



# UNIVERSITAS AIRLANGGA

Kampus C Mulyorejo Surabaya 60115 Telp. (031) 5914042, 5914043, 5912546, 5912564 Fax (031) 5981841  
Website : <http://www.unair.ac.id> ; e-mail : [rektor@unair.ac.id](mailto:rektor@unair.ac.id)

FST

Muratul M.

SALINAN

**KEPUTUSAN  
REKTOR UNIVERSITAS AIRLANGGA  
NOMOR 584/UN3/2016**

**TENTANG**

**PELAKSANAAN HIBAH PENELITIAN BARU DAN LANJUTAN DANA DIPA  
DIREKTORAT RISET DAN PENGABDIAN MASYARAKAT  
KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI, DAN PENDIDIKAN TINGGI  
TAHUN 2016**

**REKTOR UNIVERSITAS AIRLANGGA,**

- Menimbang : a. bahwa dalam rangka pelaksanaan penelitian sebagai salah satu wujud dari Tri Dharma Perguruan Tinggi, maka perlu menetapkan para peneliti dan judul penelitian;
- b. bahwa sesuai hasil seleksi proposal penelitian yang didanai melalui Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (DRPM) Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Tahun 2016, maka para penerima peneliti sebagaimana dimaksud huruf a perlu ditetapkan Keputusan Rektor;
- c. bahwa berdasarkan pertimbangan sebagaimana dimaksud huruf a dan huruf b, perlu menetapkan Keputusan Rektor tentang Pelaksanaan Hibah Penelitian Baru dan Lanjutan Dana DIPA Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Tahun 2016.
- Mengingat : 1. Undang-Undang Nomor 20 Tahun 2003 tentang Sistem Pendidikan Nasional (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2003 Nomor 78, Tambahan Lembaran Negara Nomor 4301);
2. Undang-Undang Nomor 12 Tahun 2012 tentang Pendidikan Tinggi (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2012 Nomor 158, Tambahan Lembaran Negara Nomor 5336);
3. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 57 Tahun 1954 tentang Pendirian Universitas Airlangga Di Surabaya sebagaimana telah diubah dengan Peraturan Pemerintah Nomor 3 Tahun 1955 tentang Pengubahan Peraturan Pemerintah Nomor 57 Tahun 1954. (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 1954 Nomor 99 Tambahan Lembaran Negara Nomor 695 juncto Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 1955 Nomor 4 Tambahan Lembaran Negara Nomor 748);

4.: ....



4. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 Tentang Penyelenggaraan Pendidikan Tinggi Dan Pengelolaan Perguruan Tinggi (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2014 Nomor 16, Tambahan Lembaran Negara Republik Indonesia Nomor 5500);
5. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 30 Tahun 2014 tentang Statuta Universitas Airlangga (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2014 Nomor 100, Tambahan Lembaran Negara Nomor 5535);
6. Peraturan Pemerintah Nomor 26 Tahun 2015 tentang Bentuk dan Mekanisme Pendanaan Perguruan Tinggi Negeri Badan Hukum (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2015 Nomor 110, Tambahan Lembaran Negara Republik Indonesia Nomor 5699);
7. Keputusan Majelis Wali Amanat Universitas Airlangga Nomor 1032/UN3.MWA/K/2015 tentang Pengangkatan Rektor Universitas Airlangga Periode 2015-2020;
8. Peraturan Rektor Universitas Airlangga Nomor 26/H3/PR/2011 tentang Organisasi dan Tata Kerja Universitas Airlangga sebagaimana diubah dengan Peraturan Rektor Nomor 1/H3/KR/2012;
9. Peraturan Rektor Universitas Airlangga Nomor 23 Tahun 2015 tentang Peraturan Pendidikan Universitas Airlangga;
10. Keputusan Rektor Universitas Airlangga Nomor 1285/UN3/2015 tentang Pengangkatan Ketua pada Lembaga dan Kepala Perpustakaan di Lingkungan Universitas Airlangga.

Memperhatikan : Surat Ketua Lembaga Penelitian dan Inovasi Universitas Airlangga Nomor 917/UN3.14/LT/2016, Tanggal 28 Maret 2016, perihal Permohonan Surat Keputusan Rektor tentang Pelaksanaan Hibah Penelitian Baru dan Lanjutan Dana DIPA DRPM Kemenristek dan Dikti Tahun 2016.

#### MEMUTUSKAN :

Menetapkan : **KEPUTUSAN REKTOR TENTANG PELAKSANAAN HIBAH PENELITIAN BARU DAN LANJUTAN DANA DIPA DIREKTORAT RISET DAN PENGABDIAN MASYARAKAT KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI, DAN PENDIDIKAN TINGGI TAHUN 2016**

**PERTAMA** : Menetapkan Hasil Seleksi Proposal Penelitian Baru dan Lanjutan Dana DIPA DRPM Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Tahun 2016.

KEDUA : ....




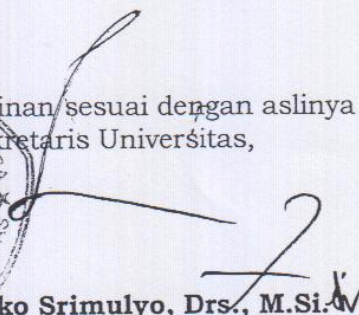
- KEDUA : Penerima Hibah Penelitian Baru dan Lanjutan Dana DIPA DRPM Kemenristek dan Dikti Tahun 2016 sebanyak 252 (dua ratus lima puluh dua) judul, dengan susunan nama Tim Peneliti sebagaimana tercantum dalam Lampiran yang merupakan bagian tidak terpisahkan dari Keputusan Rektor ini.
- KETIGA : Biaya untuk pelaksanaan kegiatan penelitian sebagaimana dimaksud pada diktum KEDUA adalah sebesar Rp **21.930.400.000,00** (Dua Puluh Satu Milyar Sembilan Ratus Tiga Puluh Juta Empat Ratus Ribu Rupiah).
- KEEMPAT : Dalam melaksanakan tugasnya, penerima hibah sebagaimana dimaksud pada diktum KEDUA, bekerja secara jujur dan transparan dengan berpedoman pada peraturan dan ketentuan-ketentuan yang berlaku, serta bertanggungjawab kepada Rektor melalui Ketua Lembaga Penelitian dan Inovasi Universitas Airlangga.
- KELIMA : Jangka waktu pelaksanaan penelitian sebagaimana dimaksud pada diktum PERTAMA adalah selama 8 (delapan) bulan terhitung mulai tanggal **19 Februari s.d 15 Oktober 2016**.
- KEENAM : Biaya pelaksanaan Keputusan ini dibebankan pada dana DIPA Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Nomor 042.06-0/2016, tanggal 7 Desember 2015.
- KETUJUH : Apabila di kemudian hari ditemukan data yang tidak sesuai dengan fakta, maka status penelitian yang bersangkutan dinyatakan gugur.
- KEDELAPAN : Keputusan ini mulai berlaku sejak tanggal ditetapkan.

Salinan disampaikan Yth :  
 1. Pimpinan Unit Kerja di Lingkungan Unair  
 2. Yang bersangkutan

Ditetapkan di Surabaya  
 pada tanggal 01 April 2016

REKTOR,

ttd

Salinan sesuai dengan aslinya  
 Sekretaris Universitas,  
  
  
**Koko Srimulyo, Drs., M.Si.**  
 NIP. 19660228 199002 1 001

**MOHAMMAD NASIH**  
 NIP. 19650806 199203 1 002

BIDHUK



No	Skim	Tim Peneliti	Judul	Luaran	Fakultas/ Lembaga	Dana (Rp)
57	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	MUHAMMAD NURDIN, S.Sos.,M.Si DIAN YULIE REINDRAWATI, S.Sos.,M.M.,Ph.D NUR EMMA SURIANI, S.Sos.,M.Si	Social Entrepreneurship Pariwisata: Upaya Implementasi dan Tantangan yang Dihadapi (Studi di Kabupaten Bangkalan, Sampang, Pamekasan, Sumenep, Madura, Jawa Timur)	Publikasi	F.VOKASI	75.000.000
58	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	JUNI EKOWATI, Dra.,M.Si.,Apt IWAN SAHRIAL HAMID, Dr.,dth.,M.Si SUKO HARJUONO, Dr.,Drs.,Apt.,MS DEWI ISADARTUTI, Dra.,Apt.,M.Si	Modifikasi Struktur Senyawa Sinamat tersubstitusi dengan Metode Green Chemistry dalam Upaya mendapatkan Anti Angiogenesis Baru	1.Publikasi 2.Pemakalah	FF	100.000.000
59	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	ENDANG RETNOWATI K., Dr.dr.,MS,Sp.PK AMI ASHARIATI PRAYOGO YETTI HERNANINGSIH, dr.,Sp.PK	Peran Respon Imun Seluler pada Perbedaan Luaran Kemoterapi Penderita Leukemia Akut	Publikasi	FK	106.500.000
60	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	AMINATUN, Ir.,M.Si MOHAMMAD YASIN, Dr.,M.Si. DYAH HIKMAWATI, S.Si.,M.Si.	PELAPISAN HIDROKSIAPATIT PADA PADUAN KOBALT SEBAGAI KANDIDAT IMPLAN TULANG PROSTHESES MELALUI METODE ELECTROPHORETIC DEPOSITION	1.Publikasi 2.Pemakalah	FST	50.000.000
61	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	MIRATUL KHASANAH, Dr.,Dra.,M.Si MUJI HARSINI, Dr.,M.Si. ALFA AKUSTIA WIDATI, M.Si.	Deteksi Dini Asam Urat dalam Serum menggunakan Sensor Pasta Karbon Nanopori berbasis Imprinting Zeolit	Publikasi	FST	50.000.000
62	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	SITI WAFIROH, S.Si.,M.Si ABDULLOH, Dr., M.Si. ALFA AKUSTIA WIDATI, S.Si.,M.Si. SUYANTO, Dr.,M.Si.	Produksi Fuel Cell dari Membran Kitosan Hybrid Zeolit A terfosforilasi berbasis Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC) sebagai Solusi Energi Alternatif yang Ramah Lingkungan	Publikasi	FST	50.000.000
63	PUPT Lnj, thn2 dari 2 thn	DIAN AGUSTIA, Dr.,Dra.,M.Si ADE PALUPI, Ph.D.,M.PPM.,SE.,Ak	FAKTOR DETERMINAN PRAKTIK CREATIVE ACCOUNTING PADA KOPERASI di JAWA TIMUR (PERSPEKTIF GOOD CORPORATE GOVERNANCE)	Publikasi	FEB	85.000.000

# **LAPORAN TAHUN TERAKHIR**

## **Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi**



**Judul:**

**Deteksi Dini Asam Urat dalam Serum  
Menggunakan Sensor Pasta Karbon Nanopori  
Berbasis *Imprinting* Zeolit**

**Tahun ke- 2 (dua) dari rencana 2 (dua) tahun**

Tim pengusul:

Ketua : Dr. Miratul Khasanah, M.Si/NIDN.0004036705  
Anggota : 1. Dr. Muji Harsini, M.Si/NIDN. 0002056405  
2. Alfa Akustia W., S.Si., M.Si/ NIDN. 0005058503

Dibiayai oleh Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat  
Direktorat Jendral Penguatan Riset dan Pengembangan  
Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi  
Sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Program Penelitian  
Nomor: 018/SP2H/LT/DRPM/II/2016/, tanggal 17 Februari 2016

**UNIVERSITAS AIRLANGGA**  
**OKTOBER 2016**



## HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Deteksi Dini Asam Urat dalam Serum menggunakan Sensor Pasta Karbon Nanopori berbasis Imprinting Zeolit

**Peneliti/Pelaksana**

Nama Lengkap : Dr., Dra. MIRATUL KHASANAH Dra.,M.Si.  
Perguruan Tinggi : Universitas Airlangga  
NIDN : 0004036705  
Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
Program Studi : Kimia  
Nomor HP : 08123077233  
Alamat surel (e-mail) : miratulkhasanah@gmail.com



**Anggota (1)**

Nama Lengkap : Dr. MUJI HARSINI M.Si.  
NIDN : 0002056405  
Perguruan Tinggi : Universitas Airlangga

**Anggota (2)**


Nama Lengkap : ALFA AKUSTIA WIDATI S.Si.,M.Si.  
NIDN : 0005058503  
Perguruan Tinggi : Universitas Airlangga  
Institusi Mitra (jika ada) : -  
Nama Institusi Mitra : -  
Alamat : -  
Penanggung Jawab : -  
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 2 tahun  
Biaya Tahun Berjalan : Rp 50.000.000,00  
Biaya Keseluruhan : Rp 100.000.000,00

Mengetahui,  
Dekan FST Unair



(Prof. Win Darmanto, M.Si., Ph.D)  
NIP/NIK 196106161987011001

Surabaya, 14 - 10 - 2016  
Ketua,



(Dr., Dra. MIRATUL KHASANAH Dra.,M.Si.)  
NIP/NIK 196703041992032001

Menyetujui,  
Ketua LP&I Unair



(Prof. H. Hery Purnobasuki, Drs., M.Si., Ph.D.)  
NIP/NIK 196705071991021001

## RINGKASAN

Tingginya konsentrasi asam urat di dalam tubuh seringkali berkaitan dengan penyakit berbahaya seperti hiperurisemia, hipertensi, penyakit ginjal dan kardiovaskuler, sehingga diperlukan deteksi secara dini terhadap kadar asam urat dalam tubuh. Metode yang umum digunakan dalam bidang kesehatan untuk mengukur kadar asam urat adalah spektrofotometri. Namun analisis asam urat dengan metode ini memerlukan jumlah sampel yang banyak, memerlukan pereaksi kimia yang mahal, perlakuan sampel yang rumit, serta memiliki batas deteksi yang relatif tinggi. Tingginya batas deteksi ini menyebabkan sulitnya dilakukan deteksi secara dini kadar asam urat dalam serum, sedangkan kompleksnya matriks dalam serum menyebabkan rendahnya selektivitas metode tersebut. Tujuan penelitian yang dilakukan ini adalah mengembangkan metode yang selektif untuk deteksi dini asam urat secara potensiometri melalui pengembangan sensor berbasis *imprinting* zeolit. Komposisi elektroda yang optimum dihasilkan dengan perbandingan massa antara karbon nanopori, IZ, dan parafin padat adalah 40:25:35 dengan pH optimum larutan asam urat yaitu 5. Sensor pasta karbon-IZ memiliki memiliki jangkauan pengukuran  $10^{-6} - 10^{-4}$  M, factor Nernst 28,2 mV/decade, batas deteksi 0,1 mg/dL, presisi 98,6-98,8%, akurasi 95-105%, waktu respon kurang dari 1 menit dan waktu hidup 10 minggu (127 kali pemakaian). Sensor yang dikembangkan ini memiliki selektivitas yang tinggi terhadap asam urat dalam larutan yang mengandung asam askorbat, kreatin dan kreatinin yang dinyatakan dengan harga koefisien selektivitas ( $K_{ij}$ ) kurang dari 1. Akurasi metode potensiometri untuk analisis asam urat dalam sampel urin sebesar  $(113,18 \pm 14,79)\%$ , sedangkan hasil uji perbandingan dengan metode spektrofotometri menunjukkan akurasi sebesar  $(94,47 \pm 14,64)\%$  ( $n=7$ ). Hasil uji perbandingan metode potensiometri dengan metode spektrofotometri untuk analisis asam urat dalam serum sebesar  $(95,11 \pm 2,11)\%$  ( $n=5$ ). Metode yang dikembangkan ini dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk penentuan kadar asam urat dalam sampel darah dan urin di bidang medis.

Kata kunci: asam urat, pasta karbon-MIP, selektivitas, potensiometri

## SUMMARY

*The high concentration of uric acid in the body is often associated with some dangerous diseases such as hyperuricemia, hypertension, renal and cardiovascular disease, so it requires early detection of the levels of uric acid in the body. The method commonly used in the medical field to measure uric acid levels is spectrophotometry. The analysis of uric acid by this method requires a much volume of sample, chemical, complicated sample treatment, and the method has a relatively high detection limit. The high detection limit of spectrophotometry method makes it difficult to be used to determine of low level uric acid in serum sample, while the complex matrix of serum causing low selectivity. The development of selective uric acid method by potentiometric through the development of imprinting zeolite-based sensor has been conducted. The sensor produced by the mass ratio between carbon nanopore, IZ, and the solid paraffin of 40: 25: 35 showed the best performance on the determination of uric acid standard solution pH 5. The carbon paste-IZ sensor showed a measurement range of  $10^{-5}$  –  $10^{-2}$  M, Nernst factor of 28.2 mV/decade, the detection limit of 0.1 mg/dL, precision of 98.6 to 98.8%, response time less than 1 minute and a life time of 10 weeks (127 times usage). The developed sensor has a high selectivity towards uric acid in a solution containing, ascorbic acid, creatine, or creatinine expressed by the selectivity coefficient ( $K_{ij}$ ) value less than 1. Accuracy of the potentiometric method to analyze uric acid in urin sample was  $(113.18 \pm 14.79)\%$ , while comparison of the method with spectrophotometric method showed the accuracy of  $94.47 \pm 14.64\%$ . Accuracy of the developed method toward spectrophotometric method to analyze of uric acid in serum sample was  $(95.11 \pm 2.11)\%$ . The developed method can be used as an alternative method to analyze uric acid in medical field.*

**Keywords:** *uric acid, carbon paste-MIP, selectivity, potensimetry*



## PRAKATA

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala atas segala rahmat dan karuniaNya, sehingga kami dapat melaksanakan Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi Universitas Airlangga tahun 2016. Penelitian yang berjudul “Deteksi Dini Asam Urat dalam Serum menggunakan Sensor Pasta Karbon Nanopori Berbasis *Imprinting* Zeolit” ini diharapkan menghasilkan metode alternatif untuk penentuan kadar asam urat dalam serum disamping metode spektrofotometri yang digunakan di bidang medis, sehingga dapat memperkaya riset di bidang analisis yang menunjang bidang medis.

Pada kesempatan ini kami menyampaikan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada

1. Rektor dan Ketua Lembaga Penelitian dan Inovasi Universitas Airlangga atas kesempatan dan pendanaan yang diberikan kepada kami untuk melaksanakan penelitian ini
2. Dekan dan Ketua Departemen Kimia FST Universitas Airlangga yang telah memberikan fasilitas laboratorium selama penelitian ini berlangsung
3. Sejawat dosen dan para laboran serta analis di lingkungan Departemen Kimia FST Unair yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini
4. Para mahasiswa bimbingan skripsi yang telah dengan tekun membantu melaksanakan penelitian ini

Kami berharap semoga laporan kemajuan penelitian ini bermanfaat bagi pihak terkait.

Surabaya, 14 Oktober 2016  
Tim peneliti

## DAFTAR ISI

	hal
HALAMAN SAMPUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
RINGKASAN DAN SUMMARY .....	iii
SUMMARY .....	iv
PRAKATA .....	.v
DAFTAR ISI .....	vi
DAFTAR TABEL .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	viii
DAFTAR LAMPIRAN .....	ix
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Analisis Asam Urat .....	4
2.2 Sensor Pasta Karbon Nanopori Termodifikasi <i>Imprinted Zeolit</i> .....	6
BAB III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	
3.1 Tujuan Penelitian .....	9
3.2 Manfaat Penelitian .....	9
BAB IV. METODE PENELITIAN	
4.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	10
4.2 Bahan dan Sampel Penelitian .....	10
4.3 Peralatan Penelitian .....	10
4.4 Prosedur Penelitian .....	10
4.5 Diagram Alir dan Luaran Penelitian.....	14
BAB V. HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI	
5.1 Sintesis Zeolit, <i>Non Imprinted Zeolit</i> (NIZ), dan <i>Imprinted Zeolit</i> (IZ)	15
5.2 Karakterisasi Zeolit, <i>Non Imprinted Zeolit</i> (NIZ), dan <i>Imprinted Zeolit</i> (IZ) .....	17
5.3 Preparasi karbon .....	21
5.4 Uji kinerja Elektroda .....	21
5.5 Uji Selektivitas Elektroda .....	23
5.6 Penentuan Akurasi dan Uji Perbandingan Metode .....	26
5.7 Luaran Penelitian .....	28
BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN	
6.1 Kesimpulan Sementara .....	29
6.2 Saran .....	29
DAFTAR PUSTAKA .....	30
LAMPIRAN	



## DAFTAR TABEL

No Tabel	Judul Tabel	hal
5.1	Data bilangan gelombang puncak spektra asam urat, zeolit, NIZ, dan IZ .....	18
5.2	Data hasil pengukuran potensial larutan asam urat konsentrasi $10^{-8}$ sampai $10^{-2}$ M .....	22
5.3	Perbandingan kinerja elektroda dengan hasil penelitian sebelumnya	23
5.4	Nilai koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks viieratin .....	24
5.5	Nilai koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks kreatinin.....	25
5.6	Nilai koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks asam askorbat .....	25
5.7	Koefisien selektivitas (Kij) elektroda pasta karbon-IZ untuk analisis asam urat $10^{-4}$ M dalam matriks asam askorbat, kreatin dan kreatinin	26
5.8	Data potensial elektroda untuk pengukuran larutan sampel urin, larutan urin yang ditambah standar asam urat dan larutan standar asam urat .....	27
5.9	Akurasi metode potensiometri dan hasil uji perbandingan metode pada sampel urin .....	28
5.10	Data konsentrasi asam urat dalam sampel serum hasil analisis dengan metode potensiometri dan akurasi pada uji perbandingan metode .....	28

## DAFTAR GAMBAR

No. Gambar	Judul gambar	hal
2.1	Persamaan reaksi oksidasi asam urat oleh enzim urikase .....	4
2.2	Skema pembentukan imprinting zeolit .....	7
2.3	Skema teknik preparasi ZME (PDMS: polidimetilsiloksan); PS: polistiren; PEO: polietilen oksida .....	8
3.1	Konstruksi sensor pasta karbon nanopori-IZ .....	11
5.1	Mekanisme kristalisasi zeolit .....	16
5.2	Pola difraksi sinar-X zeolit TS-1 .....	18
5.3	Spektra FTIR dari asam urat, zeolit, NIZ, dan IZ .....	19
5.4	Kurva hubungan antara log konsentrasi asam urat dengan potensial elektroda (a) dan kurva standar asam urat (b) .....	22



## DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1. Perhitungan pada Sintesis Zeolit
- Lampiran 2. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Asam Urat
- Lampiran 3. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Buffer
- Lampiran 4. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Kreatin
- Lampiran 5. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Kreatinin
- Lampiran 6. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Asam Askorbat
- Lampiran 7. Perhitungan Koefisien Selektivitas
- Lampiran 8. Hasil Analisis dengan Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub>
- Lampiran 9. Difraktogram Zeolit TS-1
- Lampiran 10. Spektra FTIR Asam Urat, zeolit, NIZ dan Imprinting zeolit
- Lampiran 11. Personalian Peneliti dan Pembagian Tugas
- Lampiran 12. Bukti Luaran Penelitian Tahun 2016

## BAB I PENDAHULUAN

Asam urat di dalam tubuh merupakan hasil akhir metabolisme purin. Konsentrasi normal asam urat dalam tubuh manusia berkisar 3,5–7 mg/dL untuk pria dan 2,6–6 mg/dL untuk wanita. Pengontrolan kadar asam urat dalam cairan tubuh merupakan hal yang sangat penting untuk dilakukan, karena jika kadar asam urat dalam tubuh melebihi kadar normal maka dapat menyebabkan nyeri di persendian, *hiperurisemia*, batu ginjal, bahkan dapat menyebabkan peningkatan resiko terkena penyakit kardiovaskuler (Chen *et al.*, 2005). Metode penentuan kadar asam urat yang selama ini digunakan dalam bidang biomedis adalah secara spektrofotometri. Analisis asam urat dengan metode ini memerlukan jumlah sampel yang relatif banyak (2-3 mL), membutuhkan preparasi sampel yang rumit, sensitivitas rendah serta batas deteksi yang tinggi (skala mM).

