

SKRIPSI

**SENSOR ELEKTROKIMIA ASPARTAM MENGGUNAKAN
ELEKTRODA GLASSY CARBON TERMODIFIKASI
BORON DOPED DIAMOND NANOPARTIKEL POWDER DAN
ZnO NANOPARTIKEL (ZnONP/BDDNP/GC)**



ILMANDA ZALZABHILA DANISTYA PUTRI

PROGRAM STUDI S1 KIMIA

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS AIRLANGGA

2022

**SENSOR ELEKTROKIMIA ASPARTAM MENGGUNAKAN
ELEKTRODA GLASSY CARBON TERMODIFIKASI
BORON DOPED DIAMOND NANOPARTIKEL POWDER DAN ZnO
NANOPARTIKEL (ZnONP/BDDNP/GC)**

SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk

Memperoleh Gelar Sarjana Sains dan Teknologi

Bidang Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Airlangga

Oleh:

Ilmanda Zalzabhila Danistya Putri

NIM 681811533634

Disetujui Oleh

Pembimbing I



Dr. rer. nat. Ganden S. M.Sc.

NIP. 196812281993031001

Pembimbing II



Prastika K Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D.

NIP. 199104192019083201

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Sensor Elektrokimia Aspartam Menggunakan Elektroda
Glassy Carbon Termodifikasi *Boron Doped Diamond*
Nanopartikel *Powder* dan ZnO Nanopartikel
(ZnONP/BDDNP/GC).
Penyusun : Ilmanda Zalzabhila Danistya Putri
NIM : 081811533034
Pembimbing I : Dr. rer. nat. Ganden Supriyanto, M.Sc.
Pembimbing II : Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D.
Tanggal Seminar : 25 Juli 2022

Disetujui oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II


Dr. rer. nat. Ganden S. M.Sc.
NIP. 196812281993031001


Prastika K Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D.
NIP. 199104192019083201

Mengetahui,
Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga


Mochamad Zakki Fahmi, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 19830702200912100

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, tetapi tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun, dan harus menyebutkan sumbernya sesuai dengan kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kepada Allah SWT karena atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan penyusunan naskah skripsi yang berjudul "Sensor Elektrokimia Aspartam Menggunakan Elektroda *Glassy Carbon* Termodifikasi *Boron Doped Diamond* Nanopartikel *Powder* dan ZnO Nanopartikel (ZnONP/BDDNP/GC)". Naskah skripsi ini disusun sebagai persyaratan menyelesaikan Pendidikan Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Penulis menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan memberi bimbingan serta dukungan motivasi kepada penulis. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. rer. nat. Ganden Supriyanto, M.Sc. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan naskah skripsi ini.
2. Ibu Prastika K Jiwanti, S. Si., M.Sc.Eng., Ph.D. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan naskah skripsi ini.
3. Ibu Harsasi Setyawati S.Si, M.Si selaku dosen wali yang selalu memberikan motivasi ,nasehat, dukungan serta saran yang membangun kepada penulis.
4. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, S.Si, M.Si., Ph.D. selaku Ketua Departemen Kimia serta Koordinator Program Studi S-1 Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga yang telah banyak memberikan dukungan, motivasi dan informasi dalam penyelesaian naskah skripsi.
5. Kedua orang tua Bapak Imam Sundoro dan Ibu Ida Haryati beserta keluarga di rumah yang selalu memberikan dukungan, doa, dan nasehat untuk menyelesaikan naskah skripsi dan terus mendukung penulis.

6. Teman-teman penulis Saffanah, Icha, Siska, Erika, Nabila beserta teman angkatan 2018 lainnya yang selalu menemani member dukungan, inspirasi dan saran.

Penulis menyadari bahwa di dalam penulisan naskah skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan penulisan naskah skripsi. Penulis berharap semoga naskah skripsi ini dapat membantu dalam mengembangkan ilmu pengetahuan.

