



TESIS - SK142502

**ELEKTRODA PERAK TERMODIFIKASI PASTA
SILIKA GEL/EKSTRAK DAGING BUAH MAJA
(*Aegle marmelos*) UNTUK DETEKSI GLUKOSA**

**TRI PAUS HASIHOLAN HUTAPEA
1413 201 010**

**DOSEN PEMBIMBING
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**PROGRAM MAGISTER
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**



TESIS - SK142502

**ELEKTRODA PERAK TERMODIFIKASI PASTA
SILIKA GEL/EKSTRAK DAGING BUAH MAJA
(*Aegle marmelos*) UNTUK DETEKSI GLUKOSA**

**TRI PAUS HASIHOLAN HUTAPEA
1413 201 010**

**DOSEN PEMBIMBING
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**PROGRAM MAGISTER
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**



TESIS - SK142502

**SILVER ELECTRODE MODIFIED SILICA GEL /
FRUIT PULP EXTRACT MAJA (*Aegle Marmelos*)
FOR GLUCOSE DETECTION**

**TRI PAUS HASIHOLAN HUTAPEA
1413 201 010**

**SUPERVISOR
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**MASTER PROGRAM
CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:
TRI PAUS HASIHOLAN HUTAPEA
NRP. 1413 201 010

Tanggal Ujian : 17 Juni 2015
Periode Wisuda : September

Disetujui Oleh:

1. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.
NIP. 19740428 199802 1 001

(Pembimbing)

2. Suprpto, M.Si., Ph.D.
NIP. 19720919 199802 1 001

(Penguji)

3. Prof. Mardi Santoso, Ph.D.
NIP. 19650131 198910 1 001

(Penguji)

4. Lukman Atmaja, Ph.D.
NIP. 19610816 198903 1 001

(Penguji)

Direktur Program Pascasarjana



Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, MT.
NIP. 19640405 1999002 1 001

ELEKTRODA PERAK TERMODIFIKASI SILIKA GEL/EKSTRAK DAGING BUAH MAJA (*Aegle marmelos*) UNTUK DETEKSI GLUKOSA

Nama Mahasiswa : Tri Paus Hasiholan Hutapea
NRP : 1413 201 010
Dosen Pembimbing : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian elektroda perak termodifikasi pasta silika dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) untuk mendeteksi glukosa secara elektrokimia. Pasta dipreparasi secara *bulk modified* dengan mencampurkan silika, parafin dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dengan komposisi berat yang telah ditentukan. Elektroda yang telah termodifikasi digunakan sebagai elektroda kerja untuk deteksi glukosa menggunakan voltametri siklis. Elektroda memberikan respon terbaik dengan perbandingan komposisi pasta silika gel 70%, parafin 30% dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) 80% dari total berat silika dan parafin . Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dari larutan glukosa. Elektroda menunjukkan kenaikan sinyal arus seiring kenaikan konsentrasi glukosa. Sinyal arus anodik elektroda perak termodifikasi silika gel pada potensial 0,38 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu $1,2218 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ dan $1,92 \mu\text{M}$. Sedangkan sinyal arus katodik elektroda perak termodifikasi silika gel pada potensial -0,25 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu $1,522 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ dan $1,7014 \mu\text{M}$.

Kata kunci : elektroda perak, silika gel, glukosa, voltametri siklis, ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*).

SILVER ELECTRODE MODIFIED SILICA GEL / FRUIT PULP EXTRACT MAJA (*Aegle Marmelos*) FOR GLUCOSE DETECTION

By : Tri Paus Hasiholan Hutapea
Student Identity Number : 1413 201 010
Supervisor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRACT

Research about silver electrode modified by silica gel and extract of maja fruit pulp (*Aegle marmelos*) to detect glucose electrochemically had been conducted. Paste was prepared using bulk modified technique by mixing silica gel, paraffin, and maja fruit pulp extract with predetermined composition of weight. Modified electrode was used as working electrode for glucose detection by cyclic voltammetry. Electrodes provide the best response with composition ratio 70 % silica gel, 30% paraffin and 80% maja fruit pulp extract from the total weight of silica and paraffin. The optimum measurement of the glucose solution obtained at pH 13. Electrode shows that the current signal increase as glucose concentration increase. Anodic Current signal of silver electrode modified by silica gel applied at 0.38 V has the sensitivity and the detection limit of 1,2218 $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ and 1,92 μM respectively. While the cathodic current signal of silver electrode modified by silica gel at -0.25 V has sensitivity and detection limit 1,522 $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ and 1,7014 μM .

Keywords: silver electrodes, silica gel, glucose, cyclic voltammetry, Maja fruit pulp extract (*Aegle Marmelos*).

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan limpahan berkat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan naskah tesis yang berjudul “**Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)**” dengan baik dan lancar.

Penulisan naskah tesis ini dapat selesai berkat bantuan, dukungan dan dorongan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Hamzah Fanzuri, Ph.D selaku ketua jurusan kimia ITS dan Bapak Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku ketua program studi pascasarjana kimia ITS dan dosen penguji.
2. Bapak Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan waktu, arahan, bimbingan, pemahaman, ilmu dan segala diskusi selama proses penulisan proposal ini.
3. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D selaku dosen pembimbing akademik dan dosen penguji yang memberikan arahan dan motivasi.
4. Bapak Suprpto, Ph.D selaku dosen penguji yang telah memberi banyak masukan.
5. Seluruh jajaran Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala dedikasinya dan ilmu yang telah diberikan.
6. Kedua orang tua yang selalu memberikan dukungan dan doa.
7. Kak Marlin, Bang Dapot, Kardo, Leri, Bang Frison, Jayden dan Jovan yang selalu memberi semangat.
8. Yunita Triana, sahabat dari semester awal yang selalu memberi motivasi, semangat dan dorongan
9. Teman-teman angkatan 2013 S2 Kimia ITS, atas semua dukungan, semangat dan kebersamaannya selama ini.
10. Kawan-kawan LAB ISA yang selalu memberi tawa selama melakukan penelitian ini.

11. Teman-teman KODEL yang selalu mendukung dari jauh.

12. Semua pihak yang telah membantu dalam proses penulisan tesis ini.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan naskah ini, oleh karena itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun guna tercapainya perbaikan penulisan tesis nanti. Semoga naskah tesis ini bisa memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang yang terkait dengan bidang yang penulis tekuni.

Surabaya, 22 Mei 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tanaman Maja	5
2.2 Glukosa	7
2.3 Elektrokimia	8
2.3.1 Reaksi Oksidasi Reduksi (Redoks)	8
2.3.2 Sel Elektrokimia	9
2.3.2.1 Sel Elektrolisis	9
2.3.3 Voltametri	10
2.3.3.1 Elektroda	10
2.3.3.2 Voltametri Siklik	12
2.4 Pemisahan Kimia	14
2.4.1 Destilasi	14

2.4.2 Meserasi	16
2.5 Polipirol	17
2.6 Limit Deteksi	17
2.7 Sensitivitas	18
2.8 Repeatabilitas	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Penelitian	21
3.2.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	21
3.2.2 Pembuatan Larutan Standar Glukosa	22
3.2.3 Preparasi Pirol	22
3.2.4 Preparasi Elektroda Emas	22
3.2.5 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol	22
3.2.6 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja.....	23
3.2.7 Penentuan Fungsi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan.....	23
3.2.8 Preparasi Elektroda Perak.....	23
3.2.9 Preparasi Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja.....	24
3.2.10 Penentuan Fungsi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan	24
3.2.11 Penentuan pH Optimum	24
3.2.12 Penentuan Daerah konsentrasi Linear	24
3.2.13 Uji Interferensi.....	25
3.2.14 Uji Repeatabilitas	25
3.2.15 Uji Repeatabilitas	25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	27
4.2 Polipirol Sebagai Modifikan	28
4.2.1 Preparasi Pirol	28
4.2.2 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja.....	28
4.2.3 Penentuan Fungsi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan.....	36
4.3 Silika Gel Sebagai Modifikan Elektroda	40
4.3.1 Preparasi Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja.....	40
4.3.2 Penentuan Fungsi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan	41
4.3.3 Penentuan Komposisi Silika dan Parafin Elektroda.....	43
4.3.4 Penentuan Komposisi Ekstrak Daging Buah Maja	45
4.3.5 Penentuan pH Optimum	46
4.3.6 Penentuan Daerah konsentrasi Linear	46
4.3.7 Uji Interferensi.....	52
4.3.8 Uji Repeatabilitas	55
4.3.9 Uji Repeatabilitas	69
 BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	 75
5.1 Kesimpulan	75
5.2 Saran	75
 DAFTAR PUSTAKA.....	 77
LAMPIRAN	81

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul Tabel	Halaman
4.1	Respon Arus Puncak Katodik Elektroda Terhadap Larutan Standar Glukosa Dalam Tiga Kali Pengukuran	49
4.2	Respon Arus Puncak Anodik Elektroda Terhadap Larutan Standar Glukosa Dalam Tiga Kali Pengukuran	52
4.3	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Blanko (NaOH)	56
4.4	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	56
4.5	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	57
4.6	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	58
4.7	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	58
4.8	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	59
4.9	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	59
4.10	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Kulkas (Suhu -11 °C)	60
4.11	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	60
4.12	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	61
4.13	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	62

Tabel	Judul Tabel	Halaman
4.14	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	62
4.15	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	63
4.16	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11 °C) 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	63
4.17	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Desikator	64
4.18	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	65
4.19	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	65
4.20	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	66
4.21	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	66
4.22	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	67
4.23	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	67
4.24	Data Hasil Uji F dan Uji t Repeatibilitas Elektroda	68
4.25	Data Reprotabilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa	69
4.26	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4	70
4.27	Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4	70
4.28	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7	71

Tabel	Judul Tabel	Halaman
4.29	Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7	72
4.30	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7	72
4.31	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7	73
4.32	Data Hasil Uji F dan Uji t Replotabilitas Elektroda	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul Gambar	Halaman
2.1	Tanaman Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	5
2.2	Rangkaian Tiga Elektroda	11
2.3	Voltammogram Voltametri Siklik	13
2.4	Proses yang Terjadi Pada Permukaan Elektroda	14
2.5	Rangkaian Alat Destilasi	15
2.6	Reaksi Polimerisasi Pirol	17
4.1	Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	27
4.2	Elektroda Emas Dilapisi Kabel Kerut	29
4.3	Voltamogram Polimerisasi pH 13 dan 14	30
4.4	Polimerisasi PANI dan Data Impedansi pada pH 1 sampai 12	35
4.5	Grafik Hubungan pH Polimerisasi Pirol Terhadap Konduktivitas	35
4.6	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol Terhadap Larutan Glukosa	37
4.7	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman	38
4.8	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Siklis	38
4.9	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman pada pH 1 (Asam)	39
4.10	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman pada pH 13 (Basa)	40

Gambar	Judul Gambar	Halaman
4.11	Perak, Badan Elektroda, Rongga Pada Badan Elektroda dan Elektroda yang Diberi Pasta Modifikan	41
4.12	Voltamogram Respon Elektroda Termodifikasi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	42
4.13	Voltamogram Optimasi Komponen Silika dan Parafin Elektroda	44
4.14	Voltamogram Optimasi Komponen Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	45
4.15	Voltamogram Respon Elektroda Terhadap Berbagai Konsentrasi Larutan Standar Glukosa	47
4.16	Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Glukosa Dengan Puncak Arus Katodik	48
4.17	Kurva Linear Puncak Katodik Elektroda Pada Larutan Standar Glukosa Konsentrasi 0 – 4 μ M Pada Potensial -0,25 V	48
4.18	Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Glukosa Dengan Puncak Arus Anodik	50
4.19	Kurva Linear Puncak Katodik Elektroda Pada Larutan Standar Glukosa Konsentrasi 0 – 4 μ M Pada Potensial -0,25	51
4.20	Voltamogram Interferensi pH 1	53
4.21	Voltamogram Interferensi pH 7	54
4.22	Voltamogram Interferensi pH 13	54

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Glukosa merupakan senyawa yang berfungsi sebagai pusat dari semua metabolisme yang terjadi di dalam tubuh manusia. Dapat diartikan bahwa glukosa sebagai bahan bakar universal bagi manusia dan merupakan sumber karbon untuk sintesis sebagian besar senyawa lainnya. Sel – sel yang ada pada jaringan manusia, membutuhkan glukosa untuk menghasilkan energi (Marks, et al., 2000). Namun bila glukosa tidak dapat diubah menjadi energi, maka glukosa akan berada dalam darah. Kelebihan kadar glukosa dalam darah akan menyebabkan suatu penyakit yang disebut dengan penyakit diabetes. Jika kadar glukosa dalam darah terlalu tinggi, maka ginjal tidak dapat memprosesnya sehingga diteruskan melalui urin (D'Adamo dan Whitney, 2007).

Penentuan kadar glukosa dalam darah sangat dibutuhkan didunia medis. Dewasa ini penentuan glukosa dalam darah dengan menggunakan metode biosensor sering dilakukan dan terus mengalami perkembangan. Keakurasian dan sensitivitas elektroda yang digunakan terus dikembangkan guna memonitoring penyakit diabetes (Lee, et al., 2008). Metode biosensor dilakukan karena memiliki beberapa kelebihan yang diantaranya tingkat selektif dan sensitifnya yang tinggi, keakuratan yang tinggi, mudah dioperasikan, memiliki respon yang cepat dan dapat digunakan secara berkelanjutan (Wong, et al., 2008).

Metode penentuan glukosa menggunakan biosensor ini pernah dilakukan oleh Uang dan Chou (2003), dimana dalam laporannya glukosa dideteksi dengan menggunakan modifikasi elektroda emas dengan polipirol dan enzim glukosa oksidase. Elektroda yang dimodifikasi memiliki nilai sensitivitas yang cukup baik terhadap glukosa yaitu 7 nAmM/cm^2 . Selain itu respon terhadap glukosa juga menunjukkan nilai yang baik yaitu 15 sekon. Elektroda juga memiliki stabilitas yang baik, dimana kestabilan hingga 44% dalam 3 hari. Penelitian lain dalam menentukan glukosa dengan menggunakan elektroda perak yang dimodifikasi dengan pasta. Pasta merupakan pencampuran komponen modifikan secara

langsung. Kros *et.al* (2001) mencampurkan silika dengan material hibrida untuk sebagai biosensor glukosa. Pencampuran silika, karbon dan enzim membentuk pasta juga pernah dilakukan untuk menentukan glukosa. Penggunaan silika dan karbon bertujuan sebagai media yang dapat mentransfer elektron karena bersifat konduktif (Sampath dan Lev, 2005). Sedangkan penggunaan emas dan perak sebagai bahan pendukung yang konduktif untuk mentransfer elektron dengan baik.

Hal tersebut menginspirasi untuk membuat sensor dari elektroda yang dimodifikasi oleh pasta. Dalam penelitian ini elektroda yang digunakan untuk mendeteksi glukosa adalah elektroda perak yang dimodifikasi dengan pasta silika gel dan ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Pemilihan daging buah Maja (*Aegle marmelos*) didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Singh dan Kochhar (2012), dimana ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dapat digunakan sebagai anti diabetes. Dalam laporannya, ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dalam bentuk suplemen dapat menurunkan kadar glukosa dalam darah. Digunakan sebagai antidiabetes, ekstrak daging buah maja memiliki dua kemungkinan dalam mengurangi kadar glukosa dalam darah yaitu mengoksidasi glukosa secara langsung atau merangsang organ penghasil insulin untuk menghasilkan insulin lebih banyak. Ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dalam pelarut etanol secara efektif dapat digunakan sebagai anti diabetes (Hossain, et al., 2008). Buah Maja (*Aegle marmelos*) memiliki kandungan-kandungan kimia yang cukup banyak. Ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang diambil menggunakan pelarut etanol 100%, etanol 50% dan aquades (H₂O), setelah diuji dengan berbagai metode, terdapat berbagai macam kandungan kimia yang diantaranya alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012). Oleh karena itu dengan interaksi antara ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) yang dimungkinkan mengoksidasi glukosa dapat diduga bahwa ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dapat digunakan sebagai modifikan elektroda dalam sensor untuk mendeteksi glukosa.

1.2 Perumusan Masalah

Kelebihan kadar glukosa dalam darah dapat menyebabkan penyakit yang mematikan yaitu diabetes. Berdasarkan hal tersebut, didalam dunia diagnosis klinis (kesehatan) sangat penting untuk dilakukannya uji dan kontroling kadar glukosa dalam darah. Dalam mendeteksi glukosa, biasanya menggunakan metode elektrokimia dengan memodifikasi elektroda yang digunakan. Sehingga muncul ide untuk membuat elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Perumusan masalah yang dibahas dalam penelitian ini adalah Bagaimana kinerja elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) untuk mendeteksi glukosa.