Pengembangan metode elektrometri, seperti voltametri dan potensiometri, untuk analisis asam urat dalam darah menjadi kajian yang sangat menarik karena teknik analisis secara elektrometri membutuhkan waktu yang relatif cepat, batas deteksi rendah ( $\sim 10^{-10}$  M), sensitivitas tinggi, dapat menganalisis dengan rentang konsentrasi yang luas, serta membutuhkan sedikit preparasi sampel (Wang, 2000).

Untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas serta menurunkan batas deteksi, maka pengembangan sensor untuk deteksi asam urat secara voltametri telah dilakukan, diantaranya elektroda modifikasi *glassy carbon* (GC) - kafeat (Ren *et al.*, 2005), GC-propionil kolin (Lin dan Jin, 2005), serbuk grafit-DNA (Luo *et al.*, 2005), GC-norepinefrin (Zare *et al.*, 2005), GC-oracet blue (Zare *et al.*, 2006) GC-5-hidroksi triptofan (Lin dan Li, 2006), pasta karbon-tionin nafion (Shahrokhian dan Ghalkhani, 2006), dan elektroda GC - CeO<sub>2</sub> (Wei *et al.*, 2006).

Pengembangan sensor GC dan *hanging mercury drop electrode* (HMDE) termodifikasi *molecularly imprinted polymer* (MIP) untuk analisis asam urat secara voltametri juga sudah dilakukan. Analisis asam urat secara voltametri menggunakan elektroda GC-MIP dan HMD-MIP yang terbuat dari monomer asam metakrilat (MAA), *cross linker* etilen glikol dimetakrilat (EGDMA) dan inisiator 2,2'-azobis isobutironitril (AIBN) menghasilkan sensitivitas dan akurasi yang tinggi. Batas deteksi metode analisis asam urat yang diperoleh dari penelitian tersebut sekitar  $10^4$ - $10^5$  kali lebih rendah dibandingkan metode spektrofotometri yang biasanya digunakan dalam bidang medis. Selektivitas sensor yang diperoleh juga cukup tinggi, namun elektroda HMD sangat bersifat toksik dan hanya dapat digunakan untuk satu kali analisis,



sedangkan elektroda GC sangat mudah rusak oleh pemakaian potensial yang tinggi. Penggunaan MAA sebagai monomer menghasilkan polimer yang non konduktif dan menutupi permukaan aktif elektroda pada voltametri sehingga menurunkan sinyal arus dan sensitivitas analisis asam urat (Khasanah *et al.*, 2009; 2012).

Oleh karena itu, perlu adanya bahan alternatif pencetak molekul dengan harga yang murah, mudah didapat, dan memiliki konduktivitas yang baik terhadap instrumen yang digunakan untuk analisis analit dengan memanfaatkan kekayaan alam yang tersedia. Zeolit merupakan material alam yang tersedia melimpah di Indonesia dan memiliki konduktivitas yang baik terhadap material elektroaktif. Sifat zeolit sebagai material berpori yang memiliki luas permukaan besar, selektivitas ukuran tertentu, kapasitas penukar ion yang tinggi, serta stabilitas termal dan kimia yang baik sesuai digunakan sebagai sensor elektrokimia sekaligus cetakan molekul (Walcarius, 1999). Kesesuaian ukuran pori zeolit dengan ukuran molekul asam urat akan mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi zeolit sehingga dapat memberikan sensitivitas tinggi dalam mendeteksi molekul asam urat. Bentuknya yang *rigid* membuat zeolit tidak mudah mengalami *swelling* dalam air sehingga sensor modifikasi yang dihasilkan memiliki stabilitas yang tinggi (Gouriushkina *et al.*, 2010).

Pada penelitian sebelumnya telah dikembangkan sensor berbasis *imprinting* zeolit untuk analisis asam urat secara voltametri. Metode yang dikembangkan tersebut memiliki selektivitas yang tinggi terhadap asam urat. Keberadaan asam askorbat, kreatin, kreatinin, glukosa dan urea relatif tidak mengganggu analisis asam urat. Aplikasi metode untuk penentuan kadar asam urat dalam serum memberikan penyimpangan hasil yang masih dalam batas toleransi yang dapat diterima di dalam metode analisis. Namun penggunaan GC sebagai elektroda pendukung ini tidak dapat menghasilkan elektroda komposit, sehingga harus ditambahkan zeolit setiap kali akan dilakukan analisis sehingga sensor hanya sekali pakai (waktu hidup sensor pendek) (Khasanah *et al.*, 2013).

Pada penelitian ini dilakukan pengembangan sensor komposit melalui modifikasi pasta karbon nanopori dengan *imprinting* zeolit (pasta karbon nanopori-IZ) sebagai pendeteksi asam urat secara potensiometri. Kesesuaian ukuran pori zeolit dengan molekul asam urat serta bentuknya yang kaku membuat zeolit tidak mudah mengalami *swelling* dalam air dan mampu meningkatkan kapasitas adsorpsi zeolit sehingga dapat memberikan sensitivitas tinggi dalam mendeteksi molekul asam urat.

Dikembangkannya metode analisis asam urat yang selektif dan akurat akan mengurangi resiko kesalahan diagnosis. Sensor yang sensitif dan mempunyai batas deteksi rendah (level

nanogram) akan dapat digunakan untuk mendeteksi asam urat dengan kadar yang sangat rendah (deteksi dini) secara akurat dan membutuhkan sampel dengan jumlah yang sangat kecil (kurang dari 0,5 mL darah). Penggunaan sensor komposit ini akan semakin memperkecil biaya analisis (ekonomis) karena sensor dapat digunakan secara berulang-ulang dan dalam rentang waktu (*life time*) yang lama. Dengan menggunakan metode alternatif yang akurat dan ekonomis ini diharapkan dapat dilakukan diagnosis secara dini terhadap kadar asam urat dalam tubuh sehingga dapat diberikan *treatment* yang tepat pada penderitanya.

Metode potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon termodifikasi MIP yang terbuat dari monomer asam metakrilat juga telah dikembangkan untuk penentuan asam urat dalam serum (Khasanah *et al.*, 2016). Metode tersebut memiliki jangkauan pengukuran yang cukup luas, batas deteksi yang rendah dan waktu respon yang cepat. Elektroda yang dikembangkan tersebut memiliki selektivitas yang tinggi terhadap asam urat dalam sampel yang mengandung urea.

Sensor asam urat yang dikembangkan pada penelitian ini akan digabung dengan transduser potensiometri. Bahan yang digunakan untuk pembuatan sensor adalah karbon nanopori, paraffin padat dan *imprinting* zeolit serta kawat Ag sebagai penghantar listrik. Pemilihan karbon tersebut dikarenakan karbon merupakan material yang inert, memiliki luas permukaan yang besar, dan memiliki konduktivitas yang tinggi (Pyun dan Lee, 2007). *Imprinting* zeolit dibuat dari campuran TEOS, TBOT, TPAOH dan air sesuai prosedur yang telah dilaporkan sebelumnya (Eimer *et al.*, 2008). Parameter yang dipelajari pada penelitian ini diantaranya waktu respon sensor, jangkauan pengukuran, faktor Nernst, batas deteksi, presisi, akurasi. Selektivitas elektroda dipelajari dengan penambahan asam askorbat, keratin dan kreatinin dalam larutan asam urat. Keterpakaian elektroda dipelajari dengan cara mengaplikasikan elektroda tersebut untuk analisis kadar asam urat dalam sampel serum dan membandingkan hasil analisis tersebut dengan hasil analisis yang dilakukan di laboratorium klinik.



## BAB II

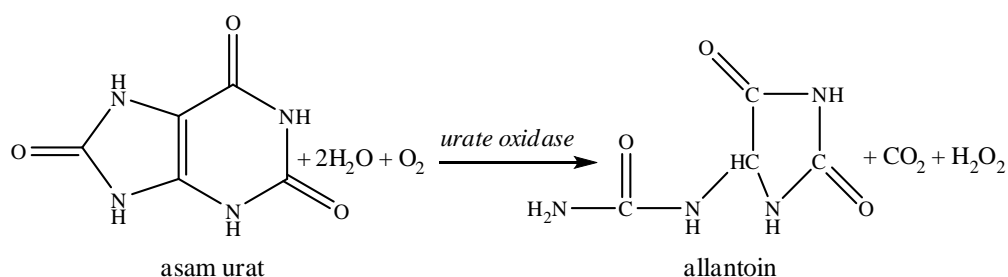
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Analisis Asam Urat

Asam urat mendapatkan perhatian sangat luas di kalangan biomedis dan bioanalisis karena peranannya yang sangat penting dalam proses metabolisme dalam tubuh (Zare *et al.*, 2006). Telah diketahui secara luas bahwa tingginya konsentrasi asam urat di tubuh menunjukkan adanya gejala beberapa penyakit seperti diabetes, kolesterol tinggi, tekanan darah tinggi, penyakit ginjal dan penyakit hati. Bahkan dari hasil beberapa penelitian epidemiologi menunjukkan bahwa kenaikan level asam urat dapat menyebabkan kenaikan resiko terkena penyakit kardiovaskuler (Chen *et al.*, 2005). Penyakit-penyakit yang lain, seperti leukemia dan pneumonia juga diduga berkaitan dengan meningkatnya kadar asam urat dalam tubuh (Miland *et al.*, 1996).

Metode penentuan kadar asam urat yang digunakan dalam bidang biomedis adalah spektrofotometri dengan pereaksi asam fosfotungstat atau dengan menggunakan enzim *uricase* (Chen *et al.*, 2005). Pada metode yang pertama, asam urat dalam serum direaksikan dengan asam fosfotungstat dalam suasana basa sehingga asam fosfotungstat akan direduksi oleh asam urat menghasilkan senyawa berwarna biru. Analisis dilakukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 660 nm.

Pada pendekatan enzimatik diperlukan beberapa tahapan diantaranya mereaksikan sampel dengan enzim *urate oxidase* berlebih dan diikuti dengan pengendapan sisa enzim dengan asam trikloroasetat. Kadar asam urat ditentukan berdasarkan perbedaan absorbansi antara larutan sampel dengan larutan asam urat kontrol pada  $\lambda = 290$  nm. Asam urat dioksidasi oleh enzim *urate oxidase* menghasilkan allantoin dan hasil samping reaksi berupa  $H_2O_2$  dengan persamaan reaksi yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Akyilmaz *et al.*, 2003).



Gambar 2.1. Persamaan reaksi oksidasi asam urat oleh enzim urikase

Persamaan reaksi pada Gambar 2.1 tersebut dapat digunakan dalam penentuan kadar asam urat secara enzimatis menggunakan metode amperometri. Sinyal yang terukur menunjukkan jumlah oksigen yang digunakan dan sebanding dengan konsentrasi asam urat.

Teknik elektroanalisis banyak digunakan untuk menentukan kandungan spesi elektroaktif seperti asam urat dalam sampel cairan biologis. Keunggulan teknik analisis secara elektrometri adalah waktu yang dibutuhkan cepat, batas deteksi rendah, sensitivitas tinggi, dapat menganalisis analit dengan rentang konsentrasi yang luas, dan sedikit membutuhkan preparasi sampel. Untuk memenuhi kebutuhan analisis spesi elektroaktif hingga skala mikrogram/liter maka dikembangkan metode analisis yang sangat peka yaitu voltametri dan potensiometri.

Khasanah, *et al.* (2007) telah melakukan analisis asam urat dalam serum dan urin secara voltametri menggunakan elektroda HMD. Batas deteksi yang diperoleh adalah  $3 \times 10^{-8}$  M. *Recovery* asam urat pada serum kontrol adalah  $99,57 \pm 10,38\%$  dan *recovery* asam urat pada urin sintesis  $101,43 \pm 4,66\%$ . Analisis asam urat dengan metode tersebut hanya memerlukan jumlah sampel yang relatif sedikit (kurang dari 0,5 mL). Keberadaan asam askorbat dengan konsentrasi setengah dari konsentrasi asam urat dapat menurunkan respon arus hingga 25% (Khasanah *et al.*, 2009).

Analisis asam urat secara voltametri menggunakan sensor HMD termodifikasi *molecularly imprinting polymer* (HMD-MIP) telah dikembangkan sebelumnya. Dengan sensor berbasis *imprinting* polimer ini diperoleh peningkatan selektivitas dan sensitivitas lebih dari 100 kali dibandingkan sensor HMD tanpa modifikasi (Khasanah *et al.*, 2010<sup>a,b</sup>). Penggunaan *imprinting* zeolit sebagai material modifier pada pembuatan sensor voltammetrik berbasis *glassy carbon* (GC) untuk analisis asam urat juga telah dipelajari. Metode yang dikembangkan memiliki linieritas kurva kalibrasi 0,996 (konsentrasi 0,1–0,5 ppb), presisi 1,01–3,53%, akurasi 99,08 - 100,73%, sensitivitas  $16,2 \mu\text{A/ppb/cm}^2$ , dan batas deteksi 0,0454 ppb ( $2,7 \cdot 10^{-10}$  M). Nilai batas deteksi yang diperoleh dari penelitian sekitar  $10^4$  kali lebih rendah jika dibandingkan menggunakan metode spektrofotometri ( $1,2 \times 10^{-5}$  M). Sensor yang dikembangkan tersebut memiliki selektivitas yang tinggi terhadap asam urat. Keberadaan asam askorbat, kreatin, kreatinin, glukosa dan urea relatif tidak mengganggu analisis asam urat. Sensor GC-IZ memiliki waktu hidup yang pendek yaitu hanya sekali pakai karena zeolit tidak dapat menempel permanen pada permukaan elektroda GC (tidak dapat membentuk komposit) (Khasanah *et al.*, 2013).



Metode elektrometri lain yang dikembangkan untuk mendeteksi senyawa elektroaktif dalam cairan biologis adalah potensiometri. Potensiometri adalah metode analisis berdasarkan pada pengukuran beda potensial sel, pada arus nol. Timbulnya beda potensial disebabkan oleh adanya pertukaran analit yang terjadi pada permukaan elektroda yang bereaksi secara kimia dan reversibel dengan analit (Cattral, 1997). Ali *et al.* (2011) telah mengembangkan metode penentuan asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda kawat nano ZnO terimobilisasi enzim uricase. Waktu respon dan jangkauan pengukuran yang dihasilkan adalah 6,25 detik dan  $1,0 \times 10^{-6}$  -  $6,5 \times 10^{-4}$  M. Rentang konsentrasi tersebut merupakan rentang konsentrasi asam urat dalam darah sehingga metode tersebut sangat sesuai diaplikasikan untuk analisis asam urat dalam serum darah. Dengan menggunakan membran nafion yang dilapiskan pada elektroda, maka waktu respon menjadi 9 detik dan jangkauan pengukuran  $1,0 \times 10^{-6}$  -  $1,0 \times 10^{-3}$  M. Di sisi lain, sensor yang dilapisi membran nafion memiliki waktu hidup (*lifetime*) yang lebih lama dibandingkan sensor tanpa membran. Glukosa, asam askorbat dan urea tidak mengganggu analisis asam urat menggunakan sensor yang dikembangkan.

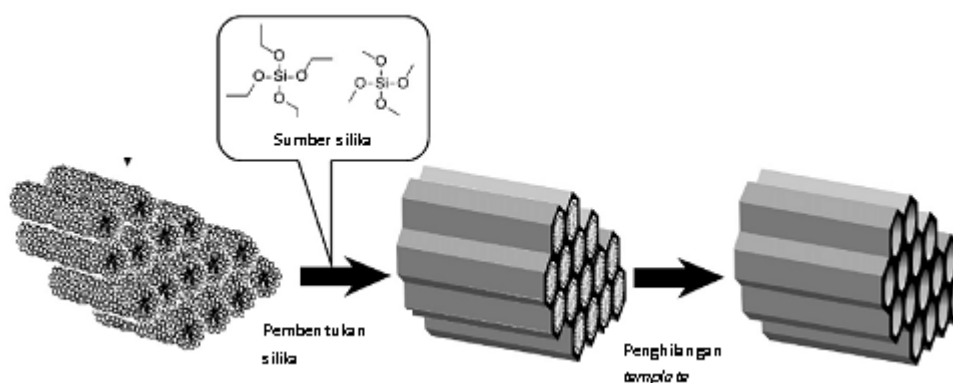
Ali *et al.* (2012) juga telah mengembangkan sensor berbasis ZnO *nanoflakes* terimobilisasi enzim uricase untuk analisis asam urat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sensor yang dikembangkan memiliki jangkauan pengukuran  $5,0 \times 10^{-7}$  -  $1,5 \times 10^{-3}$  M, batas deteksi  $5 \times 10^{-7}$  M dan faktor Nernst 66 mV/dekade. Sensor tidak diganggu oleh keberadaan asam askorbat, glukosa dan urea.

## **2.2. Sensor Pasta Karbon Nanopori Termodifikasi *Imprinting* Zeolit**

Elektroda kerja merupakan komponen terpenting dalam metodepotensiometri karena sensitivitas dan selektivitas metodepotensiometri salah satunya ditentukan oleh jenis elektroda kerja yang digunakan. Modifikasi terhadap elektroda seringkali dilakukan dengan tujuan untuk menambah selektivitas elektroda (mengurangi gangguan matriks dalam sampel yang dianalisis) dan meningkatkan sensitivitas pengukuran. Ada tiga macam cara modifikasi elektroda (Brett dan Brett, 1998; El-Maali, 2004) yaitu melapisi elektroda dengan film melalui reaksi kimia secara *self-assembled monolayer (SAM)*, melapisi elektroda dengan lapisan polimer dengan cara elektropolimerisasi dan memodifikasi keseluruhan elektroda. Modifikasi elektroda dengan cara yang ketiga memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan modifikasi permukaan elektroda. Di sini material *modifier* dicampur dengan material elektroda seperti pasta karbon. Permukaan elektroda dapat diperoleh dengan mudah dan cepat hanya dengan pemolesan atau pemotongan. Karbon yang dapat digunakan dapat bervariasi tergantung ukuran porinya. Karbon nanopori adalah karbon aktif yang memiliki ukuran pori kurang dari 100 nm. Karbon

nanopori ini dapat digunakan sebagai elektroda pada analisis secara elektrokimia (Petrova *et al*, 2010). Pemanfaatan karbon nanopori sebagai elektroda dalam bidang kimia dikarenakan karbon ini merupakan material yang inert, memiliki luas permukaan yang besar, dan memiliki konduktivitas yang tinggi (Pyun dan Lee, 2007).

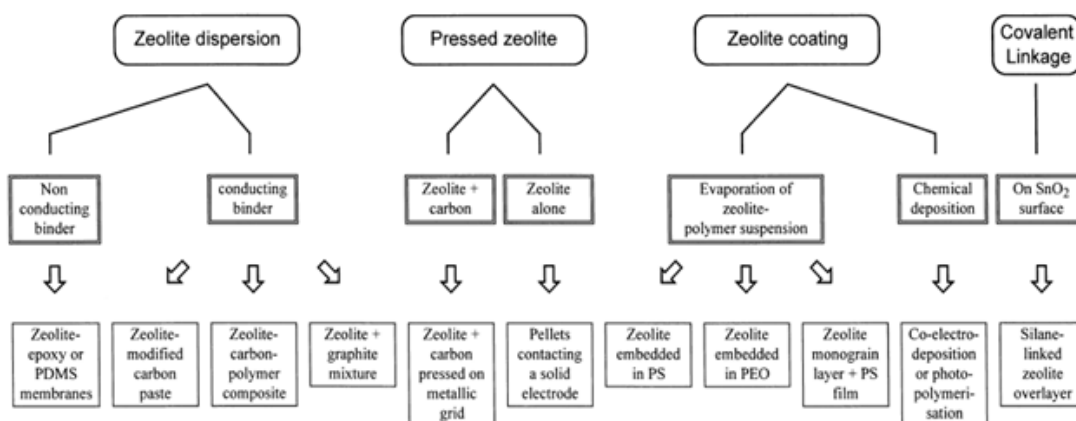
Salah satu *modifier* yang dapat digunakan untuk modifikasi elektroda adalah sistem *imprinting zeolite* (IZ). Zeolit ter-*imprint* molekul analit dibentuk melalui interaksi silika dengan suatu *template* yaitu molekul target. Adanya *template* menyebabkan volume pori menjadi lebih selektif. Interaksi antara *template* dengan dinding zeolit adalah interaksi Coulomb, Van der Waals, dan ikatan hidrogen (Davis dan Burkett, 1995). Penghilangan *template* dapat dilakukan dengan 2 metode yaitu metode ekstraksi pelarut dan kalsinasi. Metode ekstraksi pelarut jarang digunakan karena metode ini hanya mampu mengeluarkan *template* dari material tanpa menghilangkannya dari sistem sehingga dapat mengganggu proses aplikasi material. Metode yang banyak digunakan pada pembentukan cetakan adalah kalsinasi. Pemanasan suatu senyawa di atas titik didihnya akan menyebabkan senyawa tersebut berubah menjadi fasa uap. Pembentukan *imprinting zeolite* dijelaskan pada skema Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Skema pembentukan *imprinting zeolite* (Vinu *et al.*, 2006)

Setelah terbentuk *imprinting zeolite*, tahapan berikutnya adalah preparasi *zeolite modified electrode* (ZME). Terdapat 4 teknik preparasi ZME yaitu dispersi partikel zeolit pada matriks padatan, kompresi zeolit pada substrat konduktif, pelapisan zeolit pada elektroda padat, dan interaksi kovalen partikel zeolit pada permukaan elektroda (Walcaricus, 1999). Macam-macam teknik preparasi ZME ditampilkan pada skema Gambar 2.3.

Sampai saat ini telah banyak dilakukan berbagai macam penelitian tentang ZME mulai dari teknik preparasi, jenis zeolit, modifikasi zeolit dengan senyawa atau logam lain, dan sebagainya. Skema teknik preparasi ZME dapat dilihat pada Gambar 2.3. Ardakani *et al.*, (2006) melakukan modifikasi elektroda grafit-ZME untuk analisis Cu(II). Bing dan Kryger (1996) juga mensintesis elektroda grafit-termodifikasi ZME sintesis untuk analisis Cd(II) dan Zn(II). Modifikasi elektroda pasta karbon menggunakan zeolit alam (*natural zeolite modified carbon paste electrode*, NZMCPE) juga telah dikembangkan untuk menganalisis tembaga. Batas deteksi yang diperoleh adalah  $1,5 \times 10^{-8}$  M (Alpat *et al.*, 2005). Elektroda karbon pasta termodifikasi zeolit terdoping  $Fe^{3+}$  untuk analisis triptofan dan asam urat telah dikembangkan oleh Babaei *et al.* (2008). Batas deteksi metode yang dikembangkan tersebut adalah  $8 \times 10^{-8}$  M untuk asam urat.



Gambar 2.3 Skema teknik preparasi ZME (PDMS : *polydimethylsiloxane*; PS : *polystyrene*; PEO : *polyethylene oxide*) (Walcarius, 1999)

Sensor berupa pasta karbon termodifikasi MIP yang terbuat dari monomer asam metakrilat juga telah dikembangkan untuk penentuan asam urat dalam serum (Khasanah *et al.*, 2016). Metode tersebut memiliki jangkauan pengukuran yang cukup luas yaitu  $10^{-5}$ - $10^{-2}$  M, batas deteksi sebesar  $5,86 \times 10^{-6}$  M dan waktu respon kurang dari 1 menit. Elektroda yang dikembangkan tersebut memiliki selektivitas yang tinggi terhadap asam urat dalam sampel yang mengandung urea.



