

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS KREATIN SECARA
POTENSIOMETRI DENGAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER***

SKRIPSI



RIRIN HARIYATI

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS KREATIN SECARA
POTENSIOMETRI DENGAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER***

SKRIPSI



RIRIN HARIYATI

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS KREATIN SECARA
POTENSIOMETRI DENGAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER***

SKRIPSI

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

Oleh :

RIRIN HARIYATI
NIM. 081211531115

Tanggal lulus : 28 Juli 2016

Disetujui oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II


Dr. Miratul Khasanah, M.Si
NIP. 19670304 199203 2 001


Dr. rer.nat. Genden Supriyanto, M.Sc
NIP. 19681228 199303 1 001

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Pengembangan Metode Analisis Kreatin secara
Potensiometri dengan Elektroda Pasta Karbon
Termodifikasi *Molecularly Imprinted Polymer*
Penyusun : Ririn Hariyati
NIM : 081211531115
Pembimbing I : Dr. Miratul Khasanah, M.Si
Pembimbing II : Dr.rer.nat. Ganden Supriyanto, M.Sc
Tanggal seminar : 28 Juli 2016

Disetujui oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II


Dr. Miratul Khasanah, M.Si
NIP. 19670304 199203 2 001


Dr.rer.nat. Ganden Supriyanto, M.Sc
NIP. 19681228 199303 1 001

Mengetahui:
Ketua Program Studi S-1 Kimia
Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga


Dr. Purkan, S.Si., M.Si
NIP. 19721116 199702 1 001

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.

KATA PENGANTAR

Segala puja dan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan naskah skripsi yang berjudul "Pengembangan Metode Analisis Kreatin secara Potensiometri dengan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi *Molecularly Imprinted Polymer*" dengan baik.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang memberikan bantuan dan dukungan terutama kepada :

1. Direktorat Jendral dan Pendidikan Tinggi yang telah memberikan beasiswa.
2. Dr. Miratul Khasanah, M.Si dan Dr.rer.nat. Ganden Supriyanto, M.Sc selaku pembimbing yang telah meluangkan banyak tenaga dan waktu untuk membimbing dan mengarahkan dalam penyusunan naskah skripsi ini.
3. Drs. Handoko Darmokoesoemo, DEA selaku dosen wali yang telah memberikan dorongan dan motivasi untuk menyelesaikan penyusunan naskah skripsi ini.
4. Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA dan Yanuardi Raharjo, S.Si., M.Si selaku penguji yang telah memberikan saran dalam penyusunan naskah skripsi ini.
5. Dr.Purkan, S.Si., M.Si selaku Ketua Departemen Kimia Universitas Airlangga yang banyak memberikan informasi dalam penyusunan naskah skripsi ini.
6. Bapak dan Ibu dosen Departemen Kimia Universitas Airlangga yang banyak memberikan ilmunya ke penulis.
7. Bapak dan ibu tercinta Wari dan Suwarni, kakek dan nenek tercinta Yaidi, Mari, Rukijah dan Yatini, adik tercinta Ahmad Agasta Diputra,

dan sahabat tercinta Tiffany Fatilabalqis yang telah memberikan dorongan berupa materi, do'a, dan kasih sayang.

8. Teman-teman di Departemen Kimia terutama pada kelompok topik potensiometri yaitu Nesti Widayanti, Lendhy Kustyarini, Nunung Mareta Sari, Aisyul Athiroh, Ria Risty R, Masfah R Shofiyyah, Prihantari Mukti Ibrani dan Dini Oktavia yang setiap hari memberi semangat untuk menyusun skripsi ini.
9. Teman-teman kos yaitu Bherty Rentana, Siti Komariyah, Meyvita Sari R.Y., dan Hidayatunnaimah yang selalu memberi semangat dan saran dalam menyusun skripsi ini.
10. Teman-teman Kimia Angkatan 2012 yang memberikan banyak bantuan, inspirasi dan motivasi.
11. Pak Gimam, Mas Roch Adi dan Mbak Nur Ihda yang membantu dalam penyediaan alat dan bahan selama berlangsungnya penelitian.
12. Seluruh pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

Demi kesempurnaan naskah skripsi ini, kritik dan saran yang membangun dari pembaca sangat diharapkan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pihak-pihak yang membacanya dan bagi penulis sendiri.

Surabaya, Juli 2016

Penulis

Ririn Hariyati

Hariyati, Ririn., 2016, Pengembangan Metode Analisis Kreatin secara Potensiometri dengan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi *Molecularly Imprinted Polymer*, Skripsi di bawah bimbingan Dr. Miratul Khasanah, M.Si. dan Dr.rer.nat. Ganden Supriyanto, M.Sc. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya

ABSTRAK

Kreatin merupakan jenis asam organik bernitrogen yang dimanfaatkan sebagai zat ergogenik yang dapat meningkatkan kekuatan dan massa otot, akan tetapi jika kadarnya dalam tubuh berlebih dapat menyebabkan terjadinya gangguan pencernaan (diare), muntah, kram otot, nefritis, dan gagal ginjal. Analisis kreatin secara potensiometri dengan elektroda pasta karbon termodifikasi *molecularly imprinted polymer* telah dikembangkan. Penggunaan teknik *imprinting* pada modifikasi elektroda bertujuan untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas elektroda pada saat analisis. Elektroda yang dikembangkan dibuat dengan perbandingan massa karbon aktif, parafin dan MIP = 50 : 40 : 10. Elektroda pasta karbon/MIP menunjukkan waktu respon selama 51-120 detik, jangkauan pengukuran pada rentang 10^{-6} - 10^{-3} M, limit deteksi sebesar $1,70 \times 10^{-7}$ M, faktor Nernst dan linieritas pengukuran berturut turut 29,6 mV/dekade dan 0,9666. Nilai koefisien variasi yang dihasilkan dari pengukuran konsentrasi 10^{-6} - 10^{-3} M berkisar antara 0,23%-0,32% dan akurasinya 60%-182%. Elektroda menunjukkan kinerja yang masih bagus sampai penggunaan ke-80 kali. Keberadaan urea dengan konsentrasi hingga 50 kali konsentrasi kreatin tidak mengganggu analisis kreatin.

Kata kunci : kreatin, *molecularly imprinted polymer*, elektroda pasta karbon, potensiometri

Hariyati, Ririn., 2016, Development of Creatine Analysis Method by Potentiometry with Carbon Paste Electrode Modified *Molecularly Imprinted Polymer*, The script was under guidance Dr. Miratul Khasanah, M.Si. and Dr.rer.nat. Ganden Supriyanto, M.Sc. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Airlangga, Surabaya

ABSTRACT

Creatine is a nitrogenous organic acid types and used as ergogenic substance which can increase strength and muscle mass, but if at excessive levels in the body can cause digestive disorders (diarrhea), vomiting, muscle cramps, nephritis, and renal failure. Analysis of creatine potentiometrically with carbon paste electrodes modified *molecularly imprinted polymers* has been developed. The use of the modified electrode *imprinting* technique aims to improve the sensitivity and selectivity of the electrode at the time of the analysis. Electrodes developed was made with activated carbon mass ratio, paraffin and MIP = 50 : 40 : 10. The carbon paste electrodes/MIP shows the response time for 51-120 seconds, a linear dynamic range in the range of 10^{-6} - 10^{-3} M, the limit of detection of $1,70 \times 10^{-7}$ M, Nernst factor and linearity consecutive measurement of 29.6 mV/decade and 0.9666 respectively. The coefficient of variation resulting from the measurement of the concentration of 10^{-6} - 10^{-3} M range between 0.23%-0.32% and accuracy of 60%-182%. The electrodes showed good performance and still good till use of all 80 times. The presence of urea with concentrations up to 50 times the concentration of creatine did not interfere the analysis of creatine.

Keyword : *creatine, molecularly imprinted polymer, carbon paste electrodes, potentiometric*

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ririn Hariyati
NIM : 081211531115
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

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

PENGEMBANGAN METODE ANALISIS KREATIN SECARA
POTENSIMETRI DENGAN ELEKTRODA PASTA KARBON
TERMODIFIKASI *MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER*

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

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, Juli 2016



Ririn Hariyati

NIM. 081211531115

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Permasalahan.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan.....	5
1.4 Manfaat.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Kreatin dan Analisis Kreatin.....	6
2.2 Potensiometri.....	8
2.3 Elektroda.....	9
2.4 KarbonAktif.....	10
2.5 <i>Molecularly Imprinted Polymer</i> (MIP).....	11
2.6 Poli-anilin.....	13
2.7 Kinerja Elektroda.....	13
BAB III METODE PENELITIAN	18
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	18
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	18
3.2.1 Bahan penelitian.....	18
3.2.2 Alat penelitian.....	18
3.3 Diagram Alir Penelitian.....	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
3.4.1 Pembuatan larutan.....	20
3.4.1.1 Pembuatan larutan induk kreatin 10^{-2} M.....	20
3.4.1.2 Pembuatan larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M.....	20
3.4.2 Pembuatan larutan buffer.....	20
3.4.2.1 Pembuatan larutan asam asetat 2 M.....	20
3.4.2.2 Pembuatan larutan natrium asetat 2 M.....	21

3.4.2.3 Pembuatan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M	21
3.4.2.4 Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M	21
3.4.2.5 Pembuatan larutan asetat pH 4 dan 5	21
3.4.2.6 Pembuatan larutan fosfat pH 6, 7, dan 8	22
3.4.3 Pembuatan larutan urea	22
3.4.3.1 Pembuatan larutan induk urea 10^{-1} M	22
3.4.3.2 Pembuatan larutan urea 10^{-2} , 5×10^{-2} , dan 10^{-3} M	23
3.4.4 Pembuatan poli-anilin	23
3.4.5 Pembuatan <i>non imprinted polymer</i> (NIP)	23
3.4.6 Pembuatan <i>molecularly imprinted polymer</i> (MIP)	24
3.4.7 Preparasi karbon	24
3.4.8 Pembuatan elektroda kerja pasta karbon/MIP	24
3.4.9 Optimasi pH larutan kreatin	26
3.4.10 Pembuatan kurva standar kreatin	27
3.4.11 Penentuan kinerja elektroda dan validitas metode	27
3.4.11.1 Waktu respon elektroda	27
3.4.11.2 Jangkauan pengukuran	27
3.4.11.3 Faktor Nernst	28
3.4.11.4 Limit deteksi	28
3.4.11.5 Selektivitas	28
3.4.11.6 Akurasi dan presisi	29
3.4.11.7 Waktu hidup elektroda	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Hasil Pembuatan Polimer Anilin, <i>Non-Imprinted polymer</i> (NIP) dan <i>Molecularly Imprinted Polymer</i> (MIP)	31
4.1.1 Hasil pembuatan polimer anilin	31
4.1.2 Hasil pembuatan <i>non imprinted polymer</i> (NIP)	35
4.1.3 Hasil pembuatan <i>molecularly imprinted polymer</i> (MIP)	36
4.1.4 Karakterisasi menggunakan FTIR	36
4.2 Hasil Preparasi Karbon	41
4.3 Hasil Optimasi Komposisi pada Pembuatan Elektroda Pasta Karbon/MIP dan Optimasi pH	42
4.3.1 Hasil optimasi komposisi pada pembuatan elektroda pasta karbon/MIP	42
4.3.2 Hasil optimasi pH	47
4.4 Hasil Pembuatan Kurva Standar Kreatin	51
4.5 Hasil Uji Selektivitas	54
4.6 Hasil Penentuan Kinerja Elektroda dan Validitas Metode Analisis	55
4.6.1 Hasil penentuan waktu respon elektroda	55
4.6.2 Hasil penentuan jangkauan pengukuran	56

4.6.3 Hasil penentuan faktor Nernst.....	57
4.6.4 Hasil penentuan limit deteksi	57
4.6.5 Hasil penentuan akurasi dan presisi	58
4.6.5.1 Hasil penentuan akurasi	58
4.6.5.2 Hasil penentuan presisi	59
4.6.6 Hasil penentuan waktu hidup elektroda	60
4.7 Perbandingan Kinerja Elektroda Pasta Karbon/MIP dan Validitas Metode Potensiometri dan Voltammetri.....	62
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	64
5.1 Kesimpulan	64
5.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN.....	L1

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul Tabel	Halaman
3.1	Komposisi volume larutan Na_2HPO_4 2 M dan larutan NaH_2PO_4 pada pembuatan buffer fosfat	22
3.2	Komposisi MIP, karbon aktif, dan parafin pada pembuatan elektroda kerja pasta karbon/MIP	26
4.1	Data bilangan gelombang pita pada spektra anilin dan polianilin	36
4.2	Data bilangan gelombang pita pada spektra kreatin dan NIP	38
4.3	Data bilangan gelombang pita pada spektra polianilin, NIP dan MIP	39
4.4	Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas kurva (r) dari hasil pengukuran larutan kreatin yang diukur dengan E1 dan E1*	43
4.5	Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas hasil pengukuran elektroda pasta karbon/MIP berbagai variasi komposisi	44
4.6	Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E1	47
4.7	Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E3	48
4.8	Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E4	48
4.9	Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas kurva (r) dari larutan kreatin yang diukur dengan E3, ENIP dan EPOL	50
4.10	Data potensial E3 pada larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl	52
4.11	Data hasil perhitungan $K_{i,j}$ untuk larutan kreatin 10^{-4} M dengan larutan matriks urea	54
4.12	Data hasil pengukuran waktu respon elektroda terhadap larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3	55
4.13	Jangkauan pengukuran dari elektroda E3 dan E4 pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl	56
4.14	Data nilai akurasi metode pada analisis larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3	59
4.15	Data presisi dari metode untuk analisis larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3	60
4.16	Data jangkauan pengukuran dan faktor Nernst pada penentuan waktu hidup (jumlah pemakaian) elektroda	61
4.17	Hasil perbandingan validitas metode dan uji kinerja	62

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul Gambar	Halaman
2.1	Rumus struktur kreatin	6
2.2	Skema pembentukan MIP	12
2.3	Struktur anilin	13
2.4	Struktur polianilin	13
2.5	Kurva penentuan limit deteksi	15
3.1	Konstruksi elektroda pasta karbon/MIP	25
4.1	Tahap inisiasi pada polimerisasi adisi	32
4.2	Tahap propagasi pada polimerisasi adisi	33
4.3	Tahap terminasi pada polimerisasi adisi	34
4.4	Perkiraan reaksi pembentukan ikatan polianilin dengan kreatin	35
4.5	Spektra FTIR anilin dan polianilin	37
4.6	Spektra FTIR kreatin dan NIP	39
4.7	Spektra FTIR polianilin, NIP dan MIP	40
4.8	Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial hasil pengukuran menggunakan elektroda yang dibuat dengan variasi komposisi	46
4.9	Kurva hubungan log [kreatin] terhadap potensial yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan E3, ENIP, EPOL	50
4.10	Kurva hubungan antara pH larutan kreatin dengan potensial	51
4.11	Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial elektroda yang terukur pada larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M	53
4.12	Kurva standar kreatin	53
4.13	Titik perpotongan garis linier dan <i>non</i> linier pada penentuan limit deteksi	58

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lampiran	Halaman
1	Perhitungan dalam pembuatan larutan kreatin	L1
2	Perhitungan dalam pembuatan larutan urea	L3
3	Perhitungan dalam pembuatan larutan buffer	L4
4	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/MIP (optimasi komposisi)	L10
5	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/NIP (ENIP)	L16
6	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/polimer anilin (EPOL)	L17
7	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E1 pada optimasi pH	L18
8	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E3 pada optimasi pH	L23
9	Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E4 pada optimasi pH	L28
10	Perhitungan jangkauan pengukuran elektroda	L33
11	Perhitungan limit deteksi	L34
12	Perhitungan koefisien selektivitas	L37
13	Perhitungan presisi	L41
14	Perhitungan akurasi	L43
15	Hasil karakterisasi dengan FTIR	L45
16	Hasil analisis menggunakan adsorpsi desorpsi N ₂	L48

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Kreatin atau asam 2-(karbamimidoil-metil-amino)asetat dengan rumus molekul $C_4H_9N_3O_2$ merupakan asam organik bernitrogen yang berperan dalam pembentukan energi di dalam tubuh melalui pembentukan adenosin trifosfat (ATP). Sekitar 90-95% kreatin tersimpan dalam otot rangka dan sisanya terdapat pada otak dan jantung (Anonim, 2009; Jones *et al.*, 2004). Kreatin dapat ditemukan pada daging dan ikan, walaupun jumlahnya sangat kecil. Kreatin banyak dimanfaatkan sebagai zat ergogenik yang dapat meningkatkan kekuatan dan massa otot. Kadar kreatin yang berlebih dalam tubuh dapat menyebabkan terjadinya gangguan pencernaan (diare), muntah, kram otot, nefritis, dan gagal ginjal (Brudnak, 2004). Oleh karena itu, diperlukan suatu metode yang sensitif dan selektif untuk mendeteksi kadar kreatin dalam cairan tubuh.

Metode analisis kadar kreatin yang umum digunakan di bidang medis adalah spektrofotometri, namun metode ini memiliki kelemahan yaitu membutuhkan waktu analisis lama dan volume sampel yang banyak (Iles *et al.*, 1985). Metode lain yang telah dikembangkan untuk analisis kadar kreatin adalah *high performance liquid chromatography* (HPLC). Metode ini menunjukkan linieritas pada rentang konsentrasi 0-20 $\mu\text{g/mL}$, namun memerlukan waktu analisis yang lama, perlakuan yang rumit serta biaya yang mahal (Yoonsun *et al.*, 2003).

Selain metode spektrofotometri dan HPLC, metode yang telah dikembangkan untuk analisis kreatin adalah voltametri. Beberapa penelitian yang mengembangkan metode voltametri untuk analisis kreatin diantaranya menggunakan elektroda emas termodifikasi *imprinted* polianilin (Puspitasari, 2012), menggunakan *hanging mercury drop electrode* (HMDE) termodifikasi dengan *molecularly imprinted* polianilin (Nikita, 2012), dan menggunakan HMDE termodifikasi poly(*p*-asam amino benzoat-*co*-1,2-dikloroetan) (Lakshmi *et al.*, 2007). Kelebihan metode ini adalah memiliki tingkat sensitivitas yang tinggi serta memiliki area permukaan elektroda yang reproduibel. Namun disisi lain metode ini tidak selektif karena diganggu oleh triptofan dan histidin yang biasanya terdapat bersama dalam sampel serum darah dan sampel farmasi. Kedua penelitian tersebut menunjukkan bahwa analisis kreatin menggunakan elektroda termodifikasi dengan MIP memiliki limit deteksi yang cukup besar.

Pada penelitian ini dikembangkan metode analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan *molecularly imprinted polymer*. Dalam analisis secara potensiometri, elektroda merupakan bagian yang memegang peranan penting dalam proses analisis. Beberapa peneliti pada penelitian sebelumnya telah melakukan modifikasi elektroda dengan tujuan meningkatkan kinerja elektroda, diantaranya modifikasi elektroda dengan MIP (monomer asam metakrilat) untuk analisis hidrosizin (Javanbakht *et al.*, 2008) menunjukkan limit deteksi sebesar $7,0 \times 10^{-7}$ M, elektroda *glassy carbon*/MIP sebagai sensor heparin (Lifeng *et al.*, 2013) menunjukkan limit deteksi 0,001 μ M serta pengembangan elektroda pasta karbon

nanopori/MIP sebagai sensor asam urat secara potensiometri yang menunjukkan limit deteksi $1,35 \times 10^{-5}$ M (Andayani, 2014).

Potensiometri merupakan metode analisis secara elektrokimia yang didasarkan pada pengukuran potensial sel pada saat arus nol (Brett *and* Brett, 2011). Metode ini memiliki kelebihan diantaranya memiliki jangkauan pengukuran yang lebih luas jika dibandingkan dengan metode voltametri. Selain itu, bersifat *non* destruktif terhadap sampel dalam artian bahwa penyisipan/pencelupan elektroda tidak mengubah komposisi larutan uji (kecuali jika terjadi kebocoran elektrolit dari elektroda pembanding) (Day and Underwood, 2002).

Dalam perkembangannya banyak dilakukan penelitian tentang modifikasi elektroda yang bertujuan untuk meningkatkan kinerja elektoda yang meliputi sensitivitas dan selektivitasnya. Pada penelitian sebelumnya telah dikembangkan elektoda pasta karbon/*imprinted* zeolit sebagai sensor potensiometri kreatin (Rahmawati, 2015). MIP banyak dikembangkan karena memiliki stabilitas tinggi, murah, dan mudah dalam pembuatannya (Piletsky *et al.*, 2002).

Parameter yang dipelajari pada penelitian ini adalah komposisi optimum karbon aktif, parafin, dan MIP dalam pembuatan elektoda pasta karbon/MIP serta pH optimum larutan kreatin. Kinerja elektroda dan validitas metode yang dipelajari meliputi waktu respon elektroda, jangkauan pengukuran, faktor Nernst, limit deteksi, selektivitas, presisi, akurasi, dan waktu hidup elektroda.

Pengujian selektivitas elektroda dilakukan dengan menggunakan larutan uji urea. Urea dipilih karena strukturnya mirip dengan kreatin yang dianalisis dan memiliki kadar yang cukup besar dalam darah yaitu 10-50 mg/dL

(Widmann, 1995). Histidin dan triptofan tidak digunakan sebagai larutan uji selektivitas karena kadar histidin dan triptofan sangat kecil dalam darah sehingga kemungkinan untuk mengganggu analisis kreatin kecil.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang permasalahan di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana komposisi optimum karbon aktif, parafin, dan MIP dalam pembuatan elektroda pasta karbon/MIP sebagai sensor potensiometri terhadap kreatin ?
2. Berapakah pH optimum larutan untuk menganalisis kreatin secara potensiometri dengan elektroda pasta karbon/MIP ?
3. Bagaimana kinerja elektroda dan validitas metode analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/MIP meliputi waktu respon elektroda, jangkauan pengukuran, faktor Nernst, limit deteksi, selektivitas, presisi, akurasi, dan waktu hidup elektroda ?

1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Menentukan komposisi optimum karbon aktif, parafin, dan MIP dalam pembuatan elektroda pasta karbon/MIP sebagai sensor potensiometri terhadap kreatin.
2. Menentukan pH optimum larutan untuk menganalisis kreatin secara potensiometri dengan elektroda pasta karbon/MIP.
3. Menentukan kinerja elektroda dan validitas metode analisis kreatin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/MIP meliputi waktu respon elektroda, jangkauan pengukuran, faktor Nernst, limit deteksi, selektivitas, presisi, akurasi, dan waktu hidup elektroda.

1.4 Manfaat

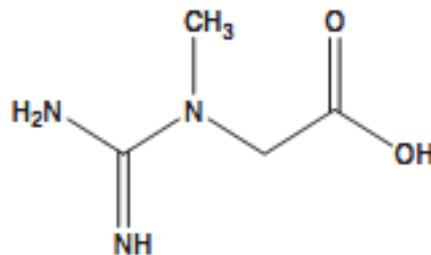
Dari hasil penelitian ini, diharapkan dapat diperoleh sensor yang selektif terhadap kreatin, sehingga metode potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/MIP dapat menjadi metode alternatif untuk pengukuran kreatin dengan biaya murah, mudah, cepat, dan akurat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kreatin dan Analisis Kreatin

Kreatin memiliki nama lain asam 2-(karbamimidoil-metil-amino)asetat dan asam (α -metil guandino)asetat, merupakan asam organik bernitrogen. Kreatin memiliki rumus molekul $C_4H_9N_3O_2$ dengan massa molekul relatif 131,16 g/mol, titik leleh 296-297°C, nilai keasaman ($pK_a = 3,429$) dan kelarutannya dalam air 17g/L (20°C). Struktur kreatin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rumus struktur kreatin (O'Neil, 2013)

Kreatin banyak dijumpai pada daging merah dan ikan meskipun jumlahnya sedikit. Kreatin banyak dimanfaatkan sebagai zat ergogenik yang mampu meningkatkan kekuatan dan massa otot.

Kreatin dalam tubuh manusia bersumber dari sintesis biologis yang terjadi pada ginjal, hati, dan pankreas. Hasil sintesis kreatin akan mengalami fosforilasi di dalam mitokondria membentuk kreatin fosfat atau fosfokreatin. Ketika tubuh membutuhkan energi maka adenosin difosfat (ADP) akan dihidrolisis menjadi

adenosin trifosfat (ATP) (Gangopadhyay *et al.*, 2015). Kreatin akan didegradasi menjadi kreatinin dan diekskresikan melalui urin (Jones *et al.*, 2004).

Kreatin yang tersimpan dalam otot rangka berkisar antara 90-95% dan sisanya terdapat dalam otak dan jantung. Konsentrasi normal kreatin dalam otot rangka adalah sekitar 120 mmol/kg, sedangkan batas tertingginya sekitar 150–160 mmol/kg. Konsentrasi normal kreatin dalam darah adalah 1,2-5 mg/dL (Widmann, 1995). Tingginya kadar kreatin dalam tubuh menyebabkan terjadinya gangguan pencernaan (diare), muntah, kram otot, nefritis, dan gagal ginjal. Beberapa metode yang telah dikembangkan untuk analisis kreatin adalah spektrofotometri, HPLC, dan voltametri. Metode spektrofotometri yang dikembangkan oleh Iles *et al.* (1985) membutuhkan waktu analisis 10 menit dan jumlah sampel yang digunakan 0,5 mL. Metode HPLC yang dikembangkan oleh Yoonsun *et al.* (2003) menunjukkan waktu retensi kreatin 3,50 menit. Metode ini memiliki linearitas yang bagus pada rentang konsentrasi pengukuran 0-20 $\mu\text{g/mL}$.

Metode voltametri telah dikembangkan oleh beberapa peneliti diantaranya, Puspitasari (2012) yang menggunakan elektroda emas termodifikasi *imprinted* polianilin. Metode ini memberikan akurasi 91,86-111,54%, sensitivitas 9,906 nA/ppb dan limit deteksi 0,6744 ppb. Analisis kreatin secara voltametri dengan menggunakan *hanging mercury drop electrode* termodifikasi dengan *molecularly imprinted* polianilin memberikan akurasi, 99,09%-123,40% untuk konsentrasi larutan 1-5 ppb, sensitivitas 6,272 nA/ppb dan limit deteksi 1,4379 ppb (Nikita, 2012). Metode analisis kreatin dalam serum darah dan sampel farmasi menggunakan HMDE termodifikasipoly (*p*-asam amino benzoat-*co*-1,2-

dikloroetan) menunjukkan waktu deposisi optimum 15 detik, waktu akumulasi 60 detik dan limit deteksi 0,11 ppb (Lakshmi *et al.*, 2007).

2.2 Potensiometri

Potensiometri merupakan metode analisis yang didasarkan pada pengukuran potensial elektrokimia pada arus nol (Brett *and* Brett, 2011). Pengukuran secara potensiometri terbagi menjadi 2 yaitu pengukuran secara langsung dan pengukuran secara tidak langsung. Pengukuran secara langsung menggunakan elektroda selektif ion yang hanya mendeteksi analit yang dianalisis. Pada pengukuran secara langsung dilakukan pemasangan sel galvanik yang tegangannya didasarkan pada aktivitas analit. Pada pengukuran tidak langsung digunakan titrasi secara potensiometri yang mana tegangan sel bergantung pada banyaknya aktivitas salah satu reaktan.

Metode potensiometri memiliki pengukuran yang luas, murah, mudah, kompak, kuat, dan bersifat *non* destruktif terhadap sampel. *Non* destruktif adalah adanya elektroda yang disisipkan tidak akan mengubah komposisi larutan uji kecuali elektroda pembanding mengalami kebocoran elektrolit.

Metode potensiometri didasarkan pada perbedaan potensial yang terjadi pada permukaan elektroda yang mengalami reaksi oksidasi reduksi. Reaksi oksidasi reduksi secara *reversible* tercantum pada persamaan 2.2 (Jeffery *et al.*, 1989).



Oxidant merupakan substansi yang mampu mengoksidasi, *reductant* merupakan substansi yang mampu mereduksi, dan *ne* merupakan jumlah elektron yang terlibat pada reaksi redoks.

Potensial elektroda dapat ditentukan ketika elektroda inert direndam kedalam larutan yang mengandung oksidan dan reduktan, sehingga didapat persamaan 2.1.

$$E_T = E^{\circ} + \frac{RT}{nF} \ln a_{ox}/a_{red} \dots \dots \dots (2.1)$$

Dengan mensubstitusikan nilai R dan F, mengganti ln pada persamaan 2.1 dengan logaritma, dan melakukan pengukuran pada suhu 25°C (T = 298 K) maka persamaan 2.1 menjadi persamaan 2.2.

$$E_{25^{\circ}} = E^{\circ} + \frac{0,0592}{n} \log \frac{[Ox]}{[Red]} \dots \dots \dots (2.2)$$

Saat konsentrasi oksidan dan reduktan sama, $E_{25^{\circ}} = E^{\circ}$ merupakan potensial standard reduksi, n merupakan muatan ion, Ox merupakan bentuk teroksidasi dan Red merupakan bentuk tereduksi.

2.3 Elektroda

Elektroda merupakan komponen utama dari metode potensiometri yang berfungsi sebagai sensor untuk analit. Elektroda yang digunakan harus bersifat inert misalnya platinum (Pt), karbon (C), emas (Au), dan palladium dengan tujuan agar tidak terjadi reaksi dengan analit (Skoog, 1992). Elektroda terdiri dari logam yang berfungsi sebagai penghantar elektronik dan larutan yang berfungsi sebagai penghantar ionik.

Dalam metode potensiometri, diperlukan dua elektroda yaitu elektroda kerja dan elektroda pembanding yang digunakan untuk menentukan potensial dari

larutan analit. Elektroda kerja adalah elektroda yang potensialnya selalu berubah, bergantung pada variasi konsentrasi analit. Elektroda kerja terdiri dari dua macam yaitu elektroda logam dan elektroda membran. Elektroda logam dikelompokkan ke dalam elektroda jenis pertama (khusus kation), elektroda jenis kedua (khusus anion), dan elektroda jenis ke tiga (memiliki sistem redoks) (Skoog, 1992).

