

SKRIPSI

**SENSOR ELEKTROKIMIA LEVOFLOKSASIN PADA
SCREEN PRINTED ELECTRODE TERMODIFIKASI
BORON-DOPED DIAMOND NANOPOWDER**



ACHMAD BADRUS ZAMAN RIFKY ROMADHON

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

2022

**SENSOR ELEKTROKIMIA LEVOFLOKSASIN PADA SCREEN
PRINTED ELECTRODE TERMODIFIKASI BORON-DOPED DIAMOND
NANOPOWDER**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelara Sarjana Sains Bidang Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**

**Achmad Badrus Zaman Rifky Romadhon
NIM. 081811533014**

Disetujui oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,

**Siti Wafiroh, S.Si., M.Si
NIP. 196812091994112001**

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

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Sensor Elektrokimia Levofloksasin pada *Screen Printed Electrode* Termodifikasi *Boron-Doped Diamond Nanopowder*
Penyusun : Achmad Badrus Zaman Rifky Romadhon
NIM : 081811533014
Pembimbing I : Siti Wafiroh, S.Si.M.Si.
Pembimbing II : Prastika Krisma Jiwanti, S.Si,MSc.Eng,PhD.
Tanggal Seminar : 25 Juli 2022

Disetujui Oleh:

Pembimbing I,

Pembimbing II,


Siti Wafiroh, S.Si., M.Si
NIP. 196812091994112001


Prastika Krisma 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. 198307022009121005

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

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

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Achmad Badrus Zaman Risky Romadhon
NIM : 081811533014
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains Dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S-1)

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

Sensor Elektrokimia Levofloksasin pada *Screen Printed Electrode* Termodifikasi *Boron-Doped Diamond Nanopowder*

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang telah ditetapkan. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, 3 Agustus 2022

Achmad Badrus



adhon

KATA PENGANTAR

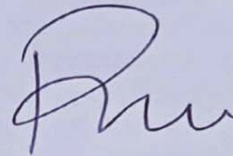
Segala puji dan syukur kepada Allah SWT karena atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul "Sensor Elektrokimia Levofloksasin pada *Screen Printed Electrode* Termodifikasi *Boron-Doped Diamond Nanopowder*". Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat utama untuk kelulusan dalam Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Penulis menyadari bahwa tugas akhir dapat terselesaikan berkat bantuan, petunjuk, bimbingan dan motivasi dari banyak pihak. Oleh karena itu tidak lupa penulis terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Siti Wafiroh, S.Si.M.Si. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Prastika Krisma Jiwanti, S. Si., M.Sc.Eng., Ph.D. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, dukungan, saran, serta nasihat dalam penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Mochamad Zakki Fahmi, S.Si, M.Si., Ph.D. selaku Ketua Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
4. Drs Tokok Adiarto, M.Si selaku dosen wali yang selalu memberikan motivasi ,nasehat, dukungan serta saran yang membangun kepada penulis.
5. Bapak Ibu Dosen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang selama ini telah memberikan ilmu yang bermanfaat selama perkuliahan.
6. Seluruh Staff Akademika dan karyawan Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang telah memfasilitasi selama menjalani perkuliahan ini.
7. Kedua orang tua beserta keluarga di rumah yang selalu memberikan dukungan, doa, dan nasehat untuk menyelesaikan naskah skripsi dan terus mendukung penulis.

8. Teman-teman Kimia angkatan 2018 dan Ayuni Wahyu Dea Pangestu sebagai teman dekat penulis yang selalu memberikan semangat dan dukungannya selama menjalani perkuliahan.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan naskah skripsi masih tidak sempurna. 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, 3 Agustus 2022



Achmad Badrus Zaman Rifky Romadhon

Romadhon, Achmad Badrus Zaman Rifky, 2022, Sensor Elektrokimia Levofloksasin pada *Screen Printed Electrode* Termodifikasi *Boron-Doped Diamond Nanopowder*, skripsi ini dibawah bimbingan Siti Wafiroh, S.Si, M.Si. dan Prastika Krisma Jiwanti, S.Si, MSc.Eng, PhD. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