## **BAB III**

### **TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN**

#### **3.1. Tujuan Penelitian**

**Tujuan umum** penelitian ini adalah mengembangkan sensor berbasis IZ untuk penentuan kadar asam urat di dalam serum secara potensiometri, sehingga diperoleh suatu metoda alternatif untuk analisis asam urat disamping metode spektrofotometri yang selama ini digunakan di bidang medis. Dengan demikian akan mengurangi ketergantungan terhadap instrumentasi tertentu..

Untuk mencapai tujuan tersebut dilakukan pengembangan sensor yang sensitif dan selektif terhadap asam urat melalui modifikasi elektroda pasta karbon nanopori dengan zeolit *ter-imprint* molekul asam urat. Karbon nanopori dan zeolit sebagai material yang memiliki konduktivitas yang baik akan mempercepat waktu respon dan meningkatkan sensitivitas pengukuran. Dengan sistem *imprinting* ini akan dibentuk cetakan yang spesifik untuk molekul asam urat sehingga analisis terhadap asam urat tidak diganggu oleh adanya matriks lain karena cetakan hanya akan sesuai terhadap spesi yang dianalisis yaitu asam urat.

**Tujuan khusus** penelitian **tahun kedua** ini adalah sebagai berikut.

- a. Melakukan pembuatan sensor pasta karbon nanopori-IZ
- b. Mempelajari selektivitas sensor melalui uji pengaruh penambahan urea, asam askorbat, kreatin, dan kreatinin yang merupakan komponen penyusun serum.
- c. Mempelajari *recovery* metoda potensiometri dengan sensor pasta karbon nanopori-IZ untuk analisis asam urat dalam serum
- d. Mengaplikasikan sensor pasta karbon nanopori-IZ untuk analisis asam urat dalam sampel serum dan membandingkan hasil analisis tersebut dengan hasil analisis secara spektrofotometri yang dilakukan di bidang medis.

#### **3.2. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah dihasilkan metode alternatif untuk deteksi dini secara selektif asam urat dalam serum sehingga mengurangi ketergantungan terhadap satu metode tertentu dan memperkaya riset di bidang biomedis. Disamping itu juga akan dihasilkan artikel ilmiah yang dipublikasikan pada jurnal nasional terakreditasi atau jurnal bereputasi internasional.

## **BAB IV METODE PENELITIAN**

### **4.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumentasi Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga mulai bulan Maret – Oktober 2016. Karakterisasi zeolit dilakukan di Laboratorium Energi ITS. Uji perbandingan metode dilakukan di salah satu Laboratorium Klinik yang berada di wilayah Surabaya.

### **4.2 Bahan dan sampel penelitian**

#### **Bahan penelitian**

Bahan kimia yang digunakan adalah asam urat, tetraetil ortosilikat (TEOS), tetrapropilamonium hidroksida (TPAOH), tetrabutyl ortotitanat (TBOT), 2-propanol, urea, asam askorbat, kreatinin, kreatin, natrium asetat, asam asetat, natrium hidrogen fosfat, natrium dihidrogen fosfat, natrium hidroksida dan ammonia. Semua bahan kimia yang digunakan pada penelitian ini berderajat kemurnian pro analisis. Bahan lain yang digunakan adalah serum kontrol Precinorm UPX. Air yang digunakan adalah akuabides.

#### **Sampel penelitian**

Sampel penelitian untuk uji coba aplikasi sensor berupa urin dan serum darah, diperoleh dari salah satu Laboratorium Klinik di wilayah Surabaya.

### **4.3 Peralatan Penelitian**

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat potensiometer *Cyberscan 510*, elektroda pembanding *Ag/AgCl*, pH-meter tipe 744, spektrofotometer UV-Vis, *x-ray diffraction* (XRD), mikropipet, *hotplate-magnetic stirrer*, *tube/tip* mikropipet, serta peralatan pendukung lain.

### **4.4 Prosedur Penelitian**

Langkah-langkah penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut.

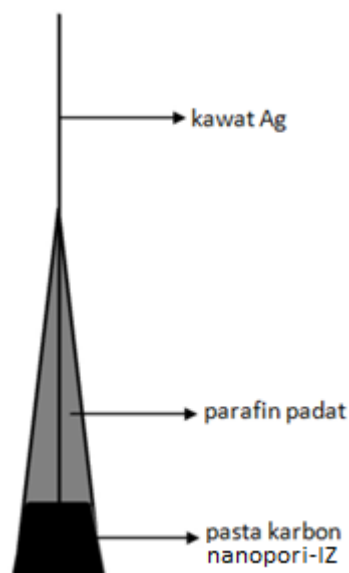
#### **1. Sintesis dan karakterisasi *imprinting zeolite***

Zeolit MFI disintesis dengan cara mencampurkan sebanyak 35 g TEOS ke dalam 0,9 g TBOT, kemudian diaduk selama 30 menit pada temperatur kamar. Sebanyak 20 g TPAOH ditambahkan ke dalam campuran, kemudian diaduk selama 15 jam, sehingga

campuran yang diperoleh mempunyai perbandingan mol TEOS : TiO<sub>2</sub> : TPAOH : H<sub>2</sub>O = 1 : 0,017 : 0,24 : 21,2. Campuran yang terbentuk dipanaskan secara hidrotermal pada temperatur 80°C selama 4 hari. Sejumlah asam urat ditambahkan ke dalam campuran hingga diperoleh rasio molar asam urat/Si = 2,98x10<sup>-4</sup>. Selanjutnya, campuran didiamkan selama 3 jam (Eimer *et al.*, 2008). Sebagai pembanding, dengan cara yang sama, dilakukan sintesis zeolit (tidak dilakukan penambahan asam urat) dan *non-imprinting zeolite* (asam urat tidak diekstraksi dari zeolit). Selanjutnya, padatan hasil sintesis (zeolit, *imprinting zeolite* dan *non-imprinting zeolite*) yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD.

## 2. Pembuatan sensor pasta karbon nanopori-IZ

Pasta karbon nanopori dibuat dengan cara mencampurkan karbon nanopori, IZ dan parafin padat dengan bantuan pemanasan. Ke dalam *tube* mikropipet dimasukkan kawat Ag, selanjutnya diisi dengan parafin padat sebanyak  $\frac{3}{4}$  bagian dan sisanya diisi dengan pasta karbon nanopori-IZ yang terbuat dari campuran karbon nanopori, IZ dan paraffin dengan perbandingan massa sebesar 45:20:35 (Khasanah *et al.*, 2016). Setelah pasta memadat, ujung permukaan sensor kemudian digosok dengan kertas. Konstruksi sensor pasta karbon nanopori-IZ dapat dilihat pada Gambar 4.1. Selanjutnya sensor yang dibuat tersebut digunakan untuk mengukur larutan baku asam urat konsentrasi 10<sup>-8</sup>-10<sup>-1</sup> M dengan pH 5.



Gambar 4.1 Konstruksi sensor pasta karbon nanopori-IZ



### **3. Pembuatan kurva baku asam urat dan uji validitas metode**

Dibuat sederetan larutan baku asam urat dengan konsentrasi  $10^{-8} - 10^{-1}$  M dengan pH 5 kemudian dianalisis secara potensiometri menggunakan sensor pasta karbon nanopori – IZ dan dilakukan replikasi sebanyak 3 kali. Dibuat kurva hubungan antara log konsentrasi asam urat dan besarnya potensial yang teramati untuk masing-masing konsentrasi asam urat yang dianalisis. Selanjutnya data hasil pengukuran larutan baku tersebut digunakan untuk menguji validitas metode meliputi jangkauan pengukuran, linieritas kurva kalibrasi, faktor Nernst, akurasi, presisi dan batas deteksi.

Jangkauan pengukuran diartikan sebagai batas konsentrasi yang masih memberikan kurva linier yang memenuhi persamaan Nernst. Dalam potensiometri, faktor Nernst ditentukan dari nilai kemiringan (slope) pada kurva hubungan antara beda potensial (mV) dengan log konsentrasi asam urat (M) (Cattrall, 1997). Titik potong ekstrapolasi regresi linier dan garis singgung kurva non linier dihubungkan ke absis untuk menentukan batas deteksi (Bakker, 1997). Presisi ditentukan dengan cara menghitung simpangan potensial hasil pengukuran berulang untuk masing-masing konsentrasi asam urat, sedangkan akurasi merupakan ketepatan antara konsentrasi hasil pengukuran dengan konsentrasi yang sebenarnya.

### **4. Uji selektivitas sensor**

Untuk mengetahui selektivitas sensor dan melihat gangguan matriks pada analisis asam urat, dilakukan uji pengaruh komponen yang biasanya terdapat dalam sampel serum yaitu asam askorbat, kreatin, kreatinin dan urea. Ke dalam larutan asam urat, ditambahkan larutan asam askorbat dengan perbandingan konsentrasi asam urat dan asam askorbat bervariasi yaitu 1:0,5; 1:1; 1:3; 1:5; 1:7; dan 1:10. Kemudian respon potensial yang diperoleh dibandingkan dengan respon potensial hasil analisis asam urat tanpa penambahan asam askorbat. Dilakukan prosedur yang sama untuk penambahan kreatinin, keratin dan urea namun dengan perbandingan konsentrasi mengikuti komposisi riil dalam sampel serum.

### **5. Aplikasi sensor pasta karbon nanopori-IZ untuk analisis asam urat pada sampel serum dan uji perbandingan metode**

#### **a. Aplikasi sensor**

Untuk melihat keterpakaian sensor dan metode yang dikembangkan, maka dilakukan aplikasi sensor untuk analisis asam urat dalam sampel serum. Sampel serum diambil dari penderita/pasien (dari salah satu Laboratorium Klinik di wilayah Surabaya). Sebanyak 100

$\mu\text{L}$  sampel serum dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah dengan 2 mL buffer asetat pH 5, kemudian diencerkan dengan air sampai tanda batas. Selanjutnya sampel serum hasil preparasi tersebut dipindahkan ke dalam gelas beker dan dianalisis secara potensiometri menggunakan sensor pasta karbon nanopori-IZ. Dari data potensial yang diperoleh, selanjutnya dihitung konsentrasi asam urat dalam sampel serum. Prosedur yang sama dilakukan terhadap 10 sampel serum yang berbeda.

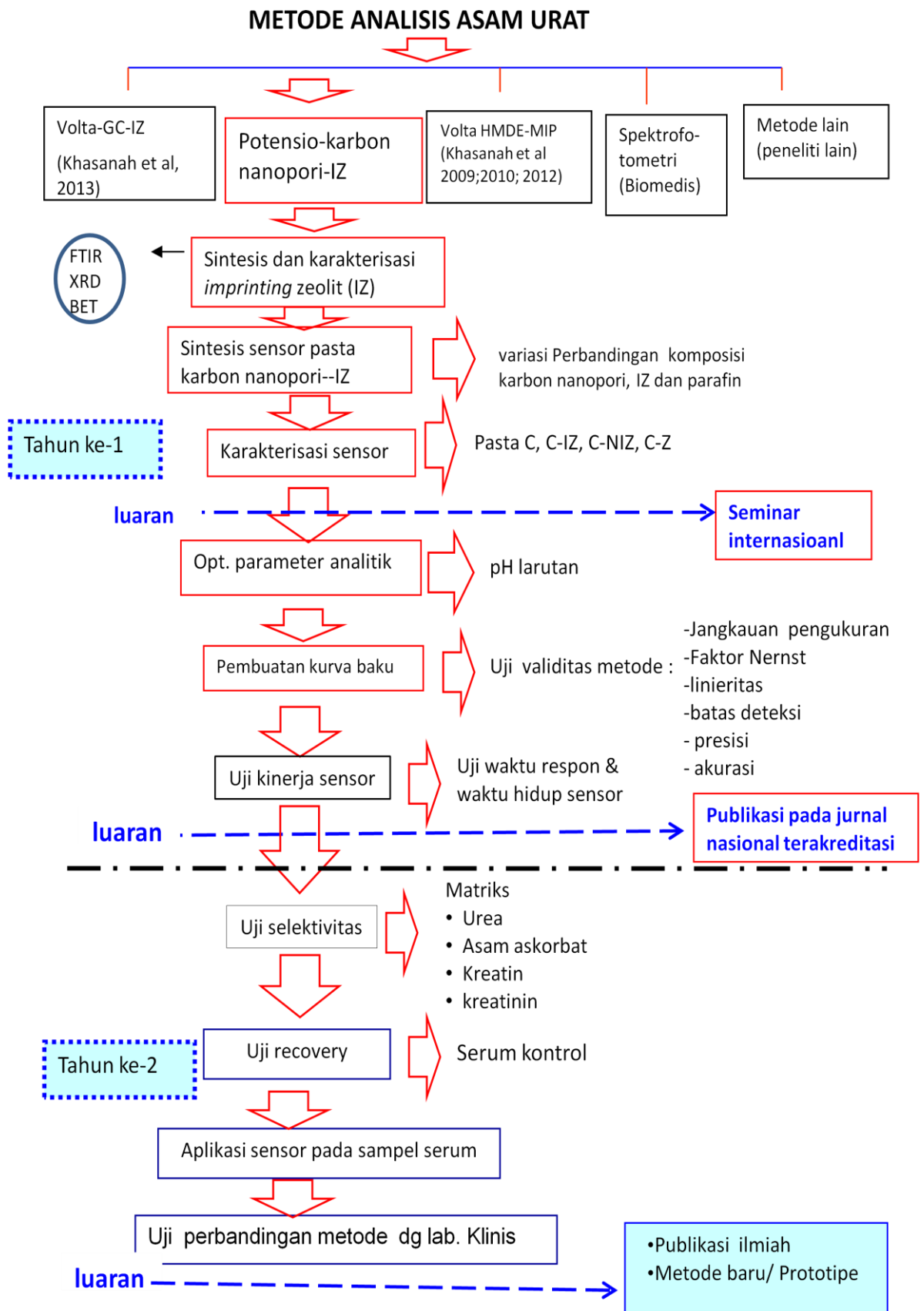
#### **b. Uji perbandingan metode**

Untuk melihat kelayakan metode, maka dilakukan perbandingan terhadap metode yang dikembangkan pada penelitian ini dengan metode spektrofotometri yang selama ini digunakan di laboratorium medis/klinis sebagai metode yang telah dianggap baku. Konsentrasi asam urat dalam sampel serum yang diperoleh dari hasil analisis sesuai prosedur 5.a. dibandingkan dengan konsentrasi yang diperoleh dari analisis yang dilakukan di laboratorium klinik, kemudian dilihat penyimpangan dan diuji *recovery*-nya menggunakan Persamaan 3.1.

$$\text{recovery} = \frac{x}{\mu} \times 100\% \quad (3.1)$$

dengan ketentuan  $x$  adalah konsentrasi asam urat yang diperoleh dari hasil analisis, sedangkan  $\mu$  adalah konsentrasi asam urat yang sebenarnya (hasil dari laboratorium klinik).

**4.5 Diagram Alir (mengikuti alur warna merah) dan Luaran Penelitian**

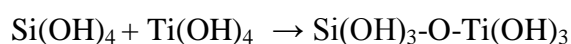
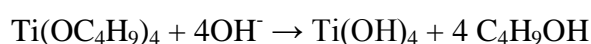
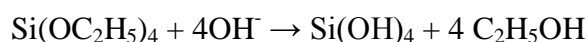


## BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

### 5.1 Sintesis Zeolit, *Non Imprinted Zeolit* (NIZ), dan *Imprinted Zeolit* (IZ)

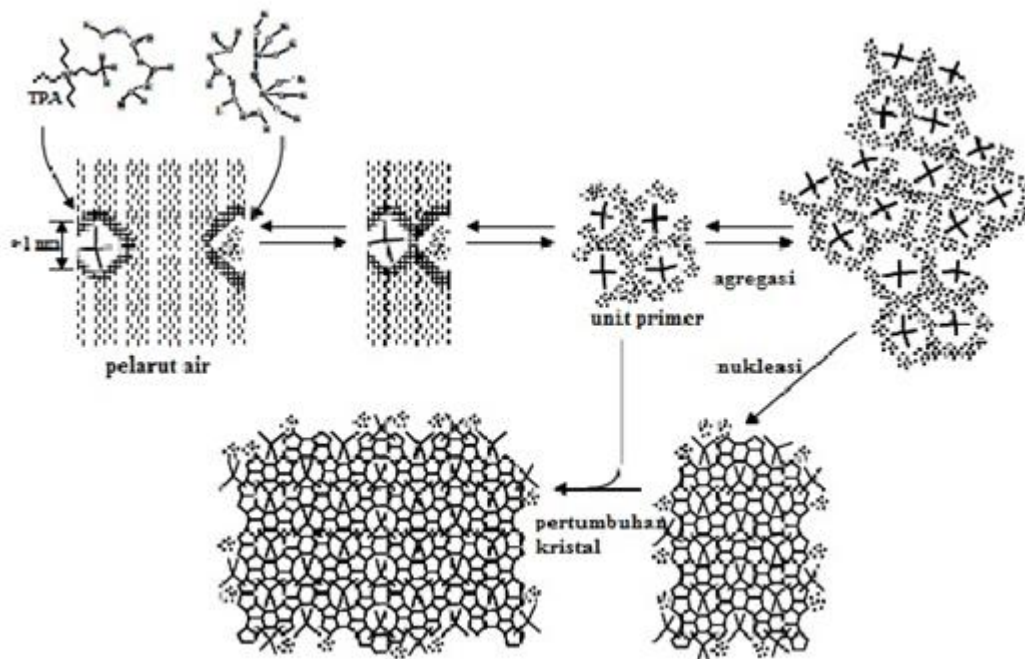
Sintesis zeolit dilakukan dengan mencampurkan bahan-bahan berupa tetrabutyl ortotianat (TBOT) sebagai sumber titanium, tetraetil ortosilikat (TEOS) sebagai sumber silika, tetrapropil amoniumhidroksida (TPAOH) sebagai pengarah struktur dan penghidrolisis, dan air sebagai pelarut. Prosedur sintesis diawali dengan melarutkan TBOT ke dalam isopropanol untuk mencegah TBOT terhidrolisis menjadi  $\text{TiO}_2$  (Prasetyoko *et al.*, 2004).  $\text{TiO}_2$  tidak diharapkan terbentuk karena memiliki struktur yang stabil. Bentuk  $\text{TiO}_2$  menyebabkan tidak mungkin terjadinya ikatan Ti dengan Si untuk menyusun rangkaian Ti-O-Si pada zeolit. Selama sintesis dilakukan pengadukan agar larutan menjadi homogen. Selanjutnya, larutan TBOT ditambah dengan TEOS yang berfungsi sebagai sumber silika dan pengadukan dibiarkan berjalan hingga 30 menit. Campuran yang terbentuk adalah larutan tidak berwarna.

Tahapan selanjutnya adalah menambahkan TPAOH pada campuran TBOT dan TEOS. Penambahan TPAOH ini menyebabkan perubahan dari larutan menjadi sol berwarna putih yang semakin mengeras hingga membentuk gel. TPAOH mengarahkan struktur zeolit ke arah MFI (*Mobile Five I*) dan memberi suasana basa untuk membantu hidrolisis sumber Ti dan Si (Xia dan Gao, 1997). Selanjutnya dilakukan tahap yang disebut *aging*, yakni pengadukan selama 15 jam agar terbentuk inti zeolit (Wong *et al.*, 2011). Pembentukan inti zeolit diawali dengan terjadinya interaksi yang kuat antara spesi silikat dan titanat yang menunjukkan dimulainya proses polimerisasi kedua spesi tersebut (Sriatun, 2004). Kemudian dilakukan penambahan air pada gel yang terbentuk sehingga didapatkan campuran TEOS, TBOT, TPAOH, dan  $\text{H}_2\text{O}$  dengan perbandingan mol 1 : 0,017 : 0,24 : 21,2. Reaksi hidrolisis TEOS, TBOT, dan polimerisasi spesi silikat dan titanat adalah sebagai berikut.



Mekanisme kristalisasi zeolit ditampilkan dalam bentuk skema pada Gambar 5.1.





Gambar 5.1 Mekanisme kristalisasi zeolit (Houssin, 2003)

Tahap selanjutnya adalah memanaskan campuran dalam oven pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 4 hari yang disebut proses hidrotermal. Proses ini melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dalam wadah tertutup rapat dipanaskan pada temperatur tinggi. Di dalam wadah tertutup terjadi keseimbangan antara larutan dan uap air. Uap air tidak akan keluar sehingga komposisi campuran prekursor akan tetap terjaga. Proses hidrotermal melibatkan peristiwa kondensasi yang memungkinkan terjadinya pemutusan dan pembentukan kembali ikatan Si-O-Si menjadi struktur Ti-O-Ti yang lebih stabil (Cundy dan Cox, 2005). Hasil dari proses hidrotermal ini berupa koloid berwarna putih. Selanjutnya 1/3 bagian dari koloid dipanaskan kembali dalam oven untuk menghilangkan air sehingga diperoleh zeolit berupa serbuk kering berwarna putih.

*Non imprinted* zeolit (NIZ) merupakan zeolit yang porinya telah terisi analit, yakni asam urat. Pembuatan NIZ dilakukan dengan mencampurkan 2/3 bagian koloid yang telah terbentuk dengan sejumlah mol asam urat sehingga diperoleh perbandingan mol Si dan asam urat = 0,0306. Penambahan asam urat ke dalam zeolit menyebabkan cairan yang semula berwarna putih berubah menjadi cairan tidak berwarna di bagian atas dan endapan berwarna putih yang menggumpal. Molekul asam urat akan terjebak dalam pori zeolit karena ukuran pori zeolit akan menyesuaikan dengan ukuran molekul asam urat. Selanjutnya campuran didiamkan selama 3 jam agar molekul asam urat dapat masuk ke dalam pori-pori zeolit dan diduga berinteraksi melalui ikatan hidrogen, interaksi Coulomb,

atau Van der Waals (Chen *et al.*, 1993). Selanjutnya koloid diambil 1/2 bagian dan dilakukan pemanasan hingga diperoleh NIZ yang berupa serbuk kering berwarna putih.

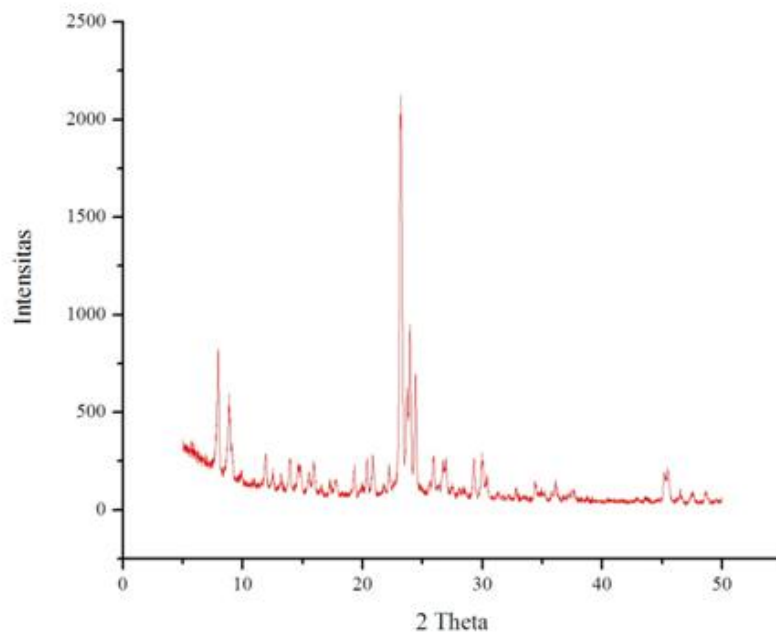
*Imprinted* zeolit (IZ) merupakan material yang dipilih dan digunakan sebagai penyusun elektroda karena IZ memiliki bentuk pori yang sama dengan molekul asam urat sehingga diharapkan selektivitas elektroda dapat meningkat. IZ dibuat dengan cara mengekstraksi asam urat dari pori NIZ menggunakan ammonium asetat dalam pelarut etanol, asam asetat, dan air dengan perbandingan 40:25:35 yang dilanjutkan dengan pencucian menggunakan air untuk menghilangkan sisa ion asetat (Moral dan Mayes, 2004). Ekstraksi dilakukan hingga mencapai pH netral untuk memastikan bahwa ion asetat telah hilang dan asam urat telah terlepas dari pori zeolit. Endapan yang terbentuk kemudian dipanaskan menggunakan oven sehingga didapat IZ berupa serbuk berwarna putih.