Surabaya, 12 Januari 2022

Ilmanda Zalzabhila Danistya Putri

Putri, Ilmanda Zalzabhila D, 2022, Sensor Elektrokimia Aspartam Menggunakan Elektroda *Glassy Carbon* Termodifikasi *Boron Doped Diamond* Nanopartikel *Powder* dan ZnO Nanopartikel (ZnONP/BDDNP/GC), skripsi ini di bawah bimbingan Dr. rer. nat. Ganden Supriyanto, M.Sc. dan Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRAK

Penggunaan pemanis buatan yang berlebih dapat mengakibatkan dampak negatif bagi kesehatan. Deteksi aspartam sebagai salah satu jenis pemanis buatan dilakukan menggunakan elektroda *bare* GC, BDDNP/GC, dan ZnONP/BDDNP/GC yang difungsikan sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dan platina sebagai elektroda pendukung. Metode square wave voltammetry (SWV) digunakan dalam pengukuran aspartam secara elektrokimia karena memiliki sensitivitas yang tinggi dibandingkan dengan metode lainnya. Aspartam bersifat elektroaktif sehingga dapat diamati perilakunya melalui metode SWV. Analisis aspartam menggunakan elektroda kerja *bare* GC, BDDNP/GC, dan ZnONP/BDDNP/GC diperoleh kondisi optimum pada pH 2 dan laju pindai 120 mV/s. Hasil validasi metode analisis aspartam menggunakan elektroda *bare* GC, BDDNP/GC, dan ZnONP/BDDNP/GC memiliki linearitas berturut-turut 0,9980, 0,9963, 0,9928 pada rentang konsentrasi 30-100 μM . Batas deteksi yang didapatkan pada elektroda *bare* GC, BDDNP/GC, dan ZnONP/BDDNP/GC berturut-turut 3,66, 1,86 dan 0,07 μM . Lalu batas kuantitasi yang didapatkan pada elektroda *bare* GC, BDDNP/GC, dan ZnONP/BDDNP/GC berturut-turut sebesar 7,07, 6,16, dan 0,25 μM . Selektivitas sensor diukur dengan melakukan pengukuran pada larutan sakarin, neotam dan D-glukosa. Penerapan deteksi aspartam dilakukan pada sampel sebenarnya dalam minuman ringan *pop ice*, adem sari dan *coca cola zero sugar*. Hasil pengukuran didapatkan % *recovery* untuk elektroda *bare* GC dalam rentang 80 % - 90 %, untuk elektroda BDDNP/GC dalam rentang 85% - 95% dan untuk elektroda ZnONP/BDDNP/GC dalam rentang 90 % - 110 %. Pada metode ini penggunaan elektroda ZnONP/BDDNP/GC sebagai elektroda yang dimodifikasi dapat menjadi alternatif yang efisien dengan tingkat sensitivitas yang tinggi untuk penentuan pemanis buatan.

Kata kunci: Aspartam, boron doped diamond nanopartikel, ZnO nanopartikel, *square wave voltammetry*, *human heath*.

Putri, Ilmanda Zalzabhila D, 2022, Aspartame Electrochemical Sensor Using Glassy Carbon Electrodes Modified Boron Doped Diamond Nanoparticles Powder and ZnO Nanoparticles (ZnONP/BDDNP/GC), this script is under guidance of Dr. rer. nat. Ganden Supriyanto, M.Sc. and Prastika Krisma Jiwanti, S.Si., M.Sc.Eng., Ph.D. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Airlangga University, Surabaya.