Elektroda pembanding memiliki potensial yang diketahui, konstan, tidak bergantung pada komposisi analit, mudah dibuat, memiliki potensial yang selalu konstan meskipun arus yang dilewatkan sangat kecil, dan stabil (tidak dipengaruhi waktu dan temperatur) (Vassos dan Ewing, 1983). Elektroda pembanding dikelompokkan menjadi dua yaitu elektroda pembanding primer (elektroda normal hidrogen) dan elektroda pembanding sekunder ($\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ dan Ag/AgCl)

2.4 Karbon Aktif

Karbon aktif merupakan istilah yang mencakup seluruh karbon dengan bentuk amorf yang memiliki sifat porositas yang tinggi dan luas permukaan *interparticulate* yang panjang. Karbon aktif dapat dimanfaatkan dalam beberapa bidang diantaranya bidang industri kimia dan penanganan polusi udara karena sifatnya yang unik dan bersifat sebagai adsorben serbaguna.

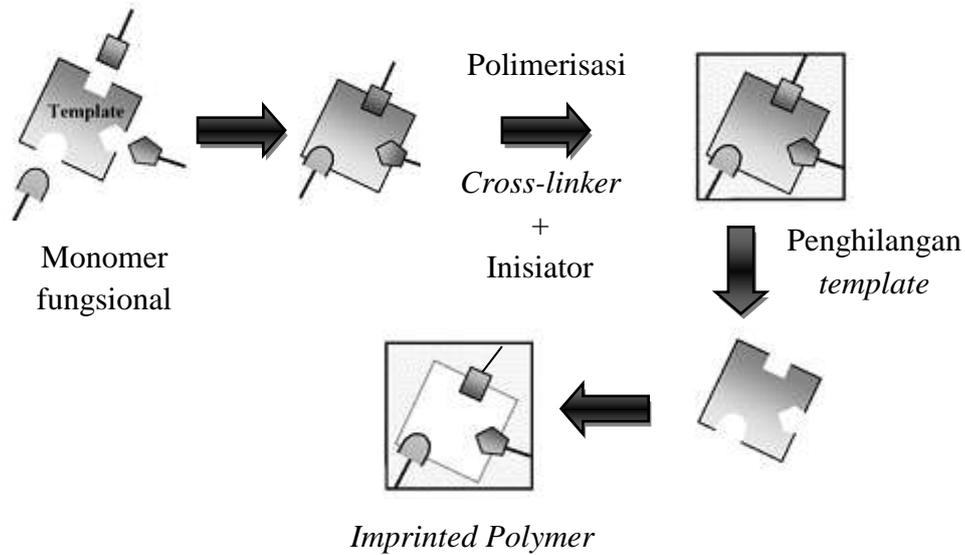
Karbon aktif terdiri dari karbon (85-95%), hidrogen (0,5%), nitrogen (0,5%), sulfur (1%), dan oksigen (6-7% bergantung pada material yang digunakan dan proses preparasinya). Karbon aktif yang banyak digunakan sebagai adsorben umumnya memiliki luas permukaan 800-1500 m^2/g dan volume pori 0,20–0,60 cm^3/g (Bansal *and* Goyal, 2005). Karbon aktif diperoleh melalui proses

pirolisis batu bara, kayu, kulit kayu serta sabut kelapa yang berfungsi untuk menghilangkan bahan yang bersifat *volatile*.

2.5 Molecularly Imprinted Polymer (MIP)

Molecularly imprinted polymer (MIP) merupakan polimer sintesis yang terbentuk melalui proses *co*-polimerisasi monomer dengan *cross-linked* pada molekul *template*. Tingkat selektivitas MIP terhadap molekul target bergantung pada rasio molar *template*/molekul fungsional, jenis dan volume pelarut, kuantitas *cross-linker* dan inisiator, serta waktu dan suhu pada proses sintesisnya. Dalam *molecular imprinting* (MI) terdapat *template* yang berfungsi sebagai acuan dalam pemilihan monomer fungsional. *Template* yang digunakan harus memiliki sifat yang stabil dan mudah larut dalam pelarut yang digunakan. Pelarut (porogen) yang digunakan harus mampu melarutkan semua zat yang terlibat dalam proses sintesis dalam satu fase (Dias *et al.*, 2008).

Monomer fungsional sebagai pembentuk sisi pengikat pada polimer. Jenis monomer yang sering digunakan adalah asam metakrilat dan 4-vinilpiridin. *Cross-linker* berfungsi sebagai penghubung antar monomer fungsional agar terbentuk polimer. *Cross-linker* yang sering digunakan adalah asam etilen glikol dimetakrilat (EGDMA) karena memberikan interaksi yang stabil antara *template*-monomer fungsional. Inisiator berfungsi untuk menginisiasi proses polimerisasi. Berikut proses pembentukan MIP (Gambar 2.2).



Gambar 2.2 Skema pembentukan MIP

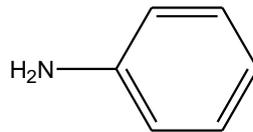
MIP memiliki beberapa keunggulan diantaranya persiapan mudah, memiliki stabilitas tinggi, murah, mudah dalam pembuatannya, reseptor alami, tahan terhadap suhu tinggi dan tekanan, inert serta selektif pada substansi yang dianalisis (Piletsky *et al.*, (2002); Dias *et al.*, (2008); Guerreiro *et al.*, (2011)).

Berdasarkan keunggulannya, MIP banyak diaplikasikan dalam penelitian diantaranya untuk modifikasi elektroda (monomer asam metakrilat) untuk analisis hidrosizin dimana didapatkan limit deteksi sebesar $7,0 \times 10^{-7}$ M dan jangkauan pengukuran sebesar $1,0 \times 10^{-6}$ – $1,0 \times 10^{-1}$ M (Javanbakht *et al.*, 2008). Elektroda *glassy carbon*/MIP sebagai sensor heparin menunjukkan limit deteksi $0,001 \mu\text{M}$ dan jangkauan pengukuran $0,003$ – $0,7 \mu\text{M}$ (Lifeng *et al.*, 2013). Pengembangan elektroda pasta karbon nanopori/MIP sebagai sensor asam urat secara potensiometri menunjukkan limit deteksi $1,35 \times 10^{-5}$ M dan jangkauan pengukuran 10^{-5} – 10^{-2} M (Andayani, 2014).

2.6 Poli-anilin

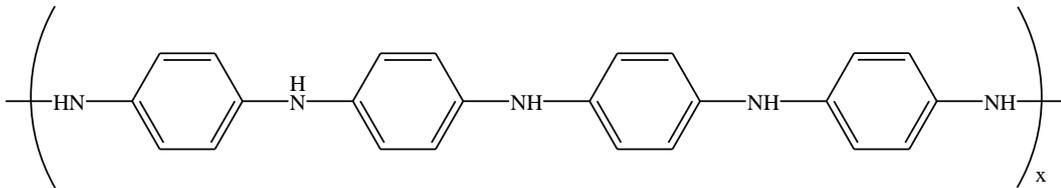
Anilin merupakan senyawa aromatik dengan rumus $C_6H_5NH_2$ atau dengan nama fenil amina. Anilin memiliki massa molar 93,13 g/mol dengan titik leleh $-6,3\text{ }^\circ\text{C}$ dan titik didih $184,1\text{ }^\circ\text{C}$.

Struktur anilin ditampilkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur anilin

Struktur polimer anilin ditunjukkan Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur polianilin

2.7 Kinerja Elektroda

Ada beberapa parameter pengukuran yang dapat digunakan sebagai penunjuk kinerja elektroda diantaranya waktu respon, jangkauan pengukuran, faktor Nernst, limit deteksi, selektivitas, presisi dan akurasi, serta waktu hidup elektroda.

Waktu respon merupakan waktu yang dibutuhkan suatu sensor potensiometri untuk memberikan respon terhadap analit yang dianalisis sampai dihasilkan potensial yang konstan. Kualitas sensor akan semakin baik jika analit

yang dianalisis memberikan respon potensial yang konstan dengan cepat (Fardiyah *et al.*, 2014). Pada umumnya waktu respon dipengaruhi oleh tipe membran dan mobilitas ion. Waktu respon akan semakin cepat jika pergerakan ion pada permukaan elektroda juga cepat (Monk, 2001).

Jangkauan pengukuran merupakan batas konsentrasi analit yang mampu dianalisis oleh suatu elektroda tertentu, dimana kurva potensial terhadap log konsentrasi masih memberikan garis lurus sehingga masih memenuhi persamaan Nernst (Fardiyah *et al.*, 2014).

Faktor Nernst diperoleh dari persamaan kurva hubungan antara potensial elektroda yang terukur dengan aktivitas analit yang terdapat dalam larutan. Faktor Nernst diperoleh dari kemiringan (*slope*) grafik potensial (E), yang dinyatakan dengan persamaan 2.3.

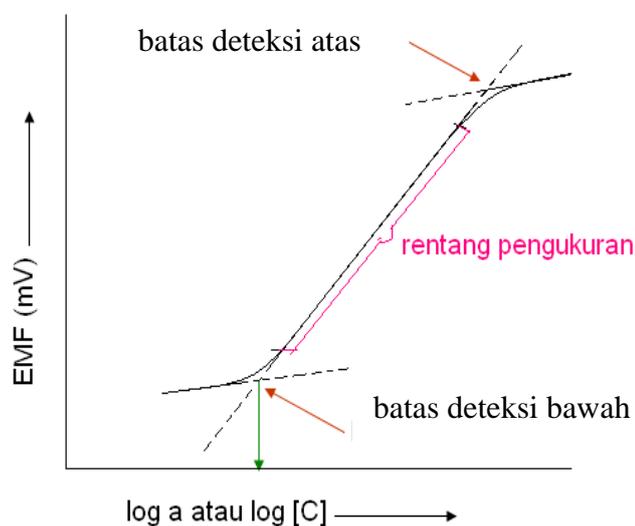
$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} \pm 2,303 \frac{RT}{nF} \log C \dots\dots\dots(2.3)$$

Dengan mensubstitusikan nilai R (8,314 Joule K⁻¹ mol⁻¹), T 25°C (298 K), dan F (96489 Coulomb) maka akan di dapat persamaan 2.4.

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} \pm \frac{0,0591}{n} \log C \dots\dots\dots(2.4)$$

dimana E_{sel} merupakan potensial yang terukur (V), E^o merupakan potensial standart (V), n merupakan muatan ion dan C merupakan konsentrasi. Suatu elektroda memenuhi persamaaan Nernst, jika nilai *slope* yang dihasilkan 0,0592/n (± 1-2mV/dekade). Namun jika nilai *slopenya* lebih besar dari 0,0592/n (± 1-2mV/dekade) disebut super Nernsnian dan jika lebih kecil dari 0,0592/n (± 1-2mV/dekade) maka disebut sub – Nernsnian.

Limit deteksi merupakan nilai konsentrasi terendah yang masih memberikan respon yang dapat dibedakan dengan respon blanko (Fardiyah *et al.*, 2014). Menurut IUPAC, limit deteksi merupakan besarnya konsentrasi ion yang diukur pada daerah ekstrapolasi linier dari kurva kalibrasi yang berinteraksi dengan nilai potensial dari kurva untuk larutan yang sangat encer. Semakin rendah batas deteksi maka sensitivitas metode semakin tinggi.



Gambar 2.5 Kurva penentuan limit deteksi

Selektivitas merupakan kemampuan suatu elektroda dalam mengukur zat tertentu secara cermat dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel (Harmita, 2004). Selektivitas ditunjukkan sebagai koefisien selektivitas ($K_{i,j}$), jika nilai koefisien selektivitas ($K_{i,j}$) > 1 maka elektroda akan lebih merespon ion asing dari pada ion utama. Namun jika nilai koefisien selektivitas ($K_{i,j}$) < 1 maka elektroda lebih cepat dan selektif terhadap ion utama

(Wijanarko *et al.*, 2013). Koefisien selektivitas dapat dihitung dengan persamaan 2.5.

$$K_{i,j} = \frac{a_i x (10^{\frac{E_2 - E_1}{s}} - a_i')}{a_j^{n/x}} \dots\dots\dots(2.5)$$

dengan ketentuan a_i adalah aktivitas ion utama, a_i' adalah aktivitas larutan campuran, a_j adalah aktivitas ion matrik dalam campuran, s adalah *slope* dari kurva kalibrasi ion utama, n adalah muatan ion utama dan x adalah muatan ion matriks (Cattral, 1997).

Presisi merupakan kesesuaian antara nilai suatu deret pengukuran dari kuantitas yang sama atau keterulangan dari suatu pengukuran. Presisi secara umum dinyatakan dengan harga koefisien variasi (KV) yang dapat dihitung dengan persamaan 2.6 dan 2.7.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{N-1}} \dots\dots\dots(2.6)$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots(2.7)$$

Dengan ketentuan S merupakan simpangan baku, X merupakan nilai tiap pengamatan, \bar{X} merupakan nilai rata-rata semua pengamatan, dan N merupakan banyaknya pengukuran yang dilakukan.

Akurasi merupakan kesesuaian antara hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya atau ketepatan hasil dari suatu pengukuran. Akurasi dapat ditentukan dengan dua cara yaitu dengan metode mutlak (absolut) dan metode perbandingan (komparatif). Untuk menghitung kesalahan mutlak (absolut) digunakan persamaan 2.8, sedangkan kesalahan relatif dinyatakan dengan persamaan 2.9.

$$E = |\mu - x| \dots\dots\dots(2.8)$$

dan

$$E_{\text{rel}} = \frac{E}{\mu} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.9)$$

dengan ketentuan E merupakan kesalahan absolut, μ merupakan konsentrasi sebenarnya, x merupakan konsentrasi yang diperoleh dari hasil analisis dan E_{rel} merupakan kesalahan relatif. Selain itu *recovery* (akurasi) dapat dihitung dengan rumus 2.10.

$$R = \frac{C_{st}}{K_s} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.10)$$

dengan ketentuan R adalah *recovery* (akurasi), C_{st} adalah konsentrasi larutan hasil analisis dan K_s adalah konsentrasi sebenarnya/seharusnya larutan yang dianalisis.

Waktu hidup elektroda merupakan usia pemakaian elektroda yang menunjukkan lamanya penggunaan elektroda sebagai sensor potensiometri. Jika nilai faktor Nernst yang didapatkan dari perhitungan menyimpang jauh dari nilai yang diperbolehkan, yaitu $0,0592/n (\pm 1-2\text{mV/dekade})$, maka sensor potensiometri tersebut sudah tidak layak digunakan lagi dalam pengukuran (Fardiyah *et al.*, 2014).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga Surabaya mulai bulan Februari – Juni 2016 dan di Laboratorium Instrumen Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan penelitian

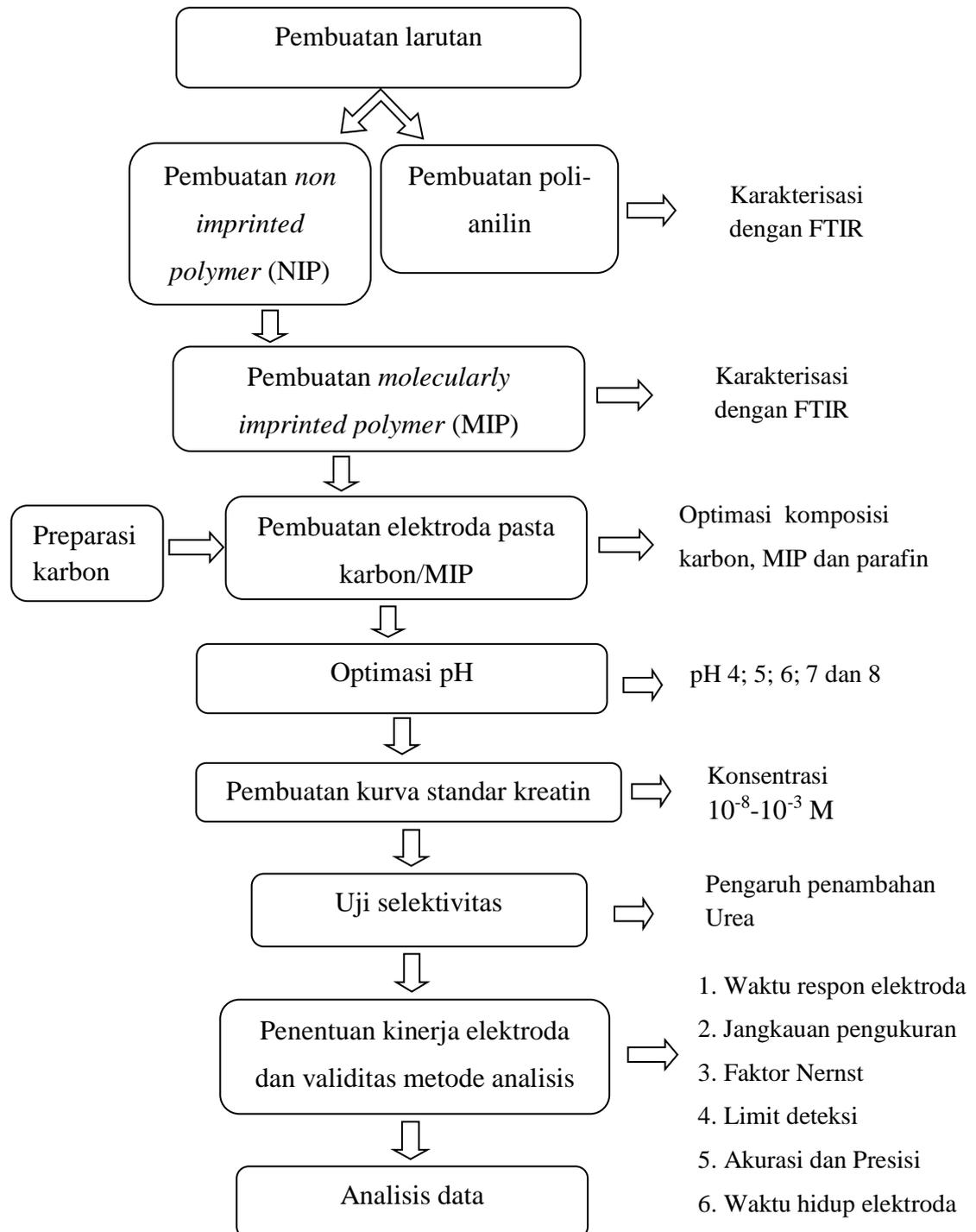
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kreatin monohidrat, natrium asetat trihidrat, asam asetat, dinatrium hidrogenfosfat dihidrat, natrium dihidrogenfosfat dihidrat, anilin, kalium peroksodisulfat, karbon, parafin padat, asam fosfat, asam klorida, kawat Ag. Semua bahan kimia yang digunakan memiliki derajat kemurnian pro analisis. Air yang digunakan adalah akuades. Bahan yang digunakan sebagai badan elektroda adalah tip mikropipet 1000 μL .

3.2.2 Alat penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat potensiometer *cyberscan 510* beserta elektroda pembanding Ag/AgCl, instrumen FTIR (*Fourier Transform Infrared*) *Shimadzu*, instrumen Gas Sorption *Quantachrome AsiQwinTM*, sentrifuge *Hittech EBA 20*, oven *NAPCO Vacuum Oven Model 5851*, corong buchner, pH meter *cyberscan Eutech instrument pH*

510, hotplate Termolyn S46410-26, pengaduk magnetik, neraca analitik Mettler AE 200, dan peralatan gelas yang biasa digunakan untuk praktikum di laboratorium.

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan larutan

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

Larutan induk kreatin 10^{-2} M dibuat dengan cara menimbang 0,1492 gram kreatin, lalu dilarutkan kedalam 30 mL air dan dipindahkan secara kuantitatif ke labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan dengan air sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

3.4.2.2 Pembuatan larutan kreatin 10^{-8} – 10^{-3} M

Larutan kreatin 10^{-4} dan 10^{-3} M dibuat dengan memipet larutan induk kreatin 10^{-2} M berturut turut 1,0 mL dan 10,0 mL. Masing-masing larutan dipindahkan ke labu ukur 100 mL, ditambahkan 1 mL KCl 0,1 M dan diencerkan dengan air sampai tanda batas serta dikocok sampai homogen.

Larutan kreatin 10^{-5} - 10^{-8} M dibuat dengan memipet sebanyak 1,0 mL larutan kreatin dengan konsentrasi berturut turut 10^{-3} - 10^{-6} M. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL, ditambahkan 1 mL KCl 0,1 M dan diencerkan dengan air sampai tanda batas serta dikocok sampai homogen.

3.4.2 Pembuatan larutan buffer

3.4.2.1 Pembuatan larutan asam asetat 2 M

Larutan asam asetat 2 M dibuat dengan memasukkan tetes demi tetes 11,5 mL asam asetat (CH_3COOH) glasial ke dalam 50 mL air, kemudian diencerkan dengan air sampai volume 100 mL dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.2 Pembuatan larutan natrium asetat 2 M

Larutan natrium asetat 2 M dibuat dengan melarutkan 27,2 g natrium asetat trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ke dalam 50 mL air, kemudian diencerkan dengan air sampai volume 100 mL di dalam gelas beker dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.3 Pembuatan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M

Larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M dibuat dengan melarutkan 35,6 g dinatrium hidrogenfosfat dihidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ke dalam 50 mL air, kemudian diencerkan dengan air sampai volume 100 mL di dalam gelas beker dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.4 Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M

Larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M dibuat dengan melarutkan 31,2 g natrium dihidrogenfosfat dihidrat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ke dalam 50 mL air, kemudian diencerkan dengan air sampai volume 100 mL di dalam gelas beker dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.5 Pembuatan larutan asetat pH 4 dan 5

Larutan buffer asetat pH 4 dibuat dengan mencampurkan 42,6 mL larutan CH_3COOH 2 M dengan 7,4 mL larutan CH_3COONa 2 M di dalam gelas beker 100 mL. Sedangkan untuk larutan buffer asetat pH 5 dibuat dengan mencampurkan 18,2 mL larutan CH_3COOH 2 M dengan 31,8 mL larutan CH_3COONa 2 M di dalam gelas beker 100 mL. Masing-masing campuran diukur pHnya dengan pH meter. Jika larutan buffer asetat terlalu basa, maka ditambahkan larutan CH_3COOH 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan.

Sebaliknya, jika larutan buffer asetat terlalu asam maka ditambahkan larutan CH_3COONa 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan.

3.4.2.6 Pembuatan larutan fosfat pH 6, 7, dan 8

Larutan buffer fosfat pH 6, 7, dan 8 dibuat dengan mencampurkan larutan Na_2HPO_4 2 M dengan larutan NaH_2PO_4 2 M dalam gelas beker dengan komposisi volume seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi volume larutan Na_2HPO_4 2 M dan larutan NaH_2PO_4 2 M pada pembuatan buffer fosfat

pH teoritis	Volume (mL)	
	NaH_2PO_4 2 M	Na_2HPO_4 2 M
6	47,1	2,9
7	31,0	19,0
8	7,0	43,0

Selanjutnya, masing-masing campuran larutan tersebut diukur pH-nya menggunakan pH meter. Jika larutan buffer fosfat terlalu basa, maka ditambahkan larutan NaH_2PO_4 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan. Jika larutan buffer fosfat terlalu asam ditambahkan larutan Na_2HPO_4 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan.

3.4.3 Pembuatan larutan urea

3.4.3.1 Pembuatan larutan induk urea 10^{-1} M

Larutan induk urea 10^{-1} M dibuat dengan menimbang 0,6007 gram urea, lalu dilarutkan kedalam 30 mL air dan dipindahkan secara kuantitatif ke labu ukur 100 mL. Larutan kemudian diencerkan dengan air sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

3.4.3.2 Pembuatan larutan urea 10^{-2} , 5×10^{-2} , dan 10^{-3} M

Larutan urea 10^{-2} M dan 10^{-3} M dibuat dengan memipet larutan induk urea 10^{-1} M berturut turut sebanyak 10,0 mL, dan 1,0 mL. Kemudian masing-masing larutan dipindahkan ke labu ukur 100 mL, lalu diencerkan dengan air sampai tanda batas serta dikocok sampai homogen.

Larutan urea 5×10^{-2} M dibuat dengan cara memipet 25,0 mL larutan urea 10^{-1} M dan memindahkannya ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan selanjutnya diencerkan dengan air sampai tanda batas serta dikocok sampai homogen.

3.4.4 Pembuatan poli-anilin

Poli-anilin dibuat dengan melarutkan 0,3 mL anilin kedalam 7,5 mL HCl 1 M dalam gelas beker, kemudian gelas beker diletakkan di *hotplate* dan di aduk secara terus menerus selama 30 menit pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Selanjutnya ditambahkan tetes demi tetes dengan pengadukan lambat larutan kalium peroksodisulfat yang sebelumnya telah dibuat dengan melarutkan 0,5000 gram kalium peroksodisulfat dalam 2,5 mL air. Larutan didiamkan selama ± 12 jam pada suhu ruang (Sreenvisan, 2007). Padatan yang terbentuk dicuci dengan HCl 1 M, disaring dan dikeringkan diatas penangas. Padatan yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR.

3.4.5 Pembuatan *non imprinted polymer* (NIP)

Non-imprinted polymer (NIP) dibuat dengan perbandingan mol anilin, kalium peroksodisulfat, kreatin yaitu 2:1:0,1 (Nikita, 2012). Berdasarkan hal tersebut dilakukan pengambilan 0,3 mL anilin dan melarutkannya dalam 7,5 mL HCl 1 M. Kemudian ditambahkan 0,0241 gram kreatin ke dalam larutan dan

diaduk selama 30 menit pada suhu 50 °C di atas *hotplate*. Selanjutnya ditambahkan 0,5000 gram kalium peroksodisulfat yang sebelumnya telah dilarutkan dalam 2,5 mL air tetes demi tetes dengan pengadukan lambat. Padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu ruang selama \pm 12 jam. Kemudian padatan dicuci dengan HCl 1 M dan dikeringkan. Sebagian NIP yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR.

3.4.6 Pembuatan *molecularly imprinted polymer* (MIP)

Sebagian NIP yang terbentuk dari prosedur 3.4.5 diekstraksi dengan 25 mL air panas berulang kali masing-masing selama 20 menit pada suhu 50 °C sampai pH filtrat mendekati pH netral. Filtrat dipisahkan dari padatan. Padatan yang diperoleh dikeringkan dan dikarakterisasi dengan FTIR.

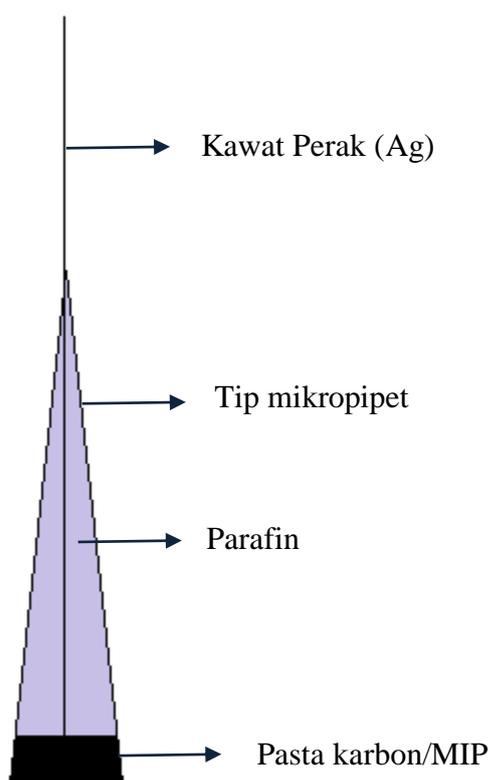
3.4.7 Preparasi karbon

Karbon diaktivasi secara kimia dengan direndam dalam H₃PO₄ 0,1 M selama 24 jam dibantu pengadukan (Safi'i and Mitarlis, 2013), kemudian disaring dengan corong Buchner. Selanjutnya dicuci dengan air sampai sisa H₃PO₄ hilang dan pH-nya netral. Kemudian dilakukan uji sisa H₃PO₄ dengan menggunakan larutan AgNO₃ sampai tidak terbentuk endapan putih. Selanjutnya karbon di oven sampai kering dan dikarakterisasi menggunakan adsorpsi desorpsi N₂ untuk menentukan luas permukaannya.

3.4.8 Pembuatan elektoda kerja pasta karbon/MIP

Elektroda kerja pasta karbon/MIP dibuat dengan mencampurkan karbon aktif, parafin, dan MIP ke dalam tip mikropipet dengan perbandingan massa bervariasi. Campuran antara karbon aktif, parafin, dan MIP dipanaskan hingga

terbentuk pasta. Selanjutnya kawat Ag dipasang di dalam tip mikropipet sebagai penghubung elektroda dengan potensiometer. Kemudian $\frac{3}{4}$ bagian tip mikropipet diisi dengan parafin, dan sisa ruangan yang masih kosong dalam tip mikropipet diisi dengan pasta karbon/MIP dengan penekanan sehingga tip mikropipet terisi penuh. Kemudian bagian ujung elektroda yang berisi pasta karbon digosok dengan menggunakan kertas HVS hingga menjadi rata. Konstruksi elektroda pasta karbon/MIP dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Konstruksi elektroda pasta karbon/MIP

Komposisi pasta karbon dan MIP dapat mempengaruhi kinerja elektroda (Safitri, 2011) sehingga dalam penelitian ini dilakukan pembuatan elektroda

dengan perbandingan komposisi karbon aktif, parafin, dan MIP yang bervariasi seperti ditunjukkan pada Tabel 3.2. Massa total campuran sebesar 0,2 gram.

Tabel 3.2 Komposisi MIP, karbon aktif, dan parafin pada pembuatan elektroda kerja pasta karbon/MIP

Kode elektroda	Komposisi (% b/b)		
	MIP	Karbon aktif	Parafin
E1	0	60	40
E2	5	55	40
E3	10	50	40
E4	15	45	40
E5	20	40	40

Untuk mengetahui kinerja optimum elektroda, dilakukan pengukuran potensial larutan kreatin 10^{-8} – 10^{-3} M menggunakan elektroda yang dibuat dengan komposisi seperti pada Tabel 3.2. Setelah didapatkan komposisi optimum elektroda, selanjutnya komposisi tersebut digunakan sebagai dasar pembuatan elektroda termodifikasi NIP dan poli-anilin. Selanjutnya kedua elektroda tersebut juga digunakan untuk mengukur potensial larutan kreatin 10^{-8} – 10^{-3} M sebagai pembandingan untuk mengetahui kinerja elektroda pasta karbon/MIP.

3.4.9 Optimasi pH larutan kreatin

Optimasi pH larutan kreatin dilakukan dengan memipet 5 mL larutan kreatin 10^{-7} – 10^{-2} M, memindahkan secara kuantitatif ke labu ukur 50 mL dan menambahkan 1 mL KCl 0,1 M serta ditambah dengan 2 mL larutan buffer pH 4. Selanjutnya diencerkan dengan air sampai tanda batas serta dikocok hingga homogen. Sebanyak 20 mL larutan tersebut dipindahkan ke dalam wadah sampel dan dianalisis secara potensiometri menggunakan elektroda kerja pasta

karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Selanjutnya dilakukan prosedur yang sama untuk penambahan buffer asetat atau fosfat dengan pH 5; 6; 7 dan 8. pH yang memberikan potensial yang sering muncul pada larutan kreatin yang diukur, merupakan pH optimum.