## **5.2 Karakterisasi Zeolit, *Non Imprinted Zeolit* (NIZ), dan *Imprinted Zeolit* (IZ)**

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi zeolit, *non imprinted* zeolit (NIZ), dan *imprinted* zeolit (IZ). Zeolit dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*), sedangkan NIZ dan IZ dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR.

### **Karakterisasi Zeolit, *Non Imprinted Zeolit* (NIZ), dan *Imprinted Zeolit* (IZ) dengan XRD**

Karakterisasi zeolit dengan XRD bertujuan untuk mengetahui jenis struktur kristal, ketidaksempurnaan kristal, ukuran dan kisi kristal. Karakterisasi ini dilakukan pada rentang  $2\theta = 3-50^\circ$ . Pola difraksi sinar-X zeolit dapat dilihat pada Gambar 5.2. Pada Gambar 5.2 terlihat bahwa puncak-puncak berintensitas tinggi terdapat pada daerah  $2\theta$   $7,96^\circ$ ;  $8,83^\circ$ ;  $23,1^\circ$ ;  $23,25^\circ$ ;  $23,94^\circ$ ; dan  $24,41^\circ$ . Puncak difraktogram tersebut merupakan puncak khas dari zeolit TS-1 yang berstruktur MFI (Qiu *et al.*, 2009). Pada daerah  $2\theta$   $24,41^\circ$ , adanya satu puncak berintensitas tinggi menunjukkan bahwa zeolit TS-1 yang disintesis berbentuk ortorombik (Ke *et al.*, 2007). Puncak-puncak yang muncul dari hasil karakterisasi XRD ini menunjukkan bahwa zeolit TS-1 telah berhasil disintesis.



Gambar 5.2 Pola difraksi sinar-X zeolit TS-1

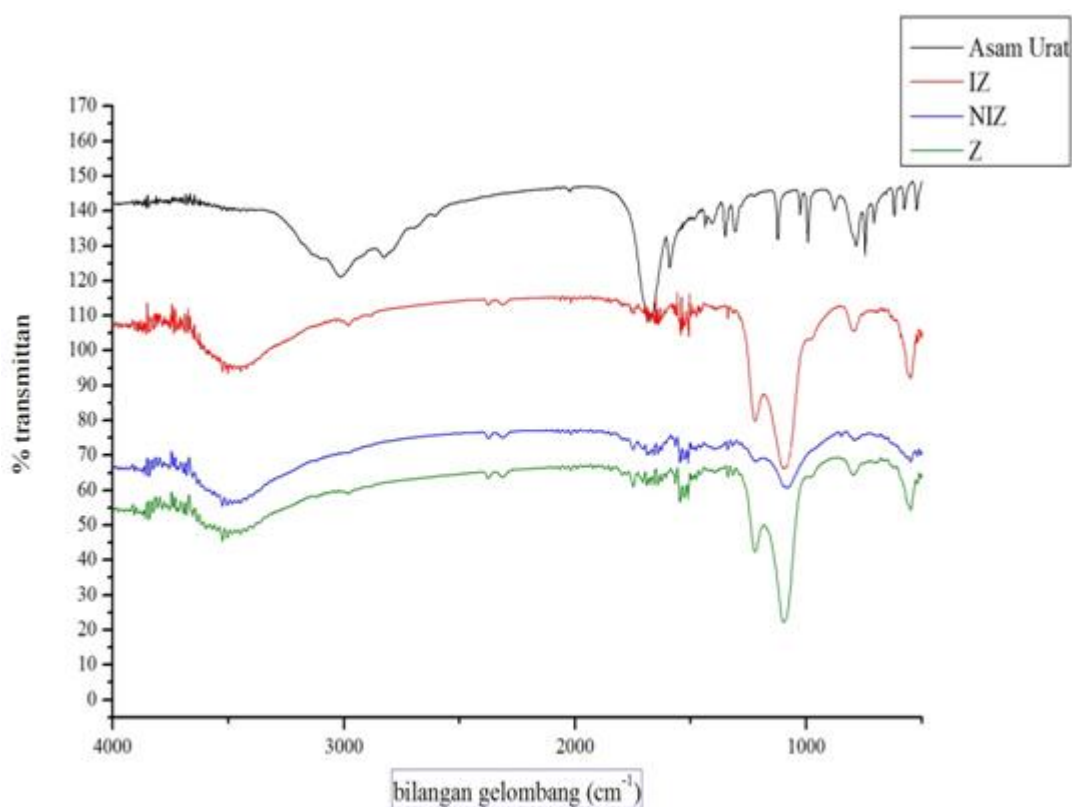
### Karakterisasi Zeolit, *Non-Imprinted* Zeolit (NIZ), dan *Imprinted* Zeolit (IZ) menggunakan Spektrofotometer FTIR

Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi zeolit, NIZ, dan IZ menggunakan FTIR untuk mengetahui dan membandingkan gugus fungsi yang terdapat pada zeolit, NIZ, dan IZ sehingga dapat diketahui apakah ketiga material ini telah terbentuk. Data bilangan gelombang dari hasil karakterisasi FTIR dapat dilihat pada Tabel 5.1. Spektra FTIR asam urat, zeolit, NIZ, dan IZ ditampilkan pada Gambar 5.3.

Tabel 5.1 Data bilangan gelombang puncak spektra asam urat, zeolit, IZ, dan NIZ

bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )				Keterangan
Asam Urat	Zeolit	NIZ	IZ	
-	453	441	457	Vibrasi ayun Si-O-Si
-	546	548	548	Vibrasi ulur asimetri cincin ganda 5 kerangka MFI
783	797	791	795	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vibrasi ayun N-H dari asam urat</li> <li>• Vibrasi ulur/tekuk simetri Si-O-Si</li> </ul>
878	-	849	-	Vibrasi tekuk N-H <i>out of plane</i> dan <i>in plane</i> dari asam urat
-	965	-	986	Vibrasi Si-O-Ti
-	1099	1082	1097	Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si
-	1221	1221	1221	Vibrasi tekuk asimetri Si-O-Si
-	1383	1395	-	Vibrasi ulur dan tekuk CH dari kation TPA <sup>+</sup>
1589	-	1547	-	Vibrasi ulur C-C dan C-N dari asam urat
1672	1638	1661	1664	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vibrasi tekuk -OH dari H<sub>2</sub>O</li> <li>• Vibrasi ulur C=O dari asam urat</li> </ul>
-	2982	-	2883 - 2979	Vibrasi tekuk simetri dan asimetri CH <sub>3</sub> dari kation TPA <sup>+</sup>
-	3448	3483	3446	• Vibrasi ulur -OH dari SiOH, TiOH, H <sub>2</sub> O, dan TPAOH

Hasil karakterisasi dengan FTIR dari asam urat, zeolit, IZ, dan NIZ menunjukkan beberapa puncak spektra pada bilangan gelombang tertentu yang mengindikasikan adanya gugus-gugus fungsi spesifik dari senyawa yang dianalisis. Pada spektra FTIR (Gambar 5.3) asam urat, puncak spektra muncul pada bilangan gelombang 783, 878, 1589, dan 1672  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak pada bilangan gelombang 781  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya vibrasi ayun N-H dari asam urat. Puncak spektra pada bilangan gelombang 880  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus N-H *out of plane in plane* pada asam urat. Sedangkan munculnya puncak spektra pada bilangan gelombang 1587 dan 1670  $\text{cm}^{-1}$  berturut-turut menunjukkan adanya vibrasi ulur C-C dan CN, serta C=O dari asam urat (Vasuki dan Selvaraju, 2014).



Gambar 5.3 Spektra FTIR dari asam urat, zeolit, NIZ, dan IZ

Pada spektra FTIR zeolit, puncak spektra muncul pada bilangan gelombang 453, 546, 797, 965, 1099, 1221, 1383, 1638, 2982, dan 3448  $\text{cm}^{-1}$ . Kemunculan puncak spektra pada bilangan gelombang 450, 800 dan 960  $\text{cm}^{-1}$  berturut-turut mengindikasikan adanya vibrasi ayun Si-O-Si, vibrasi ulur/tekuk simetri Si-O-Si, dan vibrasi Si-O-Ti dimana titanium telah tersubstitusi ke dalam kerangka zeolit (Qiu *et al.*, 2009). Puncak spektra pada bilangan gelombang 551  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya cincin ganda lima dalam kerangka zeolit yang membuktikan telah terbentuknya kerangka MFI (Sutrisno *et al.*, 2005). Puncak



spektra pada bilangan gelombang 1100 dan 1220  $\text{cm}^{-1}$  menandakan adanya vibrasi ulur dan tekuk asimetri Si-O-Si (Zhao *et al.*, 2000). Pada bilangan gelombang 1450-1500 dan 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak spektra yang khas dari TPAOH. Pada daerah 1450-1500  $\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak spektra yang menandakan telah terjadinya vibrasi ulur dan tekuk C-H dari kation  $\text{TPA}^+$ . Sementara itu, puncak spektra pada daerah 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi tekuk simetri dan asimetri  $\text{CH}_3$  dari kation  $\text{TPA}^+$ . Adanya air dapat dideteksi dari puncak spektra yang muncul di daerah 1624 dan 3420  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk dan ulur gugus  $-\text{OH}$  dari  $\text{H}_2\text{O}$  (Colthup *et al.*, 1990).

Karakterisasi NIZ dengan FTIR menghasilkan puncak-puncak pada daerah 441, 548, 791, 849, 1082, 1221, 1395, 1547, 1661, dan 3483  $\text{cm}^{-1}$ . Pada dasarnya puncak spektra yang muncul pada NIZ hampir sama dengan zeolit, hanya saja pada NIZ muncul spektra baru pada daerah 849 dan 1547  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak spektra pada kedua bilangan gelombang tersebut berturut-turut menunjukkan adanya vibrasi tekuk gugus NH *out of and in plane* dan adanya vibrasi ulur C-C serta C-N dari asam urat (Vasuki dan Selvaraju, 2014). Apabila diperhatikan secara seksama, puncak spektra pada daerah 1661  $\text{cm}^{-1}$  untuk NIZ terlihat lebih tajam dibanding zeolit dan IZ karena adanya vibrasi tekuk  $-\text{OH}$  dari  $\text{H}_2\text{O}$  dan vibrasi ulur C=O dari asam urat. Puncak spektra pada daerah 1395  $\text{cm}^{-1}$  untuk NIZ juga terlihat lebih tajam dikarenakan oleh adanya vibrasi tekuk  $\text{CH}_3$  dari kation  $\text{TPA}^+$  dan vibrasi ulur C-N dari asam urat.

Karakterisasi IZ dengan FTIR menghasilkan puncak spektra pada daerah-daerah yang hampir sama dengan zeolit. Puncak spektra IZ muncul pada daerah 457, 548, 795, 986, 1097, 1221, 1664, 2883, 2979, dan 3446  $\text{cm}^{-1}$ . Indikator keberhasilan sintesis IZ adalah apabila sudah tidak dijumpainya lagi puncak-puncak khas asam urat pada spektra IZ. Oleh karena puncak khas asam urat pada bilangan gelombang 849 dan 1547  $\text{cm}^{-1}$  sudah menghilang, maka dapat dikatakan bahwa IZ telah berhasil disintesis. Hilangnya asam urat disebabkan oleh proses ekstraksi yang mengeliminasi molekul asam urat dari pori zeolit sehingga spektra yang mengindikasikan adanya asam urat tidak lagi dijumpai. Selain itu, hilangnya puncak spektra pada bilangan gelombang 1395  $\text{cm}^{-1}$  menandakan bahwa TPAOH telah terlepas akibat proses ekstraksi.

### 5.3 Preparasi Karbon

Dalam penelitian ini dilakukan preparasi karbon melalui aktivasi terhadap serbuk karbon. Aktivasi karbon dilakukan untuk mendapatkan karbon dengan luas permukaan yang lebih besar serta untuk meningkatkan konduktivitas karbon sehingga apabila diaplikasikan dalam pembuatan elektroda dapat memunculkan sinyal yang baik.

Proses aktivasi diawali dengan perendaman serbuk karbon dalam larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,001 M selama 24 jam disertai dengan proses pengadukan menggunakan pengaduk magnet.  $\text{H}_3\text{PO}_4$  merupakan aktivator karbon yang bertindak sebagai *dehydrating agent*, yakni reagen kimia yang mendukung pembentukan matriks yang kaku serta mengurangi kecenderungan penguapan dan kontraksi volume selama pemanasan pada suhu tinggi (Girgis *et al.*, 2002). Karbon selanjutnya dicuci dengan akuades menggunakan corong buchner hingga pH netral. Pencucian dilakukan untuk menghilangkan sisa asam fosfat yang dibuktikan dengan tidak dijumpainya lagi endapan putih  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  dalam filtrat hasil pencucian karbon setelah ditetesi larutan  $\text{AgNO}_3$  1,7%. Karbon yang sudah dicuci selanjutnya dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  untuk memisahkan karbon dari sisa-sisa air pada proses pencucian (Turmuzi dan Syaputra, 2015). Karbon yang telah dipreparasi kemudian dikarakterisasi dengan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran porinya. Berdasarkan hasil karakterisasi karbon pada Lampiran 9, dapat diketahui bahwa luas permukaan karbon adalah  $877,463 \text{ m}^2/\text{g}$  yang menunjukkan bahwa karbon berkualitas baik karena luas permukaannya lebih besar dari  $500 \text{ m}^2$  (Pradhan *et al.*, 2011). Selain itu, hasil karakterisasi adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  juga memberikan informasi bahwa karbon memiliki ukuran diameter pori sebesar 3,835 nm sehingga tergolong sebagai karbon nanopori karena ukuran porinya berkisar antara 2,1-6,5 nm (Ariyanto *et al.*, 2012).

### 5.4 Uji Kinerja Elektroda

Pembuatan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit untuk analisis asam urat dilakukan dengan tahapan sebagai berikut. Pertama-tama memasukkan kawat perak (Ag) ke dalam *tube* mikropipet. Kawat perak ini berfungsi sebagai material penghantar listrik (konduktor) yang menghubungkan elektroda dengan potensiometer. Kemudian,  $3/4$  *tube* mikropipet diisi dengan parafin padat. Bagian yang tersisa pada *tube* mikropipet selanjutnya diisi dengan campuran antara karbon, IZ, dan parafin yang berbentuk pasta karbon-IZ (setelah melalui proses pemanasan). Pasta karbon memiliki keunggulan berupa ketahanan yang tinggi dan kemampuan respon yang stabil (Bagheri *et al.*, 2014). Sementara

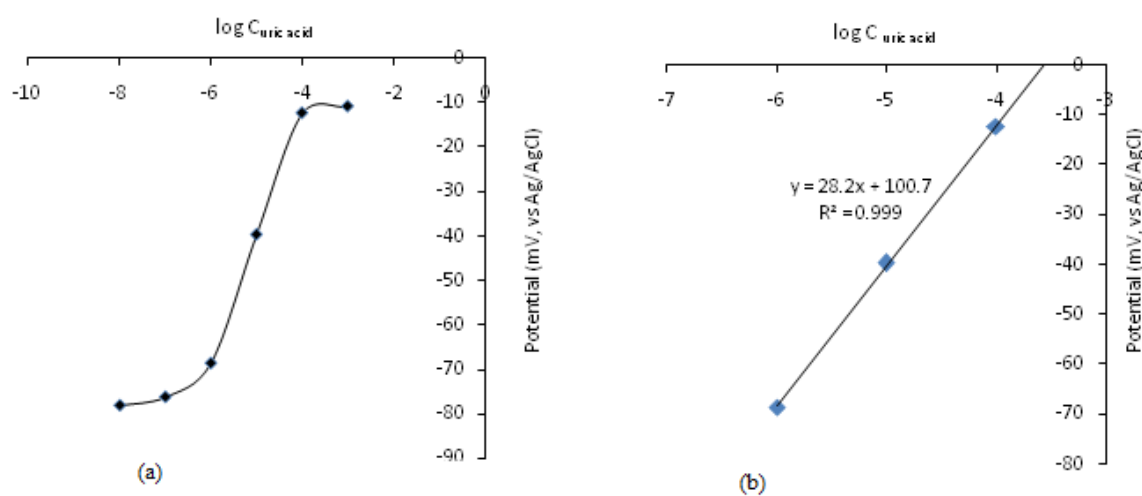
itu, IZ yang ditambahkan berfungsi sebagai perangkap bagi molekul asam urat yang dianalisis karena pori IZ telah dicetak sesuai dengan bentuk dan ukuran molekul asam urat. Perbandingan massa (%b/b) karbon, IZ, dan parafin serta pH yang digunakan disesuaikan dengan komposisi yang telah dioptimasi pada penelitian sebelumnya (Khasanah *et al.*, 2016), yakni 40:25:35, sedangkan analisis dilakukan pada larutan asam urat yang dikondisikan dengan pH 5 melalui penambahan buffer asetat.

Kinerja elektroda diuji dengan mengaplikasikannya untuk mengukur potensial elektroda pada larutan asam urat konsentrasi  $10^{-8}$  M sampai  $10^{-3}$  M. Pengukuran dilakukan dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Hasil potensial masing-masing larutan seperti yang tercantum dalam Tabel 5.2 kemudian diplotkan ke dalam kurva potensial sebagai sumbu y dan log konsentrasi asam urat sebagai sumbu x nya.

Tabel 5.2 Data potensial elektroda hasil pengukuran larutan asam urat konsentrasi  $10^{-8}$  M sampai  $10^{-3}$  M

Konsentrasi asam urat (M)	Potensial (mV)
$10^{-8}$	-52.9
$10^{-7}$	-55.3
$10^{-6}$	-55.7
$10^{-5}$	-37.9
$10^{-4}$	-21.1
$10^{-3}$	-27.8

Kurva hubungan antara log konsentrasi asam urat dengan potensial elektroda disajikan pada Gambar 5.4.a. Kurva yang masih memberikan garis linier (Gambar 5.4.b) disebut sebagai kurva standar larutan asam urat.



Gambar 5.4 Kurva hubungan antara log konsentrasi asam urat dengan potensial elektroda (a) dan kurva standar asam urat (b)

Rentang konsentrasi yang memberikan kurva linier pada kurva hubungan log konsentrasi dan potensial elektroda disebut sebagai jangkauan pengukuran, sedangkan kemiringan (slope) pada kurva hubungan antara log konsentrasi asam urat dan potensial elektroda dikenal sebagai faktor Nernst. Ukuran seberapa baik kurva kalibrasi (kurva standar) menghubungkan antara potensial elektroda dengan log konsentrasi asam urat disebut sebagai linieritas kurva standar.

Kinerja elektroda pasta karbon-IZ untuk analisis kadar asam urat secara potensiometri secara keseluruhan ditampilkan pada Tabel 5.3.

Tabel 5.3. Parameter kinerja elektroda pasta karbon-IZ

No	Parameter	Nilai
1	Jangkauan pengukuran	$10^{-6}$ - $10^{-4}$ M
2	Linieritas kurva standar	0,9989
3	Faktor Nernst	28,2 mV/dekade
4	Waktu respon	25 – 44 detik
5	Batas deteksi*)	$5,86 \times 10^{-6}$ M (0,1 mg/dL)
6	Presi	98,6-98,8 %
7	<i>Lifetime</i>	127 pengukuran, 10 minggu
8	Koefisien selektivitas ( $K_{ij}$ )	< 1 (selektif)

\*) Khasanah, *et al* (2016)

Hasil penentuan batas deteksi menunjukkan bahwa metode yang dikembangkan ini dapat digunakan untuk analisis asam urat dengan kadar 26 kali lebih rendah dibandingkan batas bawah kadar normal asam urat dalam darah (2,6-7,0 mg/dL). Dengan demikian metode yang dikembangkan ini dapat digunakan untuk mendeteksi secara dini kadar asam urat dalam darah atau dapat digunakan untuk analisis kadar normal asam urat dalam darah dengan volume sampel yang kecil/sedikit. Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan jangkauan pengukuran elektroda pasta karbon-IZ sebesar  $10^{-5}$  -  $10^{-2}$  M (Khasanah *et al.*, 2016) dan faktor Nernst sebesar 28,6 mV/dekade. Perbedaan yang terjadi ini tidak signifikan dan tidak mengganggu hasil analisis pada analisis sampel karena konsentrasi asam urat dalam sampel serum berkisar  $10^{-5}$  M dan berada dalam jangkauan pengukuran, sedangkan faktor Nernst yang dihasilkan seharusnya sebesar  $(29,5 \pm 2)$  mV karena asam urat merupakan molekul divalen (Huang *et al.*, 2006).

## 5.5 Uji selektivitas

Selektivitas merupakan kemampuan elektroda yang mampu mengukur suatu analit dengan selektif dimana analit tersebut berada bersama-sama dengan komponen lain pada suatu sampel. Selektivitas dalam potensiometri dinyatakan dengan nilai koefisien selektivitas ( $K_{ij}$ ). Pengukuran koefisien selektivitas diperlukan karena keberadaan asam urat

dalam tubuh umumnya bersama molekul lain yang juga memiliki struktu/gugus fungsi mirip dengan asam urat, misalnya urea, kreatin, kreatinin, dan asam askorbat. Koefisien selektivitas pada penelitian ini ditentukan dengan metode larutan tercampur, yaitu dengan membandingkan perbedaan potensial larutan yang mengandung ion analit dengan larutan yang mengandung campuran analit dan matriks dan metode Matched Potential Method (MPM). Apabila nilai koefisien selektivitas <1 maka elektroda selektif terhadap analit target dan pengukuran analit tidak diganggu oleh matriks lain dalam sampel.

