr. Heri Sutanto, S.Si., M.Si. dan Prof. Dr. Hadiyanto, S.T., M.Sc. selaku dosen pembimbing atas saran, kritik, dan arahan selama proses penelitian dan penyusunan tesis;
4. Prof. Dr. Ir. Syafrudin, CES., M.T., Bapak Ferry Hermawan, S.T., M.T., P.hD., dan Dr. Fuad Muhamad, S.Si., M.Si. selaku dosen penguji atas masukan membangun yang diberikan;
5. Orang tua tercinta Bapak Sukarmat dan Ibu Sripah yang telah memberikan segalanya dan menganugerahkan doa-doanya siang malam tanpa henti demi kelancaran studi. Kupersembahkan karya akademik ini untuk kemuliaanmu di dunia dan akhirat kelak. Terimakasih yang tak terhingga kepada kakak-kakakku: Supriyadi, Pujiono, Ribut Suko Arini, dan Dwi Prahmawati, yang selalu mendukung dan menjadi inspirasiku untuk selalu berkarya;
6. Bapak Hastomo, Bapak Alwi, dan Bapak Doni yang telah membantu penulis dalam administrasi selama kuliah di MIL;

7. Asisten laboratorium terpadu: Wahyudi, Yoyon Wahyono, Wahyu Zuli Pratiwi, Rifa, Yaya, Dewi Qurota, Amnan Haris, Mbak Desti, Tegar, dan Mbak Menik atas bantuan selama penelitian;
8. Teman-teman beasiswa PMDSU-Undip angkatan 1, kita akan terus berjuang mengejar cita-cita;
9. Teman-teman Magister Ilmu Lingkungan Angkatan 57, 58, dan 59 atas kebersamaannya selama ini;
10. Seluruh civitas Program Studi Magister Ilmu Lingkungan UNDIP;

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan tesis ini masih terdapat kekurangan dan jauh dari sempurna. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk penelitian berikutnya. Semoga tesis ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di bidang ilmu lingkungan.

Semarang, 16 Agustus 2021

Penulis

Ilham Alkian

DAFTAR ISI

DETEKSI KANDUNGAN ION LOGAM BERAT PADA AIR MINUM MENGUNAKAN FLUORESENSI KARBON DOTS.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
BIODATA PENULIS.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
ABSTRAK.....	xv
ABSTRACT.....	xvi
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	6
1.5 Penelitian Terdahulu dan Keaslian Penelitian.....	7
1.6 Kerangka Pemikiran Penelitian.....	10
1.7 Hipotesis.....	10
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	12
2.1 Karbon Dots.....	12
2.2 Fluoresensi.....	13
2.2.1 Prinsip Kerja dan Jenis Pancaran.....	13
2.2.2 <i>Quantum Yield</i> Karbon Dots.....	14
2.3 Metode <i>Microwave Irradiation</i>	16

2.4 Kualitas Air Minum	18
2.5 Deteksi Ion Logam Berat dengan Karbon Dots.....	20
2.6 <i>Limit of detection</i>	23
2.7 <i>Response Surface Methodology: Central Composite Design</i>	24
2.8 Karakterisasi dan Pengujian	25
2.8.1 <i>Photoluminescence Spectroscopy</i>	25
2.8.2 Spektroskopi UV-Vis	26
2.8.3 <i>Fourier Transform Infrared</i>	27
2.8.4 X-Ray Diffraction	28
2.8.5 <i>Transmission Electron Microscopy</i>	29
III. METODE PENELITIAN.....	30
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	30
3.2 Alat dan Bahan	30
3.3 Variabel penelitian	32
3.4 Sintesis Material	33
3.5 Karakterisasi Material	36
3.6 Deteksi Ion Logam Berat	37
3.7 Implementasi Cdots sebagai Detektor Logam Berat Air Minum.....	38
3.8 Analisis Data	38
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1 Sintesis Cdots sebagai Material Fluoresensi	40
4.1 Hasil Analisa RSM-CCD	44
4.1.1 Pemilihan Model Respon QY	45
4.1.2 Analisa ANOVA Respon QY	49
4.1.3 Pengaruh antar Variabel terhadap Respon	53
4.2 Karakteristik Karbon Dots	56
4.2.1 Karakteristik Optik.....	56
4.2.2 Karakteristik Dimensi dan Celah Pita Energi	57