ABSTRACT

Excessive use of artificial sweeteners can have a negative impact on health. Detection of aspartame as a type of artificial sweetener was carried out using *bare GC*, BDDNP/GC, and ZnONP/BDDNP/GC electrodes as working electrodes, Ag/AgCl as reference electrode and platinum as counter electrode. *Square wave voltammetry* (SWV) method was used in the electrochemical measurement of aspartame because it has a high sensitivity compared to other methods. Aspartame is electroactive thus its behavior can be observed through SWV method. The optimum conditions were obtained in aspartame analysis using *bare GC*, BDDNP/GC, and ZnONP/BDDNP/GC at pH 2 and scan rate of 120 mV/s. The results of the validation aspartame analysis method using *bare GC*, BDDNP/GC, and ZnONP/BDDNP/GC electrodes had linearities of 0,9980, 0,9963, and 0,9928, respectively, in the concentration range of 30-100 μM . Detection limits for *bare GC*, BDDNP/GC, and ZnONP/BDDNP/GC electrodes were 3,66, 1,86, 0,07 μM , respectively. Then the limit of quantitation for *bare GC*, BDDNP/GC, and ZnONP/BDDNP/GC electrodes were 7,07, 6,16, 0,25 μM . The selectivity of the sensor was measured by measuring the saccharin, neotam and D-glucose solutions. Aspartame detection was applied to actual samples in *pop ice*, *adem sari* and *coca cola zero sugar*. The measurement results in *bare GC* were obtained a percentage recovery range of 85% - 90 %, for BDDNP/GC electrode were obtained a percentage recovery range of 85 % - 95 % and for ZnONP/BDDNP/GC electrodes were obtained a percentage recovery range of 90% - 110%. In this method the use of ZnONP/BDDNP/GC electrodes as modified electrodes can be an efficient alternative with a high level of sensitivity for the determination of artificial sweeteners.

Keywords: Aspartame, boron doped diamond nanoparticles, ZnO nanoparticles, square wave voltammetry, human health.

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ilmanda Zalzabhila Danistya P

NIM : 081811533034

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan kegiatan plagiat dalam penelitian saya yang berjudul:

Sensor elektrokimia aspartam menggunakan elektroda *glassy carbon* termodifikasi *Boron doped diamond* nanopartikel *powder* dan ZnO nanopartikel (ZnONP/BDDNP/GC)

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang telah diterapkan.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar – benarnya.

Surabaya, Juli 2022

Ilmanda Zalzabhila D.P

NIM. 081811533034

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI.....	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI.....	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Pemanis Buatan.....	7
2.2 Aspartam	8
2.3 ZnO Nanopartikel	9
2.4 Sensor.....	10
2.5 Elektrokimia.....	11
2.5.1 Sel elektrokimia	12
2.5.2 Elektroda.....	13
2.5.3 Elektroda kerja.....	14
2.5.2.1. Elektroda pembanding.....	14
2.5.2.2. Elektroda <i>glassy carbon</i>	15
2.5.2.1. Elektroda <i>boron doped diamond nanopartikel powder</i>	15
2.6 Voltammetri	17
2.6.1 <i>Cyclic voltammetry</i>	18
2.6.2 <i>Square wave voltammetry</i>	19

2.7	Validasi Metode	20
2.7.1	Linearitas	21
2.7.2	<i>Limit of detection</i> (LOD) dan <i>limit of quantitation</i> (LOQ).....	21
2.7.3	Akurasi.....	21
2.7.4	Selektivitas.....	22
2.7.5	Presisi.....	22
BAB III METODE PENELITIAN.....		24
3.1	Tempat dan Waktu Penelitian.....	24
3.2	Bahan dan Alat Penelitian.....	24
3.2.1	Bahan penelitian	24
3.2.2	Alat penelitian.....	24
3.3	Prosedur Penelitian	25
3.3.1	Diagram alir penelitian	25
3.3.2	Pembuatan larutan aspartam	26
3.3.3	Pembuatan larutan buffer fosfat.....	26
3.3.4	Pembuatan larutan pengganggu	28
3.3.4.1	Pembuatan larutan D-glukosa 1 mM.....	28
3.3.4.2	Pembuatan larutan sakarin 1 mM.....	28
3.3.4.3	Pembuatan larutan neotam 1 mM.....	29
3.3.5	<i>Pre-treatment</i> elektroda <i>glassy carbon</i>	29
3.3.5.1	Pembersihan elektroda <i>glassy carbon</i> dengan ultrasonikasi	29
3.3.5.2	<i>Pre-treatment</i> elektroda <i>glassy carbon</i> dengan <i>cyclic voltammetry</i>	29
3.3.6	Karakterisasi elektroda <i>bare</i> GC, BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/Gc.....	29
3.3.7	Modifikasi elektroda.....	30
3.3.7.1	Modifikasi elektroda BDDNP/GC	30
3.3.7.2	Modifikasi elektroda ZnONP/BDDNP/GC.....	30
3.3.8	Penentuan parameter elektrokimia.....	30
3.3.8.1	Pengukuran <i>signal per background</i>	30
3.3.8.2	Penentuan <i>scan rate</i>	31
3.3.8.3	Penentuan pH optimum aspartam.....	31
3.3.9	Penentuan parameter validasi	31
3.3.9.1	Penentuan kelinieritasan konsentrasi, batas deteksi dan batas kuantitasi aspartam.....	31