Senyawa yang digunakan untuk mempelajari pengaruh matrik pada penelitian ini adalah kreatin, kreatinin, dan asam askorbat. Untuk mengetahui pengaruh kreatin dalam analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon, maka diukur potensial asam urat dengan konsentrasi normal dalam tubuh, yakni  $10^{-4}$  M. Selain itu juga diukur potensial asam urat  $10^{-4}$  M yang mengandung kreatin dengan konsentrasi  $0,1 \times 10^{-4}$ ;  $0,3 \times 10^{-4}$ ;  $1,0 \times 10^{-4}$ ; dan  $3,0 \times 10^{-4}$  M. Nilai potensial yang diperoleh lalu disubstitusikan ke dalam persamaan 5.1 sehingga diperoleh nilai koefisien selektivitas ( $K_{ij}$ ) untuk masing-masing konsentrasi seperti yang disajikan dalam Tabel 5.4.

$$K_{ij}^{pot} = \frac{a_i \left( 10^{\frac{(E_2 - E_1)}{S}} \right)^{-1}}{a_j^{n/x}} \quad (5.1)$$

Tabel 5.4 Harga koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks kreatin

No	Konsentrasi larutan (M)	Koefisien Selektivitas ( $K_{ij}$ )
1	Asam urat $10^{-4}$ + Kreatin $0,1 \times 10^{-4}$	$-7,5928 \times 10^{10}$
2	Asam urat $10^{-4}$ + Kreatin $0,3 \times 10^{-4}$	$-2,3339 \times 10^{10}$
3	Asam urat $10^{-4}$ + Kreatin $1,0 \times 10^{-4}$	$-8,5921 \times 10^3$
4	Asam urat $10^{-4}$ + Kreatin $3,0 \times 10^{-4}$	$-2,9706 \times 10^6$

Pengaruh kreatinin dalam analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon dapat diketahui dengan cara mengukur potensial asam urat dengan konsentrasi yang normal dalam tubuh, yakni  $10^{-4}$  M. Selain itu juga diukur potensial asam urat  $10^{-4}$  M yang mengandung kreatinin dengan konsentrasi  $0,1 \times 10^{-4}$ ;  $0,3 \times 10^{-4}$ ;  $1,0 \times 10^{-4}$ ; dan  $3,0 \times 10^{-4}$  M. Nilai potensial yang diperoleh lalu disubstitusikan ke dalam persamaan koefisien selektivitas sehingga diperoleh nilai koefisien selektivitas untuk masing-masing konsentrasi seperti yang disajikan dalam Tabel 5.5



Tabel 5.5 Nilai koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks kreatinin

No	Konsentrasi larutan (M)	Koefisien Selektivitas ( $K_{ij}$ )
1	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $0,1 \times 10^{-4}$	$-6,1492 \times 10^{10}$
2	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $0,3 \times 10^{-4}$	$-2,6438 \times 10^9$
3	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $1,0 \times 10^{-4}$	$-6,7001 \times 10^7$
4	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $3,0 \times 10^{-4}$	$-2,8239 \times 10^6$

Keterangan: AU=asam urat

Untuk mengetahui pengaruh asam askorbat dalam analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon, maka diukur potensial asam urat dengan konsentrasi yang normal dalam tubuh, yakni  $10^{-4}$  M. Selain itu juga diukur potensial asam urat  $10^{-4}$  M yang mengandung asam askorbat dengan konsentrasi  $0,5 \times 10^{-5}$ ,  $0,1 \times 10^{-4}$ ,  $1,0 \times 10^{-4}$ ; dan  $5,0 \times 10^{-4}$  M. Nilai potensial yang diperoleh lalu disubstitusikan ke dalam persamaan koefisien selektivitas sehingga diperoleh nilai koefisien selektivitas untuk masing-masing konsentrasi seperti yang disajikan dalam Tabel 5.6

Tabel 5.6 Nilai koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-IZ pada analisis asam urat dalam matriks asam askorbat

No	Konsentrasi larutan (M)	Koefisien Selektivitas ( $K_{ij}$ )
1	AU $10^{-4}$ + AA $0,5 \times 10^{-5}$	$-5,8493 \times 10^{11}$
2	AU $10^{-4}$ + AA $0,1 \times 10^{-4}$	$-7,1267 \times 10^{10}$
3	AU $10^{-4}$ + AA $1,0 \times 10^{-4}$	$-7,1647 \times 10^7$
4	AU $10^{-4}$ + AA $5,0 \times 10^{-4}$	$-5,2305 \times 10^5$

Keterangan: AU=asam urat

AA=asam askorbat

Penambahan ketiga spesies yang diduga mengganggu analisis asam urat ternyata menghasilkan koefisien selektivitas kurang dari 1 untuk tiap konsentrasi, yang artinya baik kreatin, kreatinin, maupun asam askorbat pada konsentrasi yang ditambahkan tidak mengganggu analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-IZ, yang berarti bahwa elektroda pasta karbon-IZ lebih selektif terhadap asam urat daripada kreatin, kreatinin, dan asam askorbat (Cattrall, 1997). Selektivitas elektroda ini diakibatkan oleh sisi aktif spesifik dari elektroda yang hanya mengenali molekul asam urat.

Hasil uji selektivitas (nilai koefisien selektivitas) elektroda untuk analisis asam urat dalam matriks asam askorbat, kreatin dan kreatinin menggunakan metode *Matched Potentiometry Method* (MPM) ditampilkan pada Tabel 5.7.

Tabel 5.7. Koefisien selektivitas ( $K_{ij}$ ) elektoda pasta karbon-IZ untuk analisis asam urat  $10^{-4}$  M dalam matrik asam askorbat, kreatin dan kreatinin

Matriks (M)	$K_{ij}$
Asam askorbat	
$5.0 \times 10^{-6}$	0.1769
$1.0 \times 10^{-5}$	0.3847
$1.0 \times 10^{-4}$	0.7273
$5.0 \times 10^{-4}$	0.2597
Kreatin	
$1.0 \times 10^{-5}$	0.2002
$3.0 \times 10^{-5}$	0.1004
$1.0 \times 10^{-4}$	0.0870
$3.0 \times 10^{-4}$	0.1749
Kreatinin	
$1.0 \times 10^{-5}$	0.3267
$3.0 \times 10^{-5}$	0.2093
$1.0 \times 10^{-4}$	0.1023
$3.0 \times 10^{-4}$	0.2059

Data  $K_{ij}$  pada Tabel 5.7. juga menjelaskan bahwa keberadaan matriks berupa asam askorbat, kraatin atau kreatinin tidak mengganggu analisis asam urat yang ditunjukkan dengan nilai  $K_{ij}$  kurang dari 1 untuk seluruh konsentrasi matriks yang ditambahkan.

## 5.6 Penentuan Akurasi dan Uji Perbandingan Metode

Salah satu parameter validitas suatu metode adalah nilai akurasi. Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan nilai sebenarnya. Pada penelitian ini akurasi dinyatakan dengan nilai *recovery*. Penentuan akurasi dilakukan dengan mengukur potensial elektroda untuk analisis 3 larutan yaitu urin, urin yang ditambahkan larutan standar asam urat, dan larutan standar asam urat. Pada penelitian ini, konsentrasi larutan standar asam urat yang digunakan adalah  $10^{-6}$ - $10^{-4}$  M. Nilai potensial yang diperoleh kemudian disubstitusikan ke dalam persamaan regresi linier pada kurva standar sehingga diperoleh konsentrasi masing-masing larutan. Nilai konsentrasi yang didapatkan selanjutnya disubstitusikan ke dalam persamaan 5.2.

$$R = \frac{C_{ss} - C_{sp}}{C_{std}} \times 100\% \quad (5.2)$$

Dimana R adalah *recovery*/akurasi,  $C_{ss}$  adalah konsentrasi hasil analisis sampel yang dispiki,  $C_{sp}$  adalah konsentrasi asam urat dalam sampel,  $C_{std}$  adalah konsentrasi larutan standar asam urat yang ditambahkan.

Data potensial elektroda pasta karbon-IZ pada pengukuran masing-masing larutan disajikan dalam Tabel 5.8.

Tabel 5.8 Data potensial elektroda untuk pengukuran larutan sampel urin, larutan urin yang ditambah standar asam urat dan larutan standar asam urat

<b>Larutan</b>	<b>Potensial (mV)</b>
Urin	2,9
urin + asam urat $10^{-6}$ M	3,1
asam urat $10^{-6}$ M	-22,1
urin + asam urat $10^{-5}$ M	3,0
asam urat $10^{-5}$ M	-30,0
urin + asam urat $10^{-4}$ M	3,1
asam urat $10^{-4}$ M	-24,3

Pada penelitian ini juga dilakukan perbandingan metode analisis asam urat dalam sampel urin dengan metode potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon -IZ dan metode spektrofotometri dengan reagen urikase yang diukur pada panjang gelombang 293 nm (hasil uji laboratorium klinik). Akurasi (A) hasil perbandingan metode ini dihitung menggunakan persamaan 5.2.

$$A = \frac{C_{dev}}{C_{std}} \times 100\% \quad (5.2)$$

Dengan ketentuan  $C_{dev}$  adalah konsentrasi yang diperoleh dari hasil analisis menggunakan metode yang dikembangkan pada penelitian ini (potensiometri), sedangkan  $C_{std}$  adalah konsentrasi yang diperoleh dari hasil analisis menggunakan metode yang umum digunakan dan dianggap sebagai metode baku untuk analisis asam urat di bidang medis, yaitu spektrofotometri.

Data nilai akurasi metode yang diperoleh disajikan dalam Tabel 5.9. Dari data yang tercantum dalam Tabel 5.9 terlihat bahwa metode potensiometri menggunakan elektroda yang dikembangkan ini memiliki *recovery* sebesar  $113.18 \pm 14.79\%$ , sedangkan hasil uji perbandingan metode potensiometri dengan metode spektrofotometri menunjukkan nilai akurasi  $94.47 \pm 14.64\%$ . Nilai akurasi yang ditetapkan oleh the *Association of Official Analytical Chemist* (AOAC) untuk konsentrasi  $10^{-6}$ - $10^{-4}$  M adalah 80-110% (Taverniers *et al.*, 2004).

Tabel 5.9. Akurasi metode potensiometri dan hasil uji perbandingan metode pada sampel urin

Sampel	Konsentrasi asam urat (M)		Akurasi (%)	
	Potensiometri	Spektrofotometri*)	Potensiometri	Terhadap spektrofotometri
Urin	$1.89 \times 10^{-3}$	$2.39 \times 10^{-3}$		79.00
Urin + asam urat $10^{-6}$ M	$1.89 \times 10^{-3}$	$1.94 \times 10^{-3}$	96.18	97.28
Asam urat $10^{-6}$ M	$1.61 \times 10^{-6}$	$1.92 \times 10^{-6}$		83.51
Urin + asam urat $10^{-5}$ M	$1.91 \times 10^{-3}$	$2.30 \times 10^{-3}$		82.80
Asam urat $10^{-5}$ M	$1.29 \times 10^{-5}$	$1.31 \times 10^{-5}$	120.34	98.42
Urin + asam urat $10^{-4}$ M	$2.08 \times 10^{-3}$	$2.10 \times 10^{-3}$		98.41
Asam urat $10^{-4}$ M	$1.44 \times 10^{-4}$	$1.18 \times 10^{-4}$	123.04	121.89

Uji perbandingan hasil analisis kadar asam urat dalam serum menggunakan metode potensiometri dan spektrofotometri menunjukkan akurasi sebesar  $(95,11 \pm 2,11)$  %. Nilai akurasi tersebut juga berada dalam rentang keberterimaan metode analisis kimia (Taverniers *et al.*, 2004). Data hasil analisis kadar asam urat dalam 5 buah sampel serum secara potensiometri dan spektrofotometri, serta akurasi metode potensiometri terhadap metode spektrofotometri ditampilkan pada Tabel 5.10.

Tabel 5.10. Data konsentrasi asam urat dalam sampel serum hasil analisis dengan metode potensiometri dan akurasi pada uji perbandingan metode

No sampel	Metode potensiometri M	Metode spektrofotometri mg/dL	Metode spektrofotometri (mg/dL) *)	Akurasi (%)
1	$4.77 \times 10^{-4}$	7.6	8.1	94.22
2	$3.18 \times 10^{-4}$	5.1	5.2	97.85
3	$2.18 \times 10^{-4}$	3.5	3.7	94.27
4	$6.23 \times 10^{-4}$	10.0	10.3	96.78
5	$2.60 \times 10^{-4}$	4.2	4.5	92.44

\*) data dari laboratorium klinik

Berdasarkan data batas deteksi, selektivitas dan akurasi yang diperoleh dari penelitian ini, maka metode potensiometri menggunakan sensor pasta karbon termodifikasi imprinting zeolit yang dikembangkan ini disarankan menjadi metode alternatif untuk penentuan kadar asam urat dalam sampel urin maupun serum darah.

### 5.7 Luaran yang Dicapai

Hasil penelitian tahun kedua ini telah dipublikasikan pada *Collaboration Seminar of Chemistry and Industry (CoSCI)* yang diadakan oleh Departemen Kimia FST Universitas Airlangga tanggal 5-6 Oktober 2016, selanjutnya manuscript terpilih untuk dimuat pada *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. Bukti luaran disajikan pada Lampiran 12.

## **BAB VI**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **6.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Kreatin, kreatinin, dan asam askorbat pada konsentrasi lebih tinggi dari konsentrasi normal dalam tubuh terbukti tidak mengganggu analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-IZ.
2. Metode potensiometri dengan elektroda pasta karbon-IZ memiliki limit deteksi 26 kali lebih rendah dibandingkan batas bawah kadar normal asam urat dalam sampel darah, sehingga dapat digunakan untuk mendeteksi secara dini kadar asam urat dalam darah.
3. Uji perbandingan hasil analisis asam urat secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-IZ dengan metode spektrofotometri menunjukkan akurasi yang tinggi, sehingga metode yang dikembangkan ini dapat diaplikasikan untuk analisis asam urat dalam sampel darah.

#### **6.2 Saran**

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh penambahan komponen lain yang memiliki gugus fungsi mirip dengan asam urat dan terdapat dalam darah seperti glukosa dan senyawa golongan aldehyd.
2. Metode yang dikembangkan ini disarankan digunakan sebagai metode alternatif untuk penentuan kadar asam urat dalam darah pada bidang biomedis



## DAFTAR PUSTAKA

- Akyilmaz, E., Sezginurk, M. K. and Dinckaya E., 2003, A biosensor based on urate oxidase-peroxidase coupled enzyme system for uric acid determination in urine, *Talanta*, 61, 73-79.
- Ali, S.M. U., Alvi., N.H., Ibupoto, Z., Nur, O., Willander, M., and Danielsson, B., 2011, Selective potentiometric determined nation of uric acid with uricase immobilized on ZnO nanowires, *Sens. Actuators B-Chemical*, 2 (152), 241-247.
- Ali, S.U., Ibupoto, Z.H., Kashif, M, Hashim, U. and Willander, M, 2012, APotentiometric indirect uric acid sensor based on ZnO nanoflakes and immobilized uricase, *Sensors*, 12, 2787-2797.
- Alpat, S, K., Yuksel, U, and Akcay, H., 2005, Development of a novel carbon paste electrode containing a natural zeolite for the voltammetric determination of copper, *Electrochemistry Communication*, 7, 130-134
- Ardakani, M, M., Akrami, Z., Kazemian, H., and Zare, H. R., 2005, Electrocatalytic characteristics of uric acid oxidation at graphite-zeolite modified electrode doped with iron (III), *Electroanal. Chem.*, 586, 31-38
- Ariyanto, T., Prasetyo, I., dan Rochmadi, 2012, Pengaruh struktur pori terhadap kapasitansi elektroda superkapasitor yang dibuat dari karbon nanopori, *Reaktor*, 14 (1), 25-32.
- Babaei., A., Zandehdel, M., Khalilzadeh, B., and Taheri, A., 2008, Simultaneous determination of triptofan, uric acid and ascorbic acid at iron (III) doped zeolite modified carbon paste electrode, *Colloids and Surfaces B:Biointerfaces*, 66, 226-232.
- Bagheri, H., Afkhami, A., Shirzadmehr, A., Khoshsafa, H., 2014, A new nano-composite modified carbon paste electrode as a high performance potentiometric sensor for nanomolar Tl(I) determination, *Journal of Molecular Liquids*, 197, 52-57.
- Bakker, E., Buhlmann, P., Pretsch, E., 1997, Carrier-Based Ion Selective Electrodes and Bulk Optodes (1) General Characteristics, *Chem. Rev.*, 97 : 3083-3132
- Bing, C., and Kryger, L., 1996, Accumulation and voltammetric determination of complexed metal ions at zeolite-modified sensor electrodes, *Talanta*, 43, 153-160
- Brett, C.M.A. and Brett, A.M.O., 1998, *Electroanalysis*, Oxford Science Publications, Oxford
- Cattrall, R.W., 1997, *Chemical Sensors*, Oxford University Press, New York
- Chen, J.C., Chung, H.H., Hsu, C.T., Tsai, D.M., Kumar, A.S., and Zen, J.M., 2005, A disposable single-use electrochemical sensor for the detection of uric acid in human whole blood, *Sens. Actuators B*, 110, 364.
- Chen, P., Vittal, R., Nien, P., Liou, G. and Ho, K., 2010, A novel molecularly imprinted polymer thin film as biosensor for uric acid, *Talanta*, 80, 1145-1151.
- Cundy, C.S. and Cox, P.A., 2005, The hydrothermal synthesis of zeolites: precursors, intermediates and reaction mechanism, *Micropor. Mesopor. Mat.*, 82, 1-78.
- Davis, M. E. and Burkett, S, L., 1995, Towards the rational design and synthesis of microporous and mesoporous silica-containing materials, *Zeolite*, 12 (2), 40-47.
- Eimer, G.A., Diaz, I., Sastre, E., Casuscelli, G.S., Crivello, M.E., Herrero, E.R., and Perez-Pariente, J., 2008, Mesoporous titanosilicates synthesized from TS-1 precursors with enhanced catalytic activity in the  $\alpha$ -pinene selective oxidation, *Applied Catalysis A: General*, 343, 77-86
- El-Maali, N. A., 2004, Voltammetric analysis of drugs, *Biochem.*, 64, 99-107.
- Girgis, B.S., Yunis, S.S., Soliman, A.M., 2002, Characteristics of activated carbon from peanut hulls in relation to conditions of preparation., *Materials Letters*, 57, 164-172.

- Gourishkina, T.B., Kurs, B.A., and Dzyadevych, S.V., 2010, Application of Zeolites for Immobilization of glucose in amperometric biosensors, *Sens. Electron. and Microsystem Technologies*, 1, 36-42
- Harsini, M., Suyanto, and Sari, A.Z., 2013, Potentiometric Determination of Melamine in Milk Using Nanoporous Carbon Paste/Molecularly Imprinted Polymer Electrode, *Prosiding on the 4<sup>th</sup> ICOWOBAS-RAFSS*, Malaysia.
- Houssin, C.J.Y., 2003, *Nanoparticles in Zeolite Synthesis*, Eindhoven University of Technology, Netherlands.
- Huang, X., Im H., Yarimaga, O., Kim, J., Lee, D., Kim, H. and Choi, Y., 2006, Direct Electrochemistry of uric acid at chemically assembled carboxylated single-walled carbon nanotubes netlike electrode, *J. Phys. Chem. B*, 110, 21850-21856
- Ke, X., Xu, L., Zeng, C., Zhang, L., Xu, N., 2007, synthesis of mesoporous TS-1 by hydrothermal and steam-assisted dry gel conversion techniques with the aid of triethanolamine, *Microporous and Mesoporous Material*, 106, 68-75.
- Khasanah, M., Supriyanto, G., Handajani, U.S., Fitriana, M., and Asmaningrum, W., 2007, Analysis of uric acid in urine and serum with voltammetry stripping analysis using hanging mercury drop electrode, *Proceeding of ICOWOBAS*, Universitas Airlangga, 307-311.
- Khasanah, M., Supriyanto, G., Mudasir, Kuncaka, A., Sugiharto, E., and Roheni, I., 2009, The influence of ascorbic acid on uric acid determination in serum and urine with stripping voltammetry using hanging mercury drop electrode, *Proceeding of The 2<sup>nd</sup> ICOWOBAS-RAFSS*, Universiti Teknologi Malaysia, 94-99.
- Khasanah, M., Supriyanto, G., Wafiroh, S., Kuncaka, A., Sugiharto, E., and Mudasir, 2010<sup>a</sup>, Enhancement of the sensitivity and selectivity of the voltammetric sensor for uric acid using molecularly imprinted polymer, *Indo. J. Chem.*, 10 ( 3), 295-300.
- Khasanah, M., Supriyanto, G., Tambunan, F.N., Mudasir, Kuncaka, A. and Sugiharto, E., 2010<sup>b</sup>, Molecularly imprinted polymethacrylic acid modified glassy carbon as a voltammetric sensor of uric acid analysis, *Proceeding on the 2<sup>nd</sup> ICCS*, UGM, Yogyakarta, p. 457-460.
- Khasanah, M., Mudasir, Kuncaka, A. and Sugiharto, E., 2012, Development of uric acid sensor based on molecularly imprinted polymethacrylic acid-modified hanging mercury drop electrode, *J. Chem. Chem. Eng.*, 6, 209-214.
- Khasanah, M., Harsini, M., and Widati, A.A., 2013, Imprinting zeolite modified glassy carbon as a voltammetric sensor for uric acid, *Indo. J. Chem*, 13 (2), 108-113.
- Khasanah, M., Widati, A.A., and Fitri, S.A., 2016, Imprinted Zeolite Modified Carbon Paste Electrode as a Potentiometric Sensor for Uric Acid, *AIP Conference Proceedings*, 1718, 070003; doi: 10.1063/1.4943333
- Lin, X. and Jin, G., 2005, Monolayer modification on glassy carbon electrode by using propionylcholine for selective detection of uric acid, *Electrochim. Acta*, 50, 3210 – 3216.
- Lin, X. and Li, Y., 2006, Monolayer covalent modification of 5-hydroxytryptophan on glassy carbon electrode for simultaneous determination of uric acid and ascorbic acid, *Electrochim. Acta*, 51, 5794-5801.
- Luo, J.W., Zhang, M. and Pang, D.W., 2005, Selective and sensitive determination of uric acid at DNA-modified graphite powder microelectrodes, *Sens. Actuators B*, 106, 358-362.
- Miland, E., Ordieres, A.J.M., Blanco, P.T., Smyth, M.R., and Fagain, C.O., 1996, Poly(o-aminophenol)-modified bienzyme carbon paste electrode for the detection of uric acid, *Talanta* 43, 785-796

- Moral, N.P. and Mayes, A.G., 2004, Comparative study of imprinted polymer particles prepared by different polymerisation methods, *Anal. Chim. Acta*, 504, 15-21.
- Pradhan, S., 2011, Production and characterization of Activated Carbon produced from a suitable Industrial sludge: A Project report, Department of Chemical Engineering National Institute of Technology Rourkela
- Prasetyoko, D., Ramli, Z., Endud, S., dan Nur, H., 2004, Enhancement of Catalytic Activity of Titanosilicalite-1-Sulfated Zirconia Combination Towards Epoxidation of 1-Octene with Aqueous Hydrogen Peroxide, *Reaction Kinetics and Catalysis Letters*, 86 (1), 83-89
- Petrova, B., Tsyntsarski, B., Budinova, T., Petrov, N., Ania, C.O., Parra, J. B., Mladenov, M., and Tzvetkov, P., 2010, Synthesis of Nanoporous Carbons from Mixtures of Coal Tar Pitch and Furfural and Their Application as Electrode Materials, *Fuel Processing Technology* 91, 1710–1716
- Pyun, S. and Lee, G., 2007, Synthesis and Characterization of Nanoporous Carbon and Its Electrochemical Application to Electrode Material for Supercapacitors, *Modern Aspect of Electrochemistry*, No 41, Springer, New York.
- Qiu, F., Wang, X., Zhang, X., Liu, H., Liu, S., Yeun, K.L., 2009, Preparation and properties of TS-1 zeolite and film using Sil-1 nanoparticles as seeds, *Chemical Engineering Journal*, 147, 316-322.
- Ren, W., Luo, H. Q. and Li, N.B., 2006, Simultaneous voltammetric measurement of ascorbic acid, epinephrine and uric acid at glassy carbon electrode modified with caffeic acid, *Biosens. Bioelectron.*, 21, 1086-1092.
- Shahrokhian, S. and Ghalkhani, M., 2006, Simultaneous voltammetric detection of ascorbic acid and uric acid at a carbon-paste modified electrode incorporating thionine-nafion ion-pair as an electron mediator, *Electrochim. Acta*, 51, 2599-2606.
- Sriatun, 2004, Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya Sebagai Penukar Kation, *JKSA. VII (3)*, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Sutrisno, H., Suharto, Kristianingrum S., 2005, Optimasi dan mekanisme reaksi pembentukan Kristal mikropori redoks titanium silikat tipe MFI, *Jurnal penelitian Kimia (Alchemy)*, 4(2), 35-44.
- Taverniers, I., De Loose, M., and Van Bockstaele, E., 2004, Trends in quality in the analytical laboratory. II. Analytical method validation and quality assurance, *Trends Anal. Chem.*, 23 (8), 535-552
- Turmuzy, M. and Syaputra, A., 2015, Pengaruh suhu dalam pembuatan karbon aktif dari kulit salak (*Salacca edulis*) dengan impregnasi asam fosfat ( $H_3PO_4$ ), *Jurnal Teknik Kimia USU*, 4 (1), 42-46.
- Vasuki, G. and Selvaraju, R., 2012, Growth and Characterization of Uric Acid Crystals, *International Journal of Science and Research (IJSR)*, 3 (8), 696-699.
- Vinu, A., Mori, T., Ariga, K., 2006, New Families of Mesoporous Materials, *Science and Technology of Advanced Materials*, 7, 753-771.
- Walcarius, A., 1999, Zeolite-modified electrodes in electroanalytical chemistry, *Anal. Chim. Acta*, 384, 1-16.
- Wang, J., 2000, *Analytical Electrochemistry*, Wiley-VCH, Canada
- Wei, Y., Li, M., Jiao, S., Huang, Q., Wang, G and Fang, B., 2006, Fabrication of CeO nanoparticles modified glassy carbon electrode and its application for electrochemical determination of uric acid and ascorbic acid simultaneously, *Electrochim. Acta*, 52, 766-772.