1.3 Batasan Masalah

Elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dibuat dengan metode voltametri siklik. Elektroda akan dimanfaatkan sebagai sensor glukosa. Analisis dilakukan untuk menentukan sensitivitas dan limit deteksi elektroda terhadap glukosa. Uji selanjutnya yaitu uji repeatabilitas dan uji interferensi.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat elektroda dari perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang memiliki sensitivitas, limit deteksi dan selektivitas yang baik dalam mendeteksi glukosa.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah adanya elektroda alternatif baru yang memiliki kinerja lebih baik untuk mendeteksi glukosa. Selain itu, penelitian ini dapat memberikan kontribusi pengembangan ilmu pengetahuan khususnya dibidang sensor elektrokimia.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanaman Maja

Tanaman Maja (*Aegle marmelos*) adalah tanaman tradisional yang dapat digunakan sebagai obat-obatan tradisional. Tanaman ini memiliki khasiat untuk mengobati penyakit diare (disentri), hipokondria, penyakit jantung, melankolia, korengan, kudis, eksim, bisul, demam, stomakikum, sedatif, arbotif, radang selaput lendir hidung, borok, gigitan ular dan sakit usus (Hariana, 2008). Tanaman ini merupakan tanaman yang mudah tumbuh, memiliki pohon yang tidak kecil dan tidak terlalu besar, tingginya 25 – 30 kaki. Batang tanaman ini pendek, tebal dan terkadang cabangnya berduri lurus. Daun tanaman Maja berbentuk oval dengan panjang 4-10 cm dan lebar 2-5 cm, memiliki 3-5 lapisan didalamnya. Bunga dari tanaman ini berwarna putih kehijauan dengan memiliki 4 bengkakan dan kelopak berdaging. Biasanya bunga tanaman ini muncul pada bulan Mei dan Juni. Buah Maja (*Aegle marmelos*) berbentuk bulat (oval), dengan diameter 2 sampai 4 inci, berwarna hijau dan ketika matang berubah menjadi warna kekuningan. Kulit buah sangat keras. Daging buah berwarna kuning dan terlihat seperti bubur, lembut, pucat, berasa manis dan memiliki aroma yang harum. Didalam buah terdapat biji-bijian yang kecil (sekitar 1 cm), keras dan berbentuk lonjong (Gambar 2.1) (Lambole, et al., 2010)



Gambar 2.1 Tanaman Maja (*Aegle marmelos*)

Klasifikasi Tanaman Maja (*Aegle marmelos*)

Kerajaan: Plantae

Divisi: Magnoliophyta

Kelas: Magnoliopsida

Subkelas: Rosidae

Ordo: Sapindales

Famili: Rutaceae

Genus: *Aegle*

Spesies: *aegle marmelos* (L.)

Berdasarkan penelusuran yang dilakukan oleh Sekar et.al. (2011) dari penelitian-penelitian yang berkaitan dengan tanaman Maja (*Aegle marmelos*), tanaman ini memiliki banyak kegunaan dibidang kesehatan yang dapat ditunjukkan. Menurut laporannya, tanaman ini dapat berfungsi sebagai antioksidan, anti diabetes, anti diare, anti bakteri, mencegah perkembangbiakan sel tumor, memiliki efek terhadap pembelahan sel, melindungi dari penyakit hepatitis, dapat menahan tubuh dari serangan penyakit, dapat mengobati penyakit encok dan dapat mencegah kesuburan sel mati.

Buah Maja (*Aegle marmelos*) memiliki banyak kandungan kimia. Ekstrak buah Maja (*Aegle marmelos*) yang diambil menggunakan pelarut etanol 100%, etanol 50% dan aquades (H₂O), setelah diuji dengan berbagai metode, terdapat berbagai macam kandungan kimia yang diantaranya alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012). Buah Maja (*Aegle marmelos*) bukan merupakan sumber vitamin C yang baik, karena hanya terdapat 920 mg vitamin C dari 100 gram daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Namun daging buah Maja (*Aegle marmelos*) menjadi sumber protein yang cukup baik, dimana terdapat 5,12 % bagian protein yang dapat dimakan. Selain itu total mineral yang berupa abu sebesar 2,663% dan untuk mineral yang lainnya seperti fosfor, kalsium, magnesium dan besi secara berturut-turut sebesar 0,173 %, 0,746%, 0,188%, 0,127% dan 0,007% (Sharma, 2007)

2.2 Glukosa

Glukosa merupakan salah satu dari jenis monosakarida. Semua monosakarida merupakan jenis gula pereduksi karena mudah bereaksi dengan reagen seperti larutan Benedict dan Fehling. Dalam reaksi kimianya, monosakarida, termasuk glukosa akan mereduksi larutan reagen yang berwarna biru menjadi merah bata. Uji ini sering kali digunakan oleh para ahli biologi untuk mengetahui atau mengidentifikasi gula pereduksi dalam suatu sampel, contohnya sampel urin manusia. dalam tubuh manusia glukosa biasanya digunakan oleh sel tubuh sebagai sumber energi. Nilai normal glukosa darah adalah 3,5 – 5,5 mmol/L. Jika kadar glukosa dalam darah melebihi batas normal, maka akan disebut penyakit diabetes mellitus (James et al., 2008).

Glukosa merupakan pusat dari semua metabolisme tubuh. Dimana glukosa merupakan bahan bakar universal bagi sel-sel manusia dan merupakan sumber karbon untuk sintesis sebagian besar senyawa-senyawa lain yang ada dalam tubuh. Glukosa merupakan prekursor untuk sintesis berbagai jenis gula lain yang diperlukan dalam pembentukan senyawa khusus, misalnya laktosa, antigen permukaan sel, nukleotida atau glikosaminoglikan. Selain sebagai prekursor senyawa karbohidrat lainnya, glukosa juga dapat berfungsi sebagai prekursor baik senyawa nonkarbohidrat. Glukosa dapat dirubah menjadi lemak, asam amino dan asam nukleat. Dalam sel tubuh, glukosa akan mengalami proses glikolisis, dimana proses ini merubah glukosa menjadi asam piruvat. Glukosa dapat dirubah karena glukosa merupakan gula pereduksi (Mark et al., 2000)

Glukosa memiliki rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ dan rumus empiris CH_2O . dengan subunit yang dapat terdefinisikan dengan baik, maka glukosa dapat ditentukan rumus molekulnya walaupun dalam wujud padat, cair maupun gas (Oxtoby et al., 2001)

Penentuan kadar glukosa dalam darah, dewasa ini banyak menggunakan metode sensor elektrokimia. Elektroda yang biasa digunakan adalah elektroda yang telah termodifikasi. Biasanya elektroda dimodifikasi dengan enzim glukosa oksidase. Dalam memodifikasi enzim ini dibutuhkan senyawa yang dapat mengimmobilisasi enzim ke elektroda. Senyawa polimer organik yang memiliki sifat konduktif sangat cocok digunakan untuk mengimmobilisasi enzim ke

elktroda. Salah satu senyawa polimer konduktif adalah polipirol. Telah banyak dilakukan penelitian tentang sensor glukosa menggunakan senyawa polimer konduktif polipirol (Singh et al., 2009). Xu et.al (2008) menggunakan metode potensiostat dengan elektroda berbentuk silinder, dimana elektroda dimodifikasi dengan polipirol dan enzim. Konsentrasi larutan glukosa yang digunakan memiliki rentang antara 0,5 mM sampai 20 mM. Waktu respon elektroda terhadap glukosa cukup baik yaitu 4 sekon. Pengembangan sensor glukosa terus dilakukan dengan menambahkan komponen-komponen pendukung untuk meningkatkan respon elektroda terhadap glukosa. Penambahan nanopartikel dapat meningkatkan transfer elektron. Kecepatan transfer elektron akan mempengaruhi arus yang dihasilkan. Sehingga dengan adanya nanopartikel maka akan menampilkan voltammogram dengan puncak arus yang cukup tinggi (Balasubramanian dan Burghard, 2006). Nanopartikel alumina digunakan untuk sensor glukosa. Elektroda yang digunakan adalah Pt yang dimodifikasi dengan polipirol, enzim glukosa oksidase dan nanopartikel alumina. Respon elektroda $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pt}/\text{PPy}/\text{GOx}$ terhadap glukosa sangat baik yaitu hanya membutuhkan waktu kurang dari 3 sekon. Sensitivitas dari elektroda ini juga cukup baik yaitu antara $3,0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ dan $7,4 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Elektroda ini juga memiliki kestabilan yang cukup baik (Ekanayake et al., 2007)

2.3 Elektrokimia

Elektrokimia adalah suatu ilmu yang menghubungkan reaksi kimia oksidasi reduksi dengan ilmu fisika tentang aliran muatan. Dalam kehidupan sehari-hari ilmu elektrokimia menyediakan secara praktis tentang penyimpanan energi. Sebagai contoh penyimpanan energi dalam aki dan konversi energy yang efisien dari sumber yang tersedia (seperti energi matahari dan energi kimia) menjadi bentuk-bentuk yang berguna untuk aplikasi teknologi.

2.3.1 Reaksi Reduksi Oksidasi (Redoks)

Oksidasi merupakan kehilangan satu atau lebih elektron yang dialami oleh atom, molekul atau ion, sedangkan reduksi adalah perolehan elektron yang dialami oleh suatu atom, molekul atau ion. Sehingga reaksi reduksi oksidasi

merupakan reaksi yang mana proses oksidasi dan reduksi berlangsung secara bersamaan dalam satu reaksi. Hal ini terjadi karena dalam suatu reaksi kimia tidak ada elektron yang bebas, dimana ketika suatu spesi mengalami kehilangan elektron selalu disertai dengan perolehan elektron pada bagian yang lain. Sehingga reaksi redoks sering disebut sebagai reaksi transfer elektron. Reaksi yang sering melibatkan reaksi redoks terjadi dalam analisa titimetri dan aplikasinya. (Day dan Underwood, 2002).

Salah satu contoh dari reaksi reduksi oksidasi adalah reaksi antara ion besi (III) dan timah (II) dimana akan terbentuk besi (II) dan timah (IV) berdasarkan persamaan reaksi berikut ini :



Dalam reaksi tersebut ion logam besi (III) tereduksi menjadi ion logam besi (II) sedangkan ion logam timah (II) teroksidasi menjadi ion logam timah (IV). Proses yang terjadi dalam reaksi ini adalah ion logam timah (II) memberikan elektro-elektron kepada ion logam besi (III) yang artinya terjadi serah terima (transfer) elektron (Svehla, 1990)

2.3.2 Sel Elektrokimia

2.3.2.1 Sel Elektrolisis

Sel elektrolisis adalah sel yang menggunakan arus listrik untuk dapat berlangsungnya reaksi kimia. Dimana pada sel ini reaksi tidak berlangsung secara spontan tetapi melalui perbedaan potensial yang dipicu dari luar sistem (Riyanto, 2012). Penggunaan energi listrik yang dihasilkan oleh rangkaian luar bertujuan untuk melakukan reaksi kimia yang sebenarnya tidak dapat berlangsung (Oxtoby et al., 2001). Anoda pada sel elektrolisis bertindak sebagai elektroda positif, sedangkan katoda bertindak sebagai elektroda negatif. Contoh penggunaan sel elektrolisis adalah sebagai berikut :

- 1) Elektrodeposisi yaitu pengendapan logam pada permukaan elektroda yang digunakan dalam pembuatan nanoteknologi, *electroplating*, pencegahan korosi, perhiasan dan aksesoris mobil.
- 2) Elektroanalisis yaitu aplikasi sel elektrolisis untuk analisis pada reaksi kimia seperti polarografi, voltametri, potensiometri, *Linear Sweep Voltammetry*

(LSV), Cyclic Voltammetry (CV), Differential Pulse Voltammetry (DPV), Normal Pulse Voltammetry (NPV), Differential Normal Pulse Voltammetry (DNPV), Square Wave Voltammetry (SWV), Anodic Stripping Voltammetry (ASV), Cathodic Stripping Voltammetry (CSV) dan Voltammetry Stripping Adsorptif (AdSV).

- 3) Elektrosintesis yaitu sintesis senyawa organik dan anorganik dengan cara elektrolisis. Dimana dengan menggunakan cara ini dapat mengatasi beberapa kelemahan sintesis dengan cara biasa yang dilakukan. Beberapa senyawa organik dapat disintesis dengan cara elektrosintesis antara lain asam asetat, adiponitril, tetra alikil plumbum dan tetrafluoro-p-xylene, sedangkan senyawa anorganik antara lain Ti, Al, Na, MnO₂ dan Cl₂.
- 4) Elektrodegradasi yaitu teknik penguraian limbah organik dan anorganik. Kelebihan dari cara ini yaitu lebih efisien dan hemat energi. Pada akhir proses hasil yang dihasilkan dari limbah organik berupa air dan gas CO₂, sedangkan pada limbah anorganik seperti logam-logam akan terendapkan pada elektroda. Logam yang telah terendapkan pada elektroda kemudian dipisahkan dengan cara melarutkannya pada asam kuat dan diendapkan kembali sebagai logam murni.

Elektroda yang digunakan pada sel elektrolisis terdiri dari dua jenis yaitu

- 1) Elektroda inert yaitu elektroda yang tidak ikut bereaksi baik sebagai katoda maupun anoda, sehingga yang mengalami reaksi redoks adalah elektrolit sebagai zat terlarut dan atau air sebagai pelarut. Contoh dari elektroda ini yaitu karbon, emas dan platina.
- 2) Elektroda tidak inert atau elektroda aktif yaitu elektroda yang ikut bereaksi terutama jika digunakan sebagai anoda dan mengalami oksidasi. Contoh dari elektroda ini ialah Fe, Al, Cu dan Zn

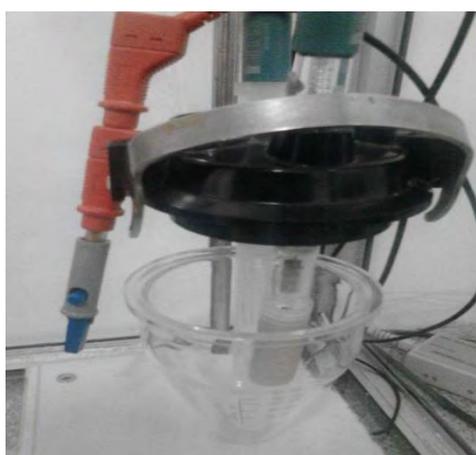
(Riyanto, 2013)

2.3.3 Voltametri

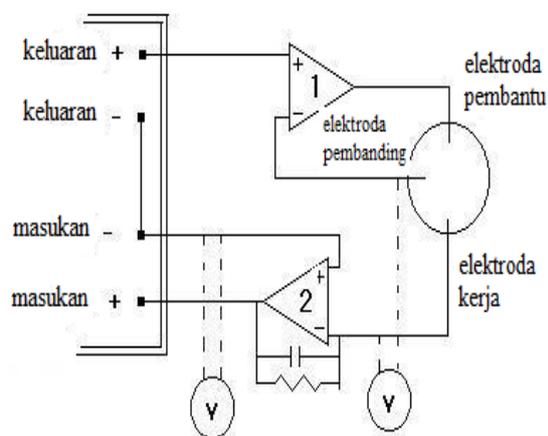
2.3.3.1 Elektroda

Dalam analisis secara elektrokimia, khususnya menggunakan teknik voltametri biasanya menggunakan tiga jenis elektroda. Ketiga jenis elektroda ini

merupakan komponen penting dalam proses analisis. Ketiga elektroda ini diantaranya elektroda kerja (*working electrode/WE*) yang biasanya menggunakan glassy carbon (C), platinum (Pt), perak (Ag) dan emas (Au). Elektroda pembanding (*reference electrode/RE*) yang biasa digunakan Ag/AgCl 3 M dalam larutan KCl, *Normal Hydrogen Electrode (NHE)*, *Saturated Calomel Electrode (SCE)* dan Ag/AgNO₃ (0,01 M asetonitril). Dan yang terakhir adalah elektroda bantu (*counter electrode/CE*) yang biasa digunakan kawat platinum dan glassy karbon (Riyanto, 2013)



(a)



(b)

Gambar 2.2 (a) rangkaian tiga elektroda dan (b) skema kerja elektroda

Elektroda kerja merupakan elektroda yang berfungsi sebagai tempat terjadinya reaksi kimia. Dalam hal ini reaksi oksidasi reduksi. Elektroda kerja akan melakukan kontak dengan analit sehingga menunjukkan adanya respon potensial dan memfasilitasi transfer elektron dari dan ke analit (Kounaves, 1987). Dalam pemilihan elektroda kerja harus dipertimbangkan tiga hal yaitu jenis bahan, morfologi permukaan dan desain elektroda. Oleh sebab itu, syarat logam yang dapat digunakan sebagai elektroda kerja adalah stabil, reaktif, konduktor yang baik dan sifat elektrokatalitik (Riyanto, 2012). Elektroda pembanding adalah elektroda setengah sel yang nilai potensial reduksinya telah diketahui. Pada prinsipnya elektroda ini harus mengetahui potensial yang ada dengan mengukur potensial yang ada pada elektroda kerja (Kounaves, 1987). Ag/AgCl merupakan elektroda yang paling banyak digunakan sebagai elektroda pembanding. Namun

elektroda ini mudah rusak karena pengeringan. Oleh sebab itu, cara untuk mengatasinya biasanya elektroda ini direndam didalam garam seperti 3 M NaCl atau 3 M KCl saat tidak digunakan (Riyanto, 2012). Sedangkan elektroda bantu adalah elektroda yang bertugas untuk melewatkan semua arus yang dibutuhkan dalam penyeimbangan arus di elektroda kerja. (Kounaves, 1987).