ABSTRAK

Penggunaan antibiotik levofloksasin (LF) yang berlebihan menyebabkan resistensi yang berujung pada morbiditas. LF dapat mencemari lingkungan pada batas tertentu. Diperlukan teknik analisis pengukuran LF menggunakan metode yang efektif dan efisien karena selama ini teknologi yang digunakan kurang sederhana, tidak dapat diterapkan untuk analisis rutin. Metode analisis LF yang digunakan pada penelitian ini yaitu elektrokimia dengan elektroda *Screen printed electrode* (SPE) dan SPE termodifikasi dengan serbuk nanopartikel *boron doped diamond* (SPE-BDDNP). Tujuan penelitian ini adalah menentukan nilai parameter kimia dan validasi metode pengukuran LF. Parameter elektrokimia pada pengukuran LF dengan *signal* per *background* pada SPE dan SPE-BDDNP yaitu 10 dan 16. pH optimum *buffer* fosfat dalam pengukuran LF dengan elektroda SPE dan SPE-BDDNP yaitu pH 6 dan pH 6,5. Koefisien determinasi (R^2) melalui linearitas puncak arus dengan akar *scan rate* pada SPE dan SPE-BDDNP yaitu 0,9924 dan 0,9826. Validasi metode pengukuran LF melalui parameter linearitas dengan R^2 pada SPE dan SPE-BDDNP diperoleh 0,9956 dan 0,9953. Nilai batas deteksi (LOD) pada SPE dan SPE-BDDNP yaitu $0,434 \times 10^{-5}$ M dan $0,224 \times 10^{-5}$ M sedangkan nilai batas kuantitasi (LOQ) pada SPE dan SPE-BDDNP sebesar $1,449 \times 10^{-5}$ M dan $0,7501 \times 10^{-5}$ M. SPE dan SPE-BDDNP memiliki selektivitas yang baik ditandai dengan kemampuan yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama. %RSD pada SPE dan SPE-BDDNP yaitu 5,4% dan 1,94%. %Recovery pada SPE dan SPE-BDDNP di dalam obat, susu kaleng dan limbah air sungai berturut-turut yaitu 101%, 96,6%, 95,30% dan 92%, 95,7%, 102%.

Kata Kunci: levofloksasin, screen printed eletrode, screen printed eletrode boron doped diamond nanopowder, validasi metode.

Romadhon, Achmad Badrus Zaman Rifky, 2022, Levofloxacin Electrochemical Sensor on Screen Printed Electrode Modified Boron Doped Diamond Nanopowder, Undergraduate Research paper, supervised by Siti Wafiroh, S.Si, M.Si. and Prastika Krisma Jiwanti, S.Si, MSc.Eng, PhD. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Airlangga.

ABSTRACT

The excessive use of levofloxacin (LF) antibiotics causes resistance which leads to morbidity. LF can pollute the environment to some extent. It is necessary to use an LF measurement analysis technique using an effective and efficient method because so far, the technology used is not simple and cannot be applied for routine analysis. The LF analysis method used in this research is electrochemistry with Screen printed electrode (SPE) and modified SPE with boron doped diamond nanopowder (SPE-BDDNP). The purpose of this study was to determine the value of chemical parameters and validate the LF measurement method. The electrochemical parameters for measuring LF with signals per background on SPE and SPE-BDDNP are 10 and 16. The optimum pH of phosphate buffer in measuring LF with SPE and SPE-BDDNP electrodes are pH 6 and pH 6,5. The coefficient of determination (R^2) through the linearity of the peak current with the root of the scan rate at SPE and SPE-BDDNP are 0,9924 and 0,9826, respectively. Validation of the LF measurement method through linearity parameters with R^2 on SPE and SPE-BDDNP obtained 0,9956 and 0,9953, respectively. The detection limit values (LOD) for SPE and SPE-BDDNP is $0,434 \times 10^{-5}$ M and $0,224 \times 10^{-5}$ M while the quantitation limit values (LOQ) for SPE and SPE-BDDNP is $1,449 \times 10^{-5}$ M and $0,7501 \times 10^{-5}$ M. SPE and SPE-BDDNP have good selectivity, characterized by the ability to measure only certain substances carefully and thoroughly. %RSD in SPE and SPE-BDDNP are 5,4% and 1,94%, respectively. %Recovery in SPE and SPE-BDDNP in medicine, canned milk and river waste, respectively, were 101%, 96,6%, 95,30% and 92%, 96%, 102%.