3.4.10 Pembuatan kurva standar kreatin

Larutan kreatin dari konsentrasi 10^{-8} - 10^{-3} M diukur menggunakan elektroda kerja pasta karbon/MIP yang memiliki kinerja optimum dan dengan pH optimum. Untuk masing-masing larutan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan pengukuran. Dari data potensial yang dihasilkan, dibuat kurva hubungan antara log [kreatin] dan potensial. Kurva yang berupa garis lurus merupakan kurva standar kreatin.

3.4.11 Penentuan kinerja elektroda dan validitas metode

3.4.11.1 Waktu respon elektroda

Waktu respon elektroda pasta karbon/MIP diperoleh dengan melakukan pengukuran potensial pada larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M dengan pH optimum menggunakan elektroda kerja pasta karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Proses pengukuran waktu respon elektroda dilakukan dalam larutan yang diaduk. Waktu respon elektroda ditunjukkan oleh waktu dimana menghasilkan potensial yang konstan.

3.4.11.2 Jangkauan pengukuran

Jangkauan pengukuran diperoleh dengan cara mengukur larutan standar kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M, selanjutnya dibuat kurva hubungan antara log [kreatin]

terhadap potensial. Jangkauan pengukuran merupakan rentang konsentrasi yang masih memberikan garis lurus (linier) pada kurva tersebut.

3.4.11.3 Faktor Nernst

Faktor Nernst diperoleh dengan membuat kurva standar kreatin (prosedur 3.4.10) yang menyatakan hubungan antara log [kreatin] terhadap potensial.

Persamaan regresi linier dinyatakan dengan persamaan 3.1

$$y = bx + a \dots \dots \dots (3.1)$$

Dalam persamaan tersebut *b* merupakan *slope* dan *a* merupakan *intercept*. Dari persamaan tersebut, *slope* merupakan faktor Nernst.

3.4.11.4 Limit deteksi

Penentuan limit deteksi dilakukan dengan menentukan perpotongan garis regresi linier dan garis *non* linier pada kurva hubungan log [kreatin] terhadap potensial (prosedur 3.4.10). Jika dari titik potong kedua garis tersebut ditarik garis ke sumbu x, maka akan diperoleh log konsentrasi limit deteksi.

3.4.11.5 Selektivitas

Selektivitas elektroda ditentukan dengan cara melakukan pengukuran potensial pada larutan kreatin 10^{-4} M dengan pH optimum. Kemudian dilakukan pengukuran potensial pada larutan kreatin 10^{-4} M yang masing-masing telah ditambahkan larutan urea dengan konsentrasi akhir 10^{-5} , 10^{-4} , dan 5×10^{-3} M. Campuran larutan kreatin 10^{-4} M dengan urea 10^{-5} M dibuat dengan mengambil 1,0 mL kreatin 10^{-2} M dan memindahkan secara kuantitatif ke labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan 1,0 mL urea 10^{-3} M, diencerkan sampai tanda batas dengan air dan dikocok hingga homogen. Campuran larutan kreatin 10^{-4} M

dan urea 10^{-4} M dibuat dengan mengambil 1,0 mL kreatin 10^{-2} M dan memindahkannya ke labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan 1,0 mL urea 10^{-2} M, diencerkan sampai tanda batas dengan air dan dikocok hingga homogen. Campuran larutan kreatin 10^{-4} M dengan urea 5×10^{-3} M dibuat dengan mengambil 1,0 mL kreatin 10^{-2} M dan memindahkannya ke labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan 10,0 mL urea 5×10^{-2} M, diencerkan sampai tanda batas dengan air dan dikocok hingga homogen. Semua larutan diukur potensialnya menggunakan elektroda pasta karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Pengukuran dilakukan secara berulang sebanyak 3 kali pengulangan. Koefisien selektivitas ditentukan persamaan 2.5.

3.4.11.6 Akurasi dan presisi

Akurasi diperoleh dengan mengukur potensial larutan kreatin dengan konsentrasi yang masih memberikan garis linier pada kurva standar kreatin. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan elektroda kerja pasta karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Hasil pengukuran potensial disubstitusikan ke dalam persamaan regresi yang didapat dari prosedur 3.4.10 sehingga konsentrasi kreatin dapat diketahui. Harga akurasi dihitung dengan persamaan 2.10.

Presisi diperoleh dengan mengukur potensial larutan kreatin dengan konsentrasi yang masih memberikan garis linier pada kurva standar kreatin. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan elektroda kerja pasta karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Larutan yang digunakan pada penentuan presisi sebanyak 1 set larutan kreatin beberapa konsentrasi. Pengukuran untuk

masing-masing konsentrasi diulang sebanyak 3 kali. Presisi penelitian ditentukan dengan menghitung simpangan baku (standar deviasi/SD) dan koefisien variasi (KV) masing-masing larutan dengan menggunakan persamaan 2.6 dan 2.7.

3.4.11.7 Waktu hidup elektroda

Waktu hidup elektroda diperoleh dengan melakukan pengukuran potensial larutan kreatin konsentrasi 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan elektroda kerja pasta karbon/MIP dengan elektroda pembanding Ag/AgCl. Dilakukan pengukuran terhadap larutan standar dengan selang waktu tertentu sampai diperoleh kurva yang menunjukkan penyimpangan nilai faktor Nernst dari nilai yang diperbolehkan, yaitu $0,0592/n$ ($\pm 1-2$ mV/dekade). Waktu hidup elektroda dihitung mulai elektroda tersebut digunakan untuk mengukur potensial larutan dan menghasilkan kinerja yang baik hingga mengalami penurunan kinerja.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pembuatan Polimer Anilin, *Non-Imprinted Polymer* (NIP) dan *Molecularly Imprinted Polymer* (MIP)

Polimer merupakan suatu makromolekul yang tersusun atas rangkaian molekul kecil yang disebut monomer. Pada penelitian ini polimer anilin bertindak sebagai polimer kontrol yang dibuat dari monomer dan inisiator (tanpa penambahan *template*), *non-imprinted polymer* (NIP) merupakan polimer kontrol yang dibuat dengan menambahkan *template* pada campuran monomer dan inisiator, sedangkan *molecularly imprinted polymer* (MIP) merupakan NIP yang telah diekstraksi sehingga terbentuk cetakan dengan bentuk dan ukuran seperti *template*.

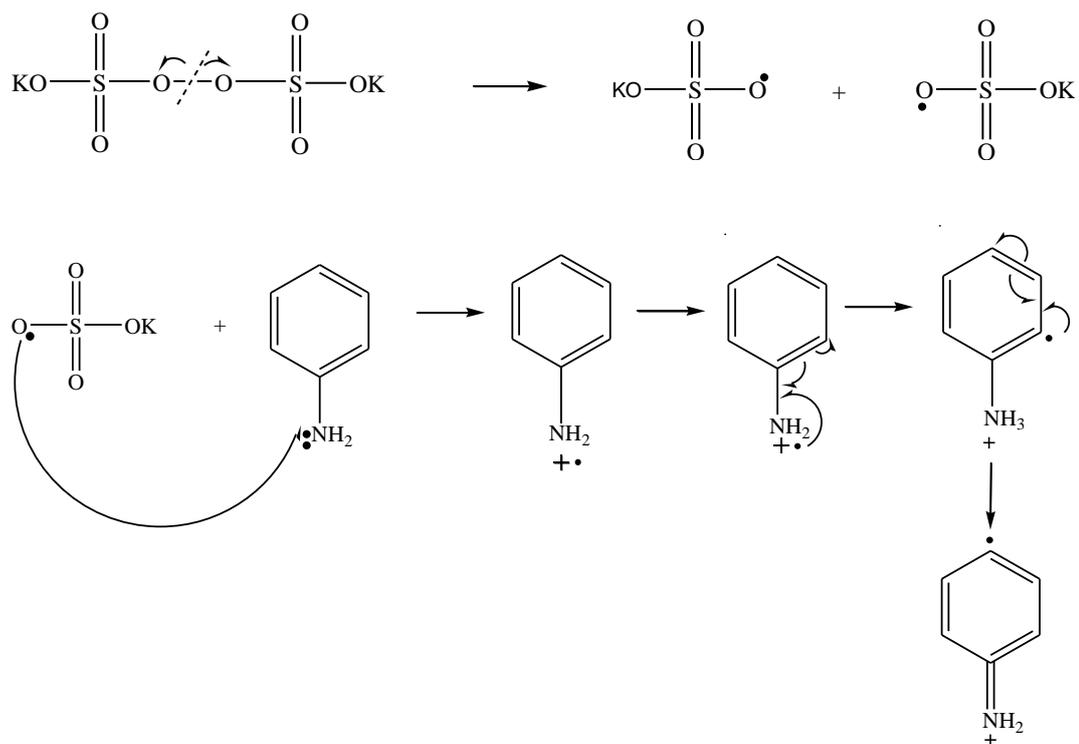
Pada penelitian ini monomer yang dipakai adalah anilin dengan *template* kreatin. Pemilihan anilin sebagai monomer didasarkan pada kemampuan interaksi antara gugus fungsi monomer dengan gugus fungsi dari *template*. Anilin memiliki gugus fungsi amino (-NH₂) yang diasumsikan dapat membentuk ikatan hidrogen dengan gugus fungsi hidroksi (-OH) pada molekul kreatin.

4.1.1 Hasil pembuatan polimer anilin

Polimer anilin dibuat dengan cara melarutkan monomer anilin dengan HCl 1 M. Penggunaan pelarut asam akan menyebabkan polimer bersifat konduktif atau semikonduktif, sedangkan jika pelarut basa yang digunakan akan menyebabkan terbentuknya polimer yang bersifat isolatif (Maddu *et al.*, 2008). Selanjutnya disiapkan pula kalium peroksodisulfat yang telah dilarutkan dalam air. Kalium

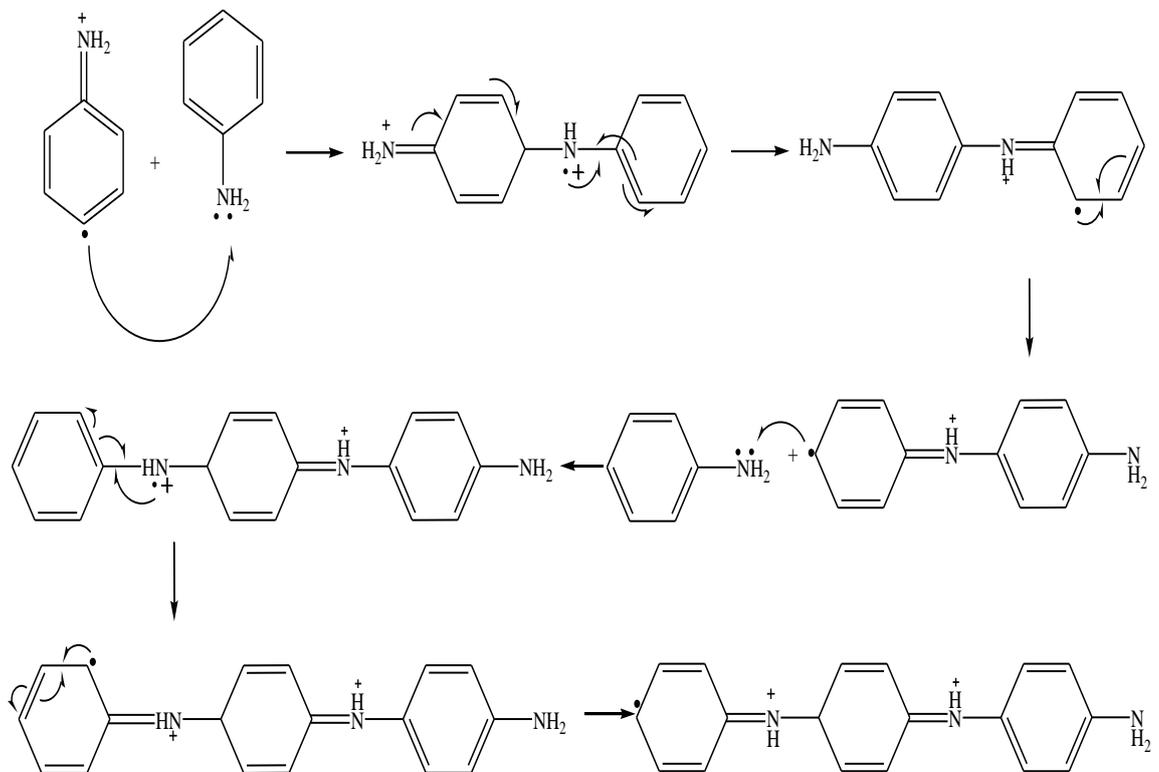
peroksodisulfat berfungsi sebagai inisiator (meningkatkan kecepatan polimerisasi dan menginisiasi reaksi radikal dalam polimerisasi). Jenis polimerisasi yang terjadi pada reaksi ini adalah polimerisasi adisi. Polimerisasi adisi merupakan jenis polimerisasi yang tidak diikuti dengan pembentukan molekul kecil, seperti molekul H_2O . Proses polimerisasi adisi melibatkan 3 tahap, yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi.

Pada tahap inisiasi, inisiator akan membentuk radikal yang tidak stabil kemudian menyerang monomer anilin sehingga ikatan rangkap anilin terputus dan membentuk anilin radikal. Tahap inisiasi berfungsi untuk menginisiasi agar polimer yang diinginkan terbentuk. Tahap inisiasi pada polimerisasi anilin ditunjukkan pada Gambar 4.1.



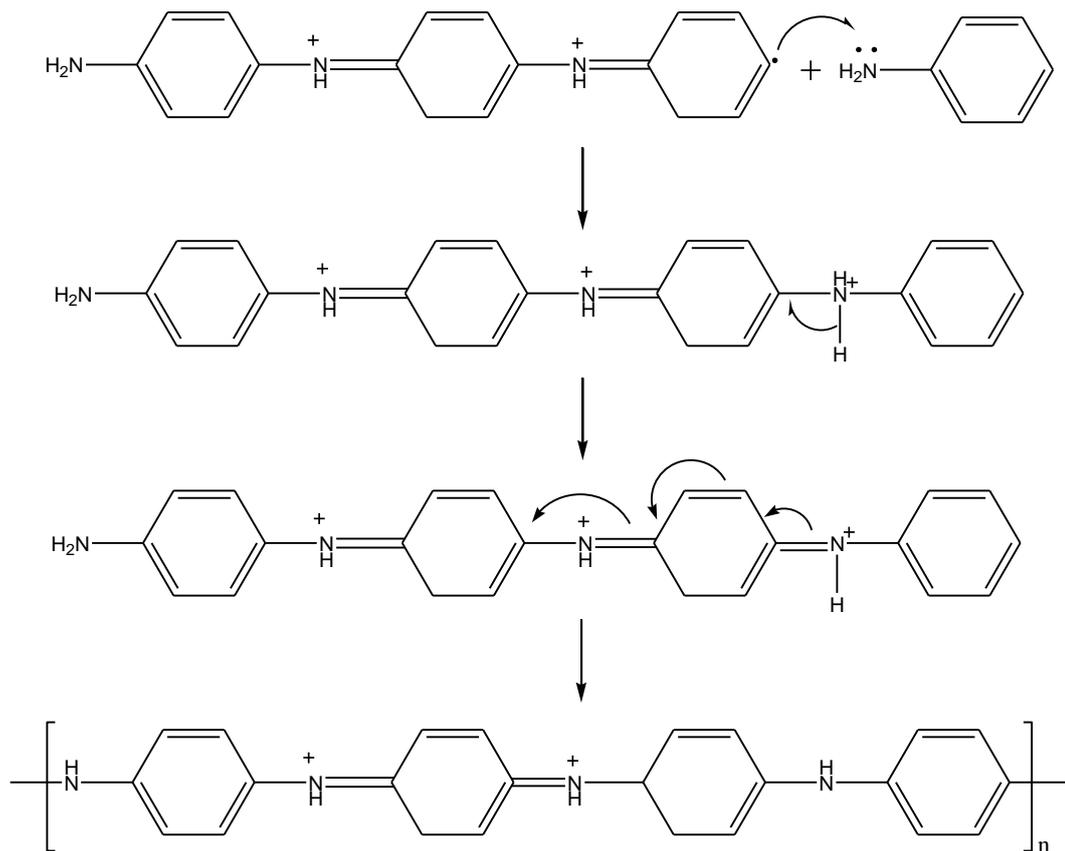
Gambar 4.1 Tahap inisiasi pada polimerisasi adisi (Nikita, 2012)

Pada tahap propagasi, anilin radikal yang terbentuk bereaksi dengan anilin lainnya membentuk anilin-anilin radikal. Tahap propagasi merupakan tahap perpanjangan rantai. Tahap propagasi pada polimerisasi anilin ditunjukkan Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Tahap propagasi pada polimerisasi adisi (Nikita, 2012)

Pada tahap terminasi, anilin radikal membentuk rantai dengan anilin radikal lainnya sehingga terbentuk rantai polimer yang panjang dan tidak bermuatan. Tahap terminasi merupakan tahapan akhir pembentukan polimer (berhentinya proses polimerisasi). Tahap terminasi pada polimerisasi anilin ditunjukkan Gambar 4.3.

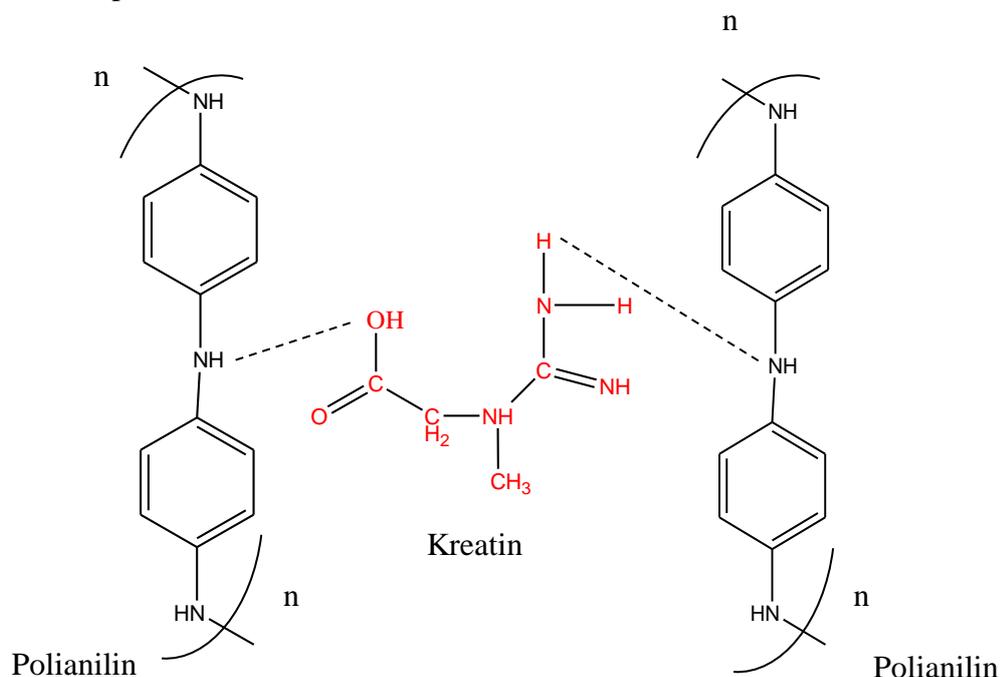


Gambar 4.3 Tahap terminasi pada polimerisasi adisi (Nikita, 2012)

Selanjutnya pencampuran keduanya dilakukan pada suhu 60-70 °C di atas *hotplate* dan dihasilkan suspensi berwarna hijau kehitaman. Suspensi didiamkan \pm 12 jam pada suhu ruang (Sreenvisan, 2007) sehingga padatan memisah di bagian bawah. Padatan yang terbentuk dicuci dengan HCl 1 M, disaring dan dikeringkan di atas penangas. Pencucian dengan HCl 1 M bertujuan untuk menghilangkan sisa kalium peroksodisulfat dan anilin yang tidak bereaksi. Serbuk polimer yang didapat ditimbang dan sebagian dikarakterisasi dengan FTIR.

4.1.2 Hasil pembuatan *non imprinted polymer* (NIP)

Sintesis NIP pada dasarnya sama dengan sintesis polimer anilin. Hanya saja pada pembuatan NIP ditambahkan analit yang akan diukur yaitu kreatin. Perbandingan mol molekul target, inisiator, dan monomer yang digunakan untuk sintesis NIP berturut-turut sebesar 0,1:1:2 (Sreenivasan, 2007). Jumlah monomer yang ditambahkan lebih banyak dibandingkan molekul target (kreatin) karena diharapkan akan menghasilkan sisi aktif dengan jumlah yang banyak yang selanjutnya dapat mengenali molekul analit. Berdasarkan hal tersebut kreatin akan terperangkap di dalam jaringan polimer. Hasil akhir dari pembuatan NIP adalah serbuk berwarna hijau kehitaman. Serbuk NIP yang didapat sebagian dikarakterisasi dengan FTIR. Perkiraan reaksi polimerisasi pada pembuatan NIP dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Perkiraan reaksi pembentukan ikatan antara polianilin dengan kreatin

4.1.3 Hasil pembuatan *molecularly imprinted polymer* (MIP)

Sintesis MIP pada dasarnya merupakan tahap lanjutan dari sintesis NIP. Kreatin yang terperangkap dalam jaringan polimer diekstraksi dengan air panas (± 50 °C). Tahap ekstraksi yang dilakukan bertujuan untuk menghilangkan kreatin dari rantai polimer sehingga terbentuk polimer yang tercetak molekul kreatin. Ikatan yang terbentuk antara monomer dan kreatin adalah ikatan hidrogen. Serbuk NIP yang didapat berwarna hijau kehitaman. Sebagian serbuk tersebut dikarakterisasi dengan FTIR.

4.1.4 Karakterisasi menggunakan FTIR

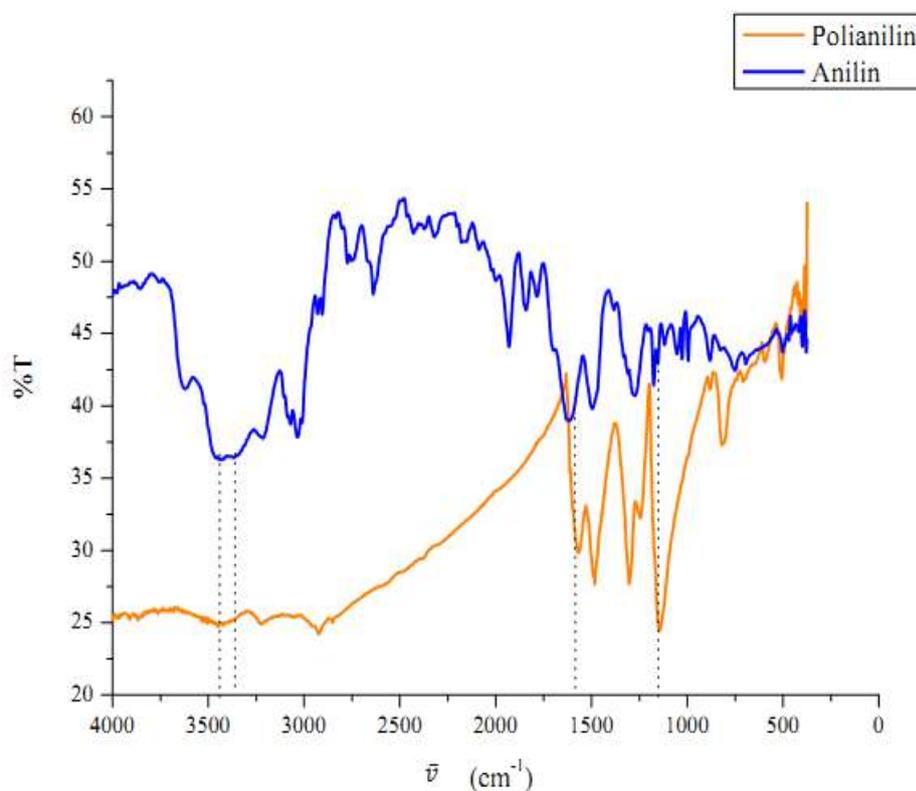
Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui dan membandingkan gugus fungsi yang terdapat pada *template*, monomer, polianilin, NIP dan MIP. Data bilangan gelombang pita pada spektra anilin dan polianilin dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data bilangan gelombang pita pada spektra anilin dan polianilin

Bilangan gelombang (cm^{-1})		Keterangan
Anilin	Polianilin	
-	1145,75	Vibrasi ulur -C=N
1620,26	1570,11	Vibrasi ulur -C=C
3431,48 dan 3365,90	3421,83	Gugus fungsi -NH

Dari Tabel 4.1 diketahui bahwa pita pada bilangan gelombang $1145,75 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur dari -C=N yang mengindikasikan bahwa anilin telah mengalami polimerisasi membentuk polianilin. Selain itu juga dapat dilihat dari hilangnya satu pita pada spektra anilin yaitu pada bilangan gelombang $3365,90 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan bahwa -NH₂ telah berubah menjadi -NH.

Kemudian pada anilin muncul pita pada bilangan gelombang $1620,26\text{ cm}^{-1}$ dan pada polianilin muncul pita pada bilangan gelombang $1570,11\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur dari -C=C pada benzena. Gugus fungsi tersebut biasanya muncul pada bilangan gelombang sekitar $1550\text{-}1650\text{ cm}^{-1}$. Selanjutnya pada anilin muncul pita pada bilangan gelombang $3431,48\text{ cm}^{-1}$ dan pada polianilin muncul pita pada bilangan gelombang $3421,83\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus fungsi -NH yang merupakan gugus penyusun anilin. Hasil FTIR dari anilin dan polianilin dapat dilihat pada Gambar 4.5.



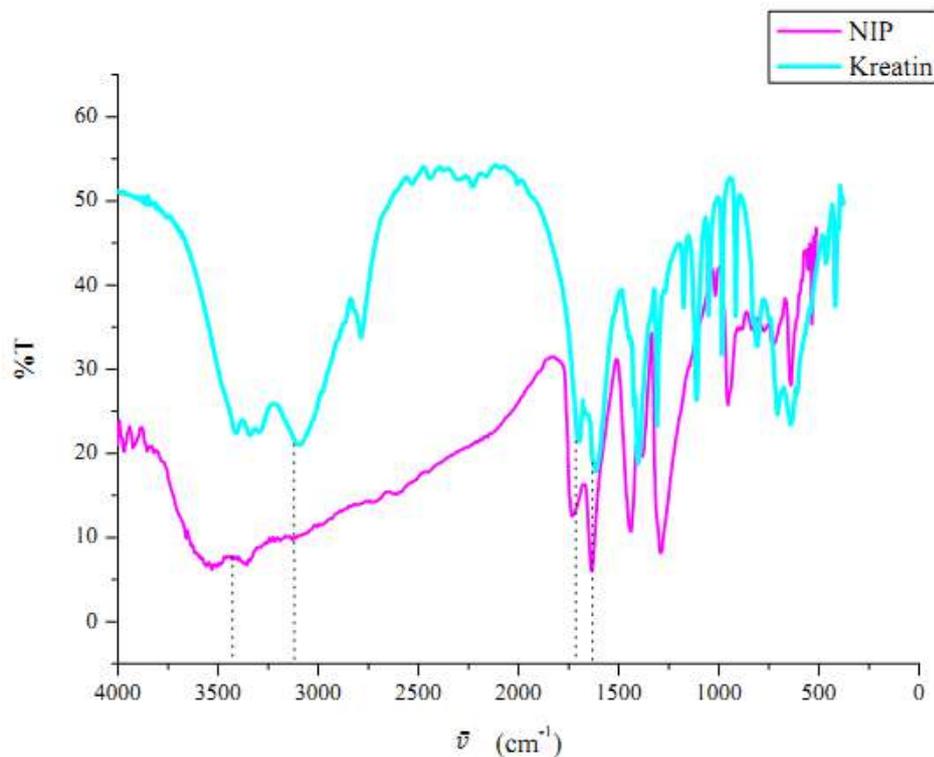
Gambar 4.5 Spektra FTIR anilin dan polianilin

Selanjutnya data bilangan gelombang pita pada spektra kreatin dan NIP dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data bilangan gelombang pita pada spektra kreatin dan NIP

Bilangan gelombang (cm^{-1})		Keterangan
Kreatin	NIP	
1612,54	1615,10	Vibrasi ulur $-\text{C}=\text{N}$
1691,63	1710,00	Vibrasi ulur $-\text{C}=\text{O}$
3000 - 3500	3000-3500	Gugus fungsi $-\text{OH}$ dan $-\text{NH}$

Dari Tabel 4.2 diketahui bahwa antara kreatin dan NIP memiliki pita yang hampir sama. Hal ini terjadi karena keduanya sama-sama tersusun dari kreatin. Pita yang dihasilkan oleh NIP awalnya mengalami pergeseran jika dibandingkan dengan spektra kreatin. Hal ini dimungkinkan disebabkan oleh penggunaan pelarut asam saat pencucian ataupun proses pemanasan. Pada kreatin, pita yang melebar pada bilangan gelombang $3000\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya gugus $-\text{OH}$ dan $-\text{NH}$, sementara pada NIP pita yang melebar menandakan terbentuknya ikatan hidrogen antara monomer dengan kreatin. Spektra FTIR kreatin dan NIP dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR kreatin dan NIP

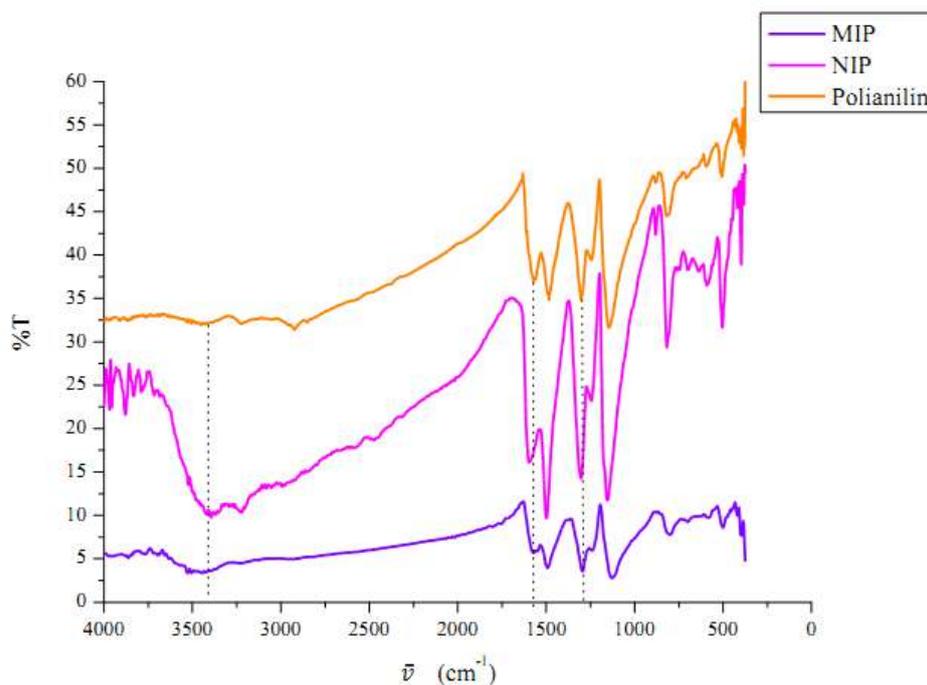
Selanjutnya data bilangan gelombang pita pada spektra polianilin, NIP dan MIP dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data bilangan gelombang pita pada spektra polianilin, NIP dan MIP

Bilangan gelombang (cm^{-1})			Keterangan
Polianilin	NIP	MIP	
1303,92	1301,99	1294,28	Vibrasi ulur $-\text{C}-\text{N}$
1570,11	1591,33	1570,11	Vibrasi ulur $-\text{C}=\text{C}$ dan $\text{C}=\text{O}$ (untuk NIP dan MIP)
3228,95	3230,87	3221,23	Gugus fungsi $-\text{NH}$

Dari Tabel 4.3 diketahui bahwa antara polianilin, NIP dan MIP memiliki pita yang hampir sama. Hal ini terjadi karena pada dasarnya penyusun ketiganya

sama, hanya saja dibedakan oleh keberadaan pita kreatin. Hasil FTIR polianilin, NIP dan MIP dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Spektra FTIR polianilin, NIP dan MIP

Pembentukan NIP menjadi MIP pada penelitian ini terlihat dari berkurangnya intensitas -C=O pada bilangan gelombang 1500-1600 cm^{-1} . Semakin berkurangnya intensitas -C=O mengindikasikan bahwa kreatin yang sebelumnya ditambahkan dalam pembuatan NIP jumlahnya berkurang oleh proses ekstraksi. Untuk memperkuat kemungkinan tersebut dilakukan uji keberhasilan ekstraksi kreatin dari jaringan polimer dengan menggunakan potensiometri dan uji kinerja elektroda.

