

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Permasalahan

Kreatin merupakan asam organik bernitrogen yang diproduksi di dalam tubuh manusia terutama pada hati, ginjal dan pankreas. Selain itu kreatin dapat diperoleh dari makanan terutama dari daging merah (Zinellu *et al.*, 2005). Kreatin memiliki peranan penting dalam metabolisme protein, meningkatkan ukuran otot tanpa mempengaruhi lemak di dalam tubuh dan menyediakan cadangan energi berupa *Adenosin Triphosphat* (ATP) untuk meningkatkan kinerja otot (Lakshmi *et al.*, 2007). Di dalam otot dan saraf, sebagian besar kreatin difosforilasi menjadi fosfokreatin yang dikatalisis menggunakan enzim kreatin kinase (Zinellu *et al.*, 2005). Kreatin dan fosfokreatin memiliki peran penting untuk penyimpanan dan penyaluran energi berupa ATP di jaringan otot (Nasrallah *et al.*, 2010)

Dari penelitian *Dietary Supplement Health and Education Act* (DSHEA), kreatin dapat dikonsumsi secara oral sebagai suplemen untuk menunda terjadinya kelelahan otot pada atlet (Brudnak, 2004). Jika dikonsumsi dengan dosis yang tepat, maka kreatin mampu meningkatkan kinerja otot saat berolahraga atau saat melakukan kegiatan yang membutuhkan energi tinggi, mengurangi kelelahan dan mempercepat pemulihan energi (Greenhaff *et al.*, 1994). Di sisi lain, jika dikonsumsi dengan dosis yang berlebih secara berkelanjutan maka mampu menyebabkan terjadinya gangguan pencernaan, muntah, kram otot, radang

panggul dan gagal ginjal (Brudnak, 2004). Secara fisiologis konsentrasi normal kreatin dalam darah adalah 1,2 -5 mg/dL (Widmann, 1995).

Berdasarkan beberapa penyakit berbahaya yang dapat ditimbulkan jika kelebihan kreatin, maka perlu dilakukan kontrol terhadap konsentrasi kreatin dalam tubuh. Untuk menentukan kadar kreatin secara akurat, maka diperlukan suatu metode analisis yang memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi karena dalam darah terdapat banyak matriks yang kompleks. Selain itu, metode analisis yang mudah dan cepat juga diperlukan untuk memenuhi kebutuhan analisis sampel secara rutin dalam jumlah yang banyak.

Kreatin dapat dianalisis dengan menggunakan beberapa metode antara lain metode *high performance liquid chromatography* (HPLC), *gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS) dan voltametri. Analisis kreatin dengan menggunakan metode HPLC telah dilakukan oleh Yokoyama *et al.* (2000) dan menghasilkan batas deteksi sebesar 2 µg/dL. Metode ini memiliki kelebihan yaitu mampu memisahkan molekul-molekul organik dari suatu campuran secara simultan sehingga selektivitas dari metode ini cukup tinggi. Namun, metode ini memerlukan waktu analisis yang lama sekitar 5-30 menit, perlakuan terhadap analit cukup rumit dan biaya pelaksanaan analisis cukup mahal. Metode selanjutnya telah dikembangkan oleh Nasrallah *et al.* (2010) menggunakan metode GC-MS yang menghasilkan batas deteksi 0, 262 mg/dL. Metode ini memiliki selektivitas dan sensitivitas yang cukup tinggi, akan tetapi peralatan yang digunakan untuk analisis belum banyak tersedia di laboratorium. Metode lainnya adalah menggunakan *stripping* voltametri dengan menggunakan

elektroda HMDE (*hanging mercury drop electrode*)-*imprinted* polimer yang menghasilkan batas deteksi 0,011 ng/dL (Lakshmi *et al.*, 2007). Metode ini memiliki kelebihan yaitu sangat sensitif karena memiliki batas deteksi sangat rendah serta elektrodanya memiliki luas permukaan yang *reproducible*. Akan tetapi, analisis kreatin dengan metode ini masih diganggu oleh dopamin dan triptofan. Untuk mengatasi permasalahan tersebut dilakukan penelitian untuk analisis kreatin secara potensiometri menggunakan sensor termodifikasi zeolit (*zeolit modified electrode*).

Potensiometri adalah metode analisis berdasarkan pengukuran potensial sel pada saat arus bernilai nol (Skoog, 1998). Pada pengukuran dengan potensiometri, sinyal yang keluar dihasilkan dari reaksi kimia reversibel yang terjadi pada permukaan elektroda (Cattrall, 1997). Potensiometri lebih dipilih karena memiliki jangkauan pengukuran lebih luas daripada metode voltametri. Selain itu, analisis secara potensiometri tidak mutlak memerlukan terjadinya reaksi redoks pada permukaan elektroda. Sehingga molekul yang tidak memiliki potensi melakukan reaksi redoks masih bisa dianalisis secara potensiometri. Pada potensiometri, elektroda berfungsi sebagai sensor untuk analit yang dianalisis. Untuk meningkatkan selektivitas dan sensitivitas elektroda, maka dilakukan modifikasi pada elektroda tersebut. Beberapa peneliti telah melakukan modifikasi pada elektroda dengan menggunakan zeolit. Zeolit merupakan material yang memiliki banyak keunggulan yaitu sebagai adsorben yang menawarkan selektivitas berdasarkan ukuran analit, memiliki sifat sebagai penukar ion,

saringan molekul dan memiliki stabilitas termal yang tinggi (Ardakani *et al.*, 2006).