2.3.3.2 Voltametri Siklik

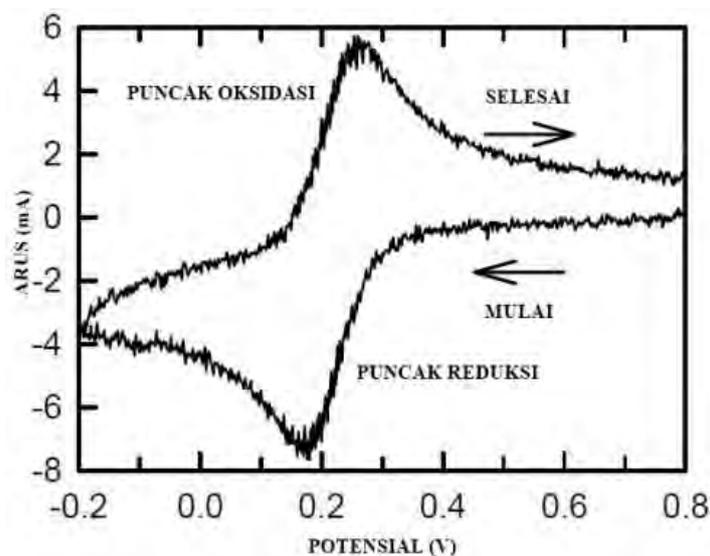
Voltametri siklik merupakan salah satu jenis voltametri yang banyak digunakan untuk mengetahui atau mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia melalui voltamogram yang dihasilkan (Lund dan Hummerich, 2001). Dalam voltametri siklik, terdapat dua teknik pendekatan yang digunakan yaitu *scan* satu siklik yang hanya merekam satu grafik saja. Teknik ini akan mendapatkan voltamogram dengan konsentrasi yang asli. Teknik yang kedua adalah dengan melakukan banyak kali scan (lebih dari satu siklik) untuk mendapatkan beberapa grafik. Teknik ini biasanya digunakan dengan tujuan untuk mengetahui kestabilan dari elektroda yang digunakan. Kestabilan ditunjukkan dari perubahan grafik yang ditunjukkan ketika dilakukan scan berulang-ulang (Riyanto, 2013). Voltamogram yang dihasilkan dari voltametri siklik dapat menunjukkan perilaku senyawa dipermukaan elektroda. Dalam arti lain, dengan voltammogram segala yang terjadi dipermukaan elektroda dapat diketahui. Hal ini dapat diketahui karena dalam voltammogram siklik didapatkan beberapa nilai parameter penting, yang diantaranya potensial puncak anoda, potensial puncak katoda, puncak arus anoda, puncak arus katoda, potensial setengah anoda dan potensial setengah katoda. Dengan adanya nilai-nilai tersebut, maka dapat diprediksi reaksi yang terjadi pada permukaan elektroda (Ross et al., 1975).

Berdasarkan reaksi reduksi oksidasi yang terjadi pada elektroda, nilai potensial dapat ditunjukkan melalui persamaan:

$$E = E^0 - \frac{RT}{zF} \ln \left(\frac{C_R}{C_O} \right)$$

Dimana E^0 merupakan potensial tetap dalam sistem dapat berbalik, sedangkan C_R dan C_O merupakan konsentrasi spesies yang mengalami proses reduksi dan oksidasi (Riyanto, 2013).

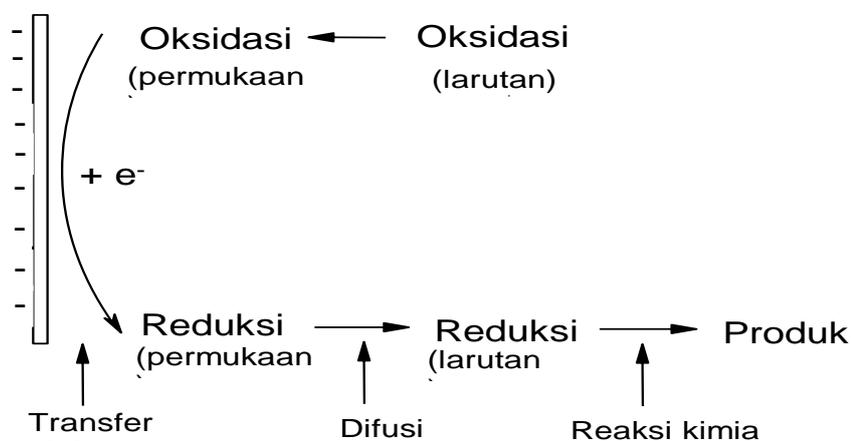
Didalam pengukuran menggunakan teknik voltametri siklik, pengukuran harus dilakukan dalam keadaan tidak diaduk (diam) dimana perpindahan massa diharapkan hanya terjadi karena adanya resapan (*diffusion*) pada permukaan elektroda. Hal ini sangat berkenaan dengan voltametri siklik sebagai pengukuran elektrokimia secara potensiodinamik yang merupakan teknik yang digunakan untuk mengkaji sifat reduksi oksidasi dalam reaksi elektrokimia yang terjadi dan juga struktur antara muka elektroda dengan larutan (Lund dan Hummerich, 2001).



Gambar 2.3 Voltammogram voltametri siklik

Dalam voltametri siklik, berdasarkan voltamogram yang dihasilkan, terdapat tiga sistem yang sering ditemukan yang diantaranya adalah sistem dapat berbalik (reversible system). Sistem ini biasanya ditunjukkan ketika puncak oksidasi dan puncak reduksi muncul pada potensial yang tidak jauh berbeda bahkan sama. Sistem yang kedua adalah sistem kuasi dapat berbalik (quasi reversible system). Sistem ini ditunjukkan pada voltamogram yang puncak reduksinya bergerak pada potensial negatif, sedangkan puncak oksidasinya bergerak pada potensial positif. Sehingga rentang potensial puncak oksidasi dan puncak reduksi relatif berjauhan. Dan sistem yang terakhir adalah sistem tidak dapat berbalik (irreversible system). Voltamogram yang ditunjukkan pada sistem ini biasanya tidak terdapat puncak reduksi. Hal ini terjadi karena adanya proses

perindahan elektron yang begitu cepat, sehingga belum sempat mengalami reduksi, elektron senyawa tersebut telah berpindah (Riyanto, 2013).



Gambar 2.4 Proses yang terjadi pada permukaan elektroda

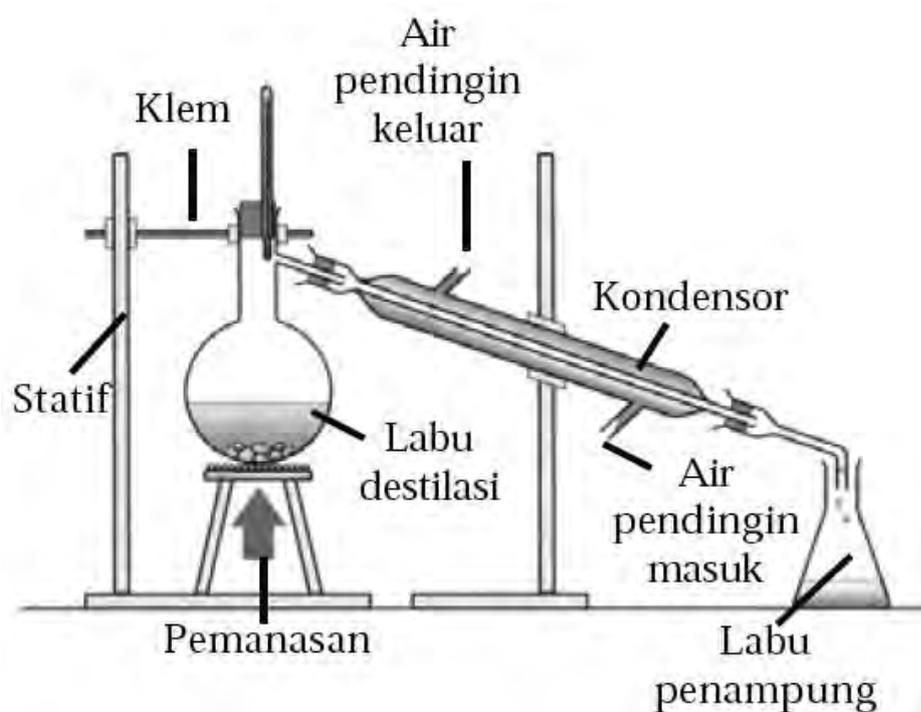
2.4 Pemisahan Kimia

Pemisahan kimia ialah suatu proses pemisahan sampai ke skala molekuler. Menurut definisi Miller (1975) pemisahan dapat digambarkan dalam bentuk nyata sebagai ilustrasi bila ingin memisahkan komponen senyawa yang bercampur sempurna secara alami. Sebagai contoh ekstrak tumbuhan yang akan dipisahkan komponennya. Pemisahan dikatakan berhasil jika komponen-komponen berada didalam wadah-wadah yang terpisah satu sama lainnya. Pemisahan kimia dapat dilakukan dengan beberapa cara, tergantung pada sifat fisika dan sifat kimia dari komponen kimia yang akan dipisahkan dan bergantung pula pada matriks utama tempat campuran kimia berada. Pemisahan kimia dapat dengan mudah dilakukan yaitu dengan cara memanipulasi sifat fisika dari komponen yang akan dipisahkan maupun matriks pembawa campuran yang dipisahkan.

2.4.1 Distilasi

Distilasi adalah proses pemisahan yang paling sering digunakan untuk memisahkan bahan-bahan alam yang berupa zat cair atau untuk memurnikan cairan yang mengandung pengotor. Prinsip utama distilasi bekerja berdasarkan perbedaan titik didih dari masing-masing komponen campuran yang akan

dipisahkan pada tekanan yang tetap. Perbedaan titik didih ini menyebabkan perbedaan volatilitas pada komponen campuran dan merupakan sifat intrinsik dari senyawa penyusun campuran. Perbedaan ini sangat berpotensi untuk dijadikan sarana pemisahan namun harus pada kondisi tekanan yang tetap (Oxtoby et al., 2001).



Gambar 2.5 Rangkaian Alat Destilasi

Teknik destilasi merupakan teknik memisahkan dua atau lebih komponen kimia yang berada dalam fasa cair. Proses yang terjadi ialah fasa cair akan dirubah menjadi fasa gas dan selanjutnya akan dirubah kembali kedalam fasa cair. Proses perubahan cair menjadi gas menggunakan suhu yang sesuai dengan titik uap komponen yang akan dipisahkan. Proses ini terjadi pada labu bulat. Setelah menguap, uap yang dihasilkan akan dirubah menjadi cair lagi dengan cara mendinginkannya. Proses ini biasanya disebut sebagai kondensasi dan berlangsung pada kondensor. Setelah itu cairan akan ditampung.

Proses destilasi memiliki beberapa jenis, diantaranya destilasi bertingkat. Destilasi bertingkat merupakan teknik destilasi yang dilakukan secara berulang-ulang. Kelemahan dari proses destilasi ini adalah memerlukan banyak sekali

sampel. Jenis yang kedua adalah destilasi vacum. Destilasi vacum merupakan teknik yang sering digunakan dalam memisahkan komponen kimia berdasarkan titik uap dari komponen tersebut. Dalam destilasi ini biasanya menggunakan tekanan yang rendah diatas permukaan cairan sehingga titik uap komponen yang akan dipisahkan akan turun juga. Dalam arti lain tidak memerlukan pemanasan dengan menggunakan suhu yang terlalu tinggi.

2.4.2 Maserasi

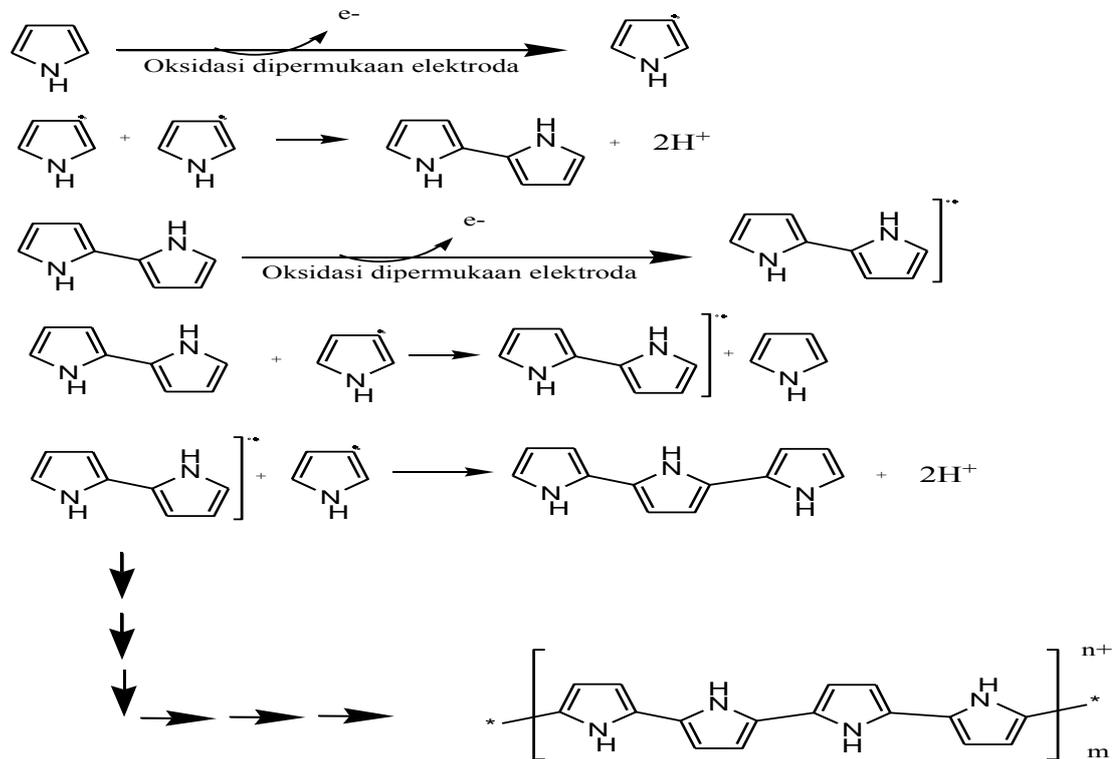
Maserasi adalah perendaman sampel dengan pelarut organik yang digunakan pada temperatur ruang. Proses ini sangat menguntungkan dalam isolasi senyawa bahan alam karena dengan perendaman sampel tumbuhan akan terjadinya pemecahan dinding dan membran sel. Hal ini diakibatkan karena perbedaan tekanan antara di dalam dan di luar sel sehingga metabolit sekunder yang berada di dalam sitoplasma akan terlarut dalam pelarut organik dan ekstraksi senyawa akan sempurna karena perendaman yang dilakukan dapat diatur dalam waktu yang lama (Darwis.2000).

Pemilihan pelarut yang digunakan untuk proses maserasi akan memberikan efektifitas yang tinggi dengan memperhatikan kelarutan senyawa bahan alam dalam pelarut tersebut. Teknik maserasi digunakan terutama jika senyawa organik yang ada dalam bahan alam tersebut tidak banyak presentasinya dan ditemukan suatu pelarut yang dapat melarutkan senyawa organik tersebut tanpa dilakukan pemanasan. Biasanya cara ini membutuhkan waktu yang agak lama dan agak sulit mencari pelarut yang baik untuk melarutkan senyawa yang terkandung dalam sampel. Akan tetapi jika struktur senyawa yang akan diisolasi sudah diketahui, maka metode perendaman ini merupakan metode yang paling praktis (Ansel, 1989).

Secara umum pelarut metanol merupakan pelarut yang paling banyak digunakan dalam proses isolasi senyawa organik bahan alam. Hal ini disebabkan metanol dapat melarutkan sebagian besar golongan metabolit sekunder.

2.5 Polipirol

Polipirol merupakan polimer konduktif yang sering dipelajari dalam sensor elektrokimia. Polimerisasi pirol biasa dilakukan dengan menggunakan metode elektrokimia. pH sangat berpengaruh terhadap polimerisasi pirol karena dalam prosesnya dibutuhkan dukungan dari ion-ion yang ada dalam elektrolit. (Kupila dan Kankare, 1993). Dalam polimerisasi pirol secara elektrokimia biasanya menggunakan metode siklis voltametri. Berbagai macam elektroda akan menghasilkan voltammogram yang berbeda pula. Hal ini terjadi karena masing-masing elektroda memiliki konduktivitas yang berbeda pula (Cheung et al., 1988). Reaksi polimerisasi pirol dapat dilihat pada gambar 2.6



Gambar 2.6 Reaksi Polimerisasi Pirol (Singh et al., 2009)

2.6 Limit Deteksi

Yang dimaksud dengan limit deteksi ialah kemampuan suatu metode atau alat untuk mendeteksi konsentrasi terkecil dalam larutan contoh. Dalam menentukan limit deteksi pada suatu instrumen adalah berbeda-beda tergantung

pada metode analisis, apakah menggunakan instrumen atau tidak menggunakan instrumen, pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sample yang telah mengalami pengenceran . Limit deteksi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang didapat dari uji linearitas. Limit deteksi dihitung dengan rumus:

$$LD = A + 3 SD$$

A menunjukkan nilai a pada persamaan garis $y = bx + a$ sedangkan SD merupakan standar deviasi (Nugroho, 2006).

2.7 Sensitivitas

Instrumen yang baik adalah instrumen yang memiliki sensitivitas yang baik. Yang dimaksud dengan sensitivitas ialah rasio antara sinyal output dan analit yang diukur. Dimana uji sensitivitas ini bertujuan untuk mengukur kepekaan suatu instrumen dengan adanya perubahan salah satu variabel terhadap analit yang diukur. Analisis ini biasa dilakukan setelah mendapatkan kondisi optimal dari instrumen yang digunakan. Analisis ini digunakan untuk menganalisis perubahan-perubahan koefisien dalam model *linear programming* serta akibat-akibat yang ditimbulkan. Uji sensitivitas ini memiliki manfaat yang sangat besar, karena dengan adanya uji ini tidak perlu lagi melakukan perhitungan secara berulang-ulang (Taha, 1996).