4.2 Hasil Preparasi Karbon

Pada penelitian ini dilakukan preparasi karbon melalui reaktivasi karbon. Reaktivasi yang dilakukan bertujuan untuk mendapatkan karbon dengan luas permukaan yang lebih besar dan meningkatkan konduktivitas karbon sehingga apabila diaplikasikan dalam pembuatan elektroda dapat memunculkan sinyal yang bagus.

Tahap reaktivasi karbon dimulai dengan proses perendaman karbon dalam larutan H_3PO_4 0,1 M. Pemilihan asam didasarkan pada sifat yang dimilikinya yaitu *dehydrating agent* sehingga mampu memperbaiki pori dalam struktur karbon. Proses perendaman karbon dalam larutan H_3PO_4 0,1 M bertujuan untuk membuka pori-pori karbon sehingga luas permukaannya akan menjadi lebih besar. Setelah perendaman \pm 24 jam, karbon dicuci dengan air dan disaring dengan bantuan corong Buchner untuk menghilangkan asam fosfat. Proses pencucian dilakukan beberapa kali sampai diperoleh pH netral dan tidak terdapat endapan putih saat penambahan AgNO_3 pada filtratnya. Selanjutnya karbon dikeringkan dalam oven pada suhu 60-70 °C.

Karbon hasil reaktivasi dikarakterisasi dengan adsorpsi desorpsi N_2 untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran porinya dari serapannya terhadap gas N_2 . Dari hasil pengukuran didapatkan luas permukaan karbon sebesar 877,463 m^2/g , hal ini menunjukkan bahwa karbon tersebut memiliki kualitas yang baik. Menurut Pradhan *et al.* (2011), karbon dikatakan memiliki kualitas yang baik jika dalam 1 gram karbon memiliki luas permukaan lebih dari 500 m^2 . Ukuran diameter pori karbon 3,835 nm, hal ini menunjukkan bahwa karbon tersebut berukuran

nanopori. Menurut Ariyanto *et al.* (2012), rentang ukuran nanopori adalah 2,1-6,5 nm. Data hasil analisis menggunakan adsorpsi desorpsi N₂ dapat dilihat pada Lampiran 16. Pada dasarnya semakin besar luas permukaan karbon maka sinyal yang terukur akan semakin cepat, sedangkan semakin kecil ukuran pori karbon maka kemampuan untuk adsorpsi akan semakin baik karena pori semakin banyak.

4.3 Hasil Optimasi Komposisi pada Pembuatan Elektroda Pasta Karbon/MIP dan Optimasi pH

Pada penelitian ini optimasi komposisi elektroda dan optimasi pH dilakukan untuk memaksimalkan kinerja elektroda sehingga didapatkan hasil pengukuran yang optimum.

4.3.1 Hasil optimasi komposisi pada pembuatan elektroda pasta karbon/MIP

Pada penelitian ini elektroda kerja dibuat dengan mencampurkan MIP, karbon aktif dan parafin padat. MIP berfungsi sebagai polimer dengan sisi pengikat yang spesifik terhadap analit sehingga mampu meningkatkan sensitivitas dan selektivitas elektroda. Karbon aktif merupakan karbon dengan luas permukaan yang besar sehingga diharapkan mampu memperluas permukaan sisi pengikatan terhadap analit. Disisi lain, karbon aktif juga berperan sebagai material konduktif yang akan menyampaikan respon ke kawat perak (Ag) menuju potensiometer sehingga potensial dapat terbaca. Parafin padat yang digunakan berfungsi sebagai perekat antara MIP dan karbon aktif sehingga terbentuk pasta yang tidak mudah lepas ketika campuran dimasukkan ke dalam tip mikropipet ataupun larutan yang akan diukur.

Penelitian diawali dengan membuat dua elektroda yang masing-masing terdiri dari campuran karbon dan parafin saja. Komposisi elektroda tersebut seperti komposisi elektroda E1 yang terdapat pada Tabel 3.2, hanya saja karbon yang digunakan untuk salah satu elektroda adalah karbon hasil reaktivasi dan yang lain adalah karbon tanpa reaktivasi. Pembuatan kedua elektroda ini dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh reaktivasi karbon terhadap kinerja elektroda pasta karbon yang dibuat. Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan liniertitas kurva (r) dari pengukuran larutan kreatin dengan E1 dan E1* dapat dilihat pada Tabel 4.4, sedangkan data hasil pengukuran selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4.

Tabel 4.4 Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas kurva (r) dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan E1 dan E1*

Kode elektroda	Komposisi (% b/b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
	Karbon	MIP	Parafin			
E1	60	0	40	21,80	10^{-6} - 10^{-3}	0,9570
E1*	60	0	40	18,00	10^{-5} - 10^{-3}	0,9959

Keterangan : E adalah elektroda yang terbuat dari karbon tanpa reaktivasi*

Dari data pada Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa elektroda yang terbuat dari karbon hasil reaktivasi menghasilkan faktor Nernst dan jangkauan pengukuran yang lebih bagus dibandingkan dengan elektroda yang terbuat dari karbon tanpa reaktivasi, meskipun linieritas kurva kalibrasi yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan E1 tidak sebgus E1*. Hal ini terjadi karena elektroda yang terbuat dari karbon hasil reaktivasi memiliki luas permukaan yang lebih

besar dan memiliki konduktivitas yang lebih baik sehingga dapat merespon analit dengan lebih baik pula.

Selanjutnya dibuat 4 elektroda lain dengan variasi komposisi seperti pada Tabel 3.2. Komposisi parafin dibuat tetap untuk semua elektroda, sedangkan komposisi MIP dan karbon aktif dibuat bervariasi. Sebelum penggunaan, elektroda diampas terlebih dahulu pada bagian kawat perak (Ag) untuk menghilangkan lapisan terluar kawat dan permukaan elektroda pasta karbon direndam dengan larutan kreatin 10^{-4} M untuk pengkondisian selama minimal 24 jam. Selanjutnya elektroda digunakan untuk mengukur potensial larutan kreatin dari konsentrasi 10^{-8} - 10^{-3} M dengan elektrolit pendukung KCl. Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas hasil pengukuran menggunakan elektroda pasta karbon/MIP berbagai variasi komposisi dapat dilihat pada Tabel 4.5. Data hasil pengukuran selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4.

Tabel 4.5 Nilai faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas hasil pengukuran elektroda pasta karbon/MIP berbagai variasi komposisi

Kode elektroda	Komposisi (% b/b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
	Karbon	MIP	Parafin			
E1	60	0	40	21,80	10^{-6} - 10^{-3}	0,9570
E1*	60	0	40	18,00	10^{-5} - 10^{-3}	0,9959
E2	55	5	40	37,00	10^{-5} - 10^{-3}	0,7904
E3	50	10	40	11,70	10^{-6} - 10^{-3}	0,9880
E4	45	15	40	15,50	10^{-5} - 10^{-3}	0,9833
E5	40	20	40	10,30	10^{-6} - 10^{-3}	0,9261

Keterangan : E adalah elektroda yang terbuat dari karbon tanpa reaktivasi*

Elektroda kerja pada potensiometri memiliki kinerja yang bagus jika memiliki faktor Nernst dan linieritas yang mendekati nilai teoritis serta memiliki

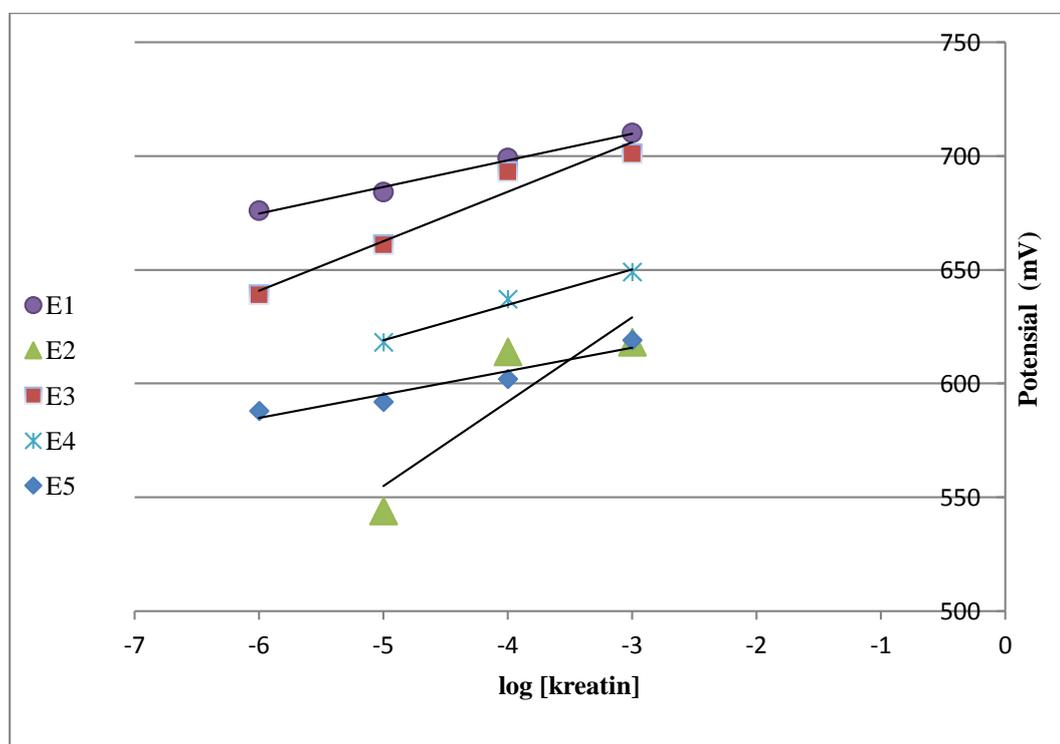
jangkauan pengukuran yang luas. Faktor Nernst suatu elektroda dikatakan bagus jika memenuhi $59,2/n$ ($\pm 1-2$ mV/dekade), dimana n merupakan muatan valensi analit. Pada penelitian ini analit yang diukur adalah kreatin yang secara teoritis merupakan molekul monovalen. Namun dari faktor Nernst yang didapat dari pengukuran menunjukkan bahwa kreatin yang terukur merupakan molekul divalen atau nilai faktor Nernstnya mendekati $29,5$ ($\pm 1-2$ mV/dekade). Dari hasil pengukuran dapat diketahui bahwa elektroda yang menghasilkan faktor Nernst mendekati $29,5$ adalah E1, E2 dan E4. Dari Tabel 4.5 dapat dilihat bahwa E2 memiliki faktor Nernst yang lebih tinggi jika dibandingkan E3 dan E4, yaitu sebesar $37,00$. Akan tetapi memiliki nilai koefisien korelasi (r) yang lebih rendah dari E3 dan E4, yaitu sebesar $0,7904$. Nilai faktor Nernst E1 lebih bagus dibanding E4, hal ini dimungkinkan disebabkan oleh tertutupnya karbon ataupun sisi aktif MIP yang ada pada E4. Sehingga E4 memiliki kinerja yang lebih rendah dibanding E1.

Linieritas atau harga koefisien korelasi (r) dikatakan bagus jika nilai koefisien korelasi (r) dari persamaan regresinya mendekati satu. Pada penelitian ini E3 memiliki koefisien korelasi (r) yang cukup bagus yaitu $0,9880$ jika dibandingkan dengan E4. Dari Tabel 4.5 juga dapat dilihat bahwa E3 memiliki jangkauan pengukuran yang sedikit lebih luas jika dibandingkan E4, yaitu 10^{-6} - 10^{-3} M.

Jangkauan pengukuran ditunjukkan oleh kurva yang masih memberikan garis lurus pada rentang konsentrasi tertentu. Pada penelitian ini hampir semua komposisi elektroda memiliki jangkauan pengukuran 10^{-6} - 10^{-3} M (E1-E3). Kurva

hubungan \log [kreatin] dengan potensial hasil pengukuran menggunakan elektroda yang dibuat dengan variasi komposisi dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Dari Gambar 4.8 diketahui bahwa hampir semua elektroda mempunyai jangkauan pengukuran yang sama yaitu 10^{-6} - 10^{-3} M. Namun jika dilihat dari sisi lain E1 memiliki nilai faktor Nernst yang lebih Nersnian jika dibanding E4. Akan tetapi E4 memiliki jangkauan pengukuran yang lebih sempit dari E3 dan memiliki koefisien korelasi (r) yang lebih mendekati nilai teoritis jika dibanding E3. Berdasarkan hal ini, kinerja elektroda yang paling optimum belum bisa ditentukan sehingga ketiga elektroda tersebut digunakan untuk optimasi pH.



Gambar 4.8 Kurva hubungan \log [kreatin] dengan potensial hasil pengukuran menggunakan elektroda yang dibuat dengan variasi komposisi

4.3.2 Hasil optimasi pH

Optimasi pH larutan kreatin bertujuan untuk mengetahui rentang pH larutan yang menghasilkan nilai potensial elektroda yang paling stabil pada analisis kreatin. Pada penelitian ini optimasi pH dilakukan pada konsentrasi larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E1, E3 dan E4. Pemilihan ketiga elektroda ini didasarkan pada faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritasnya. Elektroda E1 memiliki faktor Nernst yang lebih mendekati teoritis jika dibanding E3 dan E4. Selanjutnya dibandingkan E3 dan E4 yang keduanya sama-sama mengandung MIP tapi memiliki faktor Nernst dan rentang jangkauan pengukuran yang berbeda. Hasil faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E1, E3 dan E4 dapat dilihat pada Tabel 4.6; 4.7 dan 4.8. Data potensial dan kurva standar kreatin dengan variasi pH dapat dilihat pada Lampiran 7; 8 dan 9.

Tabel 4.6 Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E1

pH	E1		
	Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
4	45,50	10^{-7} - 10^{-5}	0,9826
5	20,00	10^{-5} - 10^{-3}	0,9967
6	35,00	10^{-5} - 10^{-3}	0,8645
7	-125,00	10^{-7} - 10^{-5}	0,9907
8	-54,50	10^{-7} - 10^{-5}	0,9704

Tabel 4.7 Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E3

pH	E3		
	Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
4	37,90	10^{-6} - 10^{-3}	0,9512
5	28,80	10^{-6} - 10^{-3}	0,9922
6	52,40	10^{-6} - 10^{-3}	0,9727
7	6,00	10^{-8} - 10^{-6}	0,8710
8	8,50	10^{-8} - 10^{-6}	0,9988

Tabel 4.8 Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas dari hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dengan rentang pH 4-8 menggunakan E4

pH	E4		
	Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
4	15,50	10^{-7} - 10^{-5}	0,9727
5	23,00	10^{-8} - 10^{-6}	0,8611
6	34,50	10^{-8} - 10^{-6}	0,9845
7	37,00	10^{-6} - 10^{-4}	0,9847
8	9,50	10^{-5} - 10^{-3}	0,7894

Dari Tabel 4.6; 4.7 dan 4.8 dapat diketahui bahwa pengukuran potensial larutan kreatin dengan pengaturan pH melalui penambahan larutan buffer menghasilkan faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis. Dari data tersebut juga terlihat bahwa pada pengukuran menggunakan E3 pada suasana asam menghasilkan faktor Nernst yang Nernsnian dan linieritas yang mendekati teoritis serta memiliki jangkauan pengukuran yang luas mulai dari 10^{-6} - 10^{-3} M. Berdasarkan hal tersebut, dapat disimpulkan bahwa E3 memiliki kinerja paling optimum jika dibandingkan E1 dan E4 dengan penambahan pH 5. Elektroda 3

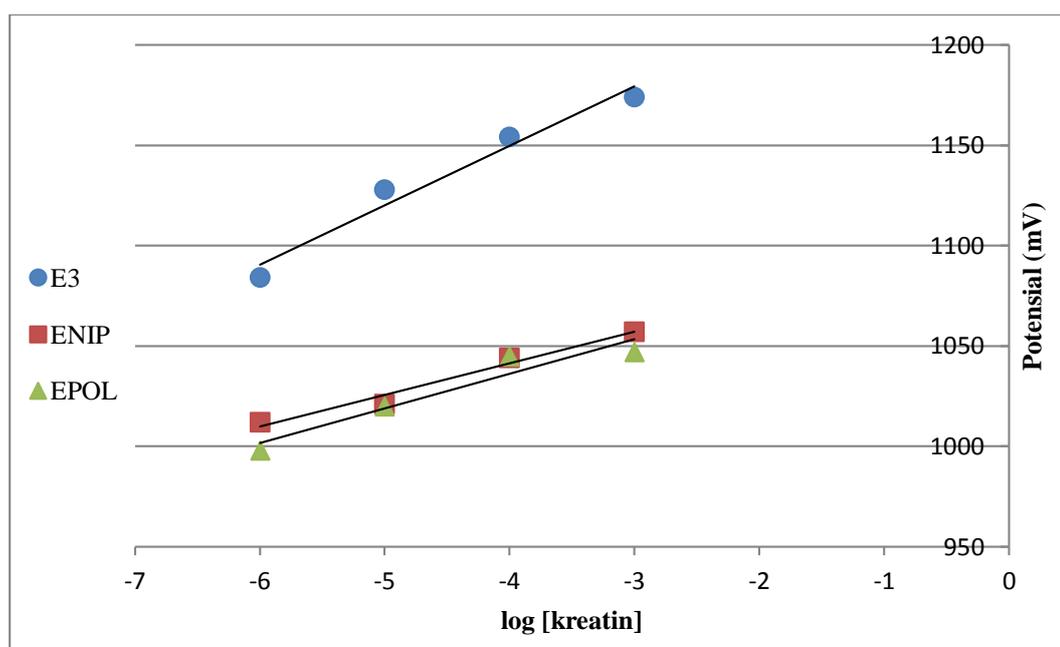
(E3) terdiri dari dari karbon aktif, MIP dan parafin dengan perbandingan massa 50% : 10% : 40 %.

Komposisi elektroda memiliki pengaruh yang besar terhadap potensial yang dihasilkan karena setiap bahan yang ditambahkan memiliki fungsi yang berbeda. Pada penelitian ini dapat dilihat bahwa penambahan MIP lebih dari 10% menghasilkan faktor Nernst yang menyimpang cukup jauh dari nilai teoritis. Hal ini terjadi karena jika penambahan MIP lebih dari 10% menghasilkan elektroda yang permukaannya kaku sehingga mengakibatkan reaksi kesetimbangan yang terjadi pada permukaan elektroda menjadi sulit tercapai. Hal tersebut berpengaruh terhadap beda potensial yang terukur.

Komposisi optimum elektroda yang telah didapatkan, selanjutnya digunakan untuk membuat elektroda termodifikasi polimer anilin (EPOL) dan NIP (ENIP). Kedua elektroda tersebut digunakan sebagai pembanding untuk mengetahui pengaruh dari cetakan kreatin yang terdapat pada MIP. Elektroda termodifikasi MIP, NIP dan polimer anilin digunakan untuk mengukur larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl. Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas (r) dari E3, ENIP dan EPOL dapat dilihat pada Tabel 4.9, sedangkan jangkauan pengukuran yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan E3, ENIP dan EPOL dapat dilihat pada Gambar 4.9. Data hasil pengukuran selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 5 dan 6.

Tabel 4.9 Data faktor Nernst, jangkauan pengukuran dan linieritas kurva (r) dari larutan kreatin yang diukur dengan E3, ENIP dan EPOL

Kode elektroda	Komposisi (% b/b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Jangkauan pengukuran (M)	Linieritas (r)
	Karbon	MIP	Parafin			
E3	50	10	40	29,60	10^{-6} - 10^{-3}	0,9666
ENIP	50	10	40	17,20	10^{-6} - 10^{-3}	0,9170
EPOL	50	10	40	15,80	10^{-6} - 10^{-3}	0,9744

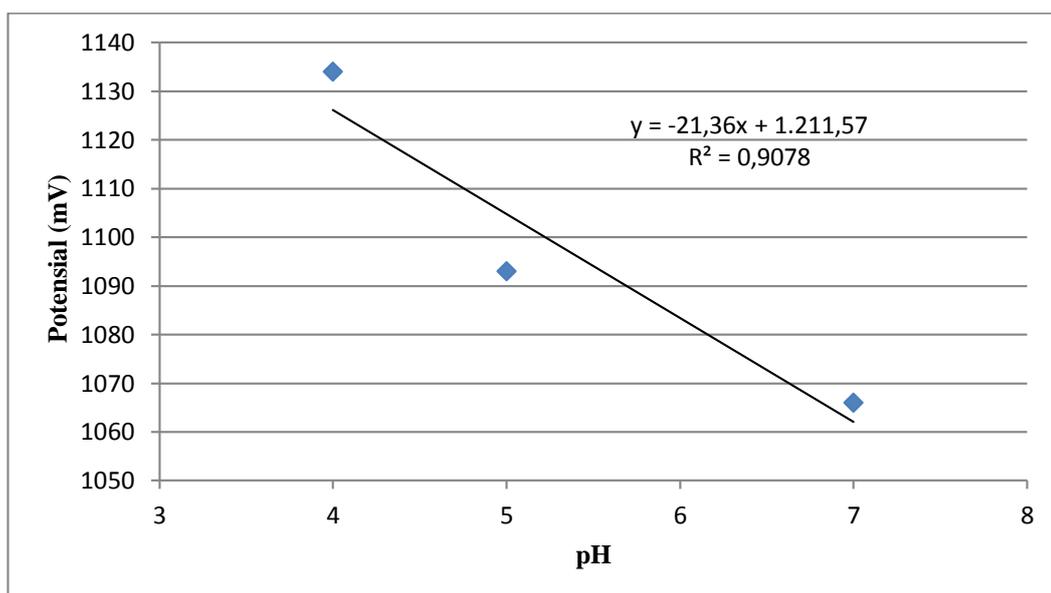


Gambar 4.9 Kurva log [kreatin] terhadap potensial yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan E3, ENIP, EPOL

Dari Tabel 4.9 diketahui bahwa faktor Nernst yang dihasilkan oleh E3 lebih baik dibandingkan dengan ENIP dan EPOL. Hal tersebut terjadi karena E3 mengandung MIP yang memiliki sisi pengikat yang bentuk dan ukurannya spesifik dengan molekul target (Lifeng *et al.*, 2013).

Selanjutnya dilakukan pengukuran larutan kreatin 10^{-4} M pada beberapa variasi pH dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3 dapat ditentukan

fungsi E3, yaitu sebagai sensor H^+ atau tidak. Pengambilan salah satu konsentrasi dilakukan dengan asumsi bahwa untuk konsentrasi yang lain juga memberikan kecenderungan respon yang sama. Kurva hubungan antara pH larutan kreatin dengan potensial dapat dilihat pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Kurva hubungan antara pH larutan kreatin dengan potensial

Dari Gambar 4.10 terlihat bahwa faktor Nernst yang dihasilkan dari pengukuran $-21,36$ mV/dekade. Nilai faktor Nernst tersebut menandakan bahwa elektroda E3 tidak berfungsi sebagai sensor H^+ .

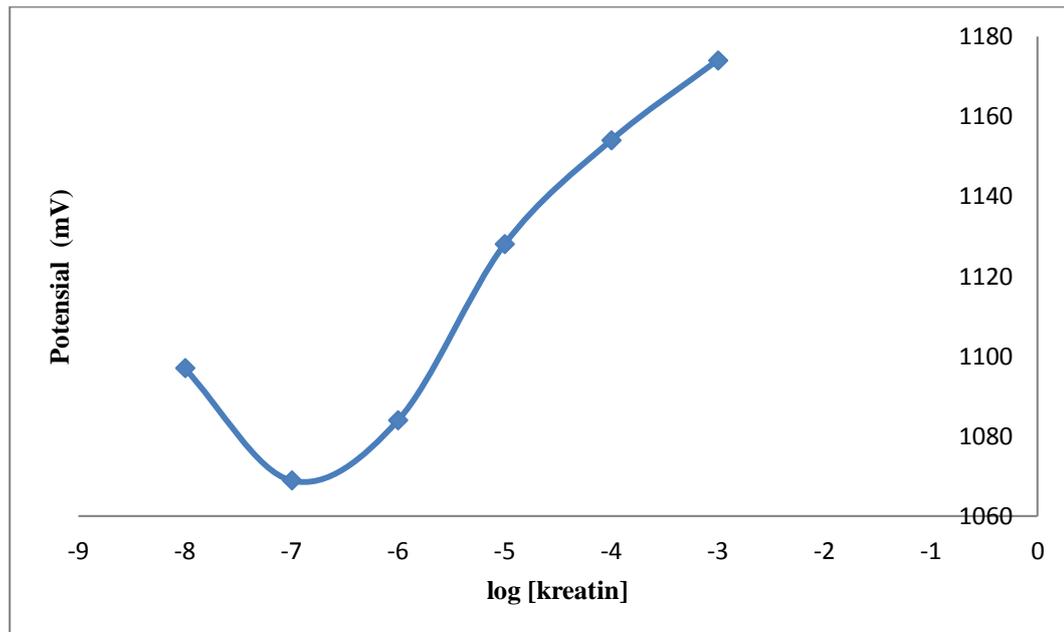
4.4 Hasil Pembuatan Kurva Standar Kreatin

Kurva standar kreatin diperoleh dengan melakukan pengukuran potensial larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3 yang merupakan elektroda hasil optimasi. Dari data hasil pengukuran larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dapat dibuat kurva hubungan antara

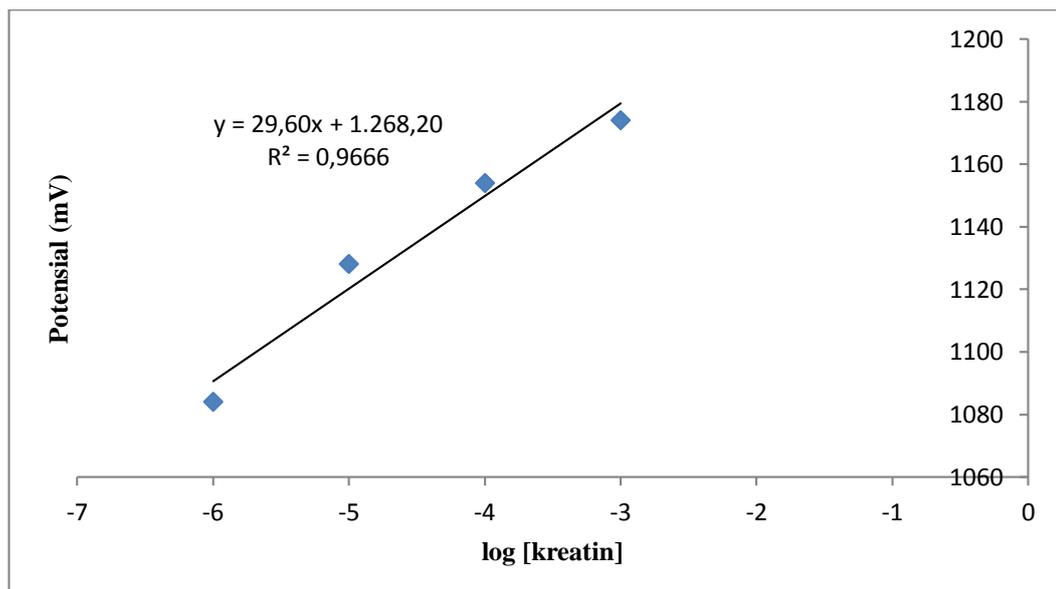
log [kreatin] dengan potensial elektroda yang terukur. Setelah kurva terbentuk, dipilih rentang konsentrasi yang masih memberikan garis lurus dengan faktor Nernst mendekati 29,5 mV/dekade dan nilai koefisien korelasi kurva kalibrasi yang mendekati satu. Pada rentang konsentrasi yang terpilih ditentukan persamaan regresinya dan disebut sebagai kurva standar kreatin. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatin konsentrasi 10^{-8} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3 dapat dilihat pada Tabel 4.10. Kurva hubungan antara log [kreatin] dengan potensial yang terukur dari larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M dapat dilihat pada Gambar 4.11, sedangkan kurva standar kreatin dapat dilihat pada Gambar 4.12.