- Wong, W.C., Au, L.T.Y., Ariso, C.T., dan Yeung, K.L., 2001, Effects of Synthesis Parameters on The Zeolite Membrane Growth, *Journal of Membrane Science*, 191: 143-163.
- Xia, Q.A. and gao, Z., 1997, Crystallization kinetics of pure TS-1 zeolite using quaternary ammonium halides as template, *Materials Chemistry and Physics*, 47, 225-230.
- Zare, H.R., Memarzadeh, F., Ardakani, M.M., Namazian, M. and Golabi, S.M., 2005, Norepinephrine-modified glassy carbon electrode for simultaneous determination of ascorbic acid and uric acid, *Electrochim. Acta*, 50, 3495-3502.
- Zare, H.R., Rajabzadeh, N., and Ardakani, M.M., 2006, Voltammetric studies of an oracet blue modified glassy carbon electrode and its application for the simultaneous determination of dopamine, ascorbic acid and uric acid, *Electroanal. Chem.*, 589, 60 – 69.
- Zhao Y, Yang, X., Lu, W., Liao, H., Liao F., 2009, Uricase based methods for determination of uric acid in serum, *Microchim Acta* 164, 1–6

# LAMPIRAN

## Lampiran 1. Perhitungan pada Sintesis Zeolit

- Rasio mol bahan-bahan yang digunakan:  
1 TEOS : 0,017 TBOT : 0,24 TPAOH : 21,2 H<sub>2</sub>O (Eimer, *et al.*, 2008)
- Massa relatif bahan:
  - Mr TEOS = 208,32
  - Mr TBOT = 340,32
  - Mr TPAOH = 203,365
  - Mr H<sub>2</sub>O = 18
- Sehingga rasio massa bahan-bahan yang digunakan menjadi:  
35 TEOS : 0,9720 TBOT : 8,1999 TPAOH : 64,1097 H<sub>2</sub>O  
Maka banyaknya bahan-bahan yang dibutuhkan:

a) TEOS

$$1 \text{ mol TEOS} = \frac{m}{M_r}$$

$$\text{massa} = n \times M_r$$

$$\text{massa} = 1 \times 208,32 = 208,32 \text{ g}$$

$$\rho_{\text{TEOS}} = 0,9384 \text{ g/mL}$$

$$\% \text{ TEOS} = 99\%$$

$$m_{\text{TEOS}} = \frac{100}{99} \times 208,32 = 210,4242 \text{ g}$$

$$v_{\text{TEOS}} = \frac{m}{\rho} = \frac{210,4242}{0,9384} = 224,2372 \text{ mL}$$

b) TBOT

$$0,017 \text{ mol TBOT} = \frac{\text{massa}}{M_r}$$

$$\text{massa} = n \times M_r$$

$$\text{massa} = 0,017 \times 340,32 = 5,7854 \text{ g}$$

$$\rho_{\text{TBOT}} = 0,881 \text{ g/mL}$$

$$\% \text{ TBOT} = 98\%$$

$$m_{\text{TBOT}} = \frac{100}{98} \times 5,7854 \text{ g} = 5,9035 \text{ g}$$

$$v_{\text{TBOT}} = \frac{m}{\rho} = \frac{5,9035}{0,881} = 6,7009 \text{ mL}$$

c) TPAOH

$$0,24 \text{ mol TBOT} = \frac{\text{massa}}{M_r}$$

$$\text{massa} = n \times M_r$$

$$\text{massa} = 0,24 \times 203,365 = 48,8076 \text{ g}$$



$$\begin{aligned} \rho \text{ TPAOH} &= 1,012 \text{ g/mL} \\ \% \text{ TPAOH} &= 40\% \\ m \text{ TPAOH} &= \frac{100}{40} \times 48,8076 \text{ g} = 122,019 \text{ g} \\ v \text{ TPAOH} &= \frac{m}{\rho} = \frac{122,019}{1,012} = 120,5721 \text{ mL} \end{aligned}$$

d) H<sub>2</sub>O

$$\begin{aligned} 21,2 \text{ mol H}_2\text{O} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \\ \text{massa} &= n \times \text{Mr} \\ \text{massa} &= 21,2 \times 18 = 381,6 \text{ g} \\ \rho \text{ H}_2\text{O} &= 1 \text{ g/mL} \end{aligned}$$

Kandungan H<sub>2</sub>O dari campuran yang telah digunakan:

- TEOS (100-99)% = 1%  
Maka 1% TEOS =  $\frac{1}{100} \times 210,4242 = 2,1042 \text{ g}$
- TBOT (100-98)% = 2%  
Maka 2% TBOT =  $\frac{2}{100} \times 5,9035 = 0,1181 \text{ g}$
- TPAOH (100-40)% = 60%  
Maka 60% TPAOH =  $\frac{60}{100} \times 122,019 = 73,2114 \text{ g}$

H<sub>2</sub>O yang harus ditambahkan

$$\begin{aligned} &\text{H}_2\text{O yang diperlukan} - \text{H}_2\text{O yang terkandung dalam campuran} \\ = & 381,6 - (2,1042 + 0,1181 + 73,2114) \\ = & 306,1663 \text{ g} \\ V \text{ H}_2\text{O} &= \frac{m}{\rho} = \frac{306,1663}{1} = 306,1663 \text{ mL} \end{aligned}$$

e) Asam urat yang ditambahkan

$$\begin{aligned} \text{Rasio mol asam urat/Si} &= 0,0306 \\ 1 \text{ mol TEOS} &= 1 \text{ mol Si} \\ \frac{\text{Asam urat}}{1} &= 0,0306 \text{ mol} \\ n \text{ asam urat} &= 0,0306 \text{ mol} \\ \text{massa asam urat} &= n \times \text{Mr} \\ &= (0,0306) \times 168,11 = 5,14417 \text{ g} \\ \rho \text{ asam urat} &= 1,87 \text{ g/mL} \\ V \text{ asam urat} &= \frac{m}{\rho} = \frac{5,1417}{1,87} = 2,75089 \text{ mL} \end{aligned}$$

Komposisi bahan pada pembuatan zeolit

bahan	rasio mol	resep	
		1	1/25
TEOS	1	224,2 mL	9 mL
TBOT	0,017	6,7 mL	0,3 mL
TPAOH	0,24	120,6 mL	5 mL
H <sub>2</sub> O	21,2	306,2 mL	12,3 mL
Asam urat	0,0306	2,75 mL	0,11 mL

## Lampiran 2. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Asam Urat

- Pembuatan larutan induk asam urat  $10^{-2}$  M

$$\text{Mr asam urat} = 168,11 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{v \text{ (mL)}}$$

$$\text{massa} = \frac{M \times \text{Mr} \times v \text{ (mL)}}{1000}$$

$$\text{massa} = \frac{10^{-2} \times 168,11 \times 100 \text{ mL}}{1000}$$

$$\text{massa} = 0,1681 \text{ g}$$

- Pembuatan larutan asam urat  $1 \times 10^{-4}$  untuk penentuan koefisien selektivitas

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 1 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

### Lampiran 3. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Buffer

- Pembuatan larutan asam asetat 2 M

$$M_r \text{ asam asetat} = 60,05 \text{ g/mol}$$

$$\rho \text{ asam asetat} = 1,045 \text{ g/mL}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{M_r} \times \frac{1000}{v \text{ (mL)}}$$

$$\text{massa} = \frac{M \times M_r \times v \text{ (mL)}}{1000}$$

$$\text{massa} = \frac{2 \times 60,05 \times 100}{1000}$$

$$\text{massa} = 12,01 \text{ gram}$$

$$\rho = \frac{\text{massa}}{v}$$

$$v = \frac{\text{massa}}{\rho}$$

$$v = \frac{12,01}{1,045} = 11,493 \cong 11,5 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan natrium asetat 2 M

$$M_r \text{ natrium asetat} = 136,08 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{M_r} \times \frac{1000}{v \text{ (mL)}}$$

$$\text{massa} = \frac{M \times M_r \times v \text{ (mL)}}{1000}$$

$$\text{massa} = \frac{2 \times 136,08 \times 100}{1000} \text{ Massa} = 27,216 \text{ gram}$$

- Pembuatan larutan buffer asetat pH 5

$$[H^+] = K_a \times \frac{[CH_3COOH]}{[CH_3COONa]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$pH = -\log K_a + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 = -\log K_a + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 = -\log 1,76 \times 10^{-5} + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 = 4,7545 + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$\log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]} = 0,2455$$

$$\frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]} = 10^{0,2455}$$

$$\frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 1,7599$$

$$[\text{CH}_3\text{COONa}] = [\text{CH}_3\text{COOH}] \times 1,7599$$

$$\frac{n \text{CH}_3\text{COONa}}{100 \text{ mL}} = 1,7599 \times \frac{n \text{CH}_3\text{COOH}}{100 \text{ mL}}$$

$$n \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times n \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$(2M \times V) \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times (2M \times V) \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} + V \text{CH}_3\text{COOH} = 100 \text{ mL}$$

$$1,7599 (V \text{CH}_3\text{COOH}) + V \text{CH}_3\text{COOH} = 100 \text{ mL}$$

$$2,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH} = 100 \text{ mL}$$

$$V \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{100 \text{ mL}}{2,7599}$$

$$V \text{CH}_3\text{COOH} = 36,2332 \text{ mL} \approx 36 \text{ mL}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times 36,2332$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 63,7668 \text{ mL} \approx 64 \text{ mL}$$

#### Lampiran 4. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Kreatin

- Pembuatan larutan induk kreatin  $10^{-2}$  M

$$\text{Mr kreatin monohidrat} = 149 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr} \times V}$$

$$10^{-2} = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$10^{-2} = \frac{\text{massa}}{149}$$

$$g = 1,49 \text{ g/100 mL} = 0,1490 \text{ g/100 mL}$$

- Pembuatan larutan kerja kreatin  $10^{-3}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 10^{-3}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatin untuk penentuan koefisien selektifitas

- Pembuatan larutan kreatin  $0,1 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 0,1 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatin  $0,3 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 0,3 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 3,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatin  $1,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 1,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatin  $3,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 3,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 3,0 \text{ mL}$$



## Lampiran 5. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Kreatinin

- Pembuatan larutan induk kreatinin  $10^{-2}$  M

$$M_r \text{ kreatinin} = 113 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{\text{massa}}{M_r \times V}$$

$$10^{-2} = \frac{m}{M_r}$$

$$10^{-2} = \frac{\text{massa}}{113}$$

$$g = 1,13 \text{ g/100 mL} = 0,1130 \text{ g/100 mL}$$

- Pembuatan larutan kerja kreatinin  $10^{-3}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 10^{-3}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatinin untuk penentuan koefisien selektifitas

- Pembuatan larutan kreatinin  $0,1 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 0,1 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatinin  $0,3 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 0,3 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 3,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatinin  $1,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 1,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kreatinin  $3,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 3,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 3,0 \text{ mL}$$

## Lampiran 6. Perhitungan pada Pembuatan Larutan Asam Askorbat

- Pembuatan larutan induk asam urat  $10^{-2}$  M

$$M_r \text{ asam urat} = 176 \text{ g/mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{\text{massa}}{M_r \times V}$$

$$10^{-2} = \frac{m}{M_r}$$

$$10^{-2} = \frac{\text{massa}}{168,11}$$

$$g = 1,76 \text{ g/100 mL} = 0,1760 \text{ g/100 mL}$$

- Pembuatan larutan kerja asam askorbat  $10^{-3}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 10^{-3}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan kerja asam askorbat  $10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan asam askorbat untuk penentuan koefisien selektifitas

- Pembuatan larutan asam askorbat  $0,5 \times 10^{-5}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-4} = 100 \times 0,5 \times 10^{-5}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan asam askorbat  $0,1 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \times 0,1 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan asam askorbat  $1,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 1,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan asam askorbat  $5,0 \times 10^{-4}$  M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

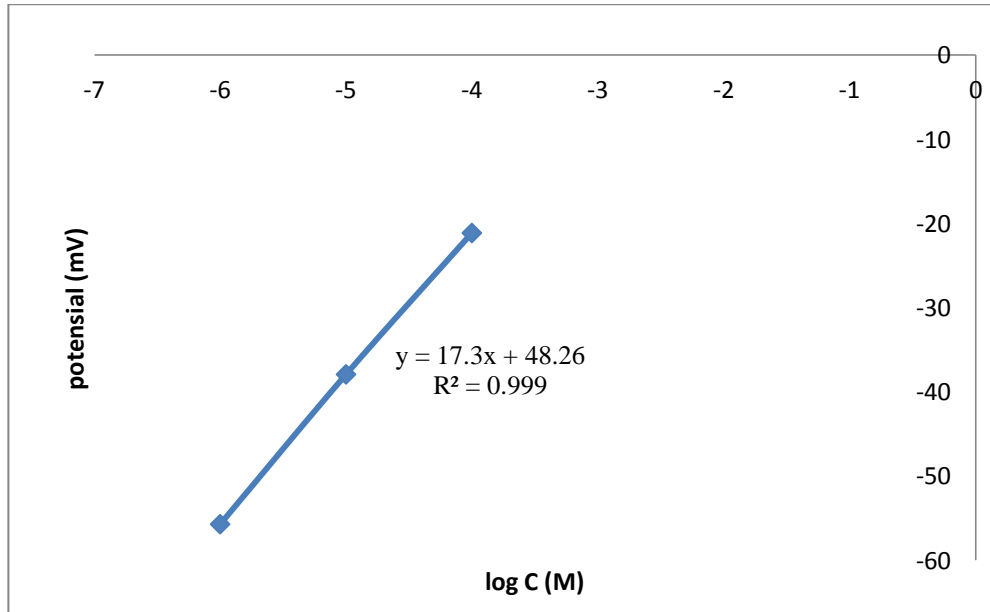
$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \times 5,0 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

## Lampiran 7. Perhitungan Koefisien Selektivitas

Kurva standar larutan asam urat

Konsentrasi asam urat (M)	Potensial (mV)
$10^{-6}$	-57.6
$10^{-5}$	-34.1
$10^{-4}$	-23.0



### 1. Pengukuran terhadap kreatin

No.	Konsentrasi larutan (M)	Potensial			$\bar{x}$
		replikasi 1	replikasi 2	replikasi 3	
a	AU $10^{-4}$ + Kreatin $0,1 \times 10^{-4}$	-33,7	-33,8	-33,6	-33,7
b	AU $10^{-4}$ + Kreatin $0,3 \times 10^{-4}$	-30,6	-30,4	-30,5	-30,5
c	AU $10^{-4}$ + Kreatin $1,0 \times 10^{-4}$	-27,7	-27,9	-27,6	-27,73
d	AU $10^{-4}$ + Kreatin $3,0 \times 10^{-4}$	-25,0	-25,1	-25,4	-25,17

Perhitungan

$$a. K_{i,j} = \frac{ai(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-33,7 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,1 \times 10^{-4})^{3/1}} = -7,5928 \times 10^{10}$$

$$b. K_{i,j} = \frac{ai(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-30,5 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,3 \times 10^{-4})^{3/1}} = -2,3339 \times 10^{10}$$

$$c. K_{i,j} = \frac{ai(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-37,73 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(1,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -8,5921 \times 10^3$$

$$d. K_{i,j} = \frac{ai(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-35,17 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(3,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -2,9706 \times 10^6$$

2. Pengukuran terhadap kreatinin

No.	Konsentrasi larutan (M)	Potensial			$\bar{x}$
		replikasi 1	replikasi 2	replikasi 3	
a	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $0,1 \times 10^{-4}$	-30,1	-30,1	-30,3	-30,17
b	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $0,3 \times 10^{-4}$	-32,4	-32,4	-32,4	-32,4
c	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $1,0 \times 10^{-4}$	-31,2	-31,4	-31,4	-31,33
d	AU $10^{-4}$ + Kreatinin $3,0 \times 10^{-4}$	-33,6	-33,9	-33,9	-33,8

Perhitungan

$$\begin{aligned}
 \text{a. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-30,17 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,1 \times 10^{-4})^{3/1}} = -6,1492 \times 10^{10} \\
 \text{b. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-32,4 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,3 \times 10^{-4})^{3/1}} = -2,6438 \times 10^9 \\
 \text{c. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-31,33 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(1,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -6,7001 \times 10^7 \\
 \text{d. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-33,8 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(3,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -2,8239 \times 10^6
 \end{aligned}$$

3. Pengukuran terhadap asam askorbat

No.	Konsentrasi larutan (M)	Potensial			$\bar{x}$
		replikasi 1	replikasi 2	replikasi 3	
a	AU $10^{-4}$ + AA $0,5 \times 10^{-5}$	-33,2	-32,9	-32,5	-32,87
b	AU $10^{-4}$ + AA $0,1 \times 10^{-4}$	-32,2	-32,4	-32,4	-32,37
c	AU $10^{-4}$ + AA $1,0 \times 10^{-4}$	-32,6	-32,6	-32,2	-32,47
d	AU $10^{-4}$ + AA $5,0 \times 10^{-4}$	-31,0	-31,0	-30,9	-30,97

$$\begin{aligned}
 \text{a. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-32,87 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,5 \times 10^{-5})^{3/1}} = -5,8493 \times 10^{11} \\
 \text{b. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-32,37 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(0,1 \times 10^{-4})^{3/1}} = -7,1267 \times 10^{10} \\
 \text{c. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-32,47 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(1,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -7,1647 \times 10^7 \\
 \text{d. } K_{i,j} &= \frac{ai(10^{\frac{(E_2-E_1)}{s}} - 1)}{aj^{n/x}} = \frac{(10^{-4})(10^{\frac{(-30,97 - (-23))}{17,3}} - 1)}{(5,0 \times 10^{-4})^{3/1}} = -5,2305 \times 10^5
 \end{aligned}$$

## Lampiran 8. Hasil Analisis dengan Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub>

Quantachrome® ASiQwin™ - Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:	Lab. Energi ITS	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample ID:	EI-0706 Karbon aktif	Date:	2010/04/20
Sample Desc:		Filename:	BET_iq_phisy_st.12010_04_20_01_21_53_01_EI-0706 Karbon aktif.qps
Sample Weight:	0.0613 g	Comment:	
Approx. Outgas Time:	18.0 hrs	Instrument:	Autosorb iQ Station 1
Analysis gas:	Nitrogen	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis Time:	5:56 hr:min	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg
Analysis Mode:	Standard	Bath temp.:	77.35 K
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.66333 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	9mm
		VoidVol Remeasure:	off
		Warm Zone V:	10.7662 cc

### Multi-Point BET

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Thermal Transpiration: on Nitrogen Molec. Wt.: 28.013	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å Temperature 77.350K Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm Liquid Density: 0.806 g/cc
------------------	---	---	---

#### Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/P <sub>0</sub> ]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((P <sub>0</sub> /P) - 1) ]	Relative Pressure [P/P <sub>0</sub> ]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((P <sub>0</sub> /P) - 1) ]
5.08775e-02	236.9185	1.8103e-01	1.99805e-01	274.0211	7.2908e-01
7.31988e-02	245.7092	2.5719e-01	2.25549e-01	278.0156	8.3816e-01
9.99339e-02	253.7560	3.5008e-01	2.50889e-01	281.7076	9.5123e-01
1.26752e-01	260.3138	4.4614e-01	2.76396e-01	285.2173	1.0715e+00
1.49278e-01	265.0110	5.2978e-01	3.01616e-01	288.5803	1.1974e+00
1.74413e-01	269.7078	6.2672e-01			

#### BET summary

Slope = 4.021  
Intercept = -5.252e-02  
Correlation coefficient, r = 0.998091  
C constant = -75.574  
Surface Area = 877.463 m<sup>2</sup>/g



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS	<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS
<b>Sample ID:</b>	EI-0706 Karbon aktif	<b>Filename:</b>	BET_iq_phisy_st.12010_04_20_01_21_53_01_EI-0706 Karbon aktif.qps
<b>Sample Desc:</b>		<b>Comment:</b>	
<b>Sample Weight:</b>	0.0613 g	<b>Instrument:</b>	Autosorb iQ Station 1
<b>Approx. Outgas Time:</b>	18.0 hrs	<b>Final Outgas Temp.:</b>	300 °C
<b>Analysis gas:</b>	Nitrogen	<b>Non-ideality:</b>	6.58e-05 1/mmHg
<b>Analysis Time:</b>	5:56 hr:min	<b>Bath temp.:</b>	77.35 K
<b>Analysis Mode:</b>	Standard		
<b>VoidVol. Mode:</b>	He Measure	<b>Cold Zone V:</b>	1.66333 cc
		<b>Extended info:</b>	Available
		<b>CellType:</b>	9mm
		<b>VoidVol Remeasure:</b>	off
		<b>Warm Zone V:</b>	10.7662 cc

### BJH Pore Size Distribution Desorption

#### Data Reduction Parameters Data

<b>t-Method</b>	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
<b>BJH/DH method</b>	Calc. method: de Boer		
<b>Adsorbate</b>	Moving pt. avg.: off	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
	Nitrogen	Temperature 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.806 g/cc

#### BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[nm]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/nm/g]	[m²/nm/g]	[cc/g]	[cc/g]
3.4231	2.6742e-02	3.1249e+01	6.7328e-02	7.8674e+01	5.3008e-01	6.1941e+02
3.8348	7.1647e-02	7.8088e+01	1.0539e-01	1.0993e+02	9.2960e-01	9.6966e+02
4.3120	8.9516e-02	9.4665e+01	3.3821e-02	3.1374e+01	3.3537e-01	3.1111e+02
4.8994	1.0717e-01	1.0908e+02	2.7313e-02	2.2299e+01	3.0768e-01	2.5120e+02
5.6283	1.2511e-01	1.2183e+02	2.2107e-02	1.5712e+01	2.8601e-01	2.0326e+02
6.5603	1.4270e-01	1.3256e+02	1.6714e-02	1.0191e+01	2.5193e-01	1.5361e+02
7.7988	1.5983e-01	1.4134e+02	1.2026e-02	6.1681e+00	2.1535e-01	1.1045e+02
9.5734	1.7656e-01	1.4833e+02	7.8700e-03	3.2883e+00	1.7277e-01	7.2187e+01
12.3588	1.9192e-01	1.5330e+02	4.4592e-03	1.4433e+00	1.2607e-01	4.0804e+01
17.3742	2.0750e-01	1.5689e+02	2.3652e-03	5.4453e-01	9.3478e-02	2.1521e+01
30.5524	2.2520e-01	1.5921e+02	8.9565e-04	1.1726e-01	6.0744e-02	7.9528e+00
160.0530	2.4871e-01	1.5979e+02	9.8244e-05	2.4553e-03	2.7984e-02	6.9938e-01