4.2.3 Karakteristik Struktur Permukaan.....	59
4.3 Deteksi Logam Berat.....	61
4.4 Implementasi Deteksi Fe ³⁺ pada Air Minum	67
4.5 Rekomendasi dan Potensi Dampak Lingkungan.....	70
V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	72
5.1 Kesimpulan.....	72
5.2 Saran.....	73
DAFTAR PUSTAKA	75
LAMPIRAN.....	85
Lampiran 1 Bahan dan alat penelitian.....	85
Lampiran 2 Dokumentasi Kegiatan Penelitian	89
Lampiran 3 Perhitungan Larutan Ion Logam Berat	90
Lampiran 4. Perhitungan Kemampuan Batas Deteksi (LoD)	96
Lampiran 5. Perhitungan Konsentrasi ion Fe air PDAM dan Nomogram	97
Lampiran 6. Pengumpulan Data Pengujian.....	101
Lampiran 7. Pengolahan Data Uji.....	105

DAFTAR TABEL

Tabel 1 Hasil penelitian terdahulu	8
Tabel 2 Keunggulan dan kelemahan metode sintesis C-Dots.....	17
Tabel 3 Kriteria wajib mutu air secara fisika, kimia, dan mikrobiologi	19
Tabel 4 Jadwal Penelitian Tesis	30
Tabel 5 Alat dan Bahan Penelitian.....	31
Tabel 6 Rancangan <i>central composite design</i>	34
Tabel 7 Rancangan eksperimental	35
Tabel 8 Variabel dan level penelitian.....	36
Tabel 9 Perhitungan QY R1-R20.....	43
Tabel 10 Data respon <i>quantum yield</i> material karbon dots.....	44
Tabel 11 Hasil analisis <i>sequential model sum of squares</i> respon <i>quantum yield</i> karbon dots	46
Tabel 12 Hasil analisis pengujian <i>Lack of Fit</i> respon <i>quantum yield</i>	47
Tabel 13 Hasil Analisis Model <i>Summary Statistics</i> Respon <i>Quantum yield</i>	47
Tabel 14 Hasil analisis summary respon <i>quantum yield</i>	48
Tabel 15 Hasil ANOVA Respon QY	49
Tabel 16 R-squared model terpilih respon QY	51
Tabel 17 <i>Coefficients</i> respon QY	51
Tabel 18 Daftar gugus fungsi permukaan Cdots.....	61
Tabel 19 Perbandingan sensitifitas Cdots terhadap ion Fe dalam air	67
Tabel 20 Regulasi Kadar Ion Fe pada Air Minum.....	68
Tabel 21 Hasil pengujian kandungan Air PDAM	70