3.3.9.2	Penentuan selektivitas sampel	32
3.3.9.3	Penentuan presisi	32
3.3.9.4	Penentuan aspartam pada sampel sebenarnya	32
BAB IV PEMBAHASAN		34
4.1	<i>Pre-treatment</i> Elektroda <i>Glassy Carbon</i>	34
4.2	Modifikasi Elektroda BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/GC	34
4.3	Karakterisasi Elektroda	35
4.3.1	Karakterisasi elektroda <i>bare GC</i>	35
4.3.2	Karakterisasi elektroda BDDNP/GC	36
4.3.3	Karakterisasi elektroda ZnONP/BDDNP/GC	38
4.4	Penentuan parameter elektrokimia	40
4.4.1	Penentuan <i>signal per background</i>	40
4.4.2	Penentuan <i>scan rate</i>	42
4.4.3	Penentuan pH optimum	43
4.5	Penentuan parameter validasi	46
4.5.1	Penentuan linearitas	46
4.5.2	Penentuan batas deteksi metode dan batas kuantitasi	48
4.5.3	Penentuan presisi	50
4.5.4	Penentuan selektifitas	52
4.5.4.1	Penambahan sakarin	52
4.5.4.2	Penambahan neotam	53
4.5.4.3	Penambahan D-glukosa	54
4.5.5	Penentuan aspartam pada sampel sebenarnya	56
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		59
5.1	Kesimpulan	59
5.2	Saran	59
DAFTAR PUSTAKA		61
LAMPIRAN		65

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
Tabel 2.1	Pemanis Buatan dan ADI (BPOM,2019).	9
Tabel 3.1	Komposisi volume larutan H_3PO_4 dan NaH_2PO_4 pada pembuatan larutan elektrolit buffer fosfat dengan variasi pH 2 dan 4.	27
Tabel 3.2	Komposisi massa Na_2HPO_4 dan NaH_2PO_4 pada pembuatan larutan elektrolit buffer fosfat dengan variasi pH 4,5 hingga 7.	27
Tabel 4.1	Hasil EDX pada elektroda <i>glassy carbon</i>	35
Tabel 4.2	Hasil EDX pada elektroda BDDNP/GC	36
Tabel 4.3	Hasil EDX pada elektroda ZnONP/BDDNP/GC	37
Tabel 4.4	<i>Signal per background</i> masing-masing elektroda	39
Tabel 4.5	Perbandingan batas deteksi pengukuran aspartam pada berbagai jenis elektroda.	48
Tabel 4.6	Perbedaan arus dan potensial aspartam dengan kehadiran larutan pengganggu	55
Tabel 4.7	Analisis aspartam pada minuman ringan	56