2.8 Repeatabilitas

Yang dimaksud dengan repeatabilitas ialah teknik pengujian yang dilakukan terhadap analit secara berulang-ulang. Uji ini dilakukan dengan tujuan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang dilakukan terhadap sampel secara berulang-ulang. Uji ini penting dilakukan agar diperoleh ketepatan sistem dalam memberi respon terhadap analit yang dideteksi. Dalam uji repeatabilitas yang dinyatakan ialah presisi metoda analisis yang dilakukan dalam kondisi yang sama dan interval waktu yang singkat. Dalam arti lain uji repeatabilitas dilakukan untuk mengetahui variabilitas data yang dihasilkan pada dua atau lebih pengujian secara berurutan pada kondisi yang sama. Hasil data yang baik memiliki

perbedaan data yang tidak signifikan sehingga hasil uji berada pada kisaran tingkat kepercayaan (konfidensi) 95%. Karena pentingnya uji repeatabilitas ini dalam proses analisis untuk mengetahui hasil dari analisis, maka dalam penelitian uji ini merupakan uji yang harus dilakukan (Miller, 1991)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, labu ukur 25 mL, pipet ukur, spatula, kaca arloji, botol kaca, neraca analitik Ohaus, oven Thermo Scientific, pH meter Oakton, Seperangkat alat destilasi, *ultrasonic*, *hot plate*, mikropipet, seperangkat alat evaporasi, kawat emas (diameter 1 mm dan panjang 5 cm), kawat perak (diameter 1 mm dan panjang 5 cm) dan Autolab Metrohm tipe AUT84948 sistem tiga elektroda. Tiga sel elektroda yang digunakan yaitu elektroda emas termodifikasi polipirol dan ekstrak buah Maja sebagai elektroda kerja, elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah Maja sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl (KCl 3M) sebagai elektroda pembanding, dan kawat platinum sebagai elektroda bantu.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang tumbuh di wilayah Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, pirol, *shrinkage*, kertas amplas silikon karbida dengan grade 1200, etanol, glukosa, dinatrium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4), gas N_2 , natrium dihidrogen fosfat (NaH_2PO_4), aqua DM (Brataco), potassium klorida (KCl), natrium Hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), silika, parafin, asam askorbat, urea dan tisu.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Daging buah Maja (*Aegle marmelos*) diambil dan dikeringkan hingga beratnya konstan. Kemudian dipotong-potong hingga berukuran kecil. Selanjutnya dilakukan proses maserasi selama 3 – 4 hari menggunakan pelarut etanol p.a (Hossain, et al., 2008). Setelah itu disaring dan dievaporasi pada suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ untuk memisahkan ekstrak dari pelarutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Tanaman maja (*Aegle marmelos*) adalah tanaman yang biasa hidup didaerah tropis. Pada penelitian ini buah maja (*Aegle marmelos*) diambil dari tanaman maja (*Aegle marmelos*) yang tumbuh didaerah Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Buah maja (*Aegle marmelos*) yang diambil masih tergolong buah mentah yang berumur 2 bulan. Buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki ukuran yang cukup besar dan daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki ciri berwarna putih dan berserat (gambar 4.1)



Gambar 4.1 Daging buah maja (*Aegle marmelos*)

Ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dihasilkan dengan menggunakan metode meserasi (perendaman). Daging buah maja (*Aegle marmelos*) dikeringkan hingga beratnya konstan. Setelah itu dihaluskan menggunakan alat penghalus. Hasil yang didapatkan adalah 150 gram berat kering. Kemudian dilakukan perendaman menggunakan pelarut etanol 99,9% sebanyak 3 liter selama 5 hari. Dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat

dan residunya. Filtrat yang dihasilkan memiliki warna kecoklatan. Pemisahan antara pelarut dan ekstrak dilakukan dengan menggunakan metode evaporasi pada suhu 60 °C. Ekstrak yang dihasil masih dalam bentuk cairan pekat berwarna kecoklatan. Kandungan yang terdapat pada ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) pada pelarut etanol yaitu alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012).

4.2 Popirol Sebagai Modifikan Elektroda

4.2.1 Preparasi pirol

Pirol yang digunakan dalam penelitian ini ialah pirol 97% merk yang berwarna coklat kehitaman. Sehingga perlu dilakukan pemurnian. Metode yang digunakan untuk memurnikan pirol adalah destilasi. 10 mL pirol yang berwarna coklat kehitaman dimasukkan kedalam labu alas bulat pada rangkaian alat destilasi. Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 130 °C (titik uap pirol). Proses destilasi dilakukan sampai pirol tersebut habis. Destilat yang dihasilkan berupa cairan bening. Pirol yang telah murni tersebut kemudian dimasukkan kedalam botol kaca berwarna gelap dan dialiri gas nitrogen lalu dimasukkan kedalam kulkas pada suhu rendah. Perlakuan yang dilakukan pada pirol murni bertujuan agar pirol tidak mengalami oksidasi. Hal ini disebabkan karena pirol merupakan senyawa yang mudah mengalami oksidasi. Pirol dapat teroksidasi dengan mudah jika terkena cahaya. Pirol yang telah murni siap digunakan untuk analisis selanjutnya.

4.2.2 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Elektroda emas yang digunakan adalah emas dengan kemurnian 99,99% berbentuk kawat dengan ukuran panjang 5 cm dan diameter 1 mm. Dilakukan pencucian terhadap elektroda menggunakan pelarut etanol 70% dan aqua DM. pencucian ini dilakukan untuk membersihkan elektroda dari senyawa lain. Setelah itu elektroda dimasukkan ke dalam kabel kerut (*shrinkage*) (gambar 4.2) agar dalam proses analisis yang terukur hanya permukaan elektroda yang berdiameter

1 mm. Untuk memastikan kebersihannya, elektroda kemudian di cuci lagi dalam alat ultrasonic selama 20 menit. Pencucian ini bertujuan untuk mencegah adanya senyawa lain dalam proses analisis. Elektroda yang telah dicuci siap dimodifikasi.



Gambar 4.2 Elektroda emas dilapisi kabel kerut

Modifikasi elektroda emas dilakukan dengan cara menempelkan polipirol ke permukaan elektroda. Metode polimerisasi yang digunakan adalah elektropolimerisasi. Digunakan teknik voltametri siklik dengan sistem tiga elektroda dimana elektroda emas sebagai elektroda kerja, elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dan elektroda Pt sebagai elektroda bantu. Potensial yang digunakan dari $-0,8$ V sampai $+1,6$ V dengan laju sapuan 100 mV/sekon sebanyak 10 siklik. Proses ini dilakukan dalam $0,1$ M pirol murni dalam larutan elektrolit kalium klorida (KCl) $0,1$ M. Setelah itu dilakukan stabilisasi terhadap elektroda. Stabilisasi dilakukan dengan metode yang sama namun elektrolit yang digunakan adalah KCl $0,1$ M. Stabilisasi dilakukan hingga voltamogram yang dihasilkan konstan. Proses ini bertujuan agar dipemukaan elektroda yang tertempel adalah murni polipirol. Pada proses elektropolimerisasi permukaan elektroda yang dihasilkan berwarna hitam pekat. Hal ini menunjukkan bahwa proses polimerisasi pirol berlangsung dengan baik. Proses elektropolimerisasi polipirol dilakukan dengan berbagai variasi pH larutan. Variasi pH yang digunakan adalah pH 1

Table 4.26 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 4</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14722E-05
Variance	3.04416E-12	2.26826E-12
Observations	10	10
Df	9	9
F	1.342067189	
P(F<=f) one-tail	0.334142522	
F Critical one-tail	3.178893104	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.26) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 4, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan.

Table 4.27 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4

t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 4</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14722E-05
Variance	3.04416E-12	2.26826E-12
Observations	10	10
Pooled Variance	2.65621E-12	
Hypothesized Mean Difference	0	
Df	18	
t Stat	-1.976295891	
P(T<=t) one-tail	0.031825473	
t Critical one-tail	1.734063607	
P(T<=t) two-tail	0.063650946	
t Critical two-tail	2.10092204	

Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.27) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1

terhadap pengukuran hari ke 4, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.28 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14209E-05
Variance	3.04416E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
df	9	9
F	1.155062184	
P(F<=f) one-tail	0.416743669	
F Critical one-tail	3.178893104	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.28) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan.

Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.29) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.29 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7

t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14209E-05
Variance	3.04416E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
Pooled Variance	2.83983E-12	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	18	
t Stat	-1.979327613	
P(T<=t) one-tail	0.031641298	
t Critical one-tail	1.734063607	
P(T<=t) two-tail	0.063282597	
t Critical two-tail	2.10092204	

Table 4.30 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 4</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.14722E-05	-7.14209E-05
Variance	2.26826E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
df	9	9
F	0.860658984	
P(F<=f) one-tail	0.413390534	
F Critical one-tail	0.314574906	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.30) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 4 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih besar dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang berbeda secara signifikan.

Table 4.31 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances		
	<i>Hari Ke 4</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.14722E-05	-7.14209E-05
Variance	2.26826E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
Hypothesized Mean Difference	0	
df	18	
t Stat	-0.073171968	
P(T<=t) one-tail	0.471238129	
t Critical one-tail	1.734063607	
P(T<=t) two-tail	0.942476257	
t Critical two-tail	2.10092204	

Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.31) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 4 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.32 Data hasil Uji F dan Uji t Reprotabilitas Elektroda

Hari Ke -	Uji	
	F	t
0 dan 4	Diterima	Diterima
0 dan 7	Diterima	Diterima
4 dan 7	Ditolak	Diterima

Hasil uji F dan uji t reprotabilitas dapat dilihat pada table 4.30. Dapat disimpulkan bahwa elektroda memiliki kestabilan yang baik jika digunakan dalam rentang beberapa hari. Walaupun dalam pengukuran hari keempat dan ketujuh memiliki presisi yang berbeda secara signifikan, namun memiliki akurasi yang baik dalam pengukuran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan, elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki kinerja yang baik terhadap penentuan glukosa. Hal ini ditunjukkan dengan adanya puncak anodik dan katodik di voltamogram ketika dilakukan uji terhadap glukosa. Komposisi terbaik dari adalah 30 % parafin dan 70% silika dari total berat parafin dan silika, sedangkan untuk ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) adalah 80 % dari total berat parafin dan silika. Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dari larutan glukosa. Elektroda memberikan respon kenaikan arus seiring kenaikan konsentrasi glukosa baik pada daerah anodik maupun daerah katodik. Pada daerah anodik, arus menunjukkan kenaikan pada potensial 0,38 V dengan limit deteksi 1,92 μM dan sensitivitasnya sebesar 1,2218 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2}$. Pada daerah katodik, arus menunjukkan kenaikan pada potensial -0,25 V dengan limit deteksi 1,7014 μM dan sensitivitasnya sebesar 1,522 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2}$. Elektroda memiliki selektivitas yang baik pada pH basa. Dari data uji repeatibilitas dan reprotabilitas dapat menunjukkan elektroda memiliki kestabilan yang baik ketika disimpan dalam kulkas suhu -11 $^{\circ}\text{C}$ jika akan dipakai secara berulang-ulang. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki sensitivitas, limit deteksi dan selektivitas yang baik terhadap larutan glukosa, sehingga dapat digunakan untuk sebagai sensor glukosa.

5.2 Saran

Perlu dilakukan kajian lebih lanjut mengenai modifikan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*), Dimana untuk mengetahui secara tepat senyawa apa yang terlibat dalam reaksi elektrokimia, sehingga lebih efektif lagi dalam mendeteksi glukosa. Selain itu, perlu juga dilakukan pengukuran secara langsung

terhadap darah manusia yang normal dan yang menderita penyakit diabetes untuk menguji elektroda dalam aplikasinya.

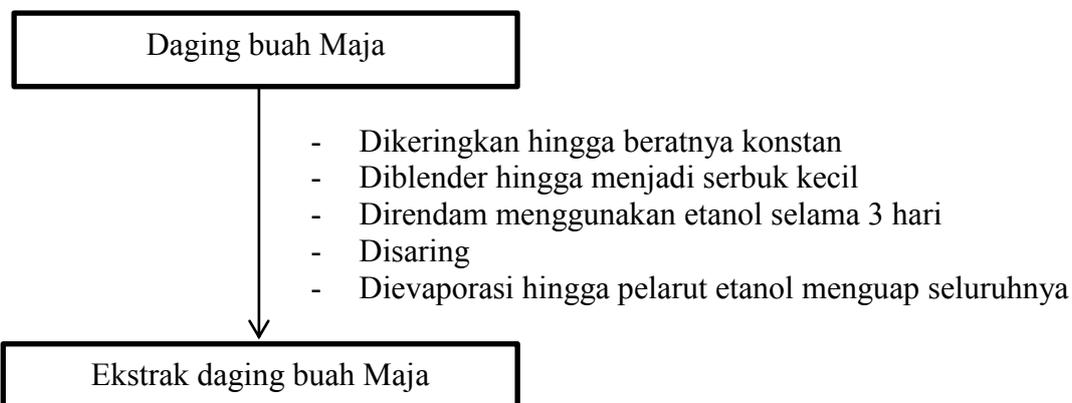
DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Judul Lampiran	Halaman
A	Skema Kerja	81
A.1	Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	81
A.2	Pemurnian Pirol	81
A.3	Pembuatan Larutan Standar Glukosa	81
A.4	Pembuatan Elektroda emas termodifikasi Polipirol	82
A.5	Pembuatan Elektroda emas termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja	82
A.6	Deteksi Glukosa Menggunakan Elektroda Emas Termodifikasi Pirol dan Elektroda Emas Termodifikasi Pirol/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.7	Pembuatan Elektroda perak termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.8	Deteksi Glukosa Menggunakan Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.9	Penentuan pH Optimum	84
A.10	Penentuan Daerah Konsentrasi Linear	84
A.11	Uji Interferensi	84
A.12	Uji Repeatibilitas	85
A.13	Uji Reprodubilitas	85
B	Variasi Komposisi Berat Pasta	86

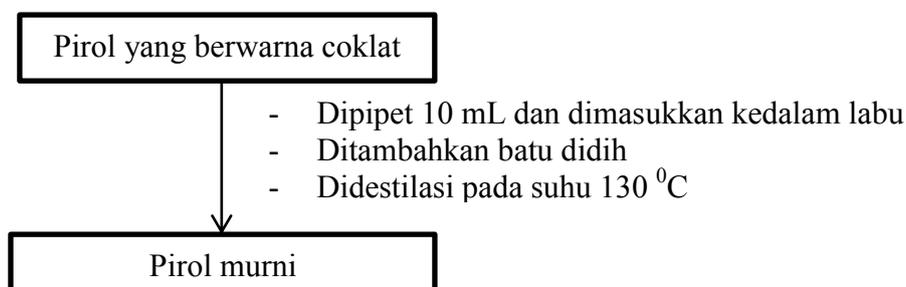
LAMPIRAN

A. SKEMA KERJA

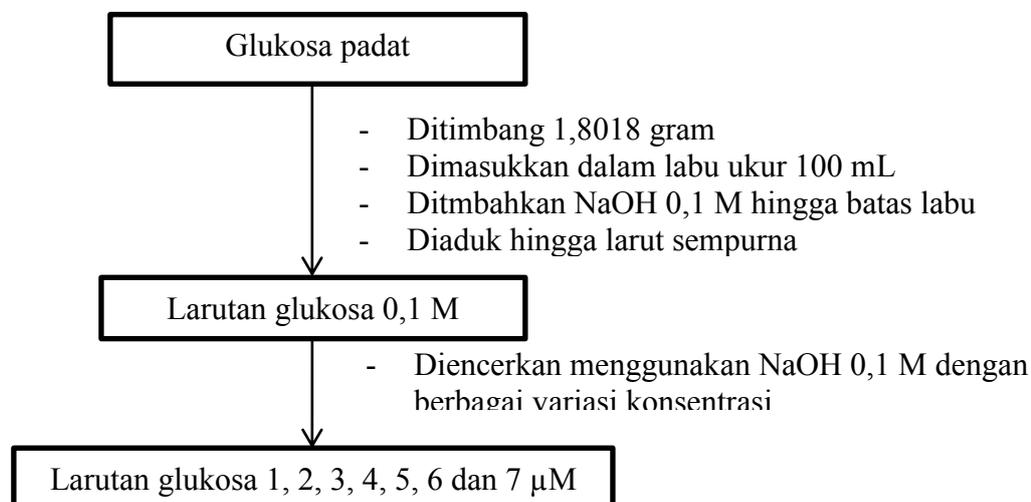
1. Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja



2. Pemurnian Pirol



3. Pembuatan Larutan Standar Glukosa



LAMPIRAN B. VARIASI KOMPOSISI BERAT PASTA

Berat total Silika dan Parafin adalah 0,05 gram

Table B.1 Optimasi Silika dan Parafin

Parafin (gr)		Silika (gr)		Perbandingan Parafin:Silika	Ekstrak Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) (gr)
10%	0,005	90%	0,045	1:9	0,02
20%	0,01	80%	0,04	1:4	0,02
30%	0,015	70%	0,035	3:7	0,02
40%	0,02	60%	0,03	2:3	0,02
50%	0,025	50%	0,025	1:1	0,02
60%	0,03	40%	0,02	3:2	0,02
70%	0,035	30%	0,015	7:3	0,02
80%	0,04	20%	0,01	4:1	0,02
90%	0,045	10%	0,005	9:1	0,02

Table B.2 Optimasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Parafin (gr)		Silika (gr)		Perbandingan Parafin:Silika	Ekstrak Daun Maja (<i>Aegle marmelos</i>) (gr)	
30%	0,015	70%	0,035	3:7	10%	0,005
30%	0,015	70%	0,035	3:7	20%	0,01
30%	0,015	70%	0,035	3:7	30%	0,015
30%	0,015	70%	0,035	3:7	40%	0,02
30%	0,015	70%	0,035	3:7	50%	0,025
30%	0,015	70%	0,035	3:7	60%	0,03
30%	0,015	70%	0,035	3:7	70%	0,035
30%	0,015	70%	0,035	3:7	80%	0,04
30%	0,015	70%	0,035	3:7	90%	0,045



TESIS - SK142502

**SILVER ELECTRODE MODIFIED SILICA GEL /
FRUIT PULP EXTRACT MAJA (*Aegle Marmelos*)
FOR GLUCOSE DETECTION**

**TRI PAUS HASIHOLAN HUTAPEA
1413 201 010**

**SUPERVISOR
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**MASTER PROGRAM
CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**

ELEKTRODA PERAK TERMODIFIKASI SILIKA GEL/EKSTRAK DAGING BUAH MAJA (*Aegle marmelos*) UNTUK DETEKSI GLUKOSA

Nama Mahasiswa : Tri Paus Hasiholan Hutapea
NRP : 1413 201 010
Dosen Pembimbing : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian elektroda perak termodifikasi pasta silika dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) untuk mendeteksi glukosa secara elektrokimia. Pasta dipreparasi secara *bulk modified* dengan mencampurkan silika, parafin dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dengan komposisi berat yang telah ditentukan. Elektroda yang telah termodifikasi digunakan sebagai elektroda kerja untuk deteksi glukosa menggunakan voltametri siklis. Elektroda memberikan respon terbaik dengan perbandingan komposisi pasta silika gel 70%, parafin 30% dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) 80% dari total berat silika dan parafin . Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dari larutan glukosa. Elektroda menunjukkan kenaikan sinyal arus seiring kenaikan konsentrasi glukosa. Sinyal arus anodik elektroda perak termodifikasi silika gel pada potensial 0,38 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu $1,2218 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ dan $1,92 \mu\text{M}$. Sedangkan sinyal arus katodik elektroda perak termodifikasi silika gel pada potensial -0,25 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu $1,522 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ dan $1,7014 \mu\text{M}$.