Beberapa peneliti telah mengembangkan elektroda termofikasi zeolit, Sari (2012) yang mengembangkan elektroda HMDE-*imprinted* zeolit untuk sensor pada analisis kreatin secara voltametri lucutan. Dari metode tersebut diperoleh batas deteksi 0,044 ng/dL. Fitri (2014) mengembangkan elektroda pasta karbon nanopori/*imprinted* zeolit yang digunakan untuk analisis asam urat secara potensiometri. Dari metode tersebut diperoleh batas deteksi 0,098 mg/dL. Dari hasil penelitian di atas, modifikasi elektroda dengan zeolit mampu meningkatkan sensitivitas elektroda 2-3 kali lebih tinggi daripada tanpa modifikasi elektroda dengan zeolit.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit A untuk analisis kreatin secara potensiometri. Pada tahap pertama dilakukan optimasi pH larutan kreatin dan uji kinerja elektroda berbagai komposisi. Material penyusun elektroda terdiri dari karbon aktif, parafin padat dan *imprinted* zeolit (IZ). Karbon digunakan sebagai material elektroda karena bersifat inert dan memiliki konduktivitas yang tinggi (Pyun dan Lee, 2007). Kelebihan elektroda pasta karbon antara lain proses pembuatan mudah, biaya operasional murah dan permukaan elektrodanya mudah diperbaharui sehingga elektroda pasta karbon lebih banyak dipilih untuk dimodifikasi (Wang, 1996). Elektroda pasta karbon dibuat dari campuran karbon aktif dengan parafin. Karbon aktif digunakan sebagai material elektroda karena memiliki luas permukaan yang besar dan spesifik sehingga mampu memperluas permukaan sisi analit (Cougnan *et al.*, 2014). Zeolit

A dipilih karena memiliki ukuran pori yang lebih kecil dari kreatin. Zeolit A dengan ukuran pori yang lebih kecil dari analit berpotensi untuk dimodifikasi ukuran porinya dengan menyesuaikan ukuran pori kreatin melalui teknik *imprinting*. Metode *imprinting* dipilih karena mampu meningkatkan selektivitas ketika digunakan analisis menggunakan sampel sebenarnya (Yang *et al.*, 2015). Dari penelitian Titus *et al.* (2008) zeolit A disintesis dari rasio campuran  $4 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 1,8 \text{ SiO}_2 : 270 \text{ H}_2\text{O}$ . Zeolit A disintesis dari  $\text{NaAlO}_2$  (sumber alumina dan natrium oksida) dan  $\text{SiO}_2$  (sumber silika) yang dilarutkan dalam akuades. Untuk mengetahui keberhasilan dari sintesis *imprinted* zeolit (IZ) maka dilakukan sintesis *non imprinted* zeolit (NIZ). *Non imprinted* zeolit (NIZ) disintesis dengan cara yang sama disertai penambahan analit kreatin. Kreatin akan terperangkap pada kerangka zeolit lalu diekstraksi sehingga akan terbentuk cetakan (*imprinted* zeolit). Diharapkan *imprinted* zeolit tersebut hanya sesuai dengan ukuran dan bentuk molekul kreatin. Dengan demikian, analisis kreatin dengan metode ini tidak diganggu oleh komponen elektroaktif lainnya dalam darah. Zeolit A, *non imprinted* zeolit (NIZ) dan *imprinted* zeolit (IZ) dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) dan *fourier transform infrared* (FTIR). Selanjutnya, *imprinted* zeolit digunakan sebagai bahan pada pembuatan elektroda.

Dari penelitian ini diharapkan diperoleh metode analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit yang memiliki selektivitas dan sensitivitas tinggi terhadap kreatin tanpa *interferensi* dari komponen elektroaktif lain. Pada penelitian ini dipelajari uji kinerja elektroda dan validitas metode analisis yang meliputi waktu respon elektroda, jangkauan

pengukuran, faktor Nernst, batas deteksi, presisi, akurasi, waktu hidup elektroda dan koefisien selektivitas. Selektivitas elektroda dipelajari dengan penambahan matriks urea pada larutan kreatin.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil karakterisasi zeolit A, NIZ dan IZ dengan menggunakan XRD dan FTIR?
2. Bagaimana komposisi optimum karbon aktif, parafin dan IZ pada pembuatan elektroda untuk analisis kreatin secara potensiometri?
3. Berapakah pH optimum larutan pada analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit ?
4. Berapakah waktu respon elektroda, jangkauan pengukuran, faktor Nernst dan linieritas, batas deteksi presisi, akurasi, waktu hidup dan koefisien selektivitas elektroda pasta karbon karbon-*imprinted* zeolit pada analisis kreatin secara potensiometri?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Melakukan karakterisasi zeolit A, IZ dan NIZ menggunakan XRD dan FTIR.
2. Menentukan komposisi optimum karbon aktif, parafin dan IZ pada pembuatan elektroda untuk analisis kreatin secara potensiometri.
3. Menentukan pH optimum larutan pada analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit

4. Menentukan waktu respon elektroda, jangkauan pengukuran, faktor Nernst dan linieritas, batas deteksi presisi, akurasi, waktu hidup dan koefisien selektivitas elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit pada analisis kreatin secara potensiometri.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

Melalui penelitian ini diharapkan diperoleh metode analisis kreatin yang memiliki selektivitas dan sensitivitas yang tinggi terhadap kreatin. Untuk bidang biomedis dan kesehatan diharapkan metode ini mampu digunakan sebagai salah satu alternatif pengukuran kadar kreatin.