Keywords: levofloxacin, screen printed eletrode, screen printed eletrode boron doped diamond nanopowder, method validation.

DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN.....	Error! Bookmark not defined.
LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI..	Error! Bookmark not defined.
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS	Error! Bookmark not defined.
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
<i>ABSTRACT</i>	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Permasalahan	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Antibiotik.....	6
2.1.1 Fluorokuinolon	6
2.1.2 Levofloksasin	7
2.2 Sensor	8
2.2.1 Elektrokimia	9
2.2.2 Potensiotat	10
2.2.3 <i>Screen printed electrode</i> (SPE)	10
2.2.4 <i>Cyclic voltammetry</i> (CV).....	11
2.2.5 <i>Square wave voltammetry</i>	12
2.3 Nanopartikel	12
2.4 Validasi metode analisis	13
2.4.1 Akurasi	13
2.4.2 Presisi	14
2.4.3 Selektivitas	15
2.4.4 Linearitas dan rentang	16
2.4.5 Batas deteksi dan batas kuantitasi	16
BAB III METODE PENELITIAN.....	17
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	17

3.2.1	Bahan penelitian	17
3.2.2	Alat penelitian	17
3.3	Prosedur Penelitian.....	18
3.3.1	Diagram alir penelitian.....	18
3.3.2	Pembuatan larutan induk levofloksasin 0,0027 M	19
3.3.3	Pembuatan larutan elektrolit <i>buffer</i> fosfat	19
3.3.4	Pembuatan larutan urea 0,1 M.....	20
3.3.5	Pembuatan larutan ofloksasin 0,1 M	20
3.3.6	Pembuatan larutan ciprofloksasin 0,1 M.....	21
3.3.7	Pembuatan larutan glukosa 0,1 M	21
3.3.8	Modifikasi dan Karakterisasi SPE-BDDNP	21
3.3.9	Optimasi metode <i>square wave voltammetry</i>	21
3.3.10	Penentuan Parameter Elektrokimia	22
3.3.11	Penentuan parameter validasi metode	23
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1	Modifikasi dan Hasil Karakterisasi SEM pada SPE dan SPE-BDDNP	25
4.2	Hasil Optimasi Metode SWV	27
4.2.1	Hasil Optimasi Amplitudo SWV pada SPE dan SPE-BDDNP dengan sampel LF	27
4.2.2	Hasil Optimasi Frekuensi SWV pada SPE dan SPE-BDDNP dengan sampel LF	29
4.2.3	Hasil Optimasi <i>E-step</i> potensial SWV pada SPE dan SPE-BDDNP dengan sampel LF	30
4.3	Hasil Penentuan Parameter Elektrokimia.....	31
4.3.1	Penentuan <i>Signal per Background</i> (S/B) LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	31
4.3.2	Penentuan <i>Scan Rate</i> LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan <i>Cyclic Voltammetry</i>	33
4.3.3	Penentuan pH optimum LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	35
4.4	Hasil Parameter Validasi	37
4.4.1	Hasil Penentuan Linieritas LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	37
4.4.2	Nilai LOD dan LOQ LF pada SPE dan SPE-BDDNP	39
4.4.3	Selektivitas LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	40
4.4.5	Repeatabilitas LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV ...	47
4.11	% <i>Recovery</i> LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV.....	49

4.11.1 % <i>Recovery</i> LF dengan Obat LF pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	49
4.11.2 % <i>Recovery</i> LF dengan susu kaleng pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	49
4.11.3 % <i>Recovery</i> LF dengan limbah air sungai pada SPE dan SPE-BDDNP menggunakan SWV	51
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	53
5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran.....	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN.....	57