#### BJH desorption summary

Surface Area = 159.793 m²/g  
Pore Volume = 0.249 cc/g  
Pore Diameter Dv(d) = 3.835 nm

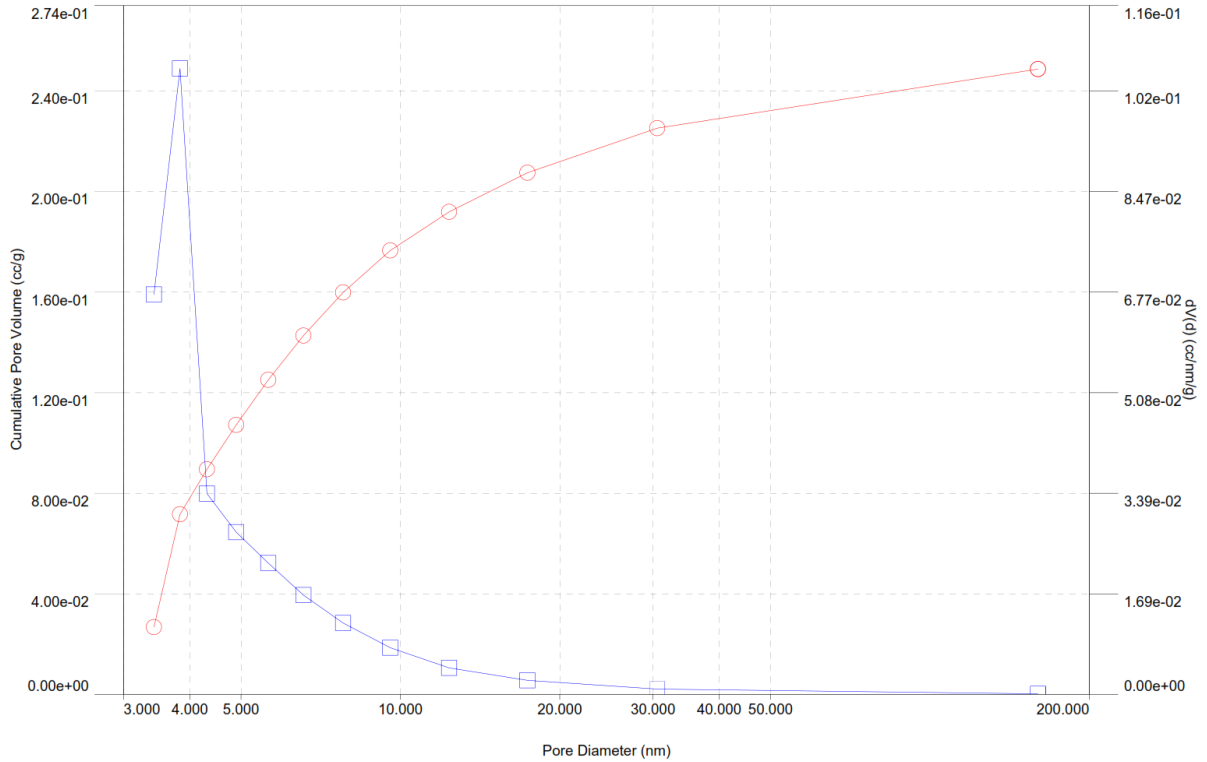




<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:	Lab. Energi ITS	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample ID:	EI-0706 Karbon aktif	Date:	2010/04/20
Sample Desc:		Filename:	BET_iq_phisy_st.12010_04_20_01_21_53_01_EI-0706 Karbon aktif.qps
Sample Weight:	0.0613 g	Comment:	
Approx. Outgas Time:	18.0 hrs	Instrument:	Autosorb iQ Station 1
Analysis gas:	Nitrogen	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis Time:	5:56 hr:min	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg
Analysis Mode:	Standard	Bath temp.:	77.35 K
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.66333 cc

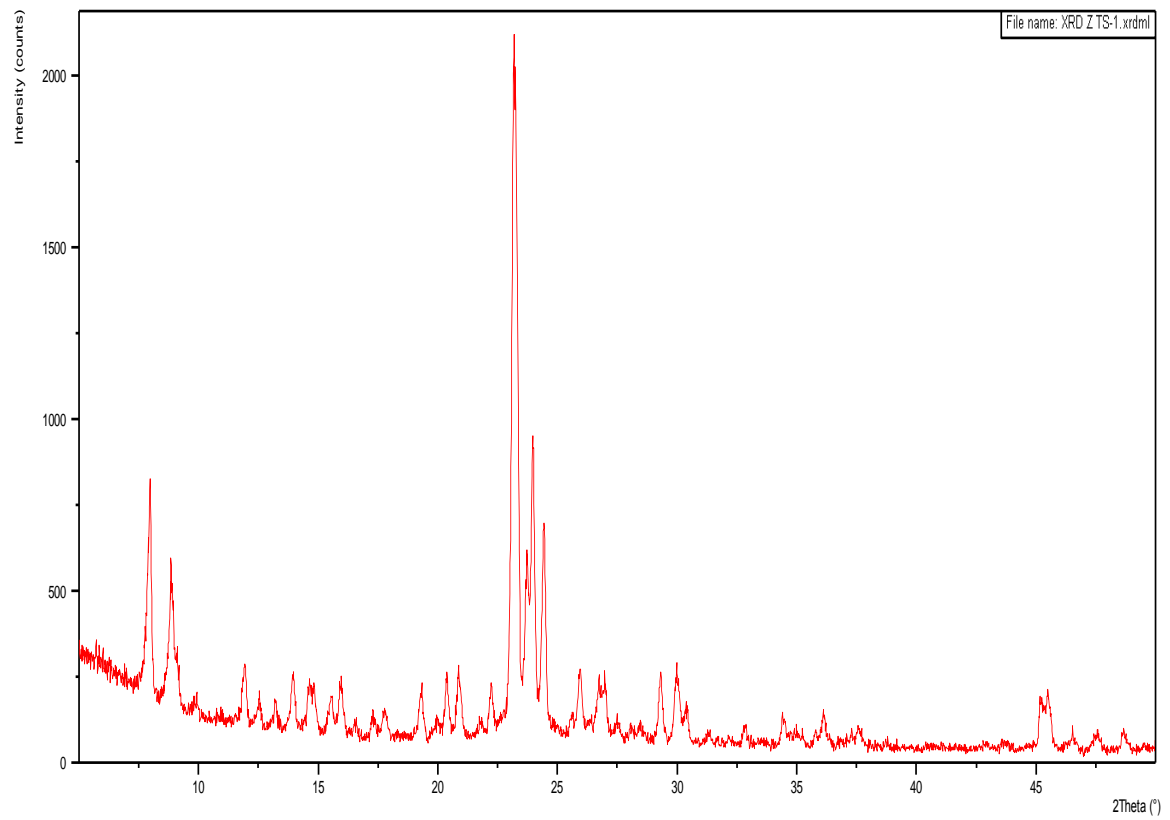
**BJH method Desorption dV(d)**

Data Reduction Parameters			
<b>t-Method</b>	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
<b>BJH/DH method</b>	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
<b>Adsorbate</b>	Moving pt. avg.: off	Temperature 77.350K	
	Nitrogen	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.806 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013		



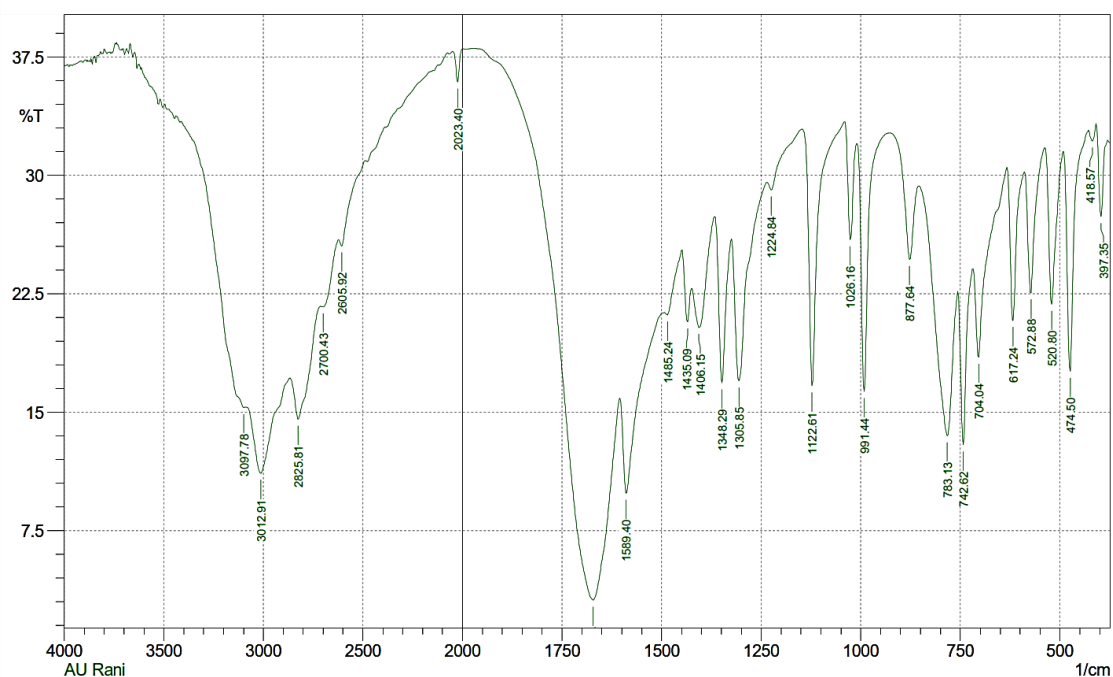
<b>BJH desorption summary</b>	
Surface Area =	159.793 m²/g
Pore Volume =	0.249 cc/g
Pore Diameter Dv(d) =	3.835 nm

## Lampiran 9. Difraktogram Zeolit TS-1



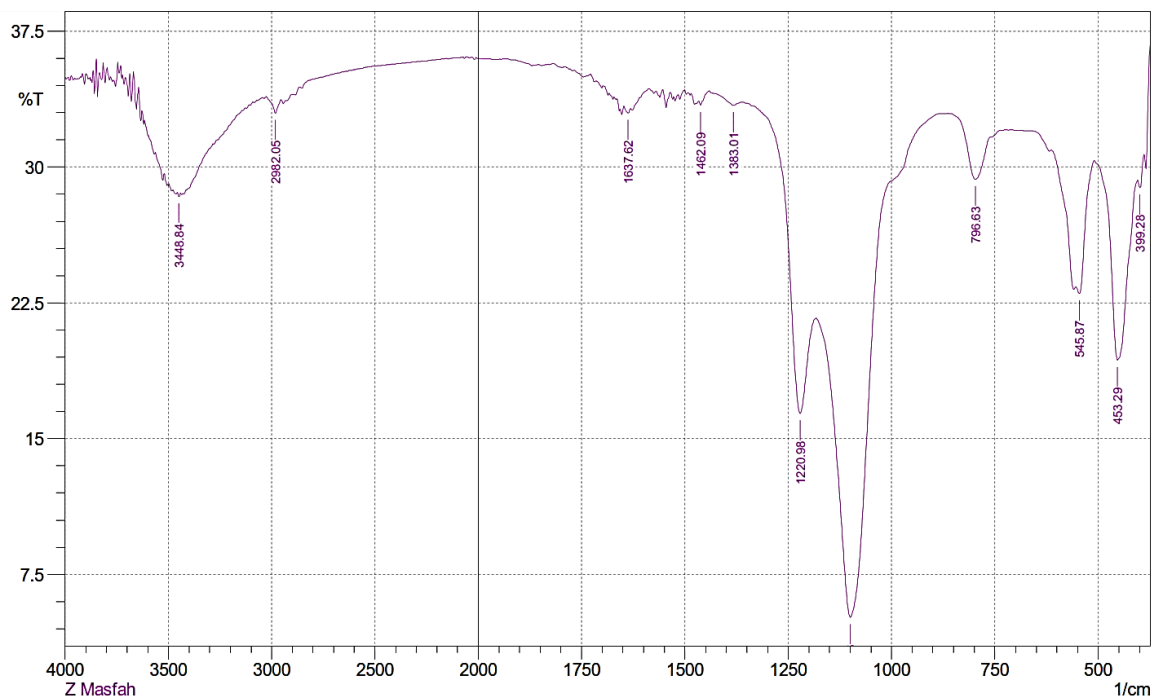
## Lampiran 10. Spektra FTIR Asam Urat, zeolit, NIZ dan *imprinting* zeolit

### Spektra asam urat



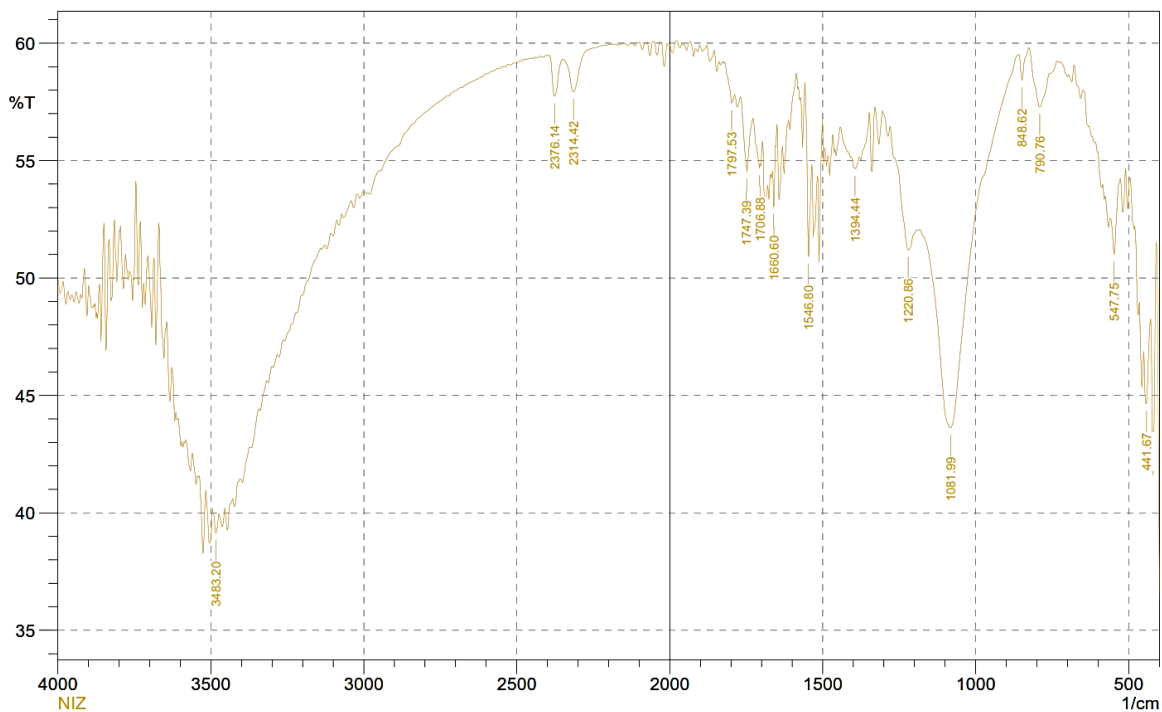
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	27.372	5.492	408.92	379.99	14.995	0.971
2	418.57	32.173	0.896	428.21	408.92	9.409	0.139
3	474.5	17.589	14.309	491.86	428.21	35.558	4.224
4	520.8	21.827	9.835	538.16	491.86	26.158	3.018
5	572.88	22.553	8.142	588.31	540.09	26.956	2.413
6	617.24	20.804	9.583	632.67	590.24	24.509	2.527
7	704.04	18.488	6.616	717.54	634.6	49.847	2.868
8	742.62	12.915	10.248	756.12	719.47	26.538	3.403
9	783.13	13.511	10.709	852.56	758.05	65.715	9.702
10	877.64	24.673	5.71	927.79	854.49	39.197	1.912
11	991.44	16.32	15.828	1008.8	929.72	43.58	4.814
12	1026.16	25.908	6.829	1039.67	1010.73	15.367	1.297
13	1122.61	16.646	16.385	1147.68	1041.6	57.413	6.547
14	1224.84	29.067	0.85	1234.48	1149.61	42.92	0.165
15	1305.85	16.971	9.58	1323.21	1236.41	53.791	5.332
16	1348.29	16.866	9.881	1365.65	1325.14	26.759	3.469
17	1406.15	20.372	3.869	1423.51	1367.58	35.651	2.05
18	1435.09	20.7	3.146	1448.59	1425.44	15.075	0.694
19	1485.24	21.172	0.682	1491.02	1450.52	25.851	0.202
20	1589.4	9.883	6.791	1604.83	1498.74	84.313	6.467
21	1672.34	3.116	16.685	1973.24	1606.76	273.1	59.744
22	2023.4	35.903	2.019	2050.4	1998.32	22.37	0.437
23	2605.92	25.528	0.96	2621.35	2488.26	72.644	0.343
24	2700.43	21.659	0.589	2712.01	2623.28	56.108	0.777
25	2825.81	14.567	3.798	2866.32	2713.93	116.093	7.347
26	3012.91	11.129	4.823	3088.14	2868.24	187.593	13.903
27	3097.78	15.294	0.466	3412.19	3090.07	199.215	1.272

# Spektra FTIR Zeolit TS-1



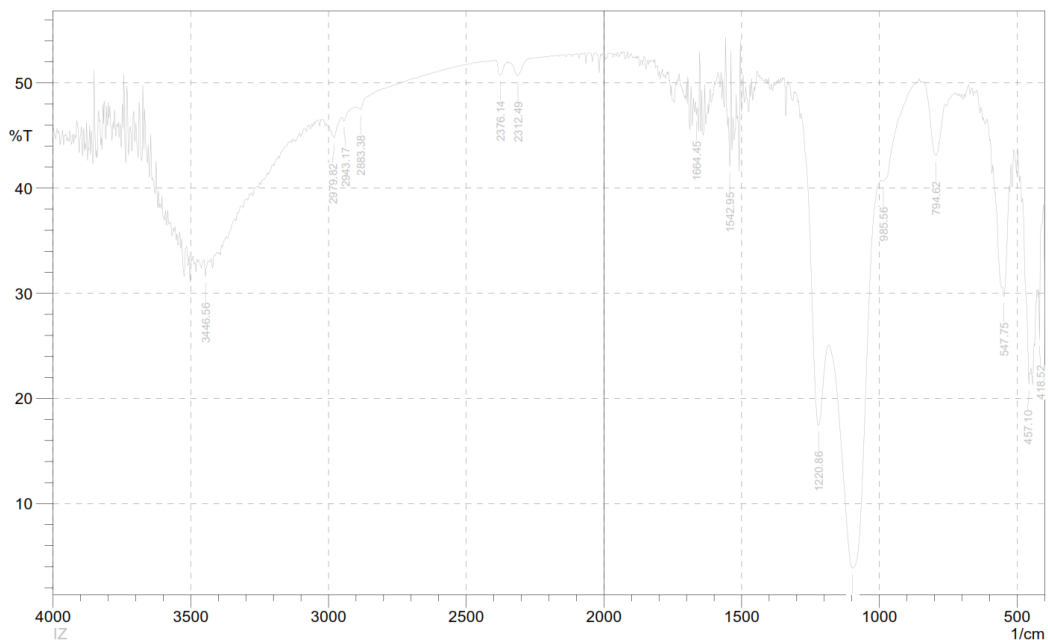
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	28.853	0.966	405.06	389.63	8.193	0.122
2	453.29	19.339	10.372	509.22	406.99	61.276	7.45
3	545.87	23.009	1.582	553.59	509.22	25.603	0.118
4	796.63	29.323	3.142	864.14	736.83	64.118	1.961
5	1099.46	5.14	19.625	1182.4	881.5	210.8	40.774
6	1220.98	16.401	7.733	1359.86	1184.33	101.278	5.345
7	1383.01	33.417	0.336	1440.87	1361.79	37.303	0.146
8	1462.09	33.417	0.352	1467.88	1440.87	12.713	0.036
9	1637.62	32.971	0.31	1647.26	1631.83	7.408	0.039
10	2982.05	32.978	0.802	3026.41	2955.04	33.933	0.314
11	3448.84	28.359	0.235	3456.55	3441.12	8.424	0.033

# Spektra FTIR NIZ



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	441.67	44.632	2.821	451.31	428.17	7.774	0.305
2	547.75	51.012	2.123	559.32	526.53	9.153	0.214
3	790.76	57.285	1.964	825.48	757.97	15.89	0.551
4	848.62	58.426	1.189	860.19	825.48	7.901	0.115
5	1081.99	43.616	10.774	1182.28	860.19	92.63	10.697
6	1220.86	51.196	2.286	1280.65	1191.93	24.362	0.766
7	1394.44	54.651	0.52	1407.94	1380.94	7.038	0.064
8	1546.8	50.91	5.677	1558.38	1535.23	6.172	0.444
9	1660.6	53.023	1.971	1664.45	1654.81	2.577	0.081
10	1706.88	54.676	0.363	1728.1	1704.96	5.895	0.038
11	1747.39	54.52	2.728	1768.6	1728.1	10.193	0.388
12	1797.53	57.443	0.779	1820.68	1787.89	7.716	0.082
13	2314.42	57.923	1.561	2349.14	2244.99	23.802	0.367
14	2376.14	57.746	1.668	2391.57	2349.14	9.846	0.246
15	3483.2	39.146	0.924	3494.77	3473.56	8.534	0.11

# Spektra FTIR IZ



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.52	25.612	6.558	422.38	405.02	8.268	0.173
2	457.1	21.356	5.599	480.24	449.38	17.286	0.916
3	547.75	29.701	3.107	553.53	530.39	11.173	0.655
4	794.62	43.124	5.72	840.91	761.83	26.573	2.086
5	985.56	40.658	0.63	993.27	856.34	46.176	-0.895
6	1097.42	3.867	28.261	1182.28	993.27	155.278	62.024
7	1220.86	17.443	15.794	1282.57	1184.21	55.708	9.842
8	1542.95	42.07	8.412	1548.73	1539.09	3.355	0.432
9	1664.45	46.949	1.079	1666.38	1660.6	1.875	0.027
10	2312.49	50.686	1.428	2343.35	2244.99	28.143	0.366
11	2376.14	50.751	1.339	2393.5	2351.06	12.251	0.228
12	2883.38	47.508	0.482	2900.74	2777.3	38.451	-0.134
13	2943.17	46.377	0.53	2950.89	2912.31	12.627	0.038
14	2979.82	44.791	1.509	3001.03	2950.89	17.052	0.309
15	3446.56	31.566	1.579	3452.34	3438.84	6.588	0.112

Lampiran 11. Personalia Peneliti dan Pembagian Tugas

No	Nama/NIDN	Instansi asal	Bidang Ilmu	Alokasi waktu (jam/minggu)	Uraian Tugas
1	Dr. Miratul Khasanah, M.Si NIDN. 0004036705	FST Unair	Kimia Analitik	5	Pembuatan sensor, karakterisasi sensor, uji kinerja sensor, analisis sampel, interpretasi data, pelaporan
2	Dr. Muji Harsini, M.Si NIDN. 0002056405	FST Unair	Kimia Analitik	5	Sintesis <i>imprinting</i> zeolit, preparasi sampel
3	Alfa Akustia W., S.Si., M.Si NIDN. 0005058503	FST Unair	Kimia Anorganik	5	Sintesis dan karakterisasi <i>imprinting</i> zeolit
4	Roch Adi Prasetya	FST Unair	Analisis Kimia	3	Menyiapkan bahan kimia dan teknisi instrumentasi
5	Wagiman	FST Unair	Laboran Kimia	3	Menyiapkan alat-alat gelas dan peralatan pendukung penelitian



Lampiran 12. Bukti luaran penelitian tahun 2016

1. Sertifikat seminar internasional CoSCI 2016
2. Bukti accepted *manuscript* pada jurnal internasional (terindeks scopus)
3. Manuscript yang teraccept pada *Journal of Chemical Technology and Metallurgy* beserta hasil review dari 2 reviewer

1. Sertifikat seminar CoSCI 2016



International Seminar  
Collaborative Seminar of Chemistry and Industry  
CoSCI 2016

This is to certify that

**Miratul Khasanah**

was in attendance at the

International Seminar  
Collaborative Seminar of Chemistry and Industry  
CoSCI 2016

as a **Presenter**

Hotel Santika Premiere  
Surabaya, October 5<sup>th</sup>-6<sup>th</sup>, 2016



Prof. Win Darmanto, M.Si., Ph.D.  
Dean of Faculty of Science and Technology  
Universitas Airlangga



Dr. rer.-nat. Ganden Supriyanto, M.Sc.  
Chairman of the Seminar

**CERTIFICATE**

Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology  
Universitas Airlangga



Hasil review manuscript pada JCTM

**ASSESMENT OF ARTICLE  
COSCI – SEMINAR 2016**

<b>Title</b>	THE INFLUENCE OF ASCORBIC ACID, CREATINE, AND CREATININE ON THE URIC ACID ANALYSIS BY POTENTIOMETRY USING CARBON PASTE MODIFIED IMPRITING ZEOLITE ELECTRODE (Miratul, Alfa, Prihantari)
<b>Abstract</b>	Good
<b>Introduction</b>	Good
<b>Methodology</b>	Good
<b>Results</b>	Good
<b>Discussion</b>	Good
<b>How well is the paper integrated with current research :</b>	It was quite novel
<b>Bibliography/References:</b>	Need carefull for thereference format
<b>Adequacy of literature review</b>	Quite relevant
<b>Figures:</b>	Good
<b>Tables:</b>	Good
<b>Overall evaluation on the paper:</b>	Your english should be improved and it's worthy to be published in journal of International

**ASSESSMENT OF ARTICLE  
COSCI – SEMINAR 2016**

<b>Title</b>	The Influence of Ascorbic Acid, Creatine, and Creatinine on the Uric Acid Analysis by Potentiometry using Carbon Paste Modified Imprinting Zeolite Electrode
<b>Abstract</b>	fine
<b>Introduction</b>	Author need inform more advantage on using Zeolite instead of other material used.
<b>Methodology</b>	fine
<b>Results</b>	Reviewer curious about equation 1, it was true that accuracy have similar equation with recovery? It was important to show the equation of % accuracy
<b>Discussion</b>	fine
<b>How well is the paper integrated with current research :</b>	This paper is novel, mainly on application of zeolite on potentiometric detection
<b>Bibliography/References:</b>	ok
<b>Adequacy of literature review</b>	

	ok
Figures:	fine
Tables:	fine
Overall evaluation on the paper:	The manuscript is very interesting, a new carbon paste modified imprinting zeolite electrode with high performance were developed for the detection of uric acid. Results contribute with the research in the area. With this I recommend to submitted on international journal in its current form.