Kata kunci : elektroda perak, silika gel, glukosa, voltametri siklis, ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*).

SILVER ELECTRODE MODIFIED SILICA GEL / FRUIT PULP EXTRACT MAJA (*Aegle Marmelos*) FOR GLUCOSE DETECTION

By : Tri Paus Hasiholan Hutapea
Student Identity Number : 1413 201 010
Supervisor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRACT

Research about silver electrode modified by silica gel and extract of maja fruit pulp (*Aegle marmelos*) to detect glucose electrochemically had been conducted. Paste was prepared using bulk modified technique by mixing silica gel, paraffin, and maja fruit pulp extract with predetermined composition of weight. Modified electrode was used as working electrode for glucose detection by cyclic voltammetry. Electrodes provide the best response with composition ratio 70 % silica gel, 30% paraffin and 80% maja fruit pulp extract from the total weight of silica and paraffin. The optimum measurement of the glucose solution obtained at pH 13. Electrode shows that the current signal increase as glucose concentration increase. Anodic Current signal of silver electrode modified by silica gel applied at 0.38 V has the sensitivity and the detection limit of 1,2218 $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ and 1,92 μM respectively. While the cathodic current signal of silver electrode modified by silica gel at -0.25 V has sensitivity and detection limit 1,522 $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$ and 1,7014 μM .

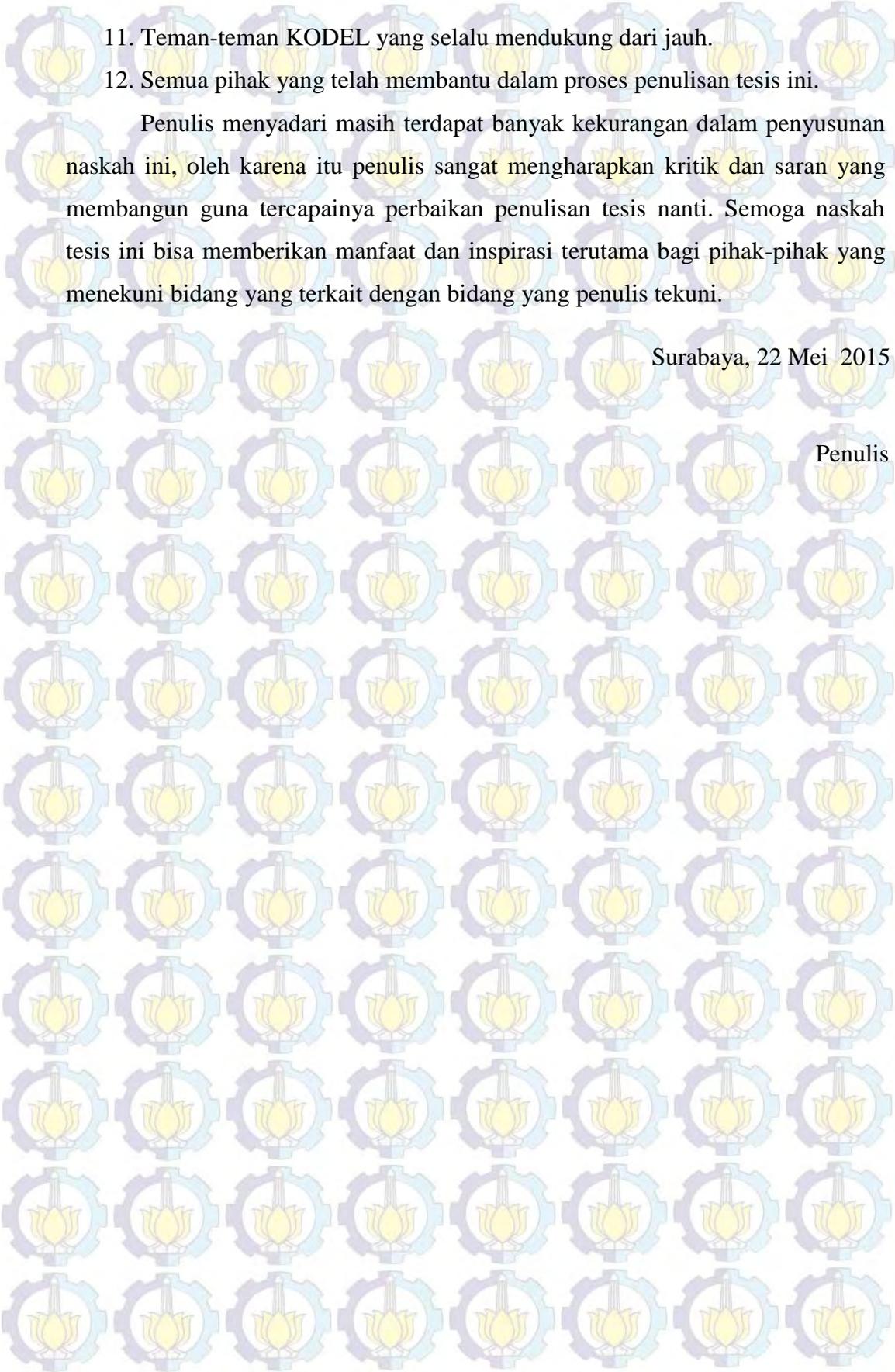
Keywords: silver electrodes, silica gel, glucose, cyclic voltammetry, Maja fruit pulp extract (*Aegle Marmelos*).

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan limpahan berkat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan naskah tesis yang berjudul “**Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)**” dengan baik dan lancar.

Penulisan naskah tesis ini dapat selesai berkat bantuan, dukungan dan dorongan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Hamzah Fanzuri, Ph.D selaku ketua jurusan kimia ITS dan Bapak Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku ketua program studi pascasarjana kimia ITS dan dosen penguji.
2. Bapak Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan waktu, arahan, bimbingan, pemahaman, ilmu dan segala diskusi selama proses penulisan proposal ini.
3. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D selaku dosen pembimbing akademik dan dosen penguji yang memberikan arahan dan motivasi.
4. Bapak Suprpto, Ph.D selaku dosen penguji yang telah memberi banyak masukan.
5. Seluruh jajaran Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala dedikasinya dan ilmu yang telah diberikan.
6. Kedua orang tua yang selalu memberikan dukungan dan doa.
7. Kak Marlin, Bang Dapot, Kardo, Leri, Bang Frison, Jayden dan Jovan yang selalu memberi semangat.
8. Yunita Triana, sahabat dari semester awal yang selalu memberi motivasi, semangat dan dorongan
9. Teman-teman angkatan 2013 S2 Kimia ITS, atas semua dukungan, semangat dan kebersamaannya selama ini.
10. Kawan-kawan LAB ISA yang selalu memberi tawa selama melakukan penelitian ini.



11. Teman-teman KODEL yang selalu mendukung dari jauh.

12. Semua pihak yang telah membantu dalam proses penulisan tesis ini.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan naskah ini, oleh karena itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun guna tercapainya perbaikan penulisan tesis nanti. Semoga naskah tesis ini bisa memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang yang terkait dengan bidang yang penulis tekuni.

Surabaya, 22 Mei 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tanaman Maja	5
2.2 Glukosa	7
2.3 Elektrokimia	8
2.3.1 Reaksi Oksidasi Reduksi (Redoks)	8
2.3.2 Sel Elektrokimia	9
2.3.2.1 Sel Elektrolisis	9
2.3.3 Voltametri	10
2.3.3.1 Elektroda	10
2.3.3.2 Voltametri Siklik	12
2.4 Pemisahan Kimia	14
2.4.1 Destilasi	14

2.4.2 Meserasi	16
2.5 Polipirol	17
2.6 Limit Deteksi	17
2.7 Sensitivitas	18
2.8 Repeatabilitas	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Penelitian	21
3.2.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	21
3.2.2 Pembuatan Larutan Standar Glukosa	22
3.2.3 Preparasi Pirol	22
3.2.4 Preparasi Elektroda Emas	22
3.2.5 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol	22
3.2.6 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja.....	23
3.2.7 Penentuan Fungsi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan.....	23
3.2.8 Preparasi Elektroda Perak.....	23
3.2.9 Preparasi Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja.....	24
3.2.10 Penentuan Fungsi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan	24
3.2.11 Penentuan pH Optimum	24
3.2.12 Penentuan Daerah konsentrasi Linear	24
3.2.13 Uji Interferensi.....	25
3.2.14 Uji Repeatabilitas	25
3.2.15 Uji Repeatabilitas	25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	27
4.2 Polipirol Sebagai Modifikan	28
4.2.1 Preparasi Pirol	28
4.2.2 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja.....	28
4.2.3 Penentuan Fungsi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan.....	36
4.3 Silika Gel Sebagai Modifikan Elektroda	40
4.3.1 Preparasi Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja.....	40
4.3.2 Penentuan Fungsi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja Sebagai Modifikan	41
4.3.3 Penentuan Komposisi Silika dan Parafin Elektroda.....	43
4.3.4 Penentuan Komposisi Ekstrak Daging Buah Maja	45
4.3.5 Penentuan pH Optimum	46
4.3.6 Penentuan Daerah konsentrasi Linear	46
4.3.7 Uji Interferensi.....	52
4.3.8 Uji Repeatabilitas	55
4.3.9 Uji Repeatabilitas	69
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	75
5.1 Kesimpulan	75
5.2 Saran	75
DAFTAR PUSTAKA.....	77
LAMPIRAN	81

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul Tabel	Halaman
4.1	Respon Arus Puncak Katodik Elektroda Terhadap Larutan Standar Glukosa Dalam Tiga Kali Pengukuran	49
4.2	Respon Arus Puncak Anodik Elektroda Terhadap Larutan Standar Glukosa Dalam Tiga Kali Pengukuran	52
4.3	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Blanko (NaOH)	56
4.4	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	56
4.5	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	57
4.6	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	58
4.7	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	58
4.8	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	59
4.9	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Blanko 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	59
4.10	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Kulkas (Suhu -11°C)	60
4.11	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	60
4.12	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	61
4.13	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	62

Tabel	Judul Tabel	Halaman
4.14	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	62
4.15	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	63
4.16	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Kulkas (Suhu -11°C) 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	63
4.17	Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa Penyimpanan Dalam Desikator	64
4.18	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	65
4.19	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam	65
4.20	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	66
4.21	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam	66
4.22	Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	67
4.23	Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda Dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam	67
4.24	Data Hasil Uji F dan Uji t Repeatibilitas Elektroda	68
4.25	Data Reprotabilitas Arus Puncak Katodik Elektroda pada Larutan Standar Glukosa	69
4.26	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4	70
4.27	Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4	70
4.28	Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul Gambar	Halaman
2.1	Tanaman Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	5
2.2	Rangkaian Tiga Elektroda	11
2.3	Voltammogram Voltametri Siklik	13
2.4	Proses yang Terjadi Pada Permukaan Elektroda	14
2.5	Rangkaian Alat Destilasi	15
2.6	Reaksi Polimerisasi Pirol	17
4.1	Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	27
4.2	Elektroda Emas Dilapisi Kabel Kerut	29
4.3	Voltamogram Polimerisasi pH 13 dan 14	30
4.4	Polimerisasi PANI dan Data Impedansi pada pH 1 sampai 12	35
4.5	Grafik Hubungan pH Polimerisasi Pirol Terhadap Konduktivitas	35
4.6	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol Terhadap Larutan Glukosa	37
4.7	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman	38
4.8	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Siklis	38
4.9	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman pada pH 1 (Asam)	39
4.10	Voltamogram Respon Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) Metode Perendaman pada pH 13 (Basa)	40

Gambar	Judul Gambar	Halaman
4.11	Perak, Badan Elektroda, Rongga Pada Badan Elektroda dan Elektroda yang Diberi Pasta Modifikan	41
4.12	Voltamogram Respon Elektroda Termodifikasi Pasta Silika Gel dan Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	42
4.13	Voltamogram Optimasi Komponen Silika dan Parafin Elektroda	44
4.14	Voltamogram Optimasi Komponen Ekstrak Daging Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>)	45
4.15	Voltamogram Respon Elektroda Terhadap Berbagai Konsentrasi Larutan Standar Glukosa	47
4.16	Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Glukosa Dengan Puncak Arus Katodik	48
4.17	Kurva Linear Puncak Katodik Elektroda Pada Larutan Standar Glukosa Konsentrasi 0 – 4 μ M Pada Potensial -0,25 V	48
4.18	Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Glukosa Dengan Puncak Arus Anodik	50
4.19	Kurva Linear Puncak Katodik Elektroda Pada Larutan Standar Glukosa Konsentrasi 0 – 4 μ M Pada Potensial -0,25	51
4.20	Voltamogram Interferensi pH 1	53
4.21	Voltamogram Interferensi pH 7	54
4.22	Voltamogram Interferensi pH 13	54

DAFTAR PUSTAKA

Ansel, H.C., (1989), *Pengantar Bentuk sediaan Farmasi*. Edisi 4, UI Press, Jakarta.

Balasubramanian, K. dan Burghard, M., (2006), "Biosensors based on carbon nanotubes", *Anal. Bional. Chem.*, Vol. 385, hal. 452–468.

Cheung, K.M., Bloor, D. dan Stevens, G.C., (1988), "Characterzation of polypyrrole electropolymerized on different electrodes", *Polymer*, Vol. 29, hal. 1709-1717.

D'Adamo, P.J. dan Whitney, C., (2007), *Fight It With The Blood Type Diet*, Penguin Inc., New York.

Darwis, D., (2000), *Teknik Dasar Laboratorium Dalam Penelitian Senyawa Bahan Alam Hayati. Workshop Pengembangan Sumber Daya Manusia di dalam Bidang Kimia Organik Bahan Alam Hayati*, FMIPA UNAND, Padang.

Day, R.A dan A. L Underwood., (2002), *Analisis Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*, Erlangga, Jakarta.

Ekanayake, E.M.I.M., Preethichandra, D.M.G. dan Kaneto, K., (2007), "Polypyrrole nanotube array sensor for enhanced adsorption of glucose oxidase in glucose biosensors", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 23, hal. 107–113.

Hariana, A., (2008), *Tumbuhan Obat dan Khasiatnya, Seri 2*, Penebar Swadaya, Jakarta.

Hossain, S.J., Tsujiyama, I., Takasugi, M., Islam, A., Biswas, R.S. dan Aoshima, H., (2008), "Total phenolic content, antioxidative, anti-amylase, anti-glucosidase, and antihistamine release activities of Bangladeshi fruits", *Food Science and Technology Research*, Vol. 14, hal. 261–268.

Jaafariasl, M., Shams, E., Kazem A., Mohammad, (2010), "Silica gel modified carbon paste electrode for electrochemical detection of insulin", *Electrochimica Acta*, Vol. 56, hal. 4390.

James, J., Baker, C. dan Swain, H., (2008), *Prinsip-Prinsip Sains Untuk Keperawatan*, Erlangga, Jakarta

Kounaves, S.P., (1987), *Voltammetric Techniques*, Departement of Chemistry, Tufts University, USA.

Kros, A., Gerritsen, M., Sprakel, V.S.I., Sommerdijk, N.A.J.M., Jansen, J.A., dan Nolte, R.J.M., (2001), "Silica-based hybrid materials as biocompatible coatings for glucose sensors", *Sensors and Actuators*, Vol. 81, hal. 68-75.

Kupila, E.L. dan Kankare, J., (1993), "Electropolymerization of pyrrole: effects of pH and anions on the conductivity and growth kinetics of polypyrrole", *Synthetic Metals*, Vol. 55-57, hal. 1402-1405.

Lambole, V.B., Murti, K., Kumar, U., Sandipkumar, P.B. dan Gajera, V., (2010), "Phytopharmacological properties of *Aegle marmelose* as a potent medicinal tree: An overview", *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, Vol. 5, hal. 67-72.

Lee, S.R., Lee, Y.T., Sawada, K., Takao, H. dan Ishida, M., (2008), "Development of a disposable glucose biosensor using electroless-plated Au/Ni/copper low electrical resistance electrodes", *Biosens. Bioelectron.*, Vol. 24, hal. 410–414.