DAFTAR TABEL

No	Judul tabel	Halaman
3.1	Komposisi massa Na_2HPO_4 dan NaH_2PO_4 pada pembuatan larutan elektrolit <i>buffer</i> fosfat dengan variasi pH 5 hingga 9.	20
4.1	Pengaruh variasi amplitudo dengan puncak arus dan potensial pada SPE dan SPE-BDDNP	28
4.2	Pengaruh variasi frekuensi dengan puncak arus dan potensial pada SPE dan SPE-BDDNP.	29
4.3	Pengaruh variasi <i>E-step</i> potensial dengan puncak arus dan potensial pada SPE dan SPE-BDDNP	30
4.4	Arus blanko, arus sampel dan S/B pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP	32
4.5	Linearitas variasi <i>scan rate</i> terhadap nilai puncak arus dan koefisien determinasi	33
4.6	Nilai pH, puncak arus dan potensial pada pengukuran LF dengan SPE.	36
4.7	Linearitas, sensitivitas, LOD dan LOQ pada pengukuran LF dengan SPE dan SPE-BDDNP.	40
4.8	Puncak arus selektivitas LF dengan glukosa.	41
4.9	Puncak arus selektivitas LF dengan urea.	43
4.10	Puncak Arus Selektivitas LF dengan Ofloksasin.	45
4.11	Puncak Arus Selektivitas LF dengan Ciprofloksasin.	46
4.12	Presisi yang dinyatakan dalam %RSD pada SPE dan SPE-BDDNP	48
4.13	% <i>Recovery</i> LF dalam sampel obat, susu kaleng dan limbah air sungai dengan SPE dan SPE-BDDNP	52

DAFTAR GAMBAR

No	Judul Gambar	Halaman
2.1	Struktur Levofloksasin (Khan, 2021).	7
2.2	Oksidasi elektrokimia Levofloksasin menjadi Levofloksasin N-oksida (Rkik et al., 2017).	8
2.3	Skematika <i>Screen Printed Electrode</i> (Cheng et al., 2013).	11
2.4	Voltamogram <i>Cyclic Voltammetry</i> (Elgrishi, 2021).	12
2.5	Skema <i>Square wave voltammetry</i> , (A) mewakili proses redoks dari sistem reversibel dan (B) mewakili sistem <i>irreversibel</i> (Brett, 1994).	12
3.1	Diagram alir prosedur pelaksanaan penelitian	18
4.1	Hasil karakterisasi SEM pada SPE dengan perbesaran (A). $5.000 \times$ (B). $15.000 \times$ (C). $25.000 \times$ (D). $50.000 \times$.	26
4.2	Hasil karakterisasi SEM pada SPE-BDDNP dengan perbesaran (A). $5.000 \times$ (B). $15000 \times$ (C). $25.000 \times$ (D). $50.000 \times$.	27
4.3	Histogram ukuran partikel SPE-BDDNP dari hasil analisis menggunakan ImageJ dan Origin.	27
4.4	Voltamogram variasi amplitudo pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	29
4.5	Voltamogram variasi frekuensi pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	30
4.6	Voltamogram variasi <i>E-step</i> potensial pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP	31
4.7	Voltamogram S/B LF pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	32
4.8	Voltamogram <i>scan rate</i> (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP	34
4.9	Grafik linearitas antara akar <i>scan rate</i> dengan puncak arus pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	35

4.10	Voltamogram variasi pH pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	37
4.11	Variasi pH pada SPE-BDDNP terhadap puncak arus dan potensial	38
4.12	Voltamogram rentang Linear LF pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	39
4.13	Grafik linearitas antara arus dengan konsentrasi LF pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	39
4.14	Voltamogram selektivitas LF dengan Glukosa pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	42
4.15	Voltamogram selektivitas LF dengan Urea pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	43
4.16	Voltamogram selektivitas LF dengan ofloksasin pada (B). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	45
4.17	Voltamogram selektivitas LF dengan ciprofloksasin pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	47
4.18	Voltamogram repeatibilitas LF pada (A). SPE dan (B). SPE-BDDNP.	48
4.19	Grafik hubungan banyaknya pengulangan dengan arus pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	49
4.20	Voltamogram % <i>Recovery</i> LF dalam obat pada (A). SPE dan (B). SPE BDDNP.	50
4.21	Voltamogram % <i>Recovery</i> LF dalam susu kaleng pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	51
4.22	Voltamogram % <i>Recovery</i> LF dalam limbah air sungai pada (A) SPE dan (B) SPE-BDDNP.	52