Tabel 4.10 Data potensial E3 pada larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl

Konsentrasi kreatin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1097
10^{-7}	1069
10^{-6}	1084
10^{-5}	1128
10^{-4}	1154
10^{-3}	1174



Gambar 4.11 Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial elektroda yang terukur pada larutan kreatin 10^{-8} - 10^{-3} M.



Gambar 4.12 Kurva standar kreatin

4.5 Hasil Uji selektivitas

Uji selektivitas dalam suatu metode analisis dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode tersebut dalam mengukur zat tertentu secara cermat dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel (Harmita, 2004). Pada penelitian ini uji selektivitas elektroda dilakukan dengan penambahan larutan urea ke dalam larutan kreatin.

Selektivitas elektroda terhadap kreatin dalam matriks urea ditentukan dengan menambahkan larutan urea ke dalam larutan kreatin hingga konsentrasi akhir larutan kreatin 10^{-4} M, sedangkan larutan ureanya 10^{-5} M, 10^{-4} M dan 5×10^{-3} M. Pemilihan konsentrasi kreatin 10^{-4} M karena umumnya kreatin dalam darah berada dalam konsentrasi tersebut, sedangkan konsentrasi urea yang dipilih pada konsentrasi di bawah normal kreatin, sama dengan konsentrasi kreatin normal, dan diatas normal dalam tubuh. Semua campuran larutan yang telah dibuat diukur potensialnya menggunakan E1 dan E3 kemudian dilakukan perhitungan K_{ij} seperti pada Lampiran 18. Data hasil perhitungan K_{ij} untuk konsentrasi kreatin 10^{-4} M dengan matriks urea dapat dilihat pada Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Data hasil perhitungan K_{ij} untuk larutan kreatin 10^{-4} M dengan larutan matriks urea

Jenis elektroda	Konsentrasi urea yang ditambahkan (M)	Koefisien selektivitas (K_{ij})
E1	10^{-5}	-8,98
	10^{-4}	-0,70
	5×10^{-3}	$3,40 \times 10^{-2}$
E3	10^{-5}	-9,96
	10^{-4}	-0,99
	5×10^{-3}	$-1,80 \times 10^{-2}$

Dari Tabel 4.9 diketahui bahwa larutan urea yang ditambahkan ternyata menghasilkan $K_{i,j} < 1$ sehingga dapat disimpulkan bahwa elektroda yang dikembangkan pada penelitian ini lebih selektif terhadap kreatin dan tidak diganggu oleh urea.

4.6 Hasil Penentuan Kinerja Elektroda dan Validitas Metode Analisis

4.6.1 Hasil penentuan waktu respon elektroda

Sensitivitas elektroda terhadap analit tertentu dapat dilihat dari waktu respon yang ditunjukkan elektroda tersebut. Waktu respon elektroda pada potensiometri merupakan waktu yang dibutuhkan suatu elektroda untuk memberikan respon terhadap analit yang dianalisis sampai dihasilkan potensial pada potensiometri yang konstan (Gea *et al.*, 2005). Semakin cepat waktu respon elektroda terhadap analit, maka sensitivitasnya semakin baik. Data hasil pengukuran waktu respon elektroda terhadap larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3 dapat dilihat pada Tabel 4.12.

Tabel 4.12 Data hasil pengukuran waktu respon elektroda terhadap larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3

Konsentrasi kreatin (M)	Waktu (s)
10^{-6}	120
10^{-5}	65
10^{-4}	59
10^{-3}	51

Data yang diperoleh dari penelitian ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan kreatin maka semakin cepat waktu respon elektroda. Hal ini terjadi karena, semakin tinggi konsentrasi maka semakin banyak molekul

kreatin yang bertumbukan sehingga potensial yang terukur semakin cepat mencapai kesetimbangan pada permukaan elektroda.

4.6.2 Hasil penentuan jangkauan pengukuran

Jangkauan pengukuran pada potensiometri merupakan batas konsentrasi analit yang mampu dianalisis oleh suatu elektroda tertentu, dimana kurva potensial terhadap log konsentrasi ($\log C$) masih memberikan garis lurus dan sesuai dengan persamaan Nernst (Fardiyah *et al.*, 2014). Suatu metode dapat dikatakan bagus jika memiliki jangkauan pengukuran yang luas. Pada penelitian ini pemilihan jangkauan pengukuran tidak hanya mempertimbangkan lebarnya rentang konsentrasi yang memberikan kurva linier saja tetapi juga memperhatikan faktor Nernst dan linieritas kurva tersebut. Data jangkauan pengukuran E3 dan E4 dapat dilihat pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Jangkauan pengukuran dari elektroda E3 dan E4 pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl

Elektroda	Jangkauan pengukuran (M)	Persamaan regresi	Faktor Nernst (mV/dekade)	Linieritas (r)
E3	10^{-6} - 10^{-4}	$y = 35,00x + 1297,00$	35,00	0,9784
	10^{-6}-10^{-3}	$y = 29,60x + 1268,20$	29,60	0,9666
E4	10^{-6} - 10^{-3}	$y = 23,00x + 1207,67$	23,00	0,8611
	10^{-5} - 10^{-3}	$y = 15,50x + 1117,67$	15,50	0,7742

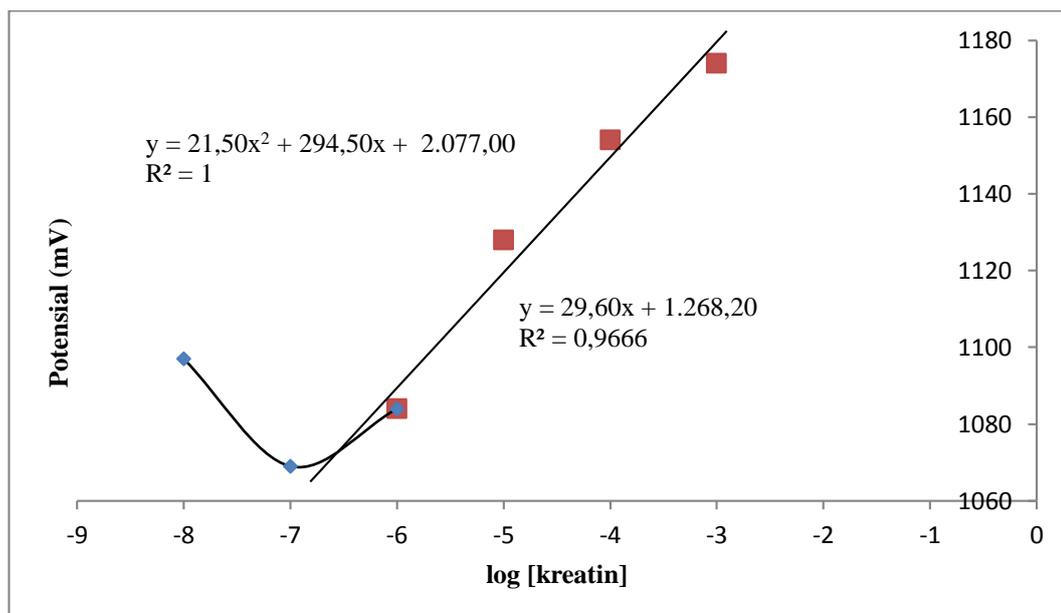
Dari Tabel 4.13 terlihat bahwa E3 memiliki jangkauan pengukuran yang lebih lebar, yaitu sebanyak 4 titik (10^{-6} - 10^{-3} M) jika dibandingkan dengan penelitian Puspitasari (2012) yang hanya sebanyak 2 titik (10^{-9} - 10^{-8} M).

4.6.3 Hasil penentuan faktor Nernst

Faktor Nernst merupakan kemiringan kurva (slope) dari kurva standar kreatin. Pada penelitian ini didapat kurva standar kreatin dengan persamaan regresi linier sebagai berikut : $y = 29,60x + 1268,20$, dengan faktor Nernst 29,6 mV/dekade dan linieritas (r) sebesar 0,9666. Kreatin merupakan molekul monovalen (Lakshmi *et al.*, 2006), namun faktor Nernst yang didapat dari penelitian ini mendekati 29,5 mV/dekade. Dengan demikian kreatin yang terukur dalam penelitian merupakan molekul divalen.

4.6.4 Hasil penentuan limit deteksi

Limit deteksi merupakan konsentrasi terendah atau tertinggi suatu analit yang masih terdeteksi oleh suatu metode (Skoog *et al.*, 1992). Penentuan limit deteksi pada penelitian ini dilakukan dengan membuat perpanjangan garis regresi linier dan garis *non* linier pada kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial, kemudian ditentukan titik potong kedua garis. Pada penelitian ini didapatkan limit deteksi terendah sebesar $1,70 \times 10^{-7}$ M sedangkan konsentrasi normal kreatin didalam darah sebesar $0,91 \times 10^{-4}$ M. Dari hasil yang didapatkan, dapat dikatakan bahwa metode ini memiliki limit deteksi pengukuran yang lebih rendah dibanding konsentrasi kreatin normal dalam darah, sehingga metode ini dapat diaplikasikan dalam pengukuran kreatin dalam sampel riil. Kurva perpotongan garis linier dan *non* linier pada penentuan limit deteksi ditampilkan pada Gambar 4.13, sedangkan perhitungan limit deteksi ditampilkan pada Lampiran 11.



Gambar 4.13 Titik perpotongan garis linier dan *non* linier pada penentuan limit deteksi

4.6.5 Hasil penentuan akurasi dan presisi

4.6.5.1 Hasil penentuan akurasi

Akurasi merupakan kesesuaian antara hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya atau ketepatan hasil dari suatu pengukuran. Akurasi dihitung untuk larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M karena rentang konsentrasi tersebut merupakan jangkauan pengukuran elektroda. Konsentrasi larutan kreatin didapatkan dengan mensubstitusikan potensial elektroda yang terukur dari masing-masing konsentrasi kreatin ke dalam persamaan regresi linier kurva standar. Konsentrasi larutan kreatin hasil perhitungan dapat digunakan untuk menghitung akurasi (%). Data hasil nilai akurasi dari larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3 dapat dilihat pada Tabel 4.14, sedangkan perhitungan akurasi (%) ditampilkan pada Lampiran 14.

Tabel 4.14 Data nilai akurasi metode pada analisis larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3

Konsentrasi kreatin sebenarnya (M)	Konsentrasi kreatin perhitungan (M)	Akurasi (%)
10^{-6}	$0,60 \times 10^{-6}$	60
10^{-5}	$1,82 \times 10^{-5}$	182
10^{-4}	$1,38 \times 10^{-4}$	138
10^{-3}	$0,67 \times 10^{-3}$	67

Akurasi dapat dikatakan baik jika nilainya untuk konsentrasi 10^{-6} M dan 10^{-5} M 80-110 %, pada konsentrasi 10^{-4} M 90-107 % dan pada konsentrasi 10^{-3} M 95-105 % (Taverniers *et al.*, 2004). Dari keempat konsentrasi tersebut tidak masuk dalam *range* yang ada, hal ini menunjukkan bahwa metode yang dikembangkan memiliki akurasi yang kurang bagus.

4.6.5.2 Hasil penentuan presisi

Presisi merupakan kesesuaian antara nilai suatu deret pengukuran dari kuantitas yang sama atau keterulangan dari suatu pengukuran dengan metode dan sampel yang sama. Pada penelitian ini presisi metode ditentukan untuk analisis larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3. Pengukuran dilakukan pada 1 larutan kreatin pada masing-masing konsentrasi dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Penentuan presisi dilakukan dengan menghitung standar deviasi (SD), kemudian dilanjutkan dengan penghitungan koefisien variasi (KV). Data hasil perhitungan presisi dari larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl menggunakan E3 dapat dilihat pada Tabel 4.15, sedangkan perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 13.

Tabel 4.15 Data presisi dari metode untuk analisis larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M menggunakan E3

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)			Standar deviasi	KV (%)
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	Pengulangan 3		
10^{-6}	814	816	818	2,00	0,24
10^{-5}	836	837	841	2,64	0,32
10^{-4}	862	860	864	2,00	0,23
10^{-3}	908	905	909	2,08	0,23

Presisi dikatakan baik jika harga KV 3,7-11% untuk konsentrasi 10^{-6} - 10^{-3} M. Berdasarkan data pada Tabel 4.15 dapat disimpulkan bahwa metode ini memiliki presisi yang bagus karena masuk dalam rentang yang diperbolehkan.

4.6.6 Hasil penentuan waktu hidup elektroda

Waktu hidup elektroda merupakan usia pemakaian elektroda yang menunjukkan seberapa lama elektroda dapat digunakan sebagai sensor dengan kinerja yang bagus. Uji waktu hidup elektroda dilakukan dengan cara mengukur potensial elektroda untuk larutan standar kreatin dan menentukan faktor Nernstnya pada selang waktu tertentu. Jika faktor Nernst yang didapatkan menyimpang jauh dari nilai teoritis, maka elektroda tersebut sudah tidak layak digunakan lagi dalam pengukuran (Fardiyah *et al.*, 2014).

Pada penelitian ini, waktu hidup elektroda ditentukan dengan menghitung banyaknya penggunaan elektroda untuk analisis larutan kreatin, dimana satu kali pengukuran dihitung sebagai satu kali pemakaian. Pengukuran potensial dilakukan pada larutan kreatin 10^{-6} - 10^{-3} M pada pH 5 dengan elektrolit pendukung KCl dan kemudian ditentukan faktor Nernst serta jangkauan pengukurannya.

Profil waktu hidup elektroda yang dinyatakan dengan jumlah pemakaian elektroda dapat dilihat pada Tabel 4.16.

Tabel 4.16 Data jangkauan pengukuran dan faktor Nernst pada penentuan waktu hidup (jumlah pemakaian) elektroda

Pemakaian ke-	Jangkauan pengukuran (M)	Faktor Nernst (mV/dekade)
22	$10^{-6} - 10^{-3}$	11,70
28	$10^{-6} - 10^{-3}$	37,90
34	$10^{-6} - 10^{-3}$	28,80
58	$10^{-6} - 10^{-3}$	29,60
80	$10^{-6} - 10^{-3}$	29,79
104	$10^{-6} - 10^{-3}$	25,80
119	$10^{-6} - 10^{-3}$	12,70

Dari Tabel 4.16 dapat diketahui bahwa pada pemakaian ke 80 elektroda masih menunjukkan faktor Nernst dan jangkauan pengukuran yang bagus. Namun pada pemakaian ke 119 telah terjadi penurunan faktor Nernst dari nilai teoritis sehingga dapat dikatakan kinerja elektroda telah berkurang.

Waktu hidup elektroda bergantung pada kelenturan material elektroda, daya tahan elektroda terhadap senyawa organik, zat pengoksidasi, pH dan tingkat kelarutan membran elektroda (Kembaren, 2013). Penggunaan elektroda yang terlalu sering akan memungkinkan terjadinya perubahan bentuk cetakan (sisi aktif) material elektroda terhadap analit. Hal tersebutlah yang menyebabkan berkurangnya kinerja elektroda.

4.7 Perbandingan Kinerja Elektroda Pasta Karbon/MIP dan Validitas Metode Potensiometri dan Voltammetri

Pada penelitian ini dilakukan perbandingan validitas metode dan kinerja elektroda pasta karbon/MIP secara potensiometri dengan metode analisis yang sudah dilakukan sebelumnya seperti voltammetri yang menggunakan elektroda emas/poli-anilin (Puspitasari, 2012), voltammetri yang menggunakan elektroda HMDE/poli-anilin (Nikita, 2012) dan potensiometri yang menggunakan elektroda pasta karbon/zeolit (Rahmawati, 2015). Hasil perbandingan validitas metode dan kinerja elektroda dapat dilihat pada Tabel 4.17.

Tabel 4.17 Hasil perbandingan validitas metode dan uji kinerja

Parameter	Voltammetri (elektroda emas/poli-anilin) (Puspitasari, 2012)	Voltammetri (elektroda HMDE/poli-anilin) (Nikita, 2012)	Potensiometri (elektroda pasta karbon/zeolit) (Rahmawati, 2015)	Potensiometri (elektroda pasta karbon/poli-anilin)
Limit Deteksi (M)	$5,14 \times 10^{-9}$	$10,96 \times 10^{-9}$	$3,41 \times 10^{-6}$ M	$1,70 \times 10^{-7}$
Jangkauan Pengukuran (M)	$7,62 \times 10^{-9}$ – $3,05 \times 10^{-8}$	$7,62 \times 10^{-9}$ – $2,28 \times 10^{-8}$	10^{-6} – 10^{-3}	10^{-6} – 10^{-3}
Waktu Respon (detik)	120	90	56-410	51-120
Akurasi (%)	91,86-111,54	99,09-123,40	91,6-115	60-182
Presisi (%)	0,479 - 2,388	19,90-28,42	0,51-1,08	0,23-0,32
Selektivitas	-	-	Lebih selektif terhadap kreatin daripada urea	Lebih selektif terhadap kreatin daripada urea
Waktu Hidup	-	-	121 kali pemakaian	80 kali pemakain

Dari Tabel 4.17 terlihat bahwa metode potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/poli-anilin memiliki beberapa kelebihan jika dibandingkan dengan metode sebelumnya seperti jangkauan pengukuran, dan presisi (Puspitasari, 2012; Nikita, 2012). Jangkauan pengukuran dari elektroda pasta karbon/MIP sebesar 10^{-3} - 10^{-6} M. Selanjutnya adalah presisi, dimana presisi yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan elektroda pasta karbon/poli-anilin secara potensiometri lebih bagus jika dibandingkan dengan elektroda emas/poli-anilin dan elektroda HMDE/poli-anilin secara voltammetri.

Parameter lainnya seperti limit deteksi dan akurasi masih di bawah metode sebelumnya karena pada dasarnya sensitivitas potensiometri kurang bagus jika dibandingkan voltammetri. Namun, dengan kelebihan diatas yaitu berupa jangkauan pengukuran yang luas dan presisi yang cukup baik analisis kreatin menggunakan elektroda pasta karbon/poli-anilin secara potensiometri dapat disarankan untuk diterapkan dalam pengukuran sampel riil.

Jika dibandingkan penelitian Rahmawati (2012), metode potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/MIP memiliki limit deteksi yang lebih rendah, waktu respon yang lebih cepat, serta presisi yang lebih bagus. Namun memiliki akurasi kurang bagus dan waktu pemakaian yang lebih pendek.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut.

1. Komposisi material penyusun elektroda pasta karbon/MIP yang memberikan kinerja optimum adalah karbon aktif : parafin : MIP = 50% : 40% : 10%.
2. Elektroda pasta karbon/MIP memiliki kinerja optimum pada pH 5.
3. Hasil analisis kreatin menggunakan elektroda pasta karbon/MIP secara potensiometri memiliki waktu respon selama 51-120 detik. Jangkauan pengukuran yang dihasilkan 10^{-6} - 10^{-3} M dengan limit deteksi sebesar $1,70 \times 10^{-7}$ M. Faktor Nernst dan linieritas pengukuran berturut turut 29,6 mV/dekade dan 0,9666. Nilai koefisien variasi yang dihasilkan dari pengukuran konsentrasi 10^{-6} - 10^{-3} M berkisar antara 0,23%-0,32%, sedangkan akurasinya 60%-182%. Waktu hidup elektroda pasta karbon/MIP sampai penggunaan ke-80 kali. Keberadaan urea dengan konsentrasi hingga 50 kali konsentrasi kreatin tidak mengganggu analisis kreatin dengan elektroda kerja ini.

5.2 Saran

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mempelajari valensi kreatin pada analisis secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon/MIP dengan kondisi analisis yang diterapkan.
2. Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mengaplikasikan elektroda pasta karbon/MIP untuk analisis kreatin dalam sampel darah atau urin.

DAFTAR PUSTAKA

- Andayani, S.N., 2014, **Pengembangan Elektroda Pasta Karbon Nanopori/MIP sebagai Sensor Asam Urat Secara Potensiometri**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Anonim, 2009, *Kamus Gizi Pelengkap Kesehatan Keluarga*, Buku Kompas, Jakarta.
- Ariyanto, T., Prasetyo, I., Rochmadi, 2012, **Pengaruh Struktur Pori Terhadap Kapasitansi Elektroda Superkapasitor yang Dibuat dari Karbon Nanopori**, *Reaktor*, 14 (1) : 25-32.
- Bansal, R.C., Goyal, M., 2005, *Activated Carbon Adsorption*, Taylor and Francis Group, LLC.
- Brett, C.M.A., and Brett, A.M.O., 2011, **Electrochemical Sensing in Solution-origins, Application and Future Perspectives**, *Journal of Solid State Electrochemistry*, 15: 1487-1494.
- Brudnak, M.A., 2004, **Creatine: are the Benefits Worth the Risk**, *Toxicology Letter*, 150: 123-130.
- Cattrall, R.W., 1997, *Chemical Sensor*, Oxford University Press, New York.
- Day, R.A., Underwood, A.L., 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Erlangga, Jakarta.
- Dias, A.C.B., Figueiredo, E.C., Grassi, V., Zagatto, E.A.G., Arruda, M.A.Z., 2008, **Molecularly Imprinted Polymer as a Solid Phase Extractor in Flow Analysis**, *Talanta*, 76: 988-996.
- Fardiyah, Q., Atikah., Rivaatun, D.W., 2014, **Pemanfaatan Zeolit Teraktivasi Sebagai Bahan Aktif Sensor Potensiometri**, *Chemistry Progress*, 7(2): 81-87.
- Gangopadhyay, D., Sharma, P., Singh, R.K., 2015, **Temperature Dependent Raman and DFT Study of Creatine**, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 150: 9-14.

- Gea, S., Andriyani., Lenny S., 2005, **Pembuatan Elektroda Selektif Ion Cu(II) dari Kitosan-Polietilen Oksida**, *Jurnal Penelitian*, Universitas Sumatera Utara.
- Guerreiro, J.R.L., Sales, M.G.F., Moreira, F.T.C., Rebelo, T.S.R., 2011, **Selective Recognition in Potentiometric Transduction of Amoxicillin by Molecularly Imprinted Materials**, *European Food Research and Technology*, 232(1): 39-50.
- Harmita, 2004, **Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya**, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3): 117-135.
- Iles, R.A, Hind A.J, Chalmers R.A., 1985, **Use of Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy in Detection and Study of Organic Acidurias**, *Clinical Chemistry*, 31: 1795-801.
- Javanbakht, M., Fard, S.E., Mohammadi, A., Abdouss, M., Ganjali, M.R., Norouzi, P., Safaraliev, L., 2008, **Molecularly Imprinted Polymer Based Potentiometric Sensor for the Determination of Hydroxyzine in Tablets and Biological Fluids**, *Analytica Chimica Acta*, 31: 65-74.
- Jeffery, G.H., Basset, J., Mendham, J., Denney, R. C., 1989, *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*, Longman Scientific and Technical, London.
- Jones, D.P., Borsheim, E., Wolfe R.R., 2004, **Potential Ergogenic Effect of Arginine and Creatine Supplementation**, *Journal of Nutrition*, 10: 134.
- Kembaren, A., 2013, **Pembuatan ESI Pb²⁺ Menggunakan Membran dari Campuran PbS, PVC, dan DBP**, *Jurnal penelitian*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Medan.
- Lakshmi, D., Prasad, B.B., Sharma, P.S., 2006, **Creatinine Sensor Based On A Molecularly Imprinted Polymer-Modified Hanging Mercury Drop Electrode**, *Talanta*, 70: 272-280.
- Lakshmi, D., Sharma, P.S., Prasad, B.B., 2007, **Imprinted Polymer-Modified Hanging Mercury Drop Electrode For Differential Pulse Cathodic Stripping Voltammetric Analysis of Creatine**, *Biosensor and Bioelectronic*, 22: 3302-3308.

- Lifeng, L., Liang, Y., Liu, Y., 2013, **Designing of Molecularly Imprinted Polymer-based Potentiometric Sensor for the Determination of Heparin**, *Analytical Biochemistry*, 43: 242-246.
- Maddu, A., Wahyudi, S.T., Kurniati, M., 2008, **Sintesis dan Karakterisasi Nanoserat Polianilin**, *Jurnal Nanosains & Nanopartikel*, 1(2): 74-78.
- Monk, P.S., 2001, *Fundamentals of Electroanalytical Chemistry*, John Wiley & Sons, Inc., England.
- Nikita, M.C.P., 2012, **Pengembangan Sensor Voltammetrik Kreatin Melalui Modifikasi Elektroda Hanging Mercury Drop dengan Molecularly Imprinted Polianilin**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- O'Neil, M.J., 2013, *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemical, Drug, and Biologicals*, 15th edition, Merck and Co., Inc., Whitehouse Station, USA.
- Piletsky, S.A., Turner, A.P.F., 2002, **Electrochemical Sensor Based on Molecularly Imprinted Polymer**, *Electroanalysis*, 14: 317-323.
- Pradhan, S., 2011, **Production and Characterization of Activated Carbon Produced from A Suitable Industrial Sludge**, *Project report ON*, Departement of Chemical Engineering National Institute of Technology Rourkela.
- Puspitasari, E., 2012, **Pengembangan Sensor Voltammetrik Kreatin Melalui Modifikasi Elektroda Emas dengan Molecularly Imprinted Polianilin**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Rahmawati, M., 2015, **Pengembangan Elektroda Pasta Karbon-Imprinted Zeolit sebagai Sensor Potensiometri Kreatin**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Safi'i, F.F., and Mitarlis, 2013, **Pemanfaatan Limbah Padat Proses Sintesis Pembuatan Furfural dari Sekam Padi sebagai Arang Aktif**, *Jurnal Kimia*, 2: 1-9.

- Safitri, B.A., 2011, **Elektroda Pasta Karbon/Molecularly Imprinted Polymer (MIP) dengan Monomer Asam Metakrilat sebagai Sensor Potensiometri Melamin**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., 1992, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 6th Edition, Saunders College Publishing, USA.
- Sreenivasan, K., 2007, **Synthesis and Evaluation of Imprinted Polymers for Nucleic Acid Bases Using Aniline as a Monomer**, *Reactive & Funtional Polymers*, 67: 859-864.
- Taverniers, I., Loose M.D., Bockstaele V.E., 2004, **Trends in Quality in the Analytical Laboratory. II. Analytical Methode Validation and Quality Assurance**, *Trends in Analytical Chemistry*, 23 (8): 535-552.
- Vassos, B.H., Ewing, G.W., 1983, *Electroanalytical Chemistry*, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Widmann, F.K., 1995, *Clinical Interpretation of Laboratory Test*, EGC, Jakarta.
- Wijanarko, A., Atikah, Fardiyah, Q., 2013, **Pengaruh Ion Asing Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Cd (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA Serta Aplikasinya pada Penentuan Kadar Kadmium Dalam Air Sungai**, *Kimia Student Journal*, 2, 2.
- Yoonsun, M., Dobberpuhl, D., Dash, A.K., 2003, **A Simple HPLC Method With Pulsed EC Detection for the Analysis of Creatine**, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 32: 125-132.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Perhitungan dalam pembuatan larutan kreatin

a. Larutan induk kreatin 10^{-2} M

$$\begin{aligned}M &= \frac{\text{mol}}{V} \\10^{-2} &= \frac{\text{mol}}{1} \\ \text{mol} &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\10^{-2} &= \frac{\text{massa}}{149,18} \\ \text{massa} &= 10^{-2} \times 149,18 \\ \text{massa} &= \frac{1,4918 \text{ gram}}{1000 \text{ mL}} \\ &= \frac{0,14918 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \\ &= \frac{0,1492 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}\end{aligned}$$

b. Larutan kreatin 10^{-3} M sampai 10^{-8} M

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-3} M dari pengenceran larutan induk 10^{-2} M

$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\V_1 \times 10^{-2} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-3} \\V_1 &= 10,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-4} M dari pengenceran larutan induk 10^{-2} M

$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\V_1 \times 10^{-2} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-4} \\V_1 &= 1,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-5} M dari pengenceran larutan kreatin 10^{-3} M

$$\begin{aligned}V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\V_1 \times 10^{-3} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-5} \\V_1 &= 1,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-6} M dari pengenceran larutan kreatin 10^{-4} M

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 10^{-4} = 100 \text{ mL} \times 10^{-6}$$

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

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-7} M dari pengenceran larutan kreatin 10^{-5} M

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 10^{-5} = 100 \text{ mL} \times 10^{-7}$$

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

- Pembuatan larutan kreatin 10^{-8} M dari pengenceran larutan kreatin 10^{-6} M

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 10^{-6} = 100 \text{ mL} \times 10^{-8}$$

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

LAMPIRAN 2. Perhitungan dalam pembuatan larutan urea

a. Larutan induk urea 10^{-1} M

$$\begin{aligned}
 M &= \frac{mol}{V} \\
 10^{-1} &= \frac{mol}{1} \\
 mol &= \frac{massa}{Mr} \\
 10^{-1} &= \frac{massa}{60,07} \\
 massa &= 10^{-1} \times 60,07 \\
 massa &= \frac{6,0070 \text{ gram}}{1000 \text{ mL}} \\
 &= \frac{0,6007 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \\
 &= \frac{0,6007 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}
 \end{aligned}$$

b. Larutan urea 10^{-2} , 5×10^{-2} , dan 10^{-3} M

- Pembuatan larutan urea 10^{-2} M dari pengenceran larutan induk

10^{-1} M

$$\begin{aligned}
 V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\
 V_1 \times 10^{-1} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-2} \\
 V_1 &= 10,0 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan urea 5×10^{-2} M dari pengenceran larutan induk

10^{-1} M

$$\begin{aligned}
 V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\
 V_1 \times 10^{-1} &= 50 \text{ mL} \times 5 \times 10^{-2} \\
 V_1 &= 25,0 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan urea 10^{-3} M dari pengenceran larutan induk

10^{-1} M

$$\begin{aligned}
 V_1 \times N_1 &= V_2 \times N_2 \\
 V_1 \times 10^{-1} &= 100 \text{ mL} \times 10^{-3} \\
 V_1 &= 1,0 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