Li, Y., Liu, X., Yuan, H., dan Xiao, D., (2009), "Glucose biosensor based on the room-temperature phosphorescence of TiO₂/SiO₂ nanocomposite", *Biosensors and Bioelectronics*, Vol.24, hal. 3706–3710.

Lund, H. dan Hummerich, O., (2001), *Organic Electrochemistry*, Marcel Dekker, Inc., New York.

Marks, D.B., Marks, A.D. dan Smith, C.M., (2000), *Biokimia Kedokteran Dasar*, Buku Kedokteran, Jakarta.

Miller J.C., Miller, J.N., (1991), *Statistika untuk Kimia Analitik, Edisi Kedua*, ITB, Bandung.

Nugroho, A., Wahyono H., and S. Fatimah., (2006), “Validasi Metode Alat Icp-Aes Plasma 40 Untuk Pengukuran Unsur Cr, P, Ti”, *Jurnal Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, BATAN*, Vol. 12 No. 2: 100-107

Oxtoby, D. W., Gills, H.P. dan Nactrieb, N.H., (2001), *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*, Erlangga, Jakarta.

Pandian, S.A., Praveena, R. dan Jegadeesan, M., (2012), “Physicochemical Properties of fruit of *Aegle Marmelos*(L.) Corr.”, *Nature of Pharmaceutical Technology*, Vol. No. 2(1), hal. 1-3.

Rahayu, A. M., (2012), *Modifikasi Elektroda Emas dengan Polipirol/Emas Nanopartikel untuk Penentuan Kromium*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA ITS, Surabaya

Riyanto, (2013), *Elektrokimia dan Aplikasinya*, Graha Ilmu, Yogyakarta.

Ross, S.D., Finkelstein, M. dan Rudd, E.F., (1975), *Anodic Oxidation*, Academic Press, New York.

Sampath, S., dan Lev, O., (2005), “Renewable, reagentless glucose sensor based on a redox modified enzyme and carbon-silica composite”, *Electroanalysis*, Vol. 8, hal. 1112–1116.

Sanagi, M.M., (2001), *Teknik Pemisahan Kimia Dalam Analisis Kimia*, University Teknologi Malaysia, Johor Darul Ta'zim.

Sekar, D.K., Kumar, G., Karthik, L. dan Rao, Bhaskara. K.V., (2001), “A review on pharmacological and phytochemical propertis of *Aegel marmelos* (L.) coor. Serr (Rotaceae)”, *Pelagia Research Library*, Vol. 1, hal 8 – 17.

Sharma, P.C., Bhatia, V., Bansal, N. dan Sharma, A., (2007), "A review on bael tree", *Natural Product Radiance*, Vol. 6, hal. 171-178.

Singh, M., Kathuraju, P.K. dan Jampana, N., (2009), "A review polypyrrole based amperometric glucose biosensors", *Sensor and Actuators B: Chem.*, Vol. 143, hal. 430-443.

Singh, U. dan Kochhar, A., (2012), "Effect of supplementation of bael (*Aegle marmelos* L.) and Nutrition counseling on blood glucose, lipid profile and blood pressure of non-insulin dependent diabetics", *Green Chemistry*, Vol.1.No.3, hal. 284-295.

Svehla, G., (1990), *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Mikro*, PT Kalman Media Pusaka, Jakarta.

Taha, Hamdy A., (1996), *Riset Operasi, Suatu Pengantar*, Binarupa Aksara, Jakarta

Uang, Y.M. dan Chou, T.C., (2003) "Fabrication of glucose oxidase/polypyrrole biosensor by galvanostatic method in various pH aqueous solutions", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 19, hal. 141-147.

Vreeke, M., Rocca, P. dan Heller, A., (1995), "Direct electrical detection of dissolved biotinylated horseradish peroxidase, biotin, and avidin, *Anal. Chem*", Vol. 67, hal. 303-306.

Wong, C.M., Wong, K.H. dan Chen, X.D., (2008), "Glucose oxidase: natural occurrence, function, properties and industrial applications", *Appl Microbiol Biotechnol.*, Vol. 78, hal 927-938.

Xu, H., Malladi, K., Wang, C., Kulinsky, L., Song, M. dan Madou, M., (2008), "Carbon post microarrays for glucose sensors", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 23, hal. 1637-1644.

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama **Tri Paus Hasiholan Hutapea**, lahir pada tanggal 03 Nopember 1989 di Tarakan, Kalimantan Timur. Merupakan anak ketiga dari pasangan **Bapak Riduan Hutapea dan Ibu Romauli br. Napitupulu**

Penulis memulai pendidikan formal di TK Katolik Tarakan pada tahun 1995 kemudian pada tahun 1996 di SD Patra Dharma Tarakan dan lulus pada tahun 2002. Pada tahun yang sama melanjutkan pendidikan di SLTP Negeri 1 Tarakan dan lulus pada tahun 2005. Kemudian melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 1 Tarakan jurusan IPA. Mengakhiri pendidikan Sekolah Menengah Kejuruan pada tahun 2008. Kemudian melanjutkan jenjang pendidikan Strata Satu (S-1) di Universitas Mulawarman dan mengambil Jurusan Kimia Tahun 2008 di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan mengakhirinya pada tahun 2012. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan pendidikan Strata Dua (S2) di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alama Jurusan kimia pada bidang kimia analitik. Kritik dan saran untuk penulis dapat menghubungi no hp 085347009822 atau melalui e-mail : hutapea2606@gmail.com

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Glukosa merupakan senyawa yang berfungsi sebagai pusat dari semua metabolisme yang terjadi di dalam tubuh manusia. Dapat diartikan bahwa glukosa sebagai bahan bakar universal bagi manusia dan merupakan sumber karbon untuk sintesis sebagian besar senyawa lainnya. Sel – sel yang ada pada jaringan manusia, membutuhkan glukosa untuk menghasilkan energi (Marks, et al., 2000). Namun bila glukosa tidak dapat diubah menjadi energi, maka glukosa akan berada dalam darah. Kelebihan kadar glukosa dalam darah akan menyebabkan suatu penyakit yang disebut dengan penyakit diabetes. Jika kadar glukosa dalam darah terlalu tinggi, maka ginjal tidak dapat memprosesnya sehingga diteruskan melalui urin (D'Adamo dan Whitney, 2007).

Penentuan kadar glukosa dalam darah sangat dibutuhkan didunia medis. Dewasa ini penentuan glukosa dalam darah dengan menggunakan metode biosensor sering dilakukan dan terus mengalami perkembangan. Keakurasian dan sensitivitas elektroda yang digunakan terus dikembangkan guna memonitoring penyakit diabetes (Lee, et al., 2008). Metode biosensor dilakukan karena memiliki beberapa kelebihan yang diantaranya tingkat selektif dan sensitifnya yang tinggi, keakuratan yang tinggi, mudah dioperasikan, memiliki respon yang cepat dan dapat digunakan secara berkelanjutan (Wong, et al., 2008).

Metode penentuan glukosa menggunakan biosensor ini pernah dilakukan oleh Ung dan Chou (2003), dimana dalam laporannya glukosa dideteksi dengan menggunakan modifikasi elektroda emas dengan polipirol dan enzim glukosa oksidase. Elektroda yang dimodifikasi memiliki nilai sensitivitas yang cukup baik terhadap glukosa yaitu 7 nAmM/cm^2 . Selain itu respon terhadap glukosa juga menunjukkan nilai yang baik yaitu 15 sekon. Elektroda juga memiliki stabilitas yang baik, dimana kestabilan hingga 44% dalam 3 hari. Penelitian lain dalam menentukan glukosa dengan menggunakan elektroda perak yang dimodifikasi dengan pasta. Pasta merupakan pencampuran komponen modifikan secara

langsung. Kros *et.al* (2001) mencampurkan silika dengan material hibrida untuk sebagai biosensor glukosa. Pencampuran silika, karbon dan enzim membentuk pasta juga pernah dilakukan untuk menentukan glukosa. Penggunaan silika dan karbon bertujuan sebagai media yang dapat mentransfer elektron karena bersifat konduktif (Sampath dan Lev, 2005). Sedangkan penggunaan emas dan perak sebagai bahan pendukung yang konduktif untuk mentransfer elektron dengan baik.

Hal tersebut menginspirasi untuk membuat sensor dari elektroda yang dimodifikasi oleh pasta. Dalam penelitian ini elektroda yang digunakan untuk mendeteksi glukosa adalah elektroda perak yang dimodifikasi dengan pasta silika gel dan ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Pemilihan daging buah Maja (*Aegle marmelos*) didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Singh dan Kochhar (2012), dimana ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dapat digunakan sebagai anti diabetes. Dalam laporannya, ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dalam bentuk suplemen dapat menurunkan kadar glukosa dalam darah. Digunakan sebagai antidiabetes, ekstrak daging buah maja memiliki dua kemungkinan dalam mengurangi kadar glukosa dalam darah yaitu mengoksidasi glukosa secara langsung atau merangsang organ penghasil insulin untuk menghasilkan insulin lebih banyak. Ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dalam pelarut etanol secara efektif dapat digunakan sebagai anti diabetes (Hossain, et al., 2008). Buah Maja (*Aegle marmelos*) memiliki kandungan-kandungan kimia yang cukup banyak. Ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang diambil menggunakan pelarut etanol 100%, etanol 50% dan aquades (H₂O), setelah diuji dengan berbagai metode, terdapat berbagai macam kandungan kimia yang diantaranya alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012). Oleh karena itu dengan interaksi antara ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) yang dimungkinkan mengoksidasi glukosa dapat diduga bahwa ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dapat digunakan sebagai modifikan elektroda dalam sensor untuk mendeteksi glukosa.

1.2 Perumusan Masalah

Kelebihan kadar glukosa dalam darah dapat menyebabkan penyakit yang mematikan yaitu diabetes. Berdasarkan hal tersebut, didalam dunia diagnosis klinis (kesehatan) sangat penting untuk dilakukannya uji dan kontroling kadar glukosa dalam darah. Dalam mendeteksi glukosa, biasanya menggunakan metode elektrokimia dengan memodifikasi elektroda yang digunakan. Sehingga muncul ide untuk membuat elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Perumusan masalah yang dibahas dalam penelitian ini adalah Bagaimana kinerja elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) untuk mendeteksi glukosa.

1.3 Batasan Masalah

Elektroda perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) dibuat dengan metode voltametri siklik. Elektroda akan dimanfaatkan sebagai sensor glukosa. Analisis dilakukan untuk menentukan sensitivitas dan limit deteksi elektroda terhadap glukosa. Uji selanjutnya yaitu uji repeatabilitas dan uji interferensi.

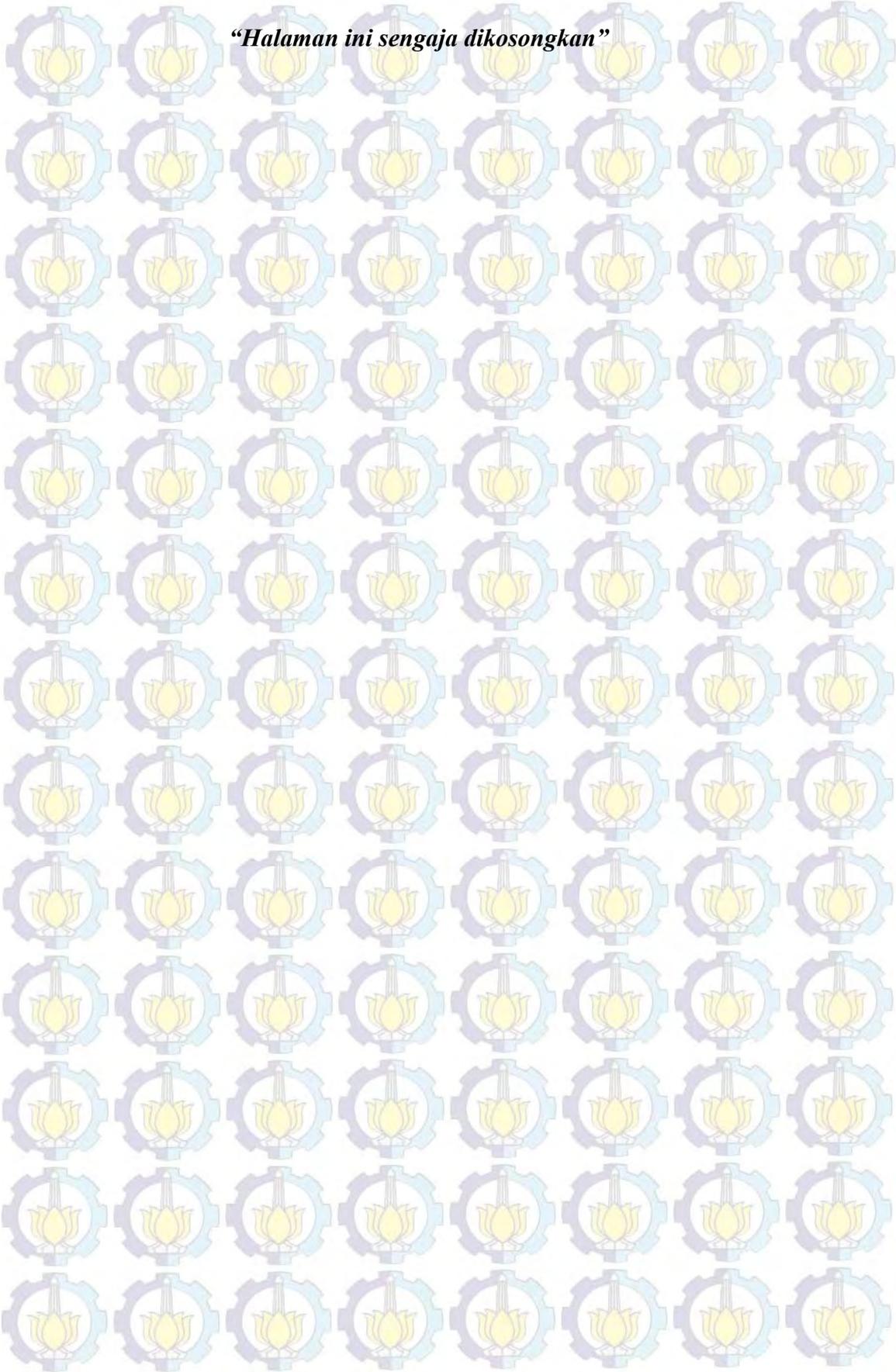
1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat elektroda dari perak termodifikasi pasta silika gel/ekstrak daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang memiliki sensitivitas, limit deteksi dan selektivitas yang baik dalam mendeteksi glukosa.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah adanya elektroda alternatif baru yang memiliki kinerja lebih baik untuk mendeteksi glukosa. Selain itu, penelitian ini dapat memberikan kontribusi pengembangan ilmu pengetahuan khususnya dibidang sensor elektrokimia.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanaman Maja

Tanaman Maja (*Aegle marmelos*) adalah tanaman tradisional yang dapat digunakan sebagai obat-obatan tradisional. Tanaman ini memiliki khasiat untuk mengobati penyakit diare (disentri), hipokondria, penyakit jantung, melankolia, korengan, kudis, eksim, bisul, demam, stomakikum, sedatif, arbotif, radang selaput lendir hidung, borok, gigitan ular dan sakit usus (Hariana, 2008). Tanaman ini merupakan tanaman yang mudah tumbuh, memiliki pohon yang tidak kecil dan tidak terlalu besar, tingginya 25 – 30 kaki. Batang tanaman ini pendek, tebal dan terkadang cabangnya berduri lurus. Daun tanaman Maja berbentuk oval dengan panjang 4-10 cm dan lebar 2-5 cm, memiliki 3-5 lapisan didalamnya. Bunga dari tanaman ini berwarna putih kehijauan dengan memiliki 4 bengkakan dan kelopak berdaging. Biasanya bunga tanaman ini muncul pada bulan Mei dan Juni. Buah Maja (*Aegle marmelos*) berbentuk bulat (oval), dengan diameter 2 sampai 4 inci, berwarna hijau dan ketika matang berubah menjadi warna kekuningan. Kulit buah sangat keras. Daging buah berwarna kuning dan terlihat seperti bubur, lembut, pucat, berasa manis dan memiliki aroma yang harum. Didalam buah terdapat biji-bijian yang kecil (sekitar 1 cm), keras dan berbentuk lonjong (Gambar 2.1) (Lambole, et al., 2010)



Gambar 2.1 Tanaman Maja (*Aegle marmelos*)

Klasifikasi Tanaman Maja (*Aegle marmelos*)

Kerajaan: Plantae

Divisi: Magnoliophyta

Kelas: Magnoliopsida

Subkelas: Rosidae

Ordo: Sapindales

Famili: Rutaceae

Genus: *Aegle*

Spesies: *aegle marmelos* (L.)

Berdasarkan penelusuran yang dilakukan oleh Sekar et.al. (2011) dari penelitian-penelitian yang berkaitan dengan tanaman Maja (*Aegle marmelos*), tanaman ini memiliki banyak kegunaan dibidang kesehatan yang dapat ditunjukkan. Menurut laporannya, tanaman ini dapat berfungsi sebagai antioksidan, anti diabetes, anti diare, anti bakteri, mencegah perkembangbiakan sel tumor, memiliki efek terhadap pembelahan sel, melindungi dari penyakit hepatitis, dapat menahan tubuh dari serangan penyakit, dapat mengobati penyakit encok dan dapat mencegah kesuburan sel mati.