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
Gambar 2.1	Sintesis Aspartam (Anushkkaran, 2019).	8
Gambar 2.2	Diagram sistem sensor (Kuswandi, 2008).	11
Gambar 2.3	Sel volta (a) dan Sel elektrolisis (b) (Harahap, 2016).	13
Gambar 2.4	Sistem elektrokimia tiga elektroda (Nnamchi & Obayi, 2018).	14
Gambar 2.5	Skema persiapan BDDNP (Kondo, 2019).	16
Gambar 2.6	SEM dari (a) Diamond Powder (DP) dan (b) BDDNP (c) dan (d) adalah bayangan yang diperbesar dari (a) dan (b) masing-masing (Kondo, 2019).	17
Gambar 2.7	Skema sel voltammetry: WE- Elektroda kerja, RE- Elektroda pembanding, CE-Elektroda pembantu (Simões & Xavier, 2017).	18
Gambar 2.8	Diagram skema voltammogram siklik yang khas, di mana (Epa) adalah potensial puncak anodik, (Epc) adalah potensial puncak katodik, (Ipa) adalah arus puncak anodik, dan (Ipc) adalah arus puncak katodik. (SAAD, 2014)	19
Gambar 2.9	Penerapan potensial dalam square wave voltammetry (SWV) (Simões & Xavier, 2017).	20
Gambar 4.1	Skema drop casting tinta nanopartikel pada elektroda	34
Gambar 4.2	(a) Karakterisasi bare GC menggunakan SEM pada perbesaran 5000x, (b) Mapping tiap unsur elektroda bare glassy carbon	35
Gambar 4.3	(a) Karakterisasi BDDNP/GC menggunakan SEM pada perbesaran 25.000x, (b) Mapping tiap unsur elektroda ZnONP/BDDNP/GC	36
Gambar 4.4	(a) Karakterisasi ZnONP/BDDNP/GC menggunakan SEM pada perbesaran 25.000x, (b) Mapping tiap unsur elektroda ZnONP/BDDNP/GC	38
Gambar 4.5	Kurva voltammogram pada penentuan signal per background pengukuran aspartam menggunakan (a) elektroda BDDNP/GC (b) elektroda ZnONP/BDDNP/GC (c) elektroda glassy carbon.	40

Gambar 4.6	Kurva voltammogram dan kurva hubungan arus vs akar scan rate pada uji variasi scan rate pengukuran aspartam menggunakan (a) elektroda glassy carbon (b) elektroda BDDNP/GC (c) elektroda ZnONP/BDDNP/GC	42
Gambar 4.7	Perubahan potensial puncak dan respons arus sehubungan dengan perubahan pH 0,1 M buffer fosfat pada pengukuran aspartam menggunakan (a) Bare GC, (b) BDDNP/GC, dan (c) ZnONP/BDDNP/GC	44
Gambar 4.8	Kurva voltammogram dan grafik regresi linier pada uji variasi konsentrasi pengukuran aspartam menggunakan (a) elektroda bare GC (b) elektroda BDDNP/GC (c) ZnONP/BDDNP/GC	46
Gambar 4.9	Kurva voltammogram dan grafik regresi linier pada penentuan presisi pada pengukuran aspartame menggunakan (a) elektroda bare GC, (b) elektroda BDDNP/GC, (c) elektroda ZnONP/BDDNP/GC	50
Gambar 4.10	Kurva voltammogram pada uji selektivitas dengan penambahan larutan sakarin pada pengukuran aspartam menggunakan (a) bare GC (b) BDDNP/GC (c) ZnONP/BDDNP/GC	52
Gambar 4.11	Kurva voltammogram pada uji selektivitas dengan penambahan larutan neotam pada pengukuran aspartam menggunakan (a) bare GC (b) BDDNP/GC (c) ZnONP/BDDNP/GC	53
Gambar 4.12	Kurva voltammogram pada uji selektivitas dengan penambahan larutan D-glukosa pada pengukuran aspartam menggunakan (a) bare GC (b) BDDNP/GC (c) ZnONP/BDDNP/GC	54

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Lampiran	Halaman
1	Perhitungan dan pembuatan larutan sampel	64
2	Perhitungan larutan buffer	65
3	Perhitungan dan pembuatan larutan pengganggu	69
4	Penentuan <i>signal per background</i> pengukuran aspartam dengan menggunakan elektroda <i>bare</i> GC, BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/GC	71
5	Penentuan batas deteksi pengukuran aspartam dengan menggunakan elektroda <i>bare</i> GC, BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/GC	72
6	Penentuan %RSD pengukuran aspartam dengan menggunakan elektroda <i>bare</i> GC, BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/GC	76
7	Penentuan % <i>recovery</i> pengukuran aspartam dengan menggunakan elektroda <i>bare</i> GC, BDDNP/GC dan ZnONP/BDDNP/GC	78