LAMPIRAN 3. Perhitungan dalam pembuatan larutan buffer

a. Pembuatan buffer asetat pH 4 dan 5

- Pembuatan larutan asam asetat 2 M

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

$$2 = \frac{\text{massa}}{60,06} \times \frac{1000}{100,0 \text{ mL}}$$

$$2 = \frac{10 \text{ massa}}{60,06}$$

$$12,0120 \text{ g} = \text{massa}$$

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

$$1,049 = \frac{12,0120}{V}$$

$$V = 12,6006 \text{ ml}$$

- Pembuatan larutan natrium asetat 2 M

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

$$2 = \frac{\text{massa}}{82,04} \times \frac{1000}{100,0 \text{ mL}}$$

$$2 = \frac{10 \text{ massa}}{82,04}$$

$$16,4080 \text{ g} = \text{massa}$$

- Pembuatan larutan pH 4

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

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

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

$$4 = -\log 1,75 \times 10^{-5} + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$4 = 5 - \log 1,75 + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$4 - (5 - \log 1,75) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$4 - (5 - 0,24304) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$4 - (4,75696) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$-0,75696 = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$10^{-0,75696} = \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$0,17500 = \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$[CH_3COONa] = 0,17500 \times [CH_3COOH]$$

$$\frac{n \text{ CH}_3\text{COONa}}{50 \text{ mL}} = 0,17500 \times \frac{n \text{ CH}_3\text{COOH}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17500 \times n \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$(2M \times V) \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17500 \times (2M \times V) \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 0,17500 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} + V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} + 0,17500 V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 50 \text{ mL}$$

$$1,17500 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{50 \text{ mL}}{1,17500 \text{ mL}}$$

$$= 42,55319 \text{ mL} \approx 43 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 0,17500 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$= 0,17500 \times 42,55319 \text{ mL}$$

$$= 7,44680 \text{ mL} \approx 7 \text{ mL}$$

▪ Pembuatan larutan pH 5

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

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

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

$$5 = -\log 1,75 \times 10^{-5} + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 = 5 - \log 1,75 + \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 - (5 - \log 1,75) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 - (5 - 0,24304) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$5 - (4,75696) = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$0,24304 = \log \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$10^{0,24304} = \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$1,75001 = \frac{[CH_3COONa]}{[CH_3COOH]}$$

$$[CH_3COONa] = 1,75001 \times [CH_3COOH]$$

$$\frac{n \text{ CH}_3\text{COONa}}{50 \text{ mL}} = 1,75001 \times \frac{n \text{ CH}_3\text{COOH}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COONa} = 1,75001 \times n \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$(2M \times V) \text{ CH}_3\text{COONa} = 1,75001 \times (2M \times V) \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 1,75001 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} + V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} + 1,75001 V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 50 \text{ mL}$$

$$2,75001 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{50 \text{ mL}}{2,75001 \text{ mL}}$$

$$= 18,18175 \text{ mL} \approx 18 \text{ mL}$$

$$V_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 1,75001 \times V_{\text{CH}_3\text{COOH}}$$

$$= 1,75001 \times 18,18175 \text{ mL}$$

$$= 31,81824 \text{ mL} \approx 32 \text{ mL}$$

b. Pembuatan buffer fosfat pH 6, 7 dan 8

- Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M

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

$$2 = \frac{\text{massa}}{156,02} \times \frac{1000}{100,0 \text{ mL}}$$

$$2 = \frac{10 \text{ massa}}{156,02}$$

$$31,2040 \text{ g} = \text{massa}$$

- Pembuatan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M

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

$$2 = \frac{\text{massa}}{178} \times \frac{1000}{100,0 \text{ mL}}$$

$$2 = \frac{10 \text{ massa}}{178}$$

$$35,6000 \text{ g} = \text{massa}$$

- Pembuatan larutan pH 6

$$[H^+] = K_a \times \frac{[NaH_2PO_4]}{[Na_2HPO_4]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$pH = -\log K_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6 = -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6 = 8 - \log 6,12 + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6 - (8 - \log 6,12) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6 - (8 - 0,78675) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6 - (7,21325) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$-1,21325 = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$10^{-1,21325} = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$0,06120 = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$[NaH_2PO_4] = 0,06120 \times [Na_2HPO_4]$$

$$\frac{n \text{ NaH}_2\text{PO}_4}{50 \text{ mL}} = 0,06120 \times \frac{n \text{ Na}_2\text{HPO}_4}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 0,06120 \times n \text{ Na}_2\text{HPO}_4$$

$$(2M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 0,06120 \times (2M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4$$

$$V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 0,01620 \times V \text{ Na}_2\text{HPO}_4$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 + V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 + 0,01620 V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$1,01620 \times V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = \frac{50 \text{ mL}}{1,01620 \text{ mL}}$$

$$= 47,11647 \text{ mL} \approx 47 \text{ mL}$$

$$V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 0,01620 \times V \text{ Na}_2\text{HPO}_4$$

$$= 0,01620 \times 47,11647 \text{ mL}$$

$$= 2,88353 \text{ mL} \approx 3 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan pH 7

$$[H^+] = K_a \times \frac{[NaH_2PO_4]}{[Na_2HPO_4]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$pH = -\log K_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$7 = -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$7 = 8 - \log 6,12 + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$7 - (8 - \log 6,12) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$7 - (8 - 0,78675) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$7 - (7,21325) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$-0,21325 = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$10^{-0,21325} = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$0,61200 = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$[NaH_2PO_4] = 0,61200 \times [Na_2HPO_4]$$

$$\frac{n_{NaH_2PO_4}}{50 \text{ mL}} = 0,61200 \times \frac{n_{Na_2HPO_4}}{50 \text{ mL}}$$

$$n_{NaH_2PO_4} = 0,61200 \times n_{Na_2HPO_4}$$

$$(2M \times V)_{NaH_2PO_4} = 0,61200 \times (2M \times V)_{Na_2HPO_4}$$

$$V_{NaH_2PO_4} = 0,61200 \times V_{Na_2HPO_4}$$

$$V_{Na_2HPO_4} + V_{NaH_2PO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{Na_2HPO_4} + 0,61200 V_{Na_2HPO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$1,61200 \times V_{Na_2HPO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{Na_2HPO_4} = \frac{50 \text{ mL}}{1,61200 \text{ mL}}$$

$$= 31,01737 \text{ mL} \approx 31 \text{ mL}$$

$$V_{NaH_2PO_4} = 0,61200 \times V_{Na_2HPO_4}$$

$$= 0,01620 \times 31,01737 \text{ mL}$$

$$= 18,98263 \text{ mL} \approx 19 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan pH 8

$$[H^+] = K_a \times \frac{[NaH_2PO_4]}{[Na_2HPO_4]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$pH = -\log K_a + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$8 = -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$8 = 8 - \log 6,12 + \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$8 - (8 - \log 6,12) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$8 - (8 - 0,78675) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$8 - (7,21325) = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$0,78675 = \log \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$10^{0,78675} = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$6,11998 = \frac{[Na_2HPO_4]}{[NaH_2PO_4]}$$

$$[NaH_2PO_4] = 6,11998 \times [Na_2HPO_4]$$

$$\frac{n_{NaH_2PO_4}}{50 \text{ mL}} = 6,11998 \times \frac{n_{Na_2HPO_4}}{50 \text{ mL}}$$

$$n_{NaH_2PO_4} = 6,11998 \times n_{Na_2HPO_4}$$

$$(2M \times V)_{NaH_2PO_4} = 6,11998 \times (2M \times V)_{Na_2HPO_4}$$

$$V_{NaH_2PO_4} = 6,11998 \times V_{Na_2HPO_4}$$

$$V_{Na_2HPO_4} + V_{NaH_2PO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{Na_2HPO_4} + 6,11998 V_{Na_2HPO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$7,11998 \times V_{Na_2HPO_4} = 50 \text{ mL}$$

$$V_{Na_2HPO_4} = \frac{50 \text{ mL}}{7,11998 \text{ mL}}$$

$$= 7,02249 \text{ mL} \approx 7 \text{ mL}$$

$$V_{NaH_2PO_4} = 6,11998 \times V_{Na_2HPO_4}$$

$$= 6,11998 \times 7,02249 \text{ mL}$$

$$= 42,97750 \text{ mL} \approx 43 \text{ mL}$$

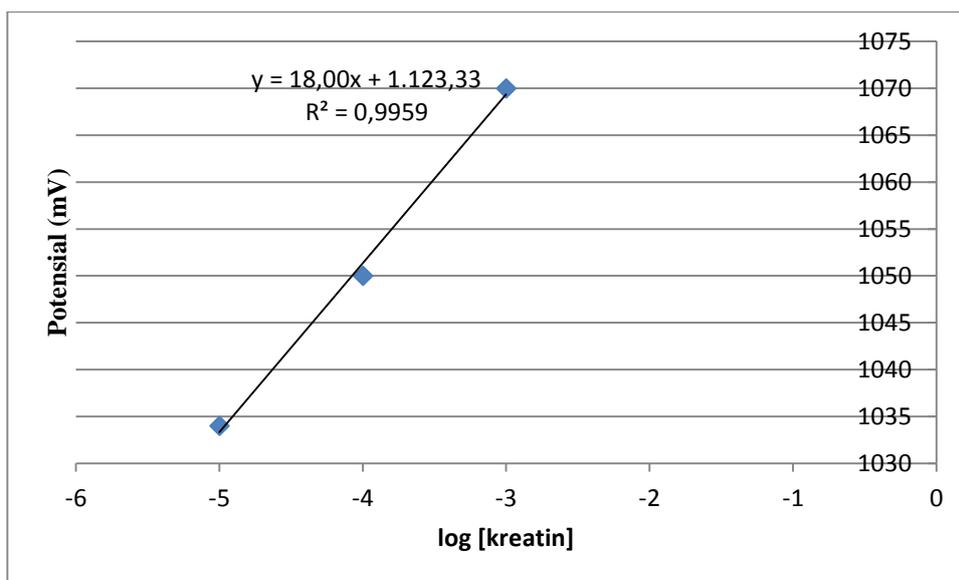
LAMPIRAN 4. Data potensial dan grafik hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/MIP (optimasi komposisi)

1. Elektroda 1 (E1*) dari karbon sebelum reaktivasi

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1027
10^{-7}	1025
10^{-6}	1057
10^{-5}	1034
10^{-4}	1050
10^{-3}	1070

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1*



Persamaan regresi

$$y = 18,00x + 1.123,33$$

slope = 18,00 = faktor Nernst

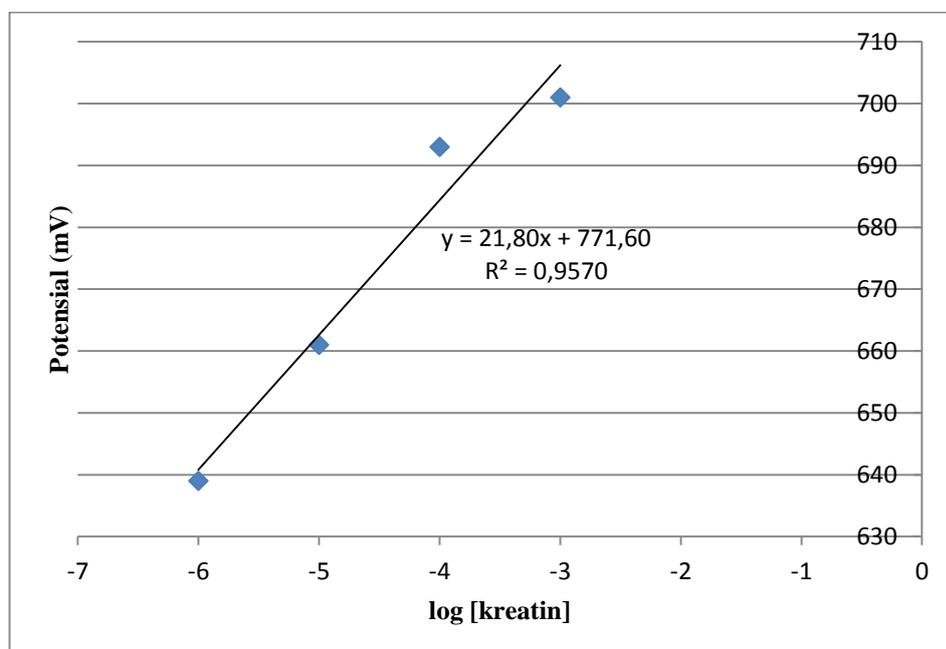
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9959

2. Elektroda 1 (E1) dari karbon hasil reaktivasi

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	765
10^{-7}	794
10^{-6}	639
10^{-5}	661
10^{-4}	693
10^{-3}	701

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = 21,80x + 771,60$$

slope = 21,80 = faktor Nernst

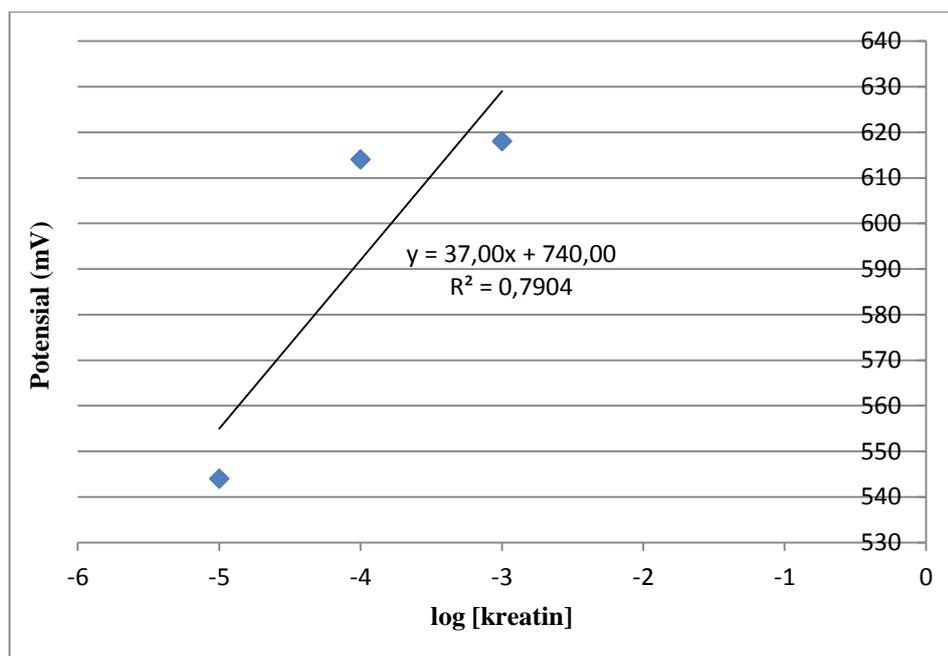
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9570

3. Elektroda 2 (E2)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	702
10^{-7}	683
10^{-6}	692
10^{-5}	544
10^{-4}	614
10^{-3}	618

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E2



Persamaan regresi

$$y = 37,00x + 740,00$$

slope = 37,00 = faktor Nernst

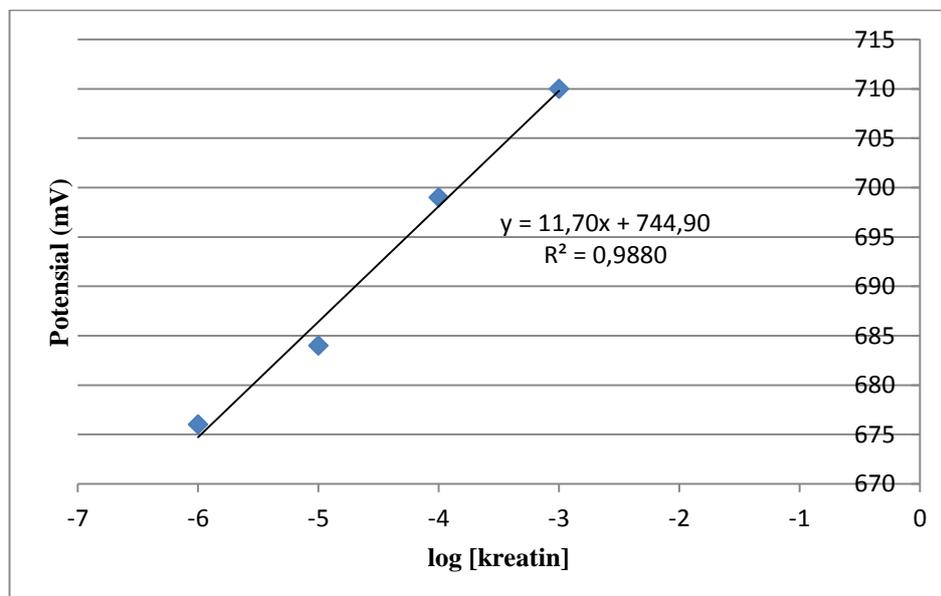
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,7904

4. Elektroda 3 (E3)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	702
10^{-7}	728
10^{-6}	676
10^{-5}	684
10^{-4}	699
10^{-3}	710

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 11,70x + 744,90$$

slope = 11,70 = faktor Nernst

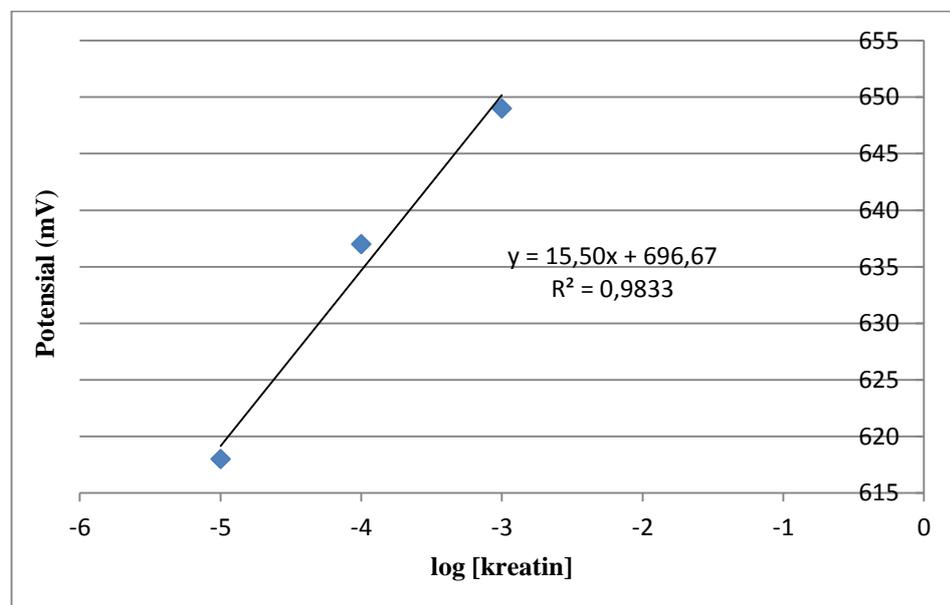
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9880

5. Elektroda 4 (E4)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	612
10^{-7}	635
10^{-6}	654
10^{-5}	618
10^{-4}	637
10^{-3}	649

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 15,50x + 696,67$$

slope = 15,50 = faktor Nernst

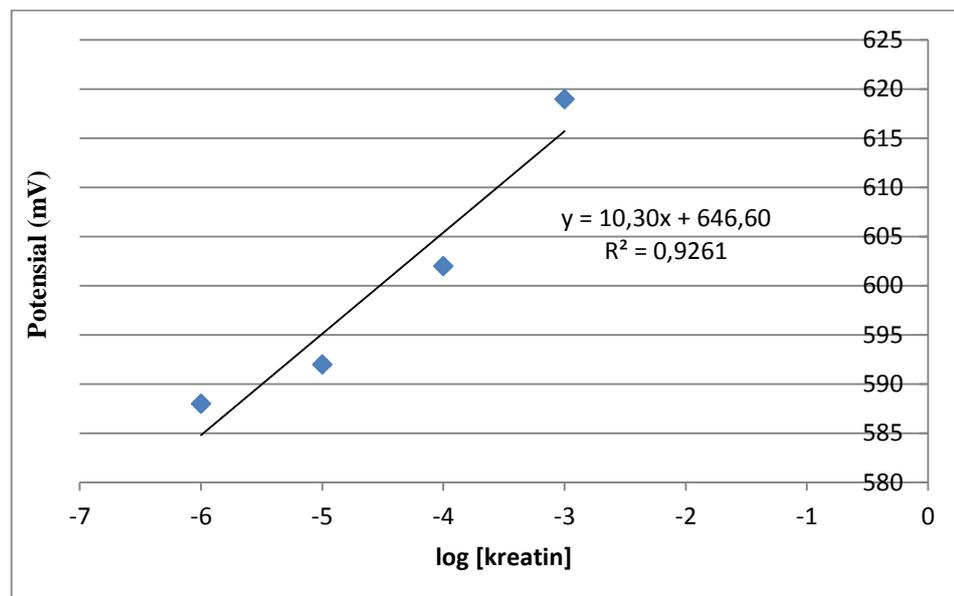
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9833

6. Elektroda 5 (E5)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	632
10^{-7}	592
10^{-6}	588
10^{-5}	592
10^{-4}	602
10^{-3}	619

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E5



Persamaan regresi

$$y = 10,30x + 646,60$$

slope = 10,30 = faktor Nernst

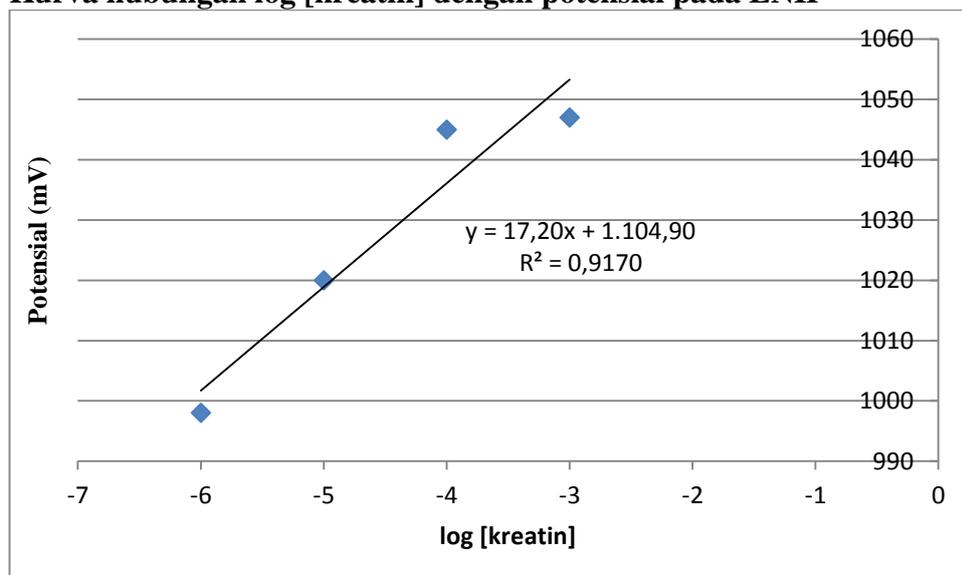
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9261

LAMPIRAN 5. Data potensial dan grafik dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/NIP (ENIP)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1005
10^{-7}	1012
10^{-6}	998
10^{-5}	1020
10^{-4}	1045
10^{-3}	1047

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada ENIP



Persamaan regresi

$$y = 17,20x + 1.104,90$$

slope = 17,20 = faktor Nernst

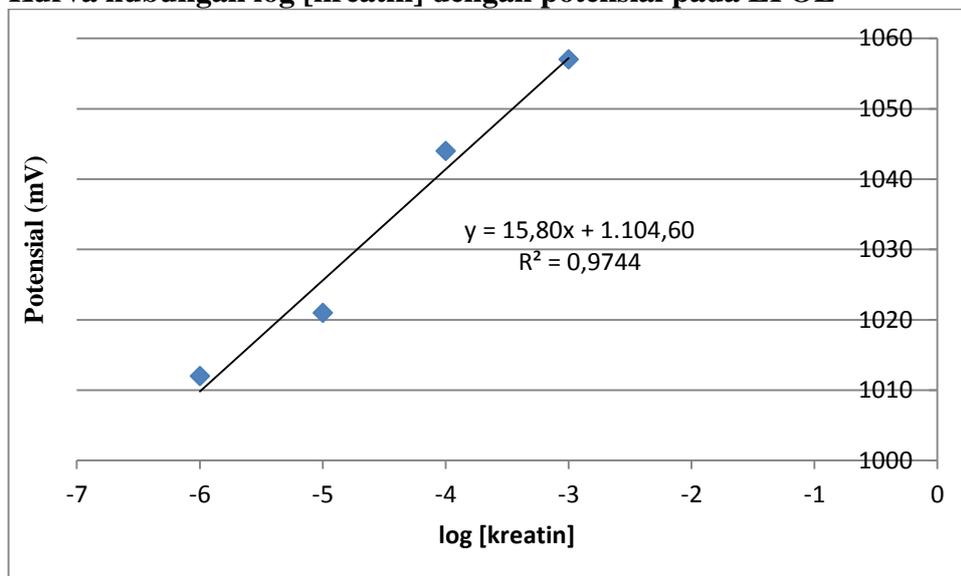
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9170

LAMPIRAN 6. Data potensial dan grafik dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda pasta karbon/polimer anilin (EPOL)

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1033
10^{-7}	1051
10^{-6}	1012
10^{-5}	1021
10^{-4}	1044
10^{-3}	1057

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada EPOL



Persamaan regresi

$$y = 15,80x + 1.104,60$$

slope = 15,80 = faktor Nernst

r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9744

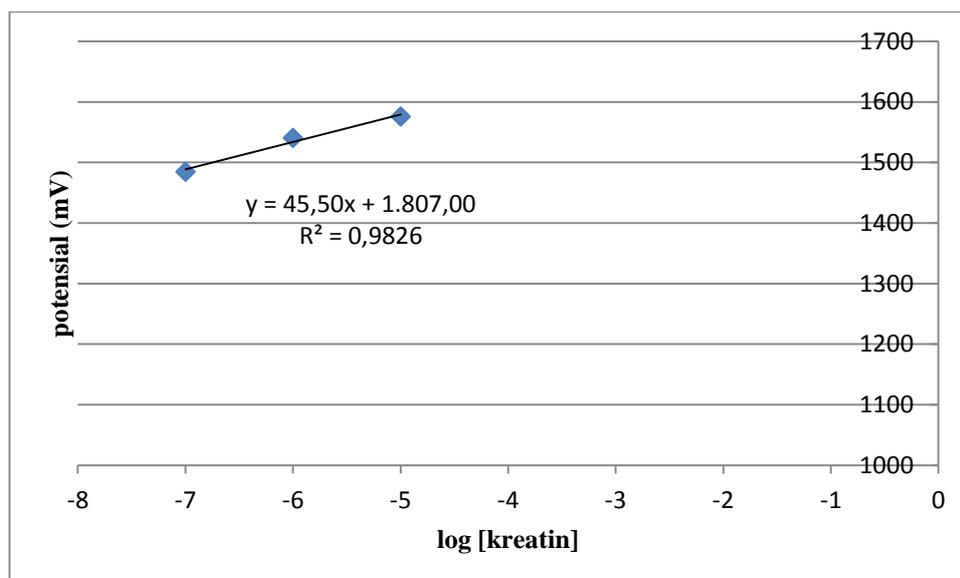
LAMPIRAN 7. Data potensial dan grafik dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E1 pada optimasi pH

1. Elektroda 1 (E1) pada pH 4

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1490
10^{-7}	1485
10^{-6}	1541
10^{-5}	1576
10^{-4}	1596
10^{-3}	1522

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = 45,50x + 1.807,00$$

slope = 45,50 = faktor Nernst

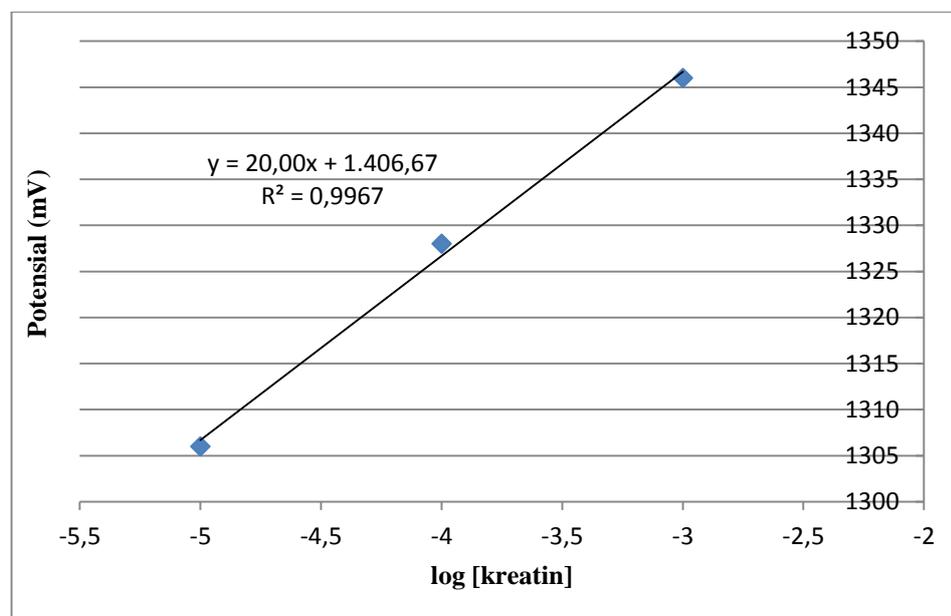
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9826

2. Elektroda 1 (E1) pada pH 5

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1251
10^{-7}	1214
10^{-6}	1311
10^{-5}	1206
10^{-4}	1328
10^{-3}	1346

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = 20,00x + 1.406,67$$

slope = 20,00 = faktor Nernst

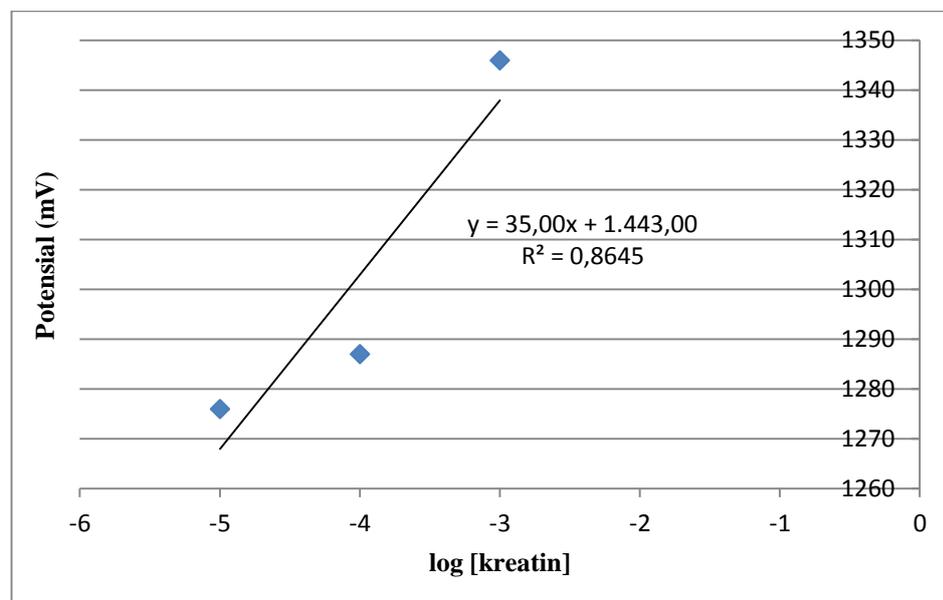
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9967