Buah Maja (*Aegle marmelos*) memiliki banyak kandungan kimia. Ekstrak buah Maja (*Aegle marmelos*) yang diambil menggunakan pelarut etanol 100%, etanol 50% dan aquades (H₂O), setelah diuji dengan berbagai metode, terdapat berbagai macam kandungan kimia yang diantaranya alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012). Buah Maja (*Aegle marmelos*) bukan merupakan sumber vitamin C yang baik, karena hanya terdapat 920 mg vitamin C dari 100 gram daging buah Maja (*Aegle marmelos*). Namun daging buah Maja (*Aegle marmelos*) menjadi sumber protein yang cukup baik, dimana terdapat 5,12 % bagian protein yang dapat dimakan. Selain itu total mineral yang berupa abu sebesar 2,663% dan untuk mineral yang lainnya seperti fosfor, kalsium, magnesium dan besi secara berturut-turut sebesar 0,173 %, 0,746%, 0,188%, 0,127% dan 0,007% (Sharma, 2007)

2.2 Glukosa

Glukosa merupakan salah satu dari jenis monosakarida. Semua monosakarida merupakan jenis gula pereduksi karena mudah bereaksi dengan reagen seperti larutan Benedict dan Fehling. Dalam reaksi kimianya, monosakarida, termasuk glukosa akan mereduksi larutan reagen yang berwarna biru menjadi merah bata. Uji ini sering kali digunakan oleh para ahli biologi untuk mengetahui atau mengidentifikasi gula pereduksi dalam suatu sampel, contohnya sampel urin manusia. dalam tubuh manusia glukosa biasanya digunakan oleh sel tubuh sebagai sumber energi. Nilai normal glukosa darah adalah 3,5 – 5,5 mmol/L. Jika kadar glukosa dalam darah melebihi batas normal, maka akan disebut penyakit diabetes mellitus (James et al., 2008).

Glukosa merupakan pusat dari semua metabolisme tubuh. Dimana glukosa merupakan bahan bakar universal bagi sel-sel manusia dan merupakan sumber karbon untuk sintesis sebagian besar senyawa-senyawa lain yang ada dalam tubuh. Glukosa merupakan prekursor untuk sintesis berbagai jenis gula lain yang diperlukan dalam pembentukan senyawa khusus, misalnya laktosa, antigen permukaan sel, nukleotida atau glikosaminoglikan. Selain sebagai prekursor senyawa karbohidrat lainnya, glukosa juga dapat berfungsi sebagai prekursor baik senyawa nonkarbohidrat. Glukosa dapat dirubah menjadi lemak, asam amino dan asam nukleat. Dalam sel tubuh, glukosa akan mengalami proses glikolisis, dimana proses ini merubah glukosa menjadi asam piruvat. Glukosa dapat dirubah karena glukosa merupakan gula pereduksi (Mark et al., 2000)

Glukosa memiliki rumus molekul $C_6H_{12}O_6$ dan rumus empiris CH_2O . dengan subunit yang dapat terdefinisikan dengan baik, maka glukosa dapat ditentukan rumus molekulnya walaupun dalam wujud padat, cair maupun gas (Oxtoby et al., 2001)

Penentuan kadar glukosa dalam darah, dewasa ini banyak menggunakan metode sensor elektrokimia. Elektroda yang biasa digunakan adalah elektroda yang telah termodifikasi. Biasanya elektroda dimodifikasi dengan enzim glukosa oksidase. Dalam memodifikasi enzim ini dibutuhkan senyawa yang dapat mengimmobilisasi enzim ke elektroda. Senyawa polimer organik yang memiliki sifat konduktif sangat cocok digunakan untuk mengimmobilisasi enzim ke

elektroda. Salah satu senyawa polimer konduktif adalah polipirol. Telah banyak dilakukan penelitian tentang sensor glukosa menggunakan senyawa polimer konduktif polipirol (Singh et al., 2009). Xu et.al (2008) menggunakan metode potensiostat dengan elektroda berbentuk silinder, dimana elektroda dimodifikasi dengan polipirol dan enzim. Konsentrasi larutan glukosa yang digunakan memiliki rentang antara 0,5 mM sampai 20 mM. Waktu respon elektroda terhadap glukosa cukup baik yaitu 4 sekon. Pengembangan sensor glukosa terus dilakukan dengan menambahkan komponen-komponen pendukung untuk meningkatkan respon elektroda terhadap glukosa. Penambahan nanopartikel dapat meningkatkan transfer elektron. Kecepatan transfer elektron akan mempengaruhi arus yang dihasilkan. Sehingga dengan adanya nanopartikel maka akan menampilkan voltammogram dengan puncak arus yang cukup tinggi (Balasubramanian dan Burghard, 2006). Nanopartikel alumina digunakan untuk sensor glukosa. Elektroda yang digunakan adalah Pt yang dimodifikasi dengan polipirol, enzim glukosa oksidase dan nanopartikel alumina. Respon elektroda $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Pt}/\text{PPy}/\text{GOx}$ terhadap glukosa sangat baik yaitu hanya membutuhkan waktu kurang dari 3 sekon. Sensitivitas dari elektroda ini juga cukup baik yaitu antara $3,0 \text{ mA}/\text{cm}^2$ dan $7,4 \text{ mA}/\text{cm}^2$. Elektroda ini juga memiliki kestabilan yang cukup baik (Ekanayake et al., 2007)

2.3 Elektrokimia

Elektrokimia adalah suatu ilmu yang menghubungkan reaksi kimia oksidasi reduksi dengan ilmu fisika tentang aliran muatan. Dalam kehidupan sehari-hari ilmu elektrokimia menyediakan secara praktis tentang penyimpanan energi. Sebagai contoh penyimpanan energi dalam aki dan konversi energy yang efisien dari sumber yang tersedia (seperti energi matahari dan energi kimia) menjadi bentuk-bentuk yang berguna untuk aplikasi teknologi.

2.3.1 Reaksi Reduksi Oksidasi (Redoks)

Oksidasi merupakan kehilangan satu atau lebih elektron yang dialami oleh atom, molekul atau ion, sedangkan reduksi adalah perolehan elektron yang dialami oleh suatu atom, molekul atau ion. Sehingga reaksi reduksi oksidasi

merupakan reaksi yang mana proses oksidasi dan reduksi berlangsung secara bersamaan dalam satu reaksi. Hal ini terjadi karena dalam suatu reaksi kimia tidak ada elektron yang bebas, dimana ketika suatu spesi mengalami kehilangan elektron selalu disertai dengan perolehan elektron pada bagian yang lain. Sehingga reaksi redoks sering disebut sebagai reaksi transfer elektron. Reaksi yang sering melibatkan reaksi redoks terjadi dalam analisa titimetri dan aplikasinya. (Day dan Underwood, 2002).

Salah satu contoh dari reaksi reduksi oksidasi adalah reaksi antara ion besi (III) dan timah (II) dimana akan terbentuk besi (II) dan timah (IV) berdasarkan persamaan reaksi berikut ini :



Dalam reaksi tersebut ion logam besi (III) tereduksi menjadi ion logam besi (II) sedangkan ion logam timah (II) teroksidasi menjadi ion logam timah (IV). Proses yang terjadi dalam reaksi ini adalah ion logam timah (II) memberikan elektro-elektron kepada ion logam besi (III) yang artinya terjadi serah terima (transfer) elektron (Svehla, 1990)

2.3.2 Sel Elektrokimia

2.3.2.1 Sel Elektrolisis

Sel elektrolisis adalah sel yang menggunakan arus listrik untuk dapat berlangsungnya reaksi kimia. Dimana pada sel ini reaksi tidak berlangsung secara spontan tetapi melalui perbedaan potensial yang dipicu dari luar sistem (Riyanto, 2012). Penggunaan energi listrik yang dihasilkan oleh rangkaian luar bertujuan untuk melakukan reaksi kimia yang sebenarnya tidak dapat berlangsung (Oxtoby et al., 2001). Anoda pada sel elektrolisis bertindak sebagai elektroda positif, sedangkan katoda bertindak sebagai elektroda negatif. Contoh penggunaan sel elektrolisis adalah sebagai berikut :

- 1) Elektrodeposisi yaitu pengendapan logam pada permukaan elektroda yang digunakan dalam pembuatan nanoteknologi, *electroplating*, pencegahan korosi, perhiasan dan aksesoris mobil.
- 2) Elektroanalisis yaitu aplikasi sel elektrolisis untuk analisis pada reaksi kimia seperti polarografi, voltametri, potensiometri, *Linear Sweep Voltammetry*

(LSV), *Cyclic Voltammetry (CV)*, *Differential Pulse Voltammetry (DPV)*, *Normal Pulse Voltammetry (NPV)*, *Differential Normal Pulse Voltammetry (DNPV)*, *Square Wave Voltammetry (SWV)*, *Anodic Stripping Voltammetry (ASV)*, *Cathodic Stripping Voltammetry (CSV)* dan *Voltammetry Stripping Adsorptif (AdSV)*.

- 3) Elektrosintesis yaitu sintesis senyawa organik dan anorganik dengan cara elektrolisis. Dimana dengan menggunakan cara ini dapat mengatasi beberapa kelemahan sintesis dengan cara biasa yang dilakukan. Beberapa senyawa organik dapat disintesis dengan cara elektrosintesis antara lain asam asetat, adiponitril, tetra alikil plumbum dan tetrafluoro-p-xylene, sedangkan senyawa anorganik antara lain Ti, Al, Na, MnO₂ dan Cl₂.
- 4) Elektrodegradasi yaitu teknik penguraian limbah organik dan anorganik. Kelebihan dari cara ini yaitu lebih efisien dan hemat energi. Pada akhir proses hasil yang dihasilkan dari limbah organik berupa air dan gas CO₂, sedangkan pada limbah anorganik seperti logam-logam akan terendapkan pada elektroda. Logam yang telah terendapkan pada elektroda kemudian dipisahkan dengan cara melarutkannya pada asam kuat dan diendapkan kembali sebagai logam murni.

Elektroda yang digunakan pada sel elektrolisis terdiri dari dua jenis yaitu

- 1) Elektroda inert yaitu elektroda yang tidak ikut bereaksi baik sebagai katoda maupun anoda, sehingga yang mengalami reaksi redoks adalah elektrolit sebagai zat terlarut dan atau air sebagai pelarut. Contoh dari elektroda ini yaitu karbon, emas dan platina.
- 2) Elektroda tidak inert atau elektroda aktif yaitu elektroda yang ikut bereaksi terutama jika digunakan sebagai anoda dan mengalami oksidasi. Contoh dari elektroda ini ialah Fe, Al, Cu dan Zn

(Riyanto, 2013)

2.3.3 Voltametri

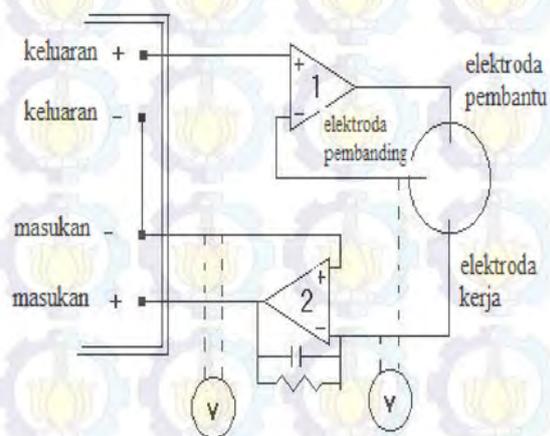
2.3.3.1 Elektroda

Dalam analisis secara elektrokimia, khususnya menggunakan teknik voltametri biasanya menggunakan tiga jenis elektroda. Ketiga jenis elektroda ini

merupakan komponen penting dalam proses analisis. Ketiga elektroda ini diantaranya elektroda kerja (*working electrode/WE*) yang biasanya menggunakan glassy carbon (C), platinum (Pt), perak (Ag) dan emas (Au). Elektroda pembanding (*reference electrode/RE*) yang biasa digunakan Ag/AgCl 3 M dalam larutan KCl, *Normal Hydrogen Electrode (NHE)*, *Saturated Calomel Electrode (SCE)* dan Ag/AgNO₃ (0,01 M asetonitril). Dan yang terakhir adalah elektroda bantu (*counter electrode/CE*) yang biasa digunakan kawat platinum dan glassy karbon (Riyanto, 2013)



(a)



(b)

Gambar 2.2 (a) rangkaian tiga elektroda dan (b) skema kerja elektroda

Elektroda kerja merupakan elektroda yang berfungsi sebagai tempat terjadinya reaksi kimia. Dalam hal ini reaksi oksidasi reduksi. Elektroda kerja akan melakukan kontak dengan analit sehingga menunjukkan adanya respon potensial dan memfasilitasi transfer elektron dari dan ke analit (Kounaves, 1987). Dalam pemilihan elektroda kerja harus dipertimbangkan tiga hal yaitu jenis bahan, morfologi permukaan dan desain elektroda. Oleh sebab itu, syarat logam yang dapat digunakan sebagai elektroda kerja adalah stabil, reaktif, konduktor yang baik dan sifat elektrokatalitik (Riyanto, 2012). Elektroda pembanding adalah elektroda setengah sel yang nilai potensial reduksinya telah diketahui. Pada prinsipnya elektroda ini harus mengetahui potensial yang ada dengan mengukur potensial yang ada pada elektroda kerja (Kounaves, 1987). Ag/AgCl merupakan elektroda yang paling banyak digunakan sebagai elektroda pembanding. Namun

elektroda ini mudah rusak karena pengeringan. Oleh sebab itu, cara untuk mengatasinya biasanya elektroda ini direndam didalam garam seperti 3 M NaCl atau 3 M KCl saat tidak digunakan (Riyanto, 2012). Sedangkan elektroda bantu adalah elektroda yang bertugas untuk melewatkan semua arus yang dibutuhkan dalam penyeimbangan arus di elektroda kerja. (Kounaves, 1987).

2.3.3.2 Voltametri Siklik

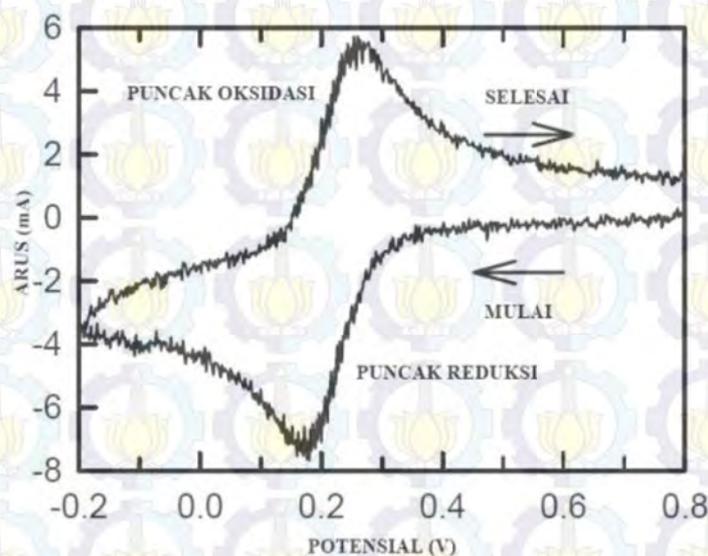
Voltametri siklik merupakan salah satu jenis voltametri yang banyak digunakan untuk mengetahui atau mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia melalui voltamogram yang dihasilkan (Lund dan Hummerich, 2001). Dalam voltametri siklik, terdapat dua teknik pendekatan yang digunakan yaitu *scan* satu siklik yang hanya merekam satu grafik saja. Teknik ini akan mendapatkan voltamogram dengan konsentrasi yang asli. Teknik yang kedua adalah dengan melakukan banyak kali scan (lebih dari satu siklik) untuk mendapatkan beberapa grafik. Teknik ini biasanya digunakan dengan tujuan untuk mengetahui kestabilan dari elektroda yang digunakan. Kestabilan ditunjukkan dari perubahan grafik yang ditunjukkan ketika dilakukan scan berulang-ulang (Riyanto, 2013). Voltamogram yang dihasilkan dari voltametri siklik dapat menunjukkan perilaku senyawa dipermukaan elektroda. Dalam arti lain, dengan voltammogram segala yang terjadi dipermukaan elektroda dapat diketahui. Hal ini dapat diketahui karena dalam voltammogram siklik didapatkan beberapa nilai parameter penting, yang diantaranya potensial puncak anoda, potensial puncak katoda, puncak arus anoda, puncak arus katoda, potensial setengah anoda dan potensial setengah katoda. Dengan adanya nilai-nilai tersebut, maka dapat diprediksi reaksi yang terjadi pada permukaan elektroda (Ross et al., 1975).

Berdasarkan reaksi reduksi oksidasi yang terjadi pada elektroda, nilai potensial dapat ditunjukkan melalui persamaan:

$$E = E^0 - \frac{RT}{zF} \ln \left(\frac{C_R}{C_O} \right)$$

Dimana E^0 merupakan potensial tetap dalam sistem dapat berbalik, sedangkan C_R dan C_O merupakan konsentrasi spesies yang mengalami proses reduksi dan oksidasi (Riyanto, 2013).

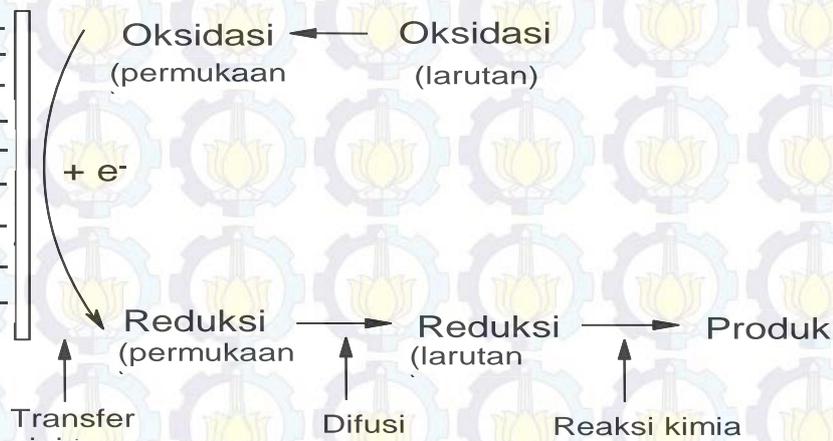
Didalam pengukuran menggunakan teknik voltametri siklik, pengukuran harus dilakukan dalam keadaan tidak diaduk (diam) dimana perpindahan massa diharapkan hanya terjadi karena adanya resapan (*diffusion*) pada permukaan elektroda. Hal ini sangat berkenaan dengan voltametri siklik sebagai pengukuran elektrokimia secara potensiodinamik yang merupakan teknik yang digunakan untuk mengkaji sifat reduksi oksidasi dalam reaksi elektrokimia yang terjadi dan juga struktur antara muka elektroda dengan larutan (Lund dan Hummerich, 2001).