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Diagram Alir Penelitian	10
Gambar 2 Sintesis pendekatan top-down dan bottom-up	13
Gambar 3 Proses terjadinya fluoresensi	14
Gambar 4 Quantum confinement carbon dots	16
Gambar 5 Pemadaman Pendaran Carbon dots oleh Ion Fe.....	22
Gambar 6 Grafik Penurunan Intensitas Fluoresensi oleh Ion Logam Berat	22
Gambar 7 Bentuk Grafik Plot <i>Surface and Contour Area</i>	25
Gambar 8 Skema kerja FTIR	28
Gambar 9 Prosedur Pelaksanaan Penelitian.....	33
Gambar 10 Skema Prosedur Sintesis Cdots.....	34
Gambar 11 Skema Pengambilan Data Spektrum Emisi Cdots	36
Gambar 12 Pengujian Sensitivitas Cdots	38
Gambar 13 Sampel Cdots R1-R20 (a) serbuk (b) larutan	40
Gambar 14 Penampakan (a) karbon aktif di bawah cahaya tampak (b) karbon aktif di bawah paparan laser UV (c) Cdots di bawah cahaya tampak (d) Cdots di bawah paparan laser UV	42
Gambar 15 Grafik Kontur Plot dan 3D Interaksi Daya Reaktor-Waktu Sintesis	55
Gambar 16 Grafik Kontur Plot dan 3D Interaksi Daya <i>Microwave</i> -massa urea..	56
Gambar 17 Grafik Kontur Plot dan 3D Interaksi Waktu sintesis-massa urea.....	56
Gambar 18 Spektrum Eksitasi, Absorbansi, dan Emisi Cdots	57
Gambar 19 Karakteristik (a) penampakan bulir Cdots (b) distribusi ukuran Cdots (c) pola XRD (d) celah pita energi	58
Gambar 20 Spektrum FTIR Cdots	60
Gambar 21 Perubahan fluoresensi berdasarkan penambahan berbagai ion logam berat pada larutan Cdots	63
Gambar 22 Penampakan perubahan fluoresensi (a) Cdots mula-mula, (b) setelah penambahan 4 μM ion Fe, (c) setelah penambahan 10 μM ion Fe ...	64
Gambar 23 Spektrum penurunan intensitas fluoresensi Cdots akibat penambahan ion Fe.....	66

Gambar 24 Grafik linieritas antara intensitas fluoresensi Cdots dengan konsentrasi Fe^{3+}	66
---	----

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN.....	85
Lampiran 1 Bahan dan alat penelitian.....	85
Lampiran 2 Dokumentasi Kegiatan Penelitian	89
Lampiran 3 Perhitungan Larutan Ion Logam Berat	90
Lampiran 4. Perhitungan Kemampuan Batas Deteksi (LoD)	96
Lampiran 5. Perhitungan Konsentrasi ion Fe pada air PDAM	97
Lampiran 6. Pengumpulan Data Pengujian.....	97
Lampiran 7. Pengolahan Data Uji.....	105

ABSTRAK

Deteksi dini terhadap kandungan logam berat pada air minum merupakan langkah fundamental yang harus dilakukan demi mencegah dampak buruk bagi kesehatan. Tujuan pada penelitian ini adalah mengembangkan detektor ion logam berat dengan memanfaatkan sifat fluoresensi material karbon dots (Cdots). Penelitian dilakukan dalam 3 tahapan, yaitu sintesis Cdots, karakterisasi, dan implementasi pada air minum. Cdots disintesis menggunakan metode *microwave irradiation* berdasarkan rancangan *central composite design* dengan faktor: massa urea 0,31-3,68 gr; daya reaktor 200-1000 W; lama sintesis 13-46 menit, dan respon berupa *quantum yield* (QY). Karakterisasi material meliputi pengujian spektrum fotoluminesensi, TEM, UV-VIS, XRD, dan FTIR. Selektivitas dan sensitivitas Cdots sebagai detektor diujikan terhadap ion Ag^+ , Bi^{3+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , Co^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Zr^{4+} , dan Hg^{2+} pada konsentrasi 0-10 μM . Akurasi Cdots sebagai detektor diimplementasikan dengan menentukan kandungan logam berat air PDAM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Cdots berhasil disintesis dengan memancarkan fluoresensi berwarna hijau terang pada panjang gelombang 544 nm. Model respons yang memadai yaitu *quadratic* dengan formulasi $\text{QY} = +58,36 + 10,41X_1 + 14,06X_2 + 13,59X_3 - 5,57X_2X_3 - 4,89X_1^2 - 8,60X_2^2 - 5,40X_3^2$. Cdots terbaik diperoleh pada formulasi massa urea 3 gr, daya reaktor 800 W, dan waktu sintesis 40 menit yang menghasilkan QY sebesar 74,39%. Karakteristik Cdots yaitu partikel berbentuk bola, berukuran 6,6 nm, memiliki celah pita energi sebesar 2,53 eV, dan berstruktur amorf. Permukaan Cdots mengandung berbagai gugus fungsi seperti O-H, C-H, C=O, C-N, dan C=C. Pada pengujian deteksi logam berat, Cdots menunjukkan kepekaan spesifik terhadap ion Fe^{3+} . Penambahan konsentrasi Fe^{3+} dan pemadaman intensitas fluoresensi Cdots membentuk korelasi linier $F/\text{Fo} = 0,08894[\text{Fe}^{3+}] + 0,99391$ ($R^2 = 0,99276$). Kemampuan deteksi Cdots terhadap ion Fe^{3+} mencapai konsentrasi 0,016 ppm, jauh lebih rendah dari batas ambang regulasi Permenkes RI. Hasil deteksi ion Fe^{3+} air PDAM menggunakan teknik fluoresensi bersesuaian dengan teknik SSA dan ICP-OES, sehingga Cdots telah memenuhi standar akurasi dan kelayakan sebagai detektor logam berat pada air minum. Berdasarkan hasil tersebut, teknik fluoresensi menggunakan Cdots dapat menjadi instrument kendali mutu produk akhir air minum pada outlet PDAM dan depot air minum.