3. Elektroda 1 (E1) pada pH 6

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1362
10^{-7}	1301
10^{-6}	1389
10^{-5}	1197
10^{-4}	1287
10^{-3}	1356

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = 35,00x + 1.443,00$$

slope = 35,090 = faktor Nernst

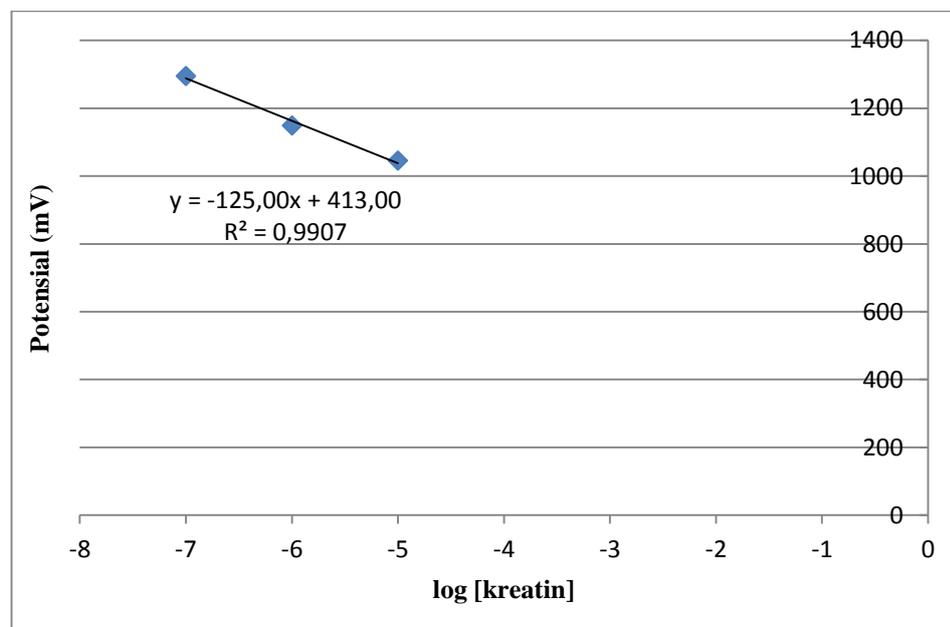
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,98645

4. Elektroda 1 (E1) pada pH 7

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1295
10^{-7}	1295
10^{-6}	1149
10^{-5}	1045
10^{-4}	1047
10^{-3}	1264

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = -125,00x + 413,00$$

slope = -125,00 = faktor Nernst

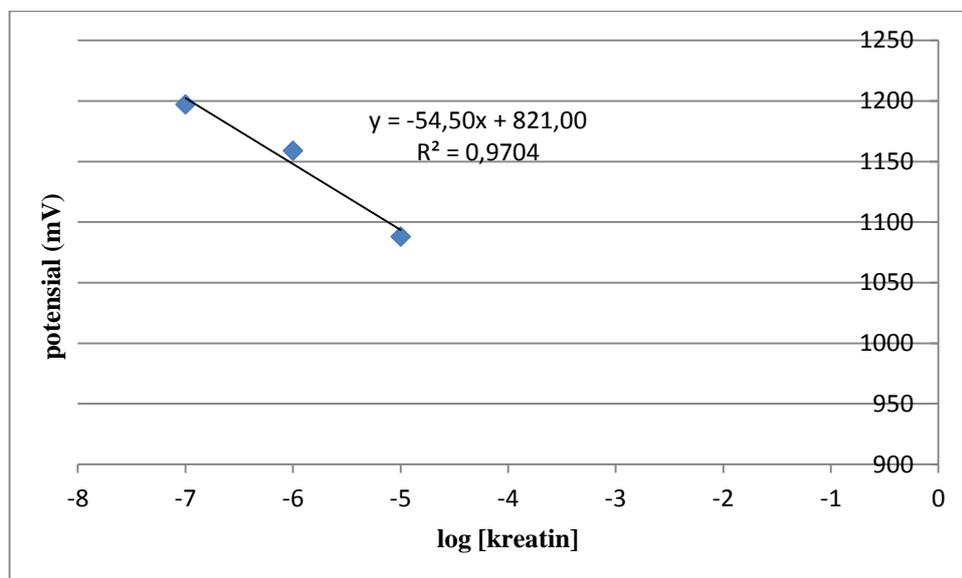
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9907

5. Elektroda 1 (E1) pada pH 8

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1184
10^{-7}	1197
10^{-6}	1159
10^{-5}	1088
10^{-4}	1048
10^{-3}	1052

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E1



Persamaan regresi

$$y = -54,50x + 821,00$$

slope = -54,50 = faktor Nernst

r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9704

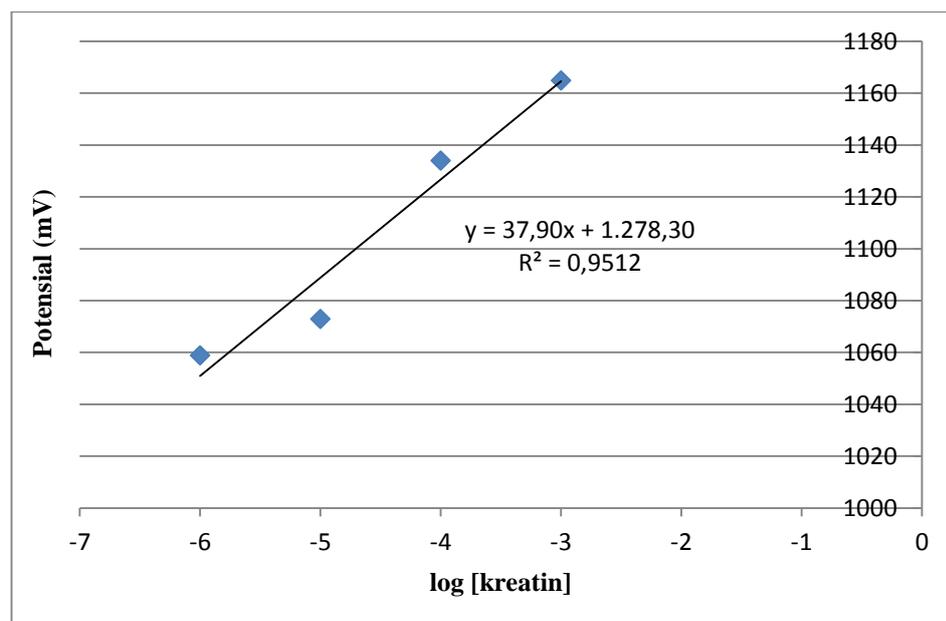
LAMPIRAN 8. Data potensial dan grafik dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E3 pada optimasi pH

1. Elektroda 3 (E3) pada pH 4

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1132
10^{-7}	1141
10^{-6}	1059
10^{-5}	1073
10^{-4}	1134
10^{-3}	1165

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 37,90x + 1.278,30$$

slope = 37,90 = faktor Nernst

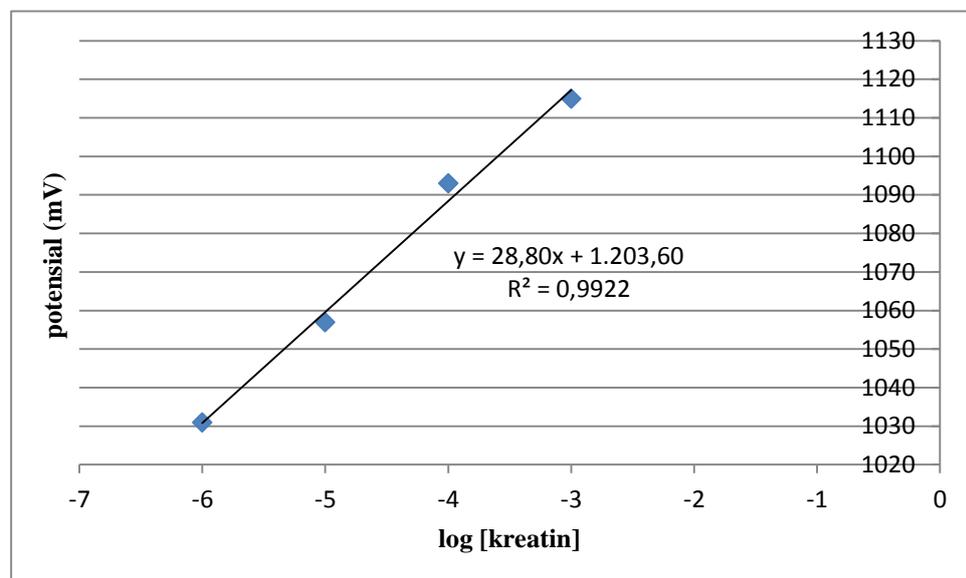
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9512

2. Elektroda 3 (E3) pada pH 5

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1068
10^{-7}	989
10^{-6}	1031
10^{-5}	1057
10^{-4}	1093
10^{-3}	1115

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 28,80 + 1.203,60$$

slope = 28,80 = faktor Nernst

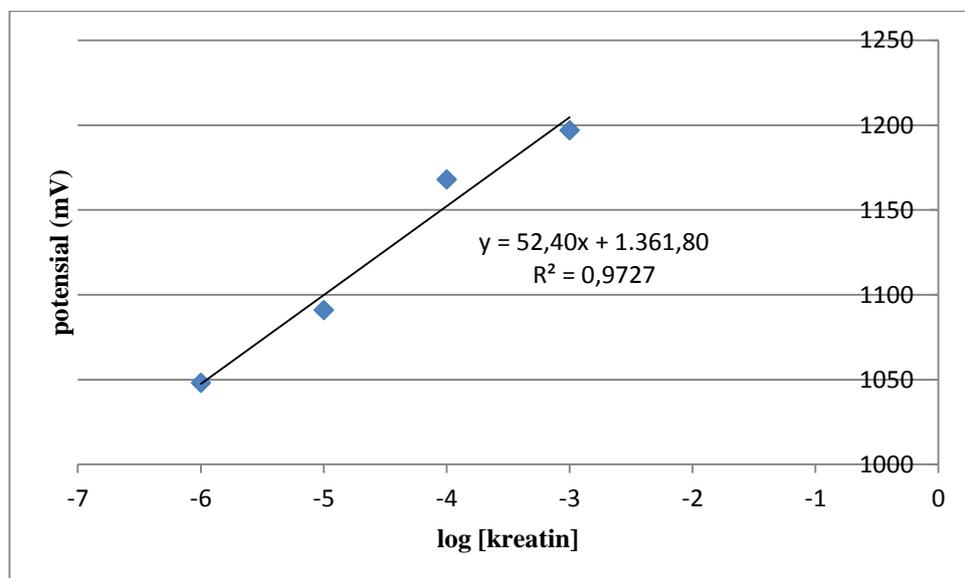
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9922

3. Elektroda 3 (E3) pada pH 6

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1034
10^{-7}	1028
10^{-6}	1048
10^{-5}	1091
10^{-4}	1168
10^{-3}	1197

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 52,40 + 1.361,80$$

slope = 52,40 = faktor Nernst

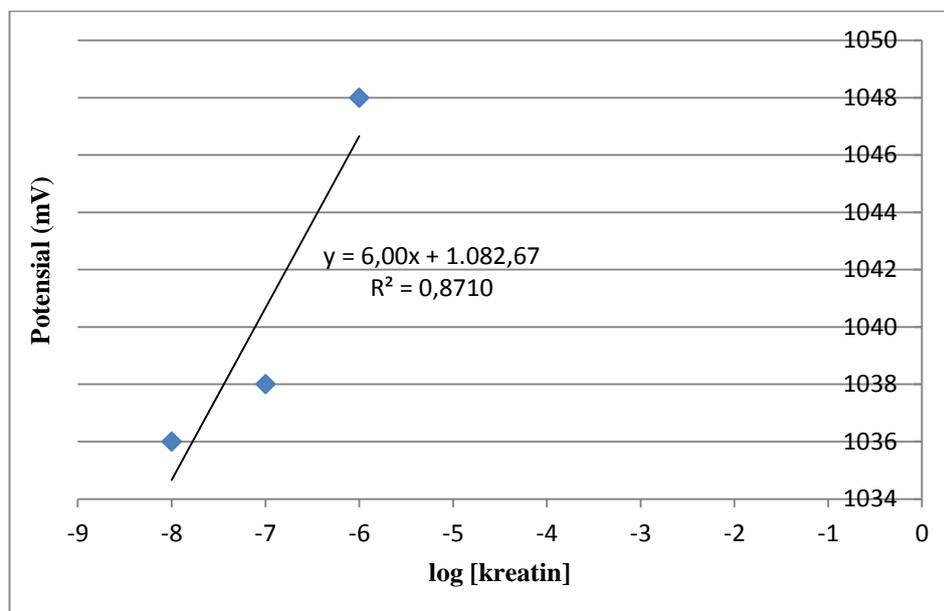
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9727

4. Elektroda 3 (E3) pada pH 7

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1036
10^{-7}	1038
10^{-6}	1048
10^{-5}	1106
10^{-4}	1066
10^{-3}	1074

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 6,00 + 1.082,67$$

slope = 6,00 = faktor Nernst

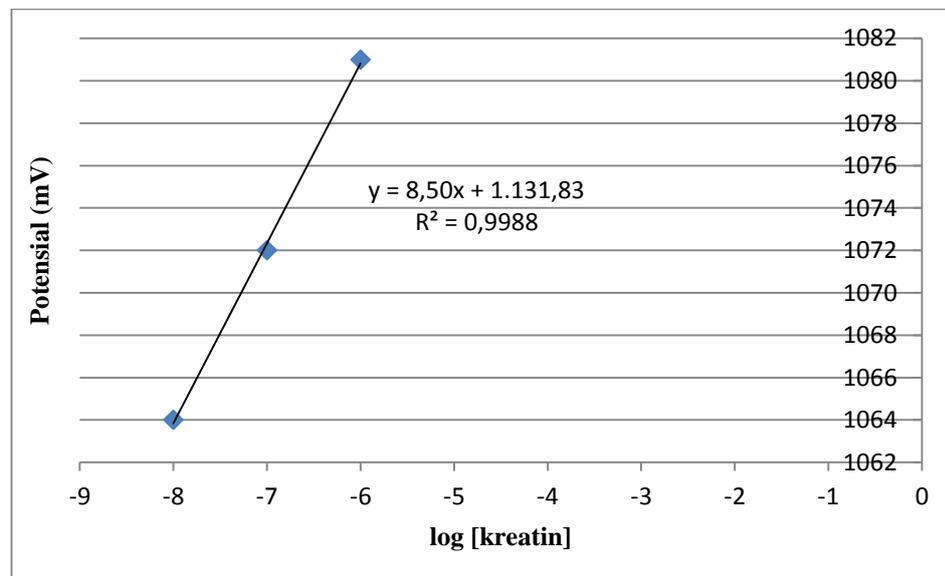
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,8710

5. Elektroda 3 (E3) pada pH 8

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1064
10^{-7}	1072
10^{-6}	1081
10^{-5}	1125
10^{-4}	1071
10^{-3}	1127

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E3



Persamaan regresi

$$y = 8,50x + 1.131,83$$

slope = 8,50 = faktor Nernst

r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9988

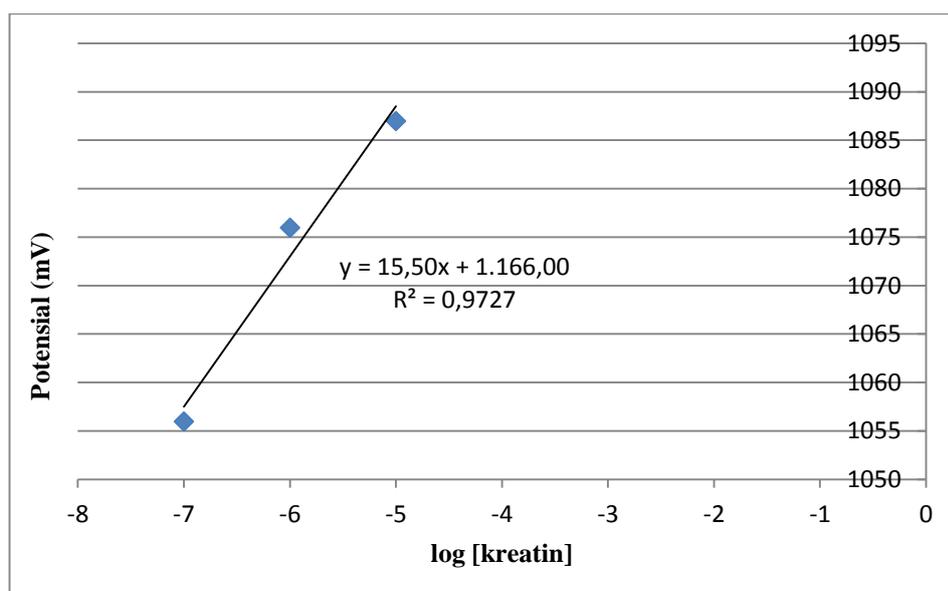
LAMPIRAN 9. Data potensial dan grafik dari hasil pengukuran larutan kreatin dengan elektroda E4 pada optimasi pH

1. Elektroda 4 (E4) pada pH 4

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1071
10^{-7}	1056
10^{-6}	1076
10^{-5}	1087
10^{-4}	1077
10^{-3}	1048

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 15,50x + 1.166,00$$

slope = 15,50 = faktor Nernst

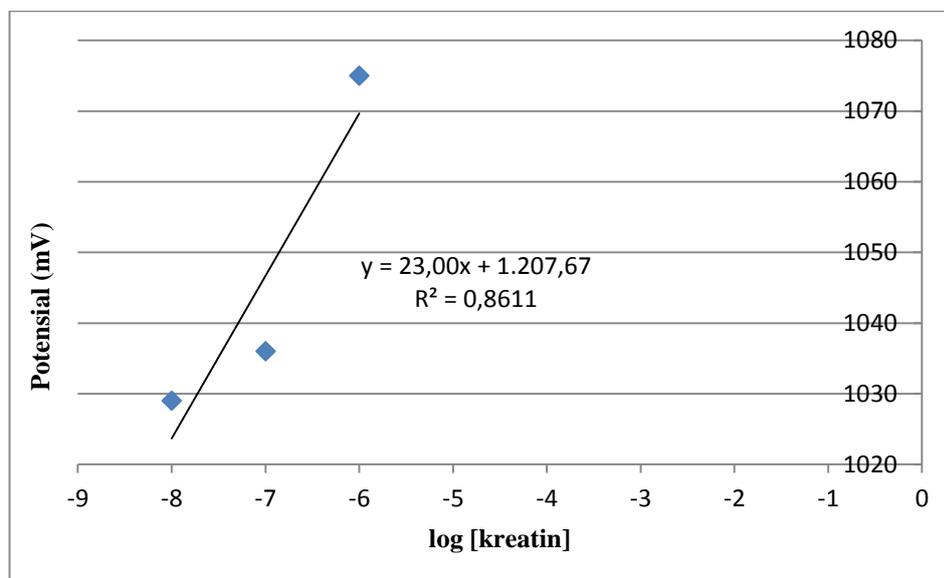
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9727

2. Elektroda 4 (E4) pada pH 5

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1029
10^{-7}	1036
10^{-6}	1075
10^{-5}	1045
10^{-4}	1046
10^{-3}	1076

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 23,00x + 1.207,67$$

slope = 23,00 = faktor Nernst

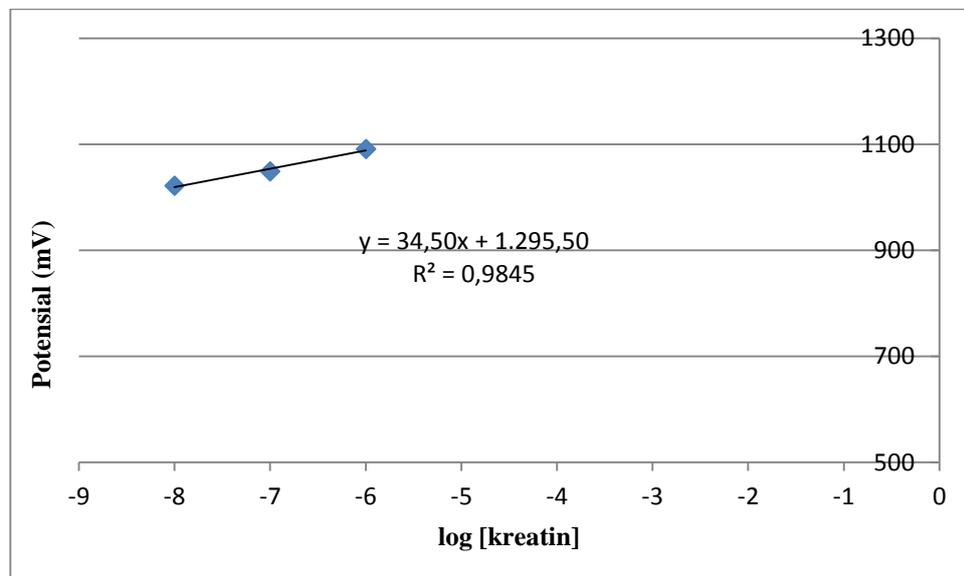
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,8611

3. Elektroda 4 (E4) pada pH 6

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1022
10^{-7}	1049
10^{-6}	1091
10^{-5}	1181
10^{-4}	1050
10^{-3}	1028

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 34,50x + 1.295,50$$

slope = 34,50 = faktor Nernst

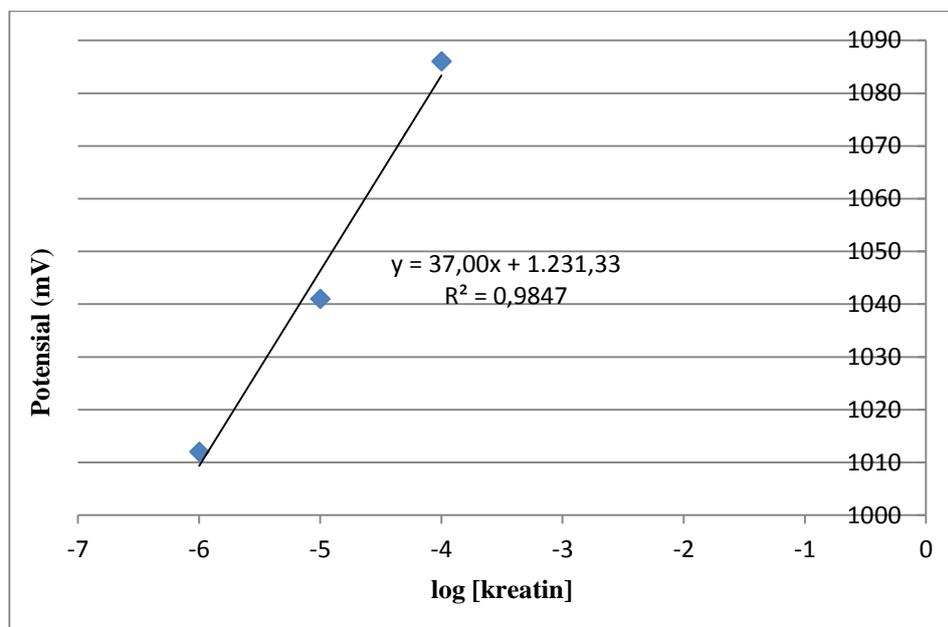
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9845

4. Elektroda 4 (E4) pada pH 7

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1033
10^{-7}	1041
10^{-6}	1012
10^{-5}	1041
10^{-4}	1086
10^{-3}	1037

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 37,00x + 1.231,33$$

slope = 37,00 = faktor Nernst

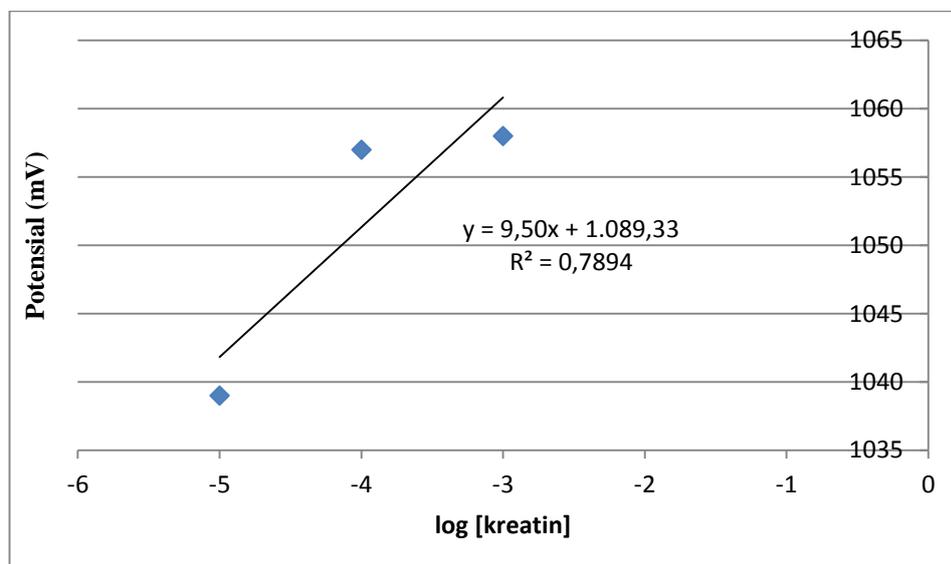
r = koefisien korelasi = R^2 = linieritas = 0,9847

5. Elektroda 4 (E4) pada pH 8

a. Data potensial larutan kreatin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1035
10^{-7}	1055
10^{-6}	1042
10^{-5}	1039
10^{-4}	1057
10^{-3}	1058

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial pada E4



Persamaan regresi

$$y = 9,50x + 1.089,33$$

slope = 9,50 = faktor Nernst

r = koefisien korelasi = linieritas = 0,7894

LAMPIRAN 10. Perhitungan jangkauan pengukuran elektroda

1. Jangkauan pengukuran E3

a) Konsentrasi 10^{-6} - 10^{-3} M + KCl + pH 5

x	y	xy	x ²	x- \bar{x}	y- \bar{y}	(x- \bar{x})(y- \bar{y})	(x- \bar{x}) ²	(y- \bar{y}) ²
-6	1084	-6504	36	-1,5	-51	76,5	2,25	2601
-5	1128	-5640	25	-0,5	-7	3,5	0,25	49
-4	1154	-4616	16	0,5	19	9,5	0,25	361
-3	1174	-3522	9	1,5	39	58,5	2,25	1521
$\Sigma x =$ -18	$\Sigma y =$ 4540	$\Sigma xy =$ -20282	$\Sigma x^2 =$ 86	$\Sigma x - \bar{x}$ = 0	$\Sigma y - \bar{y}$ = 0	$\Sigma (x - \bar{x})(y - \bar{y}) =$ 148	$\Sigma (x - \bar{x})^2 =$ 5	$\Sigma (y - \bar{y})^2 =$ 4532
$\bar{x} = -4,5$		$\bar{y} = 1135$						

- Menentukan persamaan regresi linier

Slope :

$$b = \frac{n \Sigma xy - \Sigma x \Sigma y}{n \Sigma x^2 - (\Sigma x)^2} = \frac{4(-20282) - (-18)(4540)}{4(86) - 324} = \frac{592}{20} = 29,60$$

Intercept :

$$a = \frac{\Sigma y - b \Sigma x}{n} = \frac{(4540) - (29,60)(-18)}{4} = \frac{5072,8}{4} = 1268,20$$

Jadi, persamaan regresi liniernya adalah :

$$y = bx + a$$

$$y = 29,60x + 1268,20$$

Maka, faktor Nernst = b = 29,60

- Menentukan Linieritas

$$r = \frac{\Sigma \{(x - \bar{x})(y - \bar{y})\}}{\{[\Sigma (x - \bar{x})^2][\Sigma (y - \bar{y})^2]\}^{1/2}} = \frac{148}{\sqrt{(5)(4532)}} = 0,98318$$

$$r^2 = R^2 = 0,98318^2 = 0,9666$$

LAMPIRAN 11. Perhitungan Limit deteksi

- **Persamaan linier : $y = 29,60x + 1268,20$**
- **Persamaan *non* linier : $y = 21,50 x^2 + 294,5x + 2077$**

x	y	x ²	x ³	x ⁴	xy	x ² y
-8	1097	64	-512	4096	-8776	70208
-7	1069	49	-343	2401	-7483	52381
-6	1084	36	-216	1296	-6504	39024
Σx = -21	Σy = 3250	Σx² = 149	Σx³ = -1071	Σx⁴ = 7793	Σxy = -22763	Σx²y = 161613

$$1. Nb_0 + b_1\Sigma x + b_2\Sigma x^2 = \Sigma y$$

$$3b_0 - 21b_1 + 149b_2 = 3250 \quad (1)$$

$$2. b_0\Sigma x + b_1\Sigma x^2 + b_2\Sigma x^3 = \Sigma xy$$

$$-21b_0 + 149b_1 - 1071b_2 = -22763 \quad (2)$$

$$3. b_0\Sigma x^2 + b_1\Sigma x^3 + b_2\Sigma x^4 = \Sigma x^2y$$

$$149b_0 - 1071b_1 + 7793b_2 = 161613 \quad (3)$$

Mengeliminasi persamaan 1 dan 2

$$\begin{array}{r|l}
 3b_0 - 21b_1 + 149b_2 = 3250 & \times 7 \quad 21b_0 - 147b_1 + 1043b_2 = 22750 \\
 -21b_0 + 149b_1 - 1071b_2 = -22763 & \times 1 \quad -21b_0 + 149b_1 - 1071b_2 = -22763 \\
 \hline
 & 2b_1 - 28b_2 = -13 \quad (4)
 \end{array}$$

Mengeliminasi persamaan 3 dan 1

$$\begin{array}{r|l}
 149b_0 - 1071b_1 + 7793b_2 = 161613 & \times 3 \quad 447b_0 - 3213b_1 + 23379b_2 = 484839 \\
 3b_0 - 21b_1 + 149b_2 = 3250 & \times 149 \quad 447b_0 - 3129b_1 + 22201b_2 = 484250 \\
 \hline
 & -84b_1 + 1178b_2 = 589 \quad (5)
 \end{array}$$