Gambar 2.3 Voltammogram voltametri siklik

Dalam voltametri siklik, berdasarkan voltamogram yang dihasilkan, terdapat tiga sistem yang sering ditemukan yang diantaranya adalah sistem dapat berbalik (reversible system). Sistem ini biasanya ditunjukkan ketika puncak oksidasi dan puncak reduksi muncul pada potensial yang tidak jauh berbeda bahkan sama. Sistem yang kedua adalah sistem kuasi dapat berbalik (quasi reversible system). Sistem ini ditunjukkan pada voltamogram yang puncak reduksinya bergerak pada potensial negatif, sedangkan puncak oksidasinya bergerak pada potensial positif. Sehingga rentang potensial puncak oksidasi dan puncak reduksi relatif berjauhan. Dan sistem yang terakhir adalah sistem tidak dapat berbalik (irreversible system). Voltamogram yang ditunjukkan pada sistem ini biasanya tidak terdapat puncak reduksi. Hal ini terjadi karena adanya proses

perindahan elektron yang begitu cepat, sehingga belum sempat mengalami reduksi, elektron senyawa tersebut telah berpindah (Riyanto, 2013).



Gambar 2.4 Proses yang terjadi pada permukaan elektroda

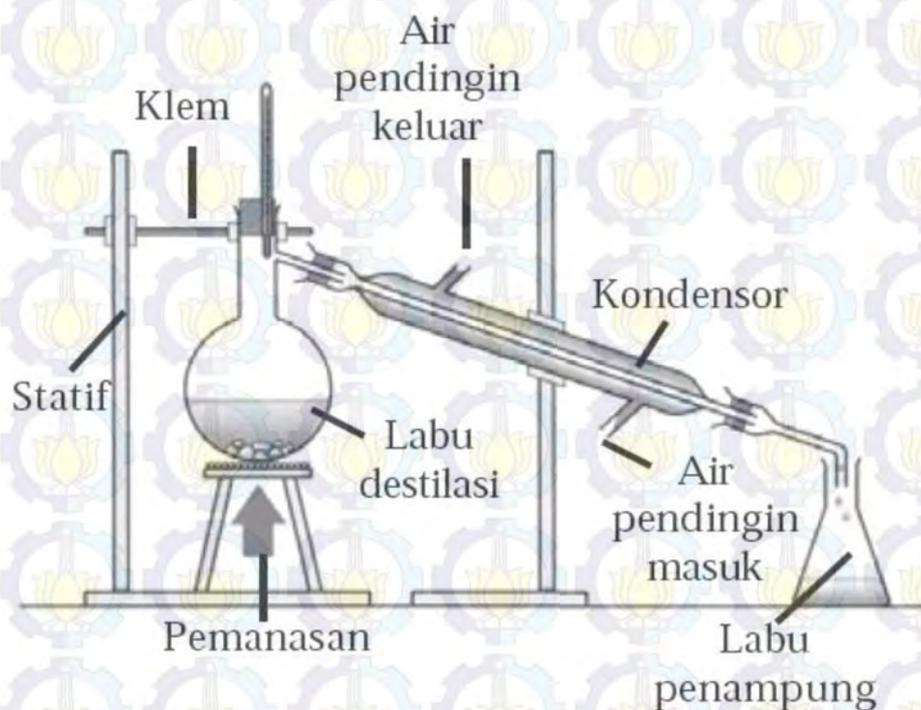
2.4 Pemisahan Kimia

Pemisahan kimia ialah suatu proses pemisahan sampai ke skala molekuler. Menurut definisi Miller (1975) pemisahan dapat digambarkan dalam bentuk nyata sebagai ilustrasi bila ingin memisahkan komponen senyawa yang bercampur sempurna secara alami. Sebagai contoh ekstrak tumbuhan yang akan dipisahkan komponennya. Pemisahan dikatakan berhasil jika komponen-komponen berada didalam wadah-wadah yang terpisah satu sama lainnya. Pemisahan kimia dapat dilakukan dengan beberapa cara, tergantung pada sifat fisika dan sifat kimia dari komponen kimia yang akan dipisahkan dan bergantung pula pada matriks utama tempat campuran kimia berada. Pemisahan kimia dapat dengan mudah dilakukan yaitu dengan cara memanipulasi sifat fisika dari komponen yang akan dipisahkan maupun matriks pembawa campuran yang dipisahkan.

2.4.1 Distilasi

Distilasi adalah proses pemisahan yang paling sering digunakan untuk memisahkan bahan-bahan alam yang berupa zat cair atau untuk memurnikan cairan yang mengandung pengotor. Prinsip utama distilasi bekerja berdasarkan perbedaan titik didih dari masing-masing komponen campuran yang akan

dipisahkan pada tekanan yang tetap. Perbedaan titik didih ini menyebabkan perbedaan volatilitas pada komponen campuran dan merupakan sifat intrinsik dari senyawa penyusun campuran. Perbedaan ini sangat berpotensi untuk dijadikan sarana pemisahan namun harus pada kondisi tekanan yang tetap (Oxtoby et al., 2001).



Gambar 2.5 Rangkaian Alat Destilasi

Teknik destilasi merupakan teknik memisahkan dua atau lebih komponen kimia yang berada dalam fasa cair. Proses yang terjadi ialah fasa cair akan dirubah menjadi fasa gas dan selanjutnya akan dirubah kembali kedalam fasa cair. Proses perubahan cair menjadi gas menggunakan suhu yang sesuai dengan titik uap komponen yang akan dipisahkan. Proses ini terjadi pada labu bulat. Setelah menguap, uap yang dihasilkan akan dirubah menjadi cair lagi dengan cara mendinginkannya. Proses ini biasanya disebut sebagai kondensasi dan berlangsung pada kondensor. Setelah itu cairan akan ditampung.

Proses destilasi memiliki beberapa jenis, diantaranya destilasi bertingkat. Destilasi bertingkat merupakan teknik destilasi yang dilakukan secara berulang-ulang. Kelemahan dari proses destilasi ini adalah memerlukan banyak sekali

sampel. Jenis yang kedua adalah destilasi vacum. Destilasi vacum merupakan teknik yang sering digunakan dalam memisahkan komponen kimia berdasarkan titik uap dari komponen tersebut. Dalam destilasi ini biasanya menggunakan tekanan yang rendah diatas permukaan cairan sehingga titik uap komponen yang akan dipisahkan akan turun juga. Dalam arti lain tidak memerlukan pemanasan dengan menggunakan suhu yang terlalu tinggi.

2.4.2 Maserasi

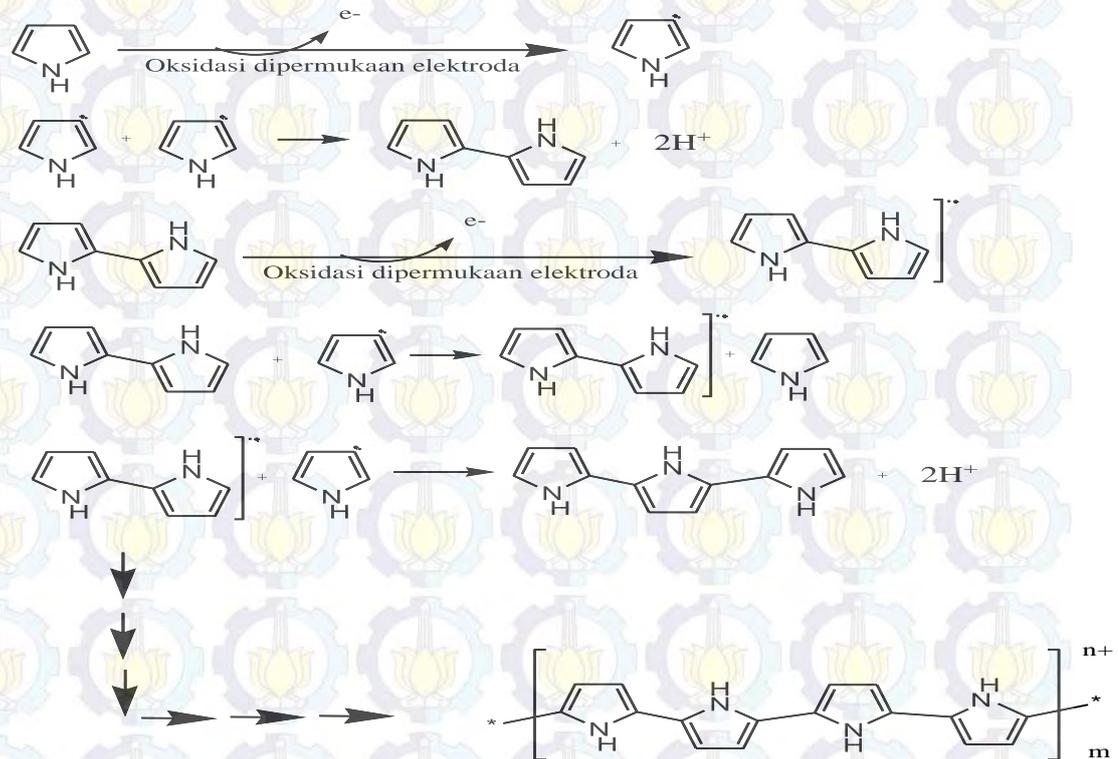
Maserasi adalah perendaman sampel dengan pelarut organik yang digunakan pada temperatur ruang. Proses ini sangat menguntungkan dalam isolasi senyawa bahan alam karena dengan perendaman sampel tumbuhan akan terjadinya pemecahan dinding dan membran sel. Hal ini diakibatkan karena perbedaan tekanan antara di dalam dan di luar sel sehingga metabolit sekunder yang berada di dalam sitoplasma akan terlarut dalam pelarut organik dan ekstraksi senyawa akan sempurna karena perendaman yang dilakukan dapat diatur dalam waktu yang lama (Darwis.2000).

Pemilihan pelarut yang digunakan untuk proses maserasi akan memberikan efektifitas yang tinggi dengan memperhatikan kelarutan senyawa bahan alam dalam pelarut tersebut. Teknik maserasi digunakan terutama jika senyawa organik yang ada dalam bahan alam tersebut tidak banyak presentasinya dan ditemukan suatu pelarut yang dapat melarutkan senyawa organik tersebut tanpa dilakukan pemanasan. Biasanya cara ini membutuhkan waktu yang agak lama dan agak sulit mencari pelarut yang baik untuk melarutkan senyawa yang terkandung dalam sampel. Akan tetapi jika struktur senyawa yang akan diisolasi sudah diketahui, maka metode perendaman ini merupakan metode yang paling praktis (Ansel, 1989).

Secara umum pelarut metanol merupakan pelarut yang paling banyak digunakan dalam proses isolasi senyawa organik bahan alam. Hal ini disebabkan metanol dapat melarutkan sebagian besar golongan metabolit sekunder.

2.5 Polipirol

Polipirol merupakan polimer konduktif yang sering dipelajari dalam sensor elektrokimia. Polimerisasi pirol biasa dilakukan dengan menggunakan metode elektrokimia. pH sangat berpengaruh terhadap polimerisasi pirol karena dalam prosesnya dibutuhkan dukungan dari ion-ion yang ada dalam elektrolit. (Kupila dan Kankare, 1993). Dalam polimerisasi pirol secara elektrokimia biasanya menggunakan metode siklis voltametri. Berbagai macam elektroda akan menghasilkan voltammogram yang berbeda pula. Hal ini terjadi karena masing-masing elektroda memiliki konduktivitas yang berbeda pula (Cheung et al., 1988). Reaksi polimerisasi pirol dapat dilihat pada gambar 2.6



Gambar 2.6 Reaksi Polimerisasi Pirol (Singh et al., 2009)

2.6 Limit Deteksi

Yang dimaksud dengan limit deteksi ialah kemampuan suatu metode atau alat untuk mendeteksi konsentrasi terkecil dalam larutan contoh. Dalam menentukan limit deteksi pada suatu instrumen adalah berbeda-beda tergantung

pada metode analisis, apakah menggunakan instrumen atau tidak menggunakan instrumen, pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sample yang telah mengalami pengenceran . Limit deteksi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang didapat dari uji linearitas. Limit deteksi dihitung dengan rumus:

$$LD = A + 3 SD$$

A menunjukkan nilai a pada persamaan garis $y = bx + a$ sedangkan SD merupakan standar deviasi (Nugroho, 2006).

2.7 Sensitivitas

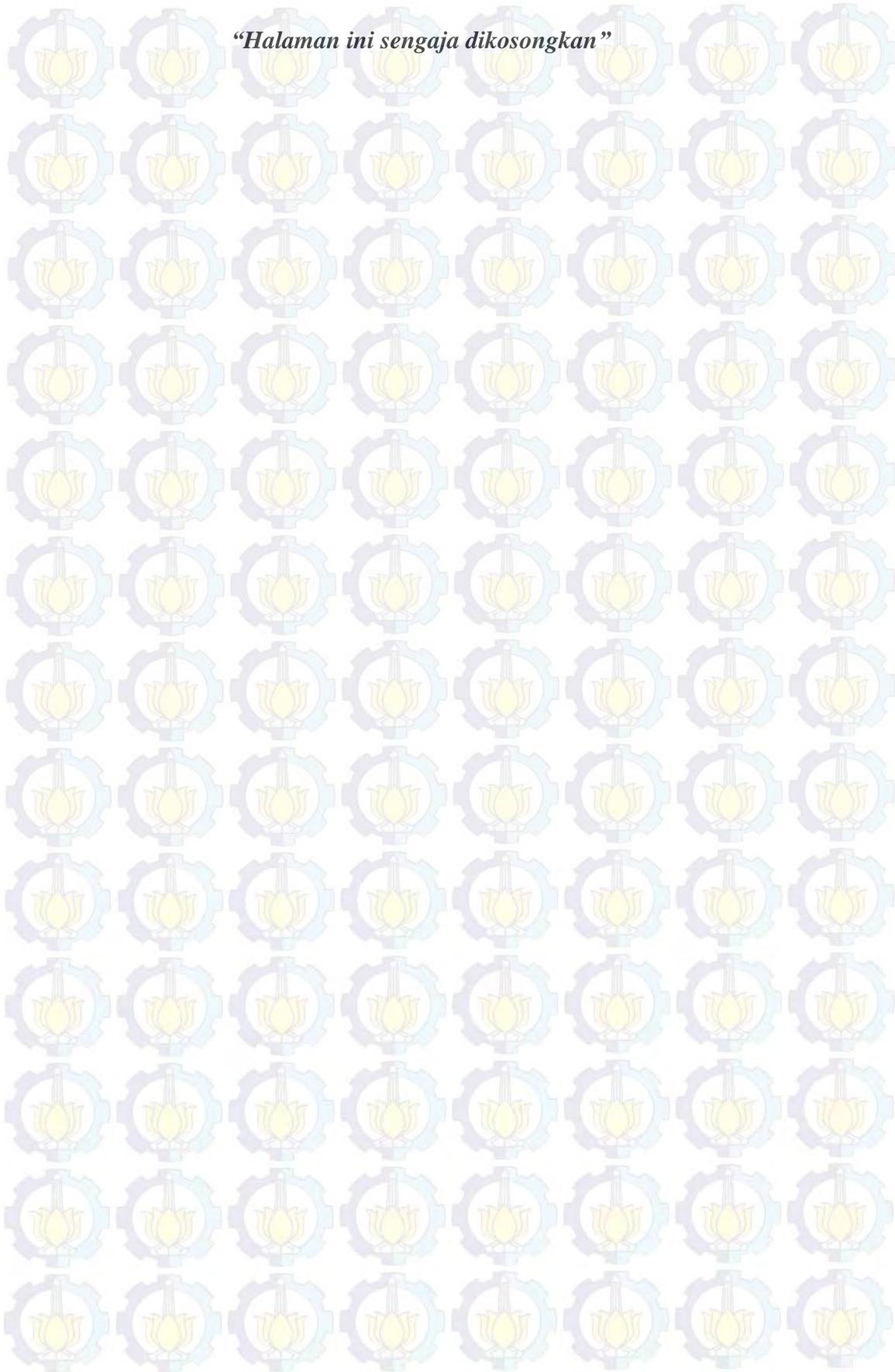
Instrumen yang baik adalah instrumen yang memiliki sensitivitas yang baik. Yang dimaksud dengan sensitivitas ialah rasio antara sinyal output dan analit yang diukur. Dimana uji sensitivitas ini bertujuan untuk mengukur kepekaan suatu instrumen dengan adanya perubahan salah satu variabel terhadap analit yang diukur. Analisis ini biasa dilakukan setelah mendapatkan kondisi optimal dari instrumen yang digunakan. Analisis ini digunakan untuk menganalisis perubahan-perubahan koefisien dalam model *linear programming* serta akibat-akibat yang ditimbulkan. Uji sensitivitas ini memiliki manfaat yang sangat besar, karena dengan adanya uji ini tidak perlu lagi melakukan perhitungan secara berulang-ulang (Taha, 1996