Kata Kunci: Karbon Dots, Deteksi Logam Berat, Teknik Fluoresensi

ABSTRACT

Early detection of heavy metal content in drinking water is a fundamental step that must be taken to prevent adverse effects on health. The purpose of this research is to develop a heavy metal ion detector by utilizing the fluorescence properties of carbon dots (Cdots) material. The research was conducted in 3 stages, namely Cdots synthesis, characterization, and implementation in drinking water. Cdots were synthesized using the microwave irradiation method based on the central composite design with the following factors: urea mass 0.31-3.68 gr; reactor power 200-1000 W; synthesis time is 13-46 minutes, and the response is in the form of quantum yield (QY). Material characterization includes photoluminescence spectrum testing, TEM, UV-VIS, XRD, and FTIR. The selectivity and sensitivity of Cdots as detectors were tested for Ag^+ , Bi^{3+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , Co^{2+} , Pb^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Zr^{4+} , and Hg^{2+} ions at concentrations of 0-10 μM . The accuracy of Cdots as a detector is implemented by determining the heavy metal content of PDAM water. The results showed that Cdots were successfully synthesized by fluorescence bright green at a wavelength of 544 nm. An adequate response model is quadratic with the formulation $\text{QY} = +58.36 + 10.41X_1 + 14.06X_2 + 13.59X_3 - 5.57X_2X_3 - 4.89X_1^2 - 8.60X_2^2 - 5.40X_3^2$. The best Cdots were obtained in the formulation of 3 g urea mass, 800 W reactor power, and a synthesis time of 40 minutes which resulted in a QY of 74.39%. The characteristics of Cdots are spherical particles, measuring 6.6 nm, having an energy band gap of 2.53 eV, and having an amorphous structure. The surface of Cdots contains various functional groups such as O-H, C-H, C=O, C-N, and C=C. In heavy metal detection tests, Cdots showed specific sensitivity to Fe^{3+} ions. The addition of Fe^{3+} concentration and the extinction of Cdots fluorescence intensity formed a linear correlation $F/F_0 = 0.08894[\text{Fe}^{3+}] + 0.99391$ ($R^2 = 0.99276$). The ability of Cdots to detect Fe^{3+} ions reaches a concentration of 0.016 ppm, much lower than the regulatory threshold limit of the Minister of Health of the Republic of Indonesia. The results of the detection of Fe^{3+} ions in PDAM water using Cdots fluorescence are by the SSA and ICP-OES techniques so that they meet the accuracy and feasibility standards as heavy metal detectors in drinking water. Based on these results, the fluorescence technique using Cdots can be an instrument for quality control of the final drinking water product at PDAM outlets and drinking water depots.

Keywords: Carbon Dots, Heavy Metal Detection, Fluorescence Technique