## THE INFLUENCE OF ASCORBIC ACID, CREATINE, AND CREATININE ON THE URIC ACID ANALYSIS BY POTENTIOMETRY USING CARBON PASTE MODIFIED IMPRINTING ZEOLITE ELECTRODE

Miratul Khasanah\*, Muji Harsini, Alfa Akustia Widati, Prihantari Mukti Ibrani

Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology,  
Universitas Airlangga, Surabaya 60115 Indonesia

\*Corresponding author: miratul-k@fst.unair.ac.id

### ABSTRACT

The high level of uric acid in the body is often associated with some diseases such as hyperuricemia, hypertension, renal and cardiovascular disease. Therefore early detection of the levels of uric acid in the body is required. The method commonly used in the medical field to determine uric acid levels is spectrophotometry. The high detection limit of spectrophotometry method confined it to be used to determine low level uric acid in serum sample, while the complexity of serum matrices causing lower its selectivity. The development of imprinted zeolite-based sensor to analyze uric acid by potentiometry has been conducted. The carbon paste-IZ electrode showed a range of measurement of  $10^{-6}$  –  $10^{-4}$  M, Nernst factor of 28.2 mV decade<sup>-1</sup>, and response time of 34–44 s. The developed electrode has a high selectivity towards uric acid. Ascorbic acid, creatine, or creatinine did not interfere on the uric acid analysis by potentiometry using the electrode, expressed by value of selectivity coefficient ( $K_{ij}$ ) less than 1. Recovery of the method was (113.18±14.79)% (n=3). Comparison test of the developed method with the spectrophotometric method showed the accuracy of (94.47±14.64)% (n=7).

*Keywords:* uric acid, carbon paste-IZ, selectivity, potentiometry

### INTRODUCTION

Uric acid is the end product of purine metabolism. The normal level of uric acid in the blood is in the range of 2.4 to 5.7 mg/dL in women and 3.4 to 7.0 mg/dL in men [1]. Uric acid has been used as a biomarker to diagnose health problems because of its ability to cause some dangerous diseases. Thus, controlling the levels of uric acid in the body should always be done. The common current method used to analyze uric acid in the medical field is spectrophotometry using chemical reagent or enzymatic method. The method used to determine the levels of uric acid must be selective because of uric acid found together with another compounds in the sample such as ascorbic acid that interfere the uric acid analysis [2]. Compounds such as creatine and creatinine are also potentially interfered the analysis of uric acid because of the similarity of its functional groups or structure. These compounds cause result of uric acid analysis not accurate and do not represent actual levels of uric acid in the sample.

Various electrochemical methods were developed to solve the problem on uric acid analysis method. The determination of uric acid by voltammetry method have received much interest because of less chemical need and less time consuming compared to colorimetric and enzymatic methods [3,4]. However, a major problem encountered in this method to determine uric acid is the interference from ascorbic acid in blood and urine which can be oxidized at the potentials close to the uric acid [5].

The previous study have developed a method of determining uric acid by potentiometry using ZnO nano

wires electrode immobilized uricase enzyme [6]. The method resulted measurement range of  $1.0 \times 10^{-6}$  –  $6.5 \times 10^{-4}$  M. The measurement range was the range of uric acid concentration in the blood, so the method is very suitable applied to analyze of uric acid in the blood serum. Glucose, ascorbic acid and urea do not interfere on uric acid analysis using the developed method. The other study has reported the use a ZnO nanoflakes-based sensor immobilized uricase enzyme for uric acid analysis by potentiometry [7]. The results showed that the developed sensor has a measuring range of  $5.0 \times 10^{-7}$  –  $1.5 \times 10^{-3}$  M, the detection limit of  $5.0 \times 10^{-7}$  M. The sensor was not interfered by the presence of ascorbic acid, glucose and urea. Potentiometric method using carbon paste electrodes modified imprinting zeolite (carbon paste-IZ) has been developed to measure the levels of uric acid [8]. The method was not interfered by the presence of urea. Zeolite has rigid structure, so that in the aqueous media can maintain the shape and size of its pore (to be selective) [9]. Conformity of the size and shape between the print in zeolite and uric acid molecule could increase the adsorption capacity of zeolite, which can provide high sensitivity for uric acid determination.

In this work, we studied the influence of ascorbic acid, creatinine and urea on uric acid analysis by potentiometry using carbon paste electrode modified imprinting zeolite. Imprinted zeolites was manufactured with the mass ratio of carbon, IZ, solid paraffin resulted from previous studies [8]. The influence of ascorbic acid, creatinine and creatine was determined by adding each compound on the uric acid standard solution with the variation of concentration.

## EXPERIMENTAL

### Material and methods

Chemical used were uric acid (Fluka), creatine and creatinine (Sigma-Aldrich), ascorbic acid, acetic acid, sodium acetate, and sodium hydroxide trihydrate, carbon powder, solid paraffin (Merck). All chemicals were analytical grade. The solvent used was distilled water. The stock solution of uric acid  $10^{-2}$  M was prepared by dissolving 0.1680 g uric acid in about 10 mL sodium hydroxide 50% (w/w) and diluted with water until 100 mL in volumetric flask. Standard solution of uric acid  $10^{-6}$ - $10^{-3}$  M were prepared by diluting appropriate uric acid working solutions, and their pH were adjusted with the addition of acetate buffer pH 5. Sample used was urine from patients of a local pathological clinic.

### Fabrication of carbon paste – IZ electrode

Carbon paste electrode was manufactured by mixing carbon powder, imprinting zeolite and paraffin with a mass ratio of 40:25:35 [8] assisted by heating. Zeolite was synthesized by mixing TEOS, TBOT and TPAH with a mole ratio reported in the previous study [10]. The uric acid was then extracted from the zeolite framework using warm water to produce imprinting zeolite. The modified electrode was made by inserting a wire of silver (Ag) to the micropipette tube and fill micropipette by solid paraffin as much as 3/4 tube. Furthermore, the remaining part of the tube was filled by a paste made previously.

### Determination of measurement range, Nernst factor and response time of the electrode

Measurement range is obtained by measuring the electrode potential on uric acid solution  $10^{-8}$  to  $10^{-3}$  M, subsequently made curve relationship between log concentration of uric acid (log Curic acid) and electrode potential. Range of concentration that result the linear curve is called measurement range, while the slope of the linear curve represents the value of Nernst factor. The response time of electrode was determined by calculating the time required by the electrodes in response to the analyte until provide the potential value.

### Selectivity of the electrode

The selectivity of the electrode, expressed by selectivity coefficient ( $K_{ij}$ ), was studied through the addition of ascorbic acid, creatine and creatinine, compounds which are always coexist with uric acid in urine or serum sample, on the uric acid solution. Uric acid used was  $10^{-4}$  M, while ascorbic acid, creatine and creatinine was added with various concentration. The  $K_{ij}$

value was calculated by Matched Potential Method (MPM) [11].

### Accuracy and comparative test of the method

Accuracy of the method was obtained through measuring potential of urine sample, uric acid standard solution, and urine samples spiked by uric acid standard solution. Urine samples were taken from the urine of adults collected over 24 hours. The third solution is then measured using carbon paste-IZ electrode and its value substituted into the linear regression equation of the standard curve to obtain the concentration of each solution. Accuracy of potentiometry method was expressed by recovery (R) value and calculated by substituting concentration of each solution into the equation 1.

$$R = \frac{C_{ss} - C_{sp}}{C_{std}} \times 100\% \quad (1)$$

Where R is recovery,  $C_{ss}$  is concentration of spiked sample,  $C_{sp}$  is concentration of urine sample,  $C_{std}$  is concentration of standard solution. While, accuracy (A) of the potentiometry method toward the standard method in medical field, namely spectrophotometry method, was calculated by comparing the concentration resulted from the potentiometry method ( $C_{dev}$ ) and spectrophotometry method ( $C_{std}$ ) as shown in equation 2.

$$A = \frac{C_{dev}}{C_{std}} \times 100\% \quad (2)$$

## RESULTS AND DISCUSSIONS

### Performance of the electrode

Performance of the electrode studied by applying electrodes to measure the potential of the electrode on the solution of uric acid  $10^{-8}$  M to  $10^{-3}$  M using a reference electrode Ag/AgCl. Curve relationship between log  $C_{uric\ acid}$  with the potential presented in Fig. 1a.

The range of concentrations that provide linear curve is referred to as a measurement range that was  $10^{-6}$ - $10^{-4}$  M (Fig. 1b), with a linearity of the calibration curve (r) was 0.9995. The response time of the concentration range was 34-44 s. The slope of the calibration curve, known as Nernst factor, was 28.2 mV decade<sup>-1</sup>. According to the research that has been previously reported that uric acid is a divalent molecule [12, 13], thus this method should produce the Nernst factor of (29.6±2) mV decade<sup>-1</sup>. As reported in previous study, the method had a limit of detection of  $5.86 \times 10^{-6}$  M, precision of 98.6 to 98.8 % (n=3), and a life time of 10 weeks [8].



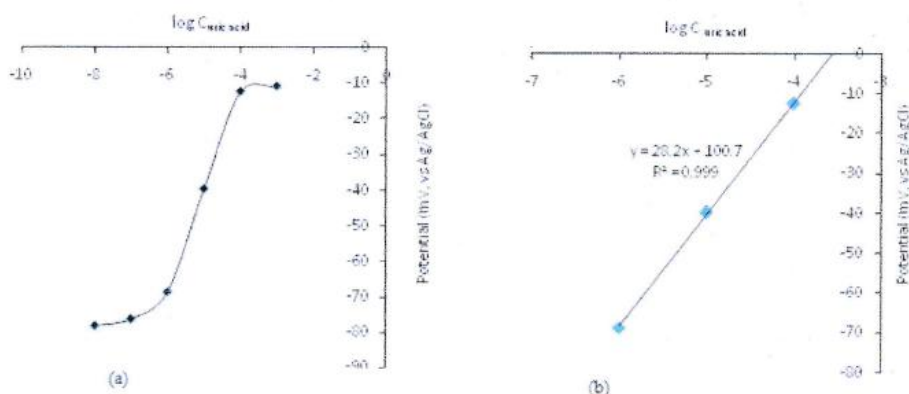


Fig. 1. Curve of  $\log C_{\text{uric acid}}$  versus potential of the electrode (a) and calibration curve (b)

### Selectivity of the electrode

One of the most important characteristics of an electrode in potentiometric analysis is its response to the primary compound (i) in the presence of other compounds (j), which is measured in terms of the potentiometric selectivity coefficient ( $K_{ij}$ ). Selectivity is the ability of an electrode to measure an analyte selectively when the analyte coexists with other components in a sample. Measurement of the selectivity coefficient is required due to the presence of uric acid in the body generally together with other molecules that have functional groups similar to uric acid, such as urea, creatine, creatinine, and ascorbic acid [14]. The selectivity coefficient in this research was determined by the Matched Potential Method (MPM) [11]. If the selectivity coefficient value is less than 1, the analysis of uric acid was not affected by the presence of the interfering compound.

The compounds used to study the effect of the matrix in this study were creatine, creatinine, and ascorbic acid. To determine the effect of creatine in the analysis of uric acid by potentiometry using a carbon paste electrode, a normal concentration of uric acid in the body, which is  $10^{-4}$  M. While the concentration of creatine and creatinine used were  $1.0 \times 10^{-5}$ ,  $3.0 \times 10^{-5}$ ,  $1.0 \times 10^{-4}$ , and  $3.0 \times 10^{-4}$  M, respectively. Ascorbic acid concentrations used in this study were  $5.0 \times 10^{-6}$ ,  $1.0 \times 10^{-5}$ ,  $1.0 \times 10^{-4}$ , and  $5.0 \times 10^{-4}$  M, respectively. Selected concentrations of creatine, creatinine, and ascorbic acid in this study are based on their low, normal, and high levels in real urine and serum samples. The values of selectivity coefficients ( $K_{ij}$ ) for each concentration are shown in Table 1.

Each component suspected to interfere with the analysis of uric acid shows a selectivity coefficient less than 1 for each concentration, which means that creatine, creatinine, as well as ascorbic acid did not interfere with uric acid analysis by potentiometry using a carbon paste

electrode modified with imprinted zeolite. This occurs because the electrodes have a mold and only recognize the specific molecules, namely uric acid.

Table 1. Coefficient of selectivity ( $K_{ij}$ ) of carbon paste-IZ electrode to analyze uric acid in the presence of ascorbic acid, creatine, or creatinine

Interfering compound (M)	$K_{ij}$
Ascorbic acid	
$5.0 \times 10^{-6}$	0.1769
$1.0 \times 10^{-5}$	0.3847
$1.0 \times 10^{-4}$	0.7273
$5.0 \times 10^{-4}$	0.2597
Creatine	
$1.0 \times 10^{-5}$	0.2002
$3.0 \times 10^{-5}$	0.1004
$1.0 \times 10^{-4}$	0.0870
$3.0 \times 10^{-4}$	0.1749
Creatinine	
$1.0 \times 10^{-5}$	0.3267
$3.0 \times 10^{-5}$	0.2093
$1.0 \times 10^{-4}$	0.1023
$3.0 \times 10^{-4}$	0.2059

\*) Concentration of uric acid used was  $10^{-4}$  M

### Comparative test and accuracy of the method

The developed method has been applied to analyze uric acid in urine samples and study its recovery. Determining recovery was done by measuring the electrode potential for the analysis of uric acid standard solution, urine sample, and urine sample that was spiked by uric acid standard solution. The concentration of uric acid standard solution used was  $10^{-6}$ - $10^{-4}$  M. Data of the potential of the electrode on the measurement of each solution is presented in Table 2.

Table 2. Data of the electrode potential on the analysis of urine sample

Solution	Potential (mV, vs Ag/AgCl)
Urine	23.90
Urine + uric acid $10^{-6}$ M	23.91
Uric acid $10^{-6}$ M	-62.70
Urine + uric acid $10^{-5}$ M	24.01
Uric acid $10^{-5}$ M	-37.20
Urine + uric acid $10^{-4}$ M	25.00
Uric acid $10^{-4}$ M	-7.60

Accuracy of the potentiometric method to analyze uric acid and comparing the potentiometric method using carbon paste electrodes-IZ with spectrophotometric method commonly used in the medical field had been studied. Data of accuracy value obtained by the method are presented in Table 3. Data listed in Table 3 shows that the potentiometric method using carbon paste-IZ electrode has an accuracy of 96.18-123.04%. The range of accuracy required by the Association of Official Analytical Chemist (AOAC) for the concentration  $10^{-6}$ - $10^{-4}$  M is 80-110% [15]. While the results of comparative testing of potentiometry method with spectrophotometric methods for 7 samples solution showed the value of accuracy of 79.00-121.89%.

Table 3. Accuracy of the potentiometric method and comparative test with spectrophotometry

Sample	Concentration (M)		Accuracy (%)	
	Potentiometry	Spectrophotometry*)	Potentiometry	Toward spectrophotometry
Urine	$1.89 \times 10^{-3}$	$2.39 \times 10^{-3}$		79.00
Urine + uric acid $10^{-6}$ M	$1.89 \times 10^{-3}$	$1.94 \times 10^{-3}$	96.18	97.28
Uric acid $10^{-6}$ M	$1.61 \times 10^{-6}$	$1.92 \times 10^{-6}$		83.51
Urine + uric acid $10^{-5}$ M	$1.91 \times 10^{-3}$	$2.30 \times 10^{-3}$		82.80
Uric acid $10^{-5}$ M	$1.29 \times 10^{-3}$	$1.31 \times 10^{-3}$	120.34	98.42
Urine + uric acid $10^{-4}$ M	$2.08 \times 10^{-3}$	$2.10 \times 10^{-3}$		98.41
Uric acid $10^{-4}$ M	$1.44 \times 10^{-4}$	$1.18 \times 10^{-4}$	123.04	121.89

\*) data from clinical laboratory

## CONCLUSION

The carbon paste modified imprinting zeolite electrode has a high selectivity towards uric acid. Presence of ascorbic acid, creatine, or creatinine did not interfere on the uric acid analysis by potentiometry using the electrode. Recovery of the potentiometry method using the electrode was (113.18±14.79) % (n=3). Comparison test of the method with the spectrophotometry method showed the accuracy of (94.47±14.64) % (n=7), therefore the method can be used to determine uric acid in the urine or serum sample.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors thank to Ministry of Research, Technology and Higher Education, Indonesia under Universitas Airlangga RUPT Grant No. 583/UN3/2016 for financial support and Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga for laboratory facilities.

## REFERENCES

- R. Cohen, Uric acid as a cardiovascular risk factor in arterial hypertension, *J. Hypertension*, 17, 1999, 869-72.
- M. Khasanah, G. Supriyanto, Mudasir, A. Kuncaka, E., Sugiharto, I. Roheni, The Influence of ascorbic acid on uric acid determination in serum and urine with stripping voltammetry using hanging mercury drop electrode, *Proceeding of The 2<sup>nd</sup> ICOWOBAS-RAFSS, UTM, Johor, 2009*, 94-99.
- R.C. Matos, M.A. Augelli, C.L. Lago, L. Angnes, Flow injection analysis-amperometric determination of ascorbic and uric acids in urine using arrays of gold microelectrodes modified by electrodeposition of palladium, *Anal. Chim. Acta*, 404, 2000, 151-157.
- J.C. Chen, H.H. Chung, C.T. Hsu, D.M. Tsai, A.S. Kumar, J.M. Zen, A disposable single-use electrochemical sensor for the detection of uric acid in human whole blood, *Sensors Actuators B: Chem*, 110, 2005, 364-369.
- J. Li, J. Zhao, X. Wei, A sensitive and selective sensor for dopamine determination based on a molecularly imprinted electropolymer of o-aminophenol, *Sensors Actuators B: Chem*, 140, 2009, 663-669.
- S.M.U. Ali, N.H. Alvi, Z. Ibupoto, O. Nur, M. Willander, B. Danielsson, Selective potentiometric determined nation of uric acid with uricase immobilized on ZnO nanowires, *Sensors Actuators B: Chem*, 2, 152, 2011, 241-247.
- S.U. Ali, Z.H., Ibupoto, M. Kashif, U. Hashim, M. Willander, A potentiometric indirect uric acid sensor based on ZnO nanoflakes and immobilized uricase,

- Sensors, 12, 2012, 2787-2797.
8. M. Khasanah, A.A. Widati, S.A. Fitri, Imprinted zeolite modified carbon paste electrode as a potentiometric sensor for uric acid, S.G. Pyne (Ed), AIP Conference Proceeding, 1718, 2016, 070003.
  9. T.B. Gourishkina, B.A. Kurs, A. Sacco Jr, S.V. Dzyadevych, Application of zeolites for immobilization of glucose in amperometric biosensors, Sens. Electron. and Microsystem Technol, 1, 2010, 36-42.
  10. G.A. Eimer, I. Diaz, E. Sastre, G.S. Casascelli, M.E. Crivello, E.R. Herrero, J. Perez-Pariente, Mesoporous titanosilicates synthesized from TS-1 precursors with enhanced catalytic activity in the  $\alpha$ -pinene selective oxidation, Applied Catalysis A: General, 343, 2008, 77-86.
  11. K. Tohda, D. Dragoe, M. Shibata, Y. Umezawa, Studies on matched potential method for determining selectivity coefficients of ion-selective electrode based on neutral ionophores: Experimental and theoretical verification, Anal. Sci., 17, 2001, 733-743.
  12. L. Zheng, S. Wu, X. Lin, L. Nie, L. Rui, Selective determination of uric acid by using a  $\beta$ -cyclodextrin modified electrode, Electroanalysis, 13, Issue 16, 2001, 1351-1354.
  13. X. Huang, H. Im, O.Yarimaga, J. Kim, D. Lee, H. Kim, Y. Choi, Direct Electrochemistry of uric acid at chemically assembled carboxylated single-walled carbon nanotubes netlike electrode, J. Phys. Chem. B, 110, 2006, 21850-21856.
  14. P. Chen, R. Vittal, R., P. Nien, G. Liou, K. Ho, A novel molecularly imprinted polymer thin film as biosensor for uric acid, Talanta, 80, 2010, 1145-1151.
  15. I. Taverniers, M. De Loose, E. Van Bockstaele, Trends in quality in the analytical laboratory. II. Analytical method validation and quality assurance, Trends. Anal Chem., 23 8, 2004, 535-552