Mengeliminasi persamaan 4 dan 5

$$\begin{array}{r|l}
 2b_1 - 28b_2 = -13 & \times 42 \quad 84b_1 - 1176b_2 = -546 \\
 -84b_1 + 1169b_2 = 589 & \times 1 \quad -84b_1 + 1178b_2 = 589 + \\
 \hline
 & 2b_2 = 43 \\
 & b_2 = 21,50
 \end{array}$$

$$\begin{array}{r}
 2b_1 - 28b_2 = -13 \\
 2b_1 - 28(21,50) = -13 \\
 2b_1 - 602 = -13 \\
 2b_1 = -13 + 602 \\
 b_1 = 294,50
 \end{array}
 \qquad
 \begin{array}{r}
 3b_0 - 21b_1 + 149b_2 = 3250 \\
 3b_0 - 21(294,50) + 149(21,50) = 3250 \\
 3b_0 - 6184,50 + 3203,5 = 3250 \\
 3b_0 - 2981 = 3250 \\
 b_0 = 2077
 \end{array}$$

Perhitungan Limit deteksi

$$\begin{array}{r}
 y_1 = y_2 \\
 21,50 x^2 + 294,50x + 2077 = 29,60x + 1268,20 \\
 21,50 x^2 + 294,50x - 29,60x + 2077 - 1268,20 = 0 \\
 21,50 x^2 + 264,90x + 808,8 = 0
 \end{array}$$

$$\begin{aligned}
 x &= \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} = \frac{-264,90 \pm \sqrt{(264,90)^2 - 4(21,50)(808,8)}}{2(21,50)} \\
 &= \frac{-264,90 \pm \sqrt{70172,01 - 69488}}{43} \\
 &= \frac{-264,90 \pm \sqrt{684,01}}{43} \\
 &= \frac{-264,90 \pm 26,15}{43}
 \end{aligned}$$

$$x_1 = \frac{-264,90 + 26,15}{43} = -5,55$$

$$\text{Log } C = -5,55$$

$$C = 2,82 \times 10^{-6} \text{ M}$$

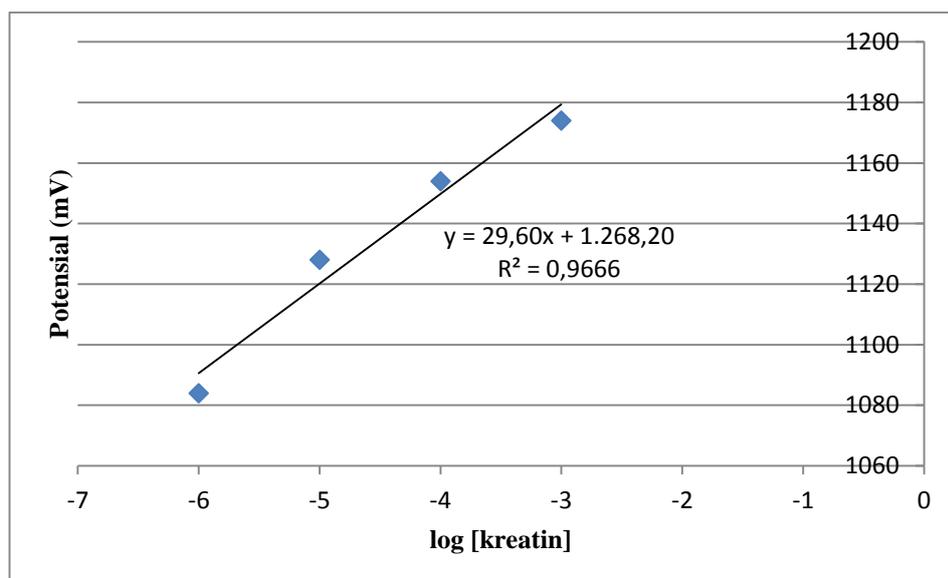
$$x_2 = \frac{-264,90 - 26,15}{43} = -6,77$$

$$\text{Log } C = -6,77$$

$$C = 1,70 \times 10^{-7} \text{ M}$$

LAMPIRAN 12. Perhitungan Koefisien selektivitas**1. Kurva standar larutan kreatin****a. Data potensial larutan kreatin**

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	1097
10^{-7}	1069
10^{-6}	1084
10^{-5}	1128
10^{-4}	1154
10^{-3}	1174

b. Kurva hubungan log [kreatin] dengan potensial

2. Data pengukuran koefisien selektivitas

- Data potensial kreatin dalam matriks urea menggunakan E1

Konsentrasi larutan (M)	Potensial (\bar{E})			\bar{E}
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	Pengulangan 3	
5×10^{-3}	1034	1039	1037	1036,7
10^{-4}	1004	1009	1012	1008,3
10^{-5}	996	992	996	994,7

- Data potensial kreatin dalam matriks urea menggunakan E3

Konsentrasi larutan (M)	Potensial (\bar{E})			\bar{E}
	Pengulangan 1	Pengulangan 2	Pengulangan 3	
5×10^{-3}	1007	1013	1018	1012,7
10^{-4}	980	984	987	983,7
10^{-5}	971	972	971	971,3

3. Perhitungan

➤ Perhitungan koefisien selektivitas elektroda terhadap kreatin dalam matriks urea menggunakan E1

1) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 5×10^{-3} M

$$\begin{aligned} K_{i,j} &= \frac{a_i x \left(10^{\frac{E_2 - E_1}{s}} - 1\right)}{a_j^n / x} \\ &= \frac{10^{-4} \left(10^{\frac{1036,7 - 1024}{29,6}} - 1\right)}{5 \times 10^{-3}} \\ &= \frac{10^{-4} x (10^{0,43} - 1)}{5 \times 10^{-3}} \\ &= 3,40 \times 10^{-2} \end{aligned}$$

2) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 10^{-4} M

$$\begin{aligned} K_{i,j} &= \frac{a_i x \left(10^{\frac{E_2 - E_1}{s}} - 1\right)}{a_j^n / x} \\ &= \frac{10^{-4} \left(10^{\frac{1008,3 - 1024}{29,6}} - 1\right)}{10^{-4}} \\ &= \frac{10^{-4} x (10^{-0,53} - 1)}{10^{-4}} \\ &= -0,70 \end{aligned}$$

3) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 10^{-5} M

$$\begin{aligned} K_{i,j} &= \frac{a_i x \left(10^{\frac{E_2 - E_1}{s}} - 1\right)}{a_j^n / x} \\ &= \frac{10^{-4} \left(10^{\frac{994,7 - 1024}{29,6}} - 1\right)}{10^{-5}} \\ &= \frac{10^{-4} x (10^{-0,99} - 1)}{10^{-5}} \\ &= -8,98 \end{aligned}$$

➤ Perhitungan koefisien selektivitas elektroda terhadap kreatin dalam matriks urea menggunakan E3

1) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 5×10^{-3} M

$$\begin{aligned} K_{i,j} &= \frac{a_i x \left(10^{\frac{E_2 - E_1}{s}} - 1\right)}{a_j^n / x} \\ &= \frac{10^{-4} \left(10^{\frac{1012,7,7 - 1042}{29,6}} - 1\right)}{5 \times 10^{-3}} \\ &= \frac{10^{-4} x (10^{-0,99} - 1)}{5 \times 10^{-3}} = -1,80 \times 10^{-2} \end{aligned}$$

2) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 10^{-4} M

$$K_{i,j} = \frac{ai \times (10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^n/x}$$

$$= \frac{10^{-4} (10^{\frac{983,7-1042}{29,6}} - 1)}{10^{-4}}$$

$$= \frac{10^{-4} x (10^{-1,97} - 1)}{10^{-4}}$$

$$= 0,99$$

3) Larutan kreatin 10^{-4} M + urea 10^{-5} M

$$K_{i,j} = \frac{ai \times (10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{aj^n/x}$$

$$= \frac{10^{-4} (10^{\frac{971,3-1042}{29,6}} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= \frac{10^{-4} x (10^{-2,39} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= -9,96$$

LAMPIRAN 13. Perhitungan presisi

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)	\bar{x}	$(x-\bar{x})$	$(x-\bar{x})^2$	Σ
10^{-6}	814	816	-2	4	8
	816		0	0	
	818		2	4	
10^{-5}	836	838	-2	4	14
	837		-1	1	
	841		3	9	
10^{-4}	862	862	0	0	8
	860		-2	4	
	864		2	4	
10^{-3}	908	907,3	0,7	0,49	8,67
	905		-2,3	5,29	
	909		1,7	2,89	

Untuk konsentrasi 10^{-6} M

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{8}{3-1}} = 2,00$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{2,00}{816} \times 100\% = 0,24 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-5} M

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{14}{3-1}} = 2,64$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{2,64}{838} \times 100\% = 0,32 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-4} M

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{8}{3-1}} = 2,00$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{2,00}{862} \times 100\% = 0,23 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-3} M

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{N-1}} = \sqrt{\frac{8,67}{3-1}} = 2,08$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{2,08}{907,3} \times 100\% = 0,23 \%$$

LAMPIRAN 14. Perhitungan akurasi

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
10^{-6}	1084
10^{-5}	1128
10^{-4}	1154
10^{-3}	1174

Untuk konsentrasi 10^{-6} M

$$\begin{aligned}
 y &= 29,60 x + 1268,20 \\
 1084 &= 29,60 x + 1268,20 \\
 29,60 x &= 1084 - 1268,20 \\
 x &= -6,22 = \log C \\
 [C] &= 0,60 \times 10^{-6}
 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Akurasi} = \frac{0,6 \times 10^{-6}}{10^{-6}} \times 100\% = 60 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-5} M

$$\begin{aligned}
 y &= 29,60 x + 1268,20 \\
 1128 &= 29,60 x + 1268,20 \\
 29,60 x &= 1128 - 1268,20 \\
 x &= -4,74 = \log C \\
 [C] &= 1,82 \times 10^{-5}
 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Akurasi} = \frac{1,82 \times 10^{-5}}{10^{-5}} \times 100\% = 182 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-4} M

$$\begin{aligned}
 y &= 29,60 x + 1268,20 \\
 1154 &= 29,60 x + 1268,20 \\
 29,60 x &= 1154 - 1268,20 \\
 x &= -3,86 = \log C \\
 [C] &= 1,38 \times 10^{-4}
 \end{aligned}$$

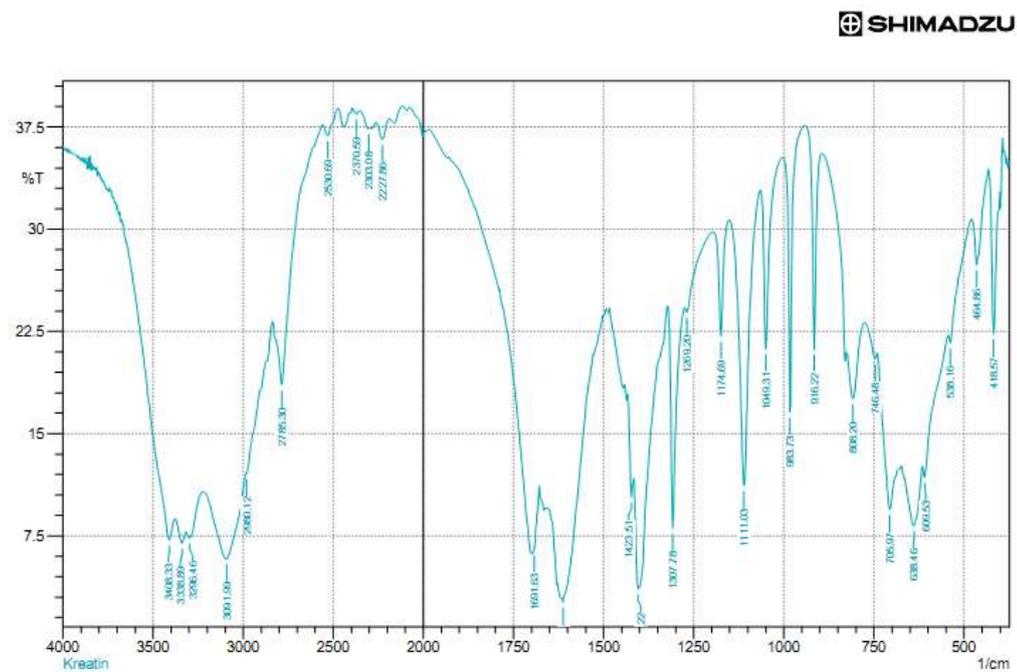
$$\% \text{ Akurasi} = \frac{1,38 \times 10^{-4}}{10^{-4}} \times 100\% = 138 \%$$

Untuk konsentrasi 10^{-3} M

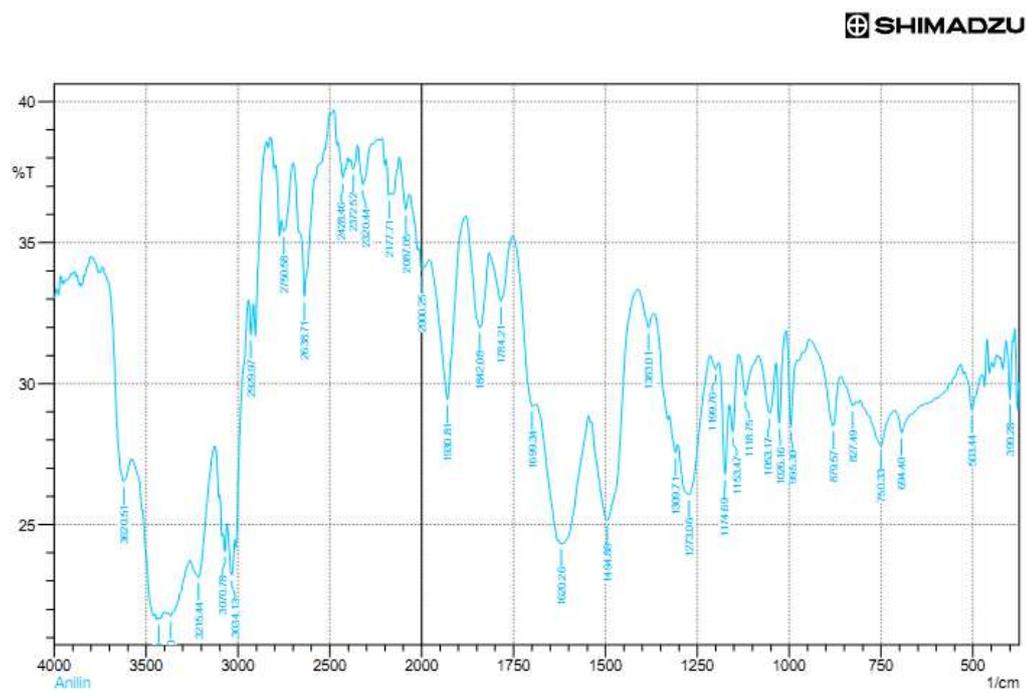
$$\begin{aligned}y &= 29,60 x + 1268,20 \\11744 &= 29,60 x + 1268,20 \\29,60 x &= 1174 - 1268,20 \\x &= -3,18 = \log C \\[C] &= 0,67 \times 10^{-3} \\ \\ \% \text{ Akurasi} &= \frac{0,67 \times 10^{-3}}{10^{-3}} \times 100\% = 67 \%\end{aligned}$$

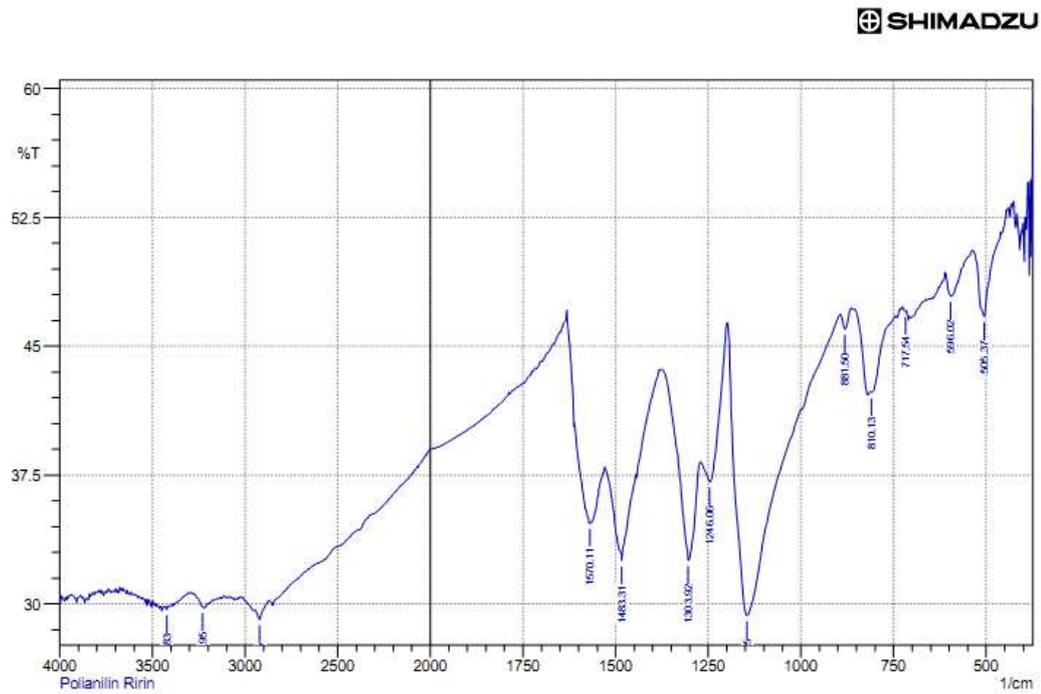
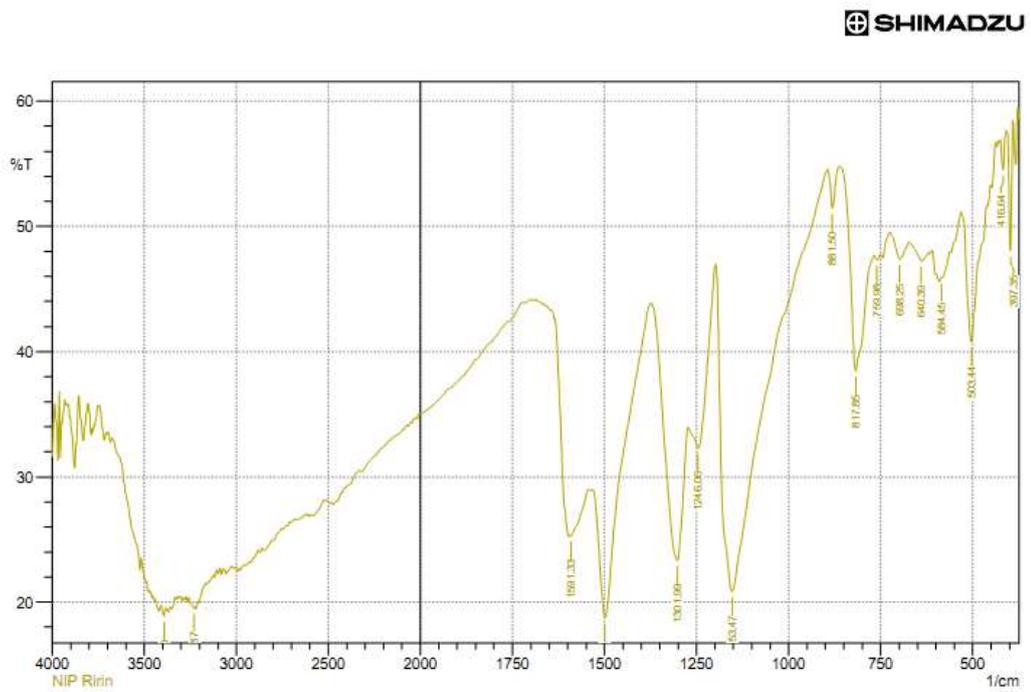
Lampiran 15. Hasil karakterisasi dengan FTIR

a. Hasil FTIR kreatin



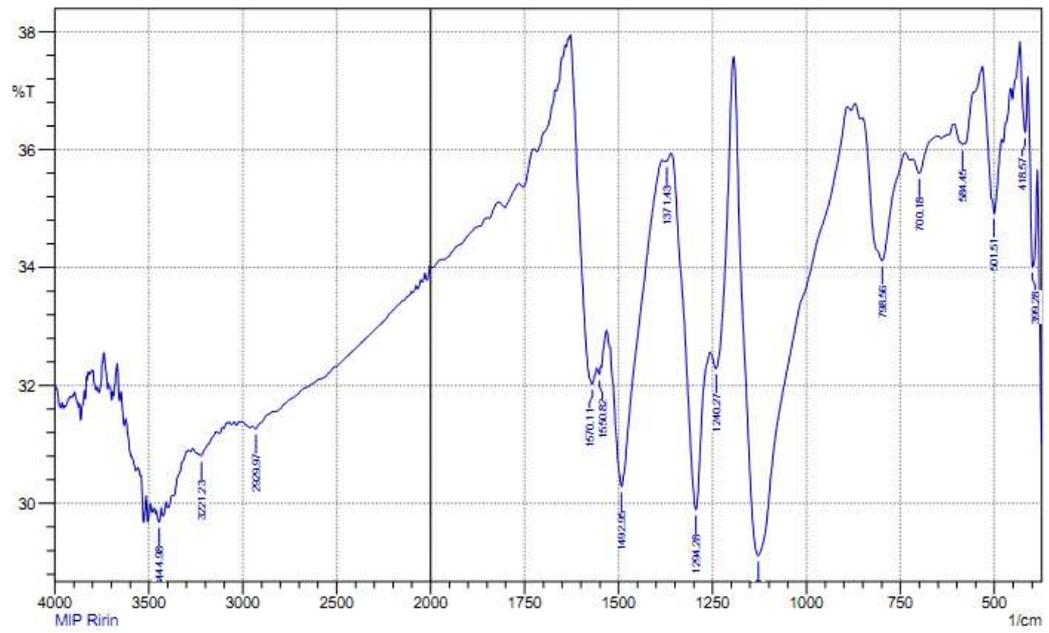
b. Hasil FTIR anilin



c. Hasil FTIR polianilin**d. Hasil FTIR NIP**

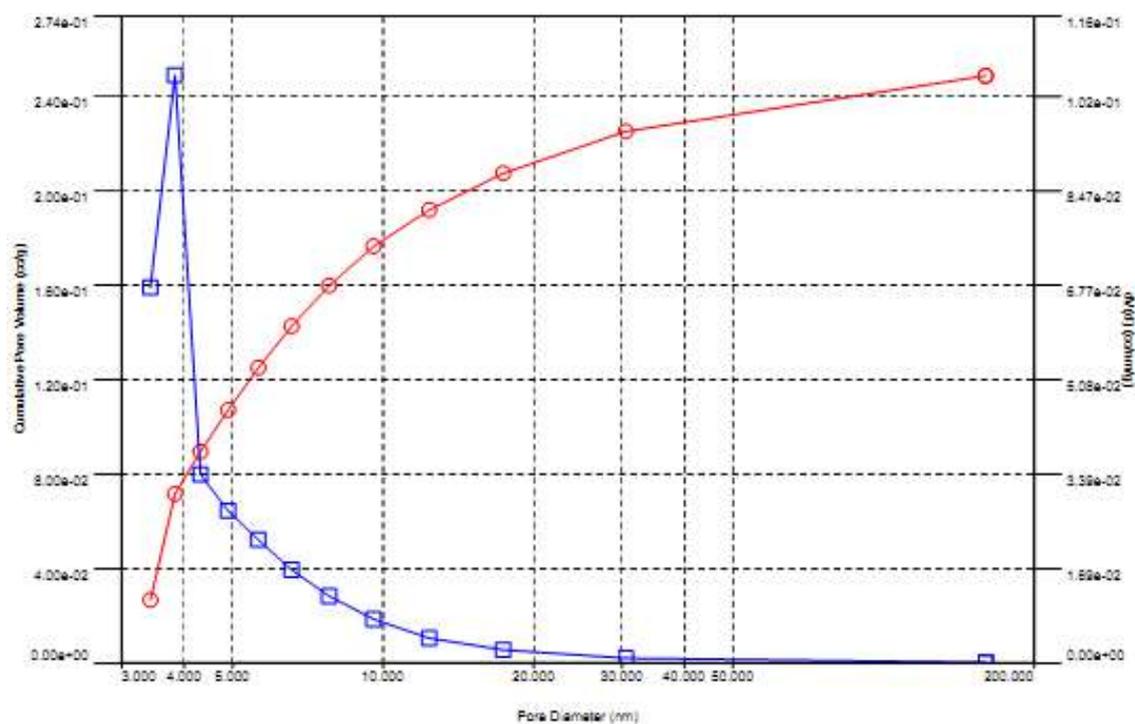
e. Hasil FTIR MIP

SHIMADZU



Lampiran 16. Hasil analisis menggunakan adsorpsi desorpsi N₂**BJH method Desorption dV(d)**

		Data Reduction Parameters	
t-Method	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
BJH/DH method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/P ₀	
Adsorbate	Moving pt. avg.: off	Temperature: 77.350K	
	Nitrogen	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013		



BJH desorption summary	
Surface Area =	159.793 m ² /g
Pore Volume =	0.249 cc/g
Pore Diameter Dv(d) =	3.835 nm

BJH Pore Size Distribution Desorption**Data Reduction Parameters Data**

t-Method	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
BJH/DH method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-rings below 0.35 P/Po	
Adsorbate	Moving pt. avg.: off	Temperature 77.350K	
	Nitrogen	Cross Section: 16.200 Å ²	Liquid Density: 0.806 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013		

BJH Pore Size Distribution Desorption Data

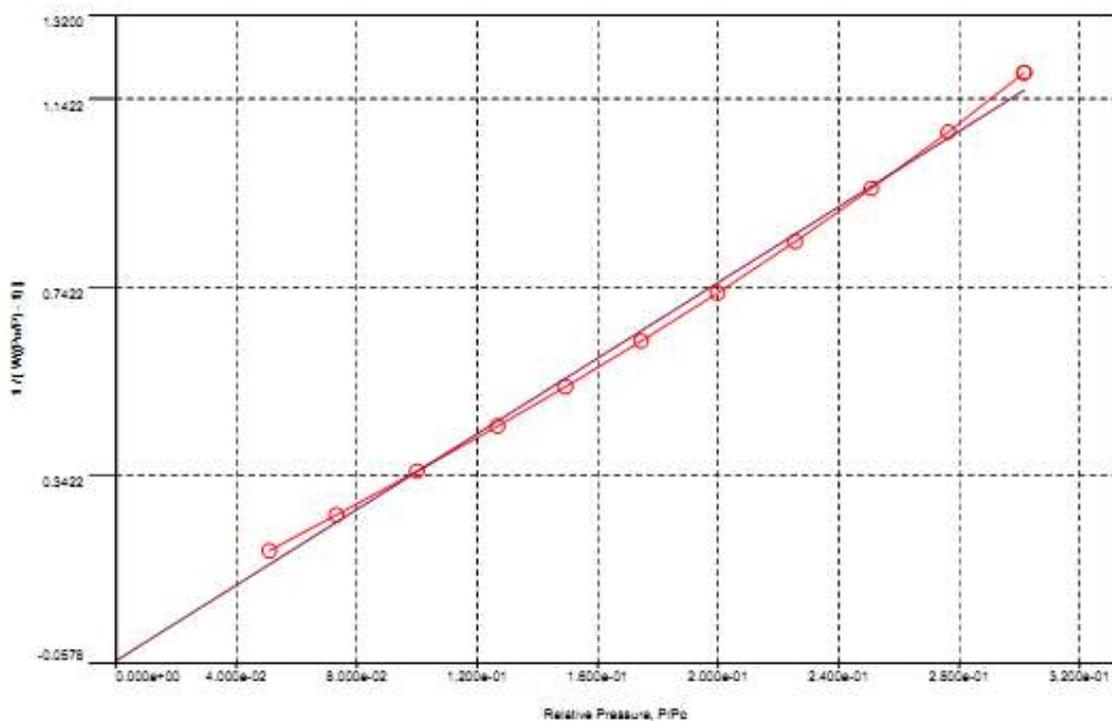
Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[nm]	[cc/g]	[m ² /g]	[cc/nm ³]	[m ² /nm ² g]	[cc/g]	[cc/g]
3.4231	2.6742e-02	3.1249e+01	6.7328e-02	7.8674e+01	5.3008e-01	5.1941e+02
3.8348	7.1647e-02	7.8088e+01	1.0539e-01	1.0993e+02	8.2960e-01	8.6965e+02
4.3120	8.9516e-02	9.4665e+01	3.3821e-02	3.1374e+01	3.3537e-01	3.1111e+02
4.8984	1.0717e-01	1.0908e+02	2.7313e-02	2.2299e+01	3.0768e-01	2.5120e+02
5.5283	1.2511e-01	1.2183e+02	2.2107e-02	1.5712e+01	2.8601e-01	2.0325e+02
6.5603	1.4270e-01	1.3256e+02	1.6714e-02	1.0191e+01	2.5193e-01	1.5361e+02
7.7968	1.5963e-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	5.0744e-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

Multi-Point BET Plot

Adsorbate		Data Reduction Parameters			
Thermal Transpiration: on	Nitrogen	Eff. mol. diameter (D):	3.64 Å	Eff. cell stem diam. (d):	4.0000 mm
Molec. Wt.: 28.013		Temperature:	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
		Cross Section:	1E.200 Å ²		



BET summary

Slope = 4.021
 Intercept = -5.252e-02
 Correlation coefficient, r = 0.998091
 C constant = 75.574
 Surface Area = 877.463 m²/g

Multi-Point BET**Data Reduction Parameters Data**

Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Nitrogen	Molac. WL: 28.013	Temperature 77.350K	Liquid Density: 0.806 g/cc
		Cross Section: 16.200 Å ²	

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.08775e-02	236.9185	1.8103e-01	1.98805e-01	274.0211	7.2808e-01
7.31988e-02	245.7092	2.5719e-01	2.25549e-01	278.0156	8.3816e-01
9.89338e-02	253.7560	3.5008e-01	2.50899e-01	281.7076	9.5123e-01
1.28752e-01	260.3138	4.4814e-01	2.76396e-01	285.2173	1.0715e+00
1.49278e-01	265.0110	5.2978e-01	3.01616e-01	288.5803	1.1874e+00
1.74413e-01	269.7078	6.2672e-01			

BET summary

Slope =	4.021
Intercept =	-5.252e-02
Correlation coefficient, r =	0.988091
C constant =	-75.574
Surface Area =	877.463 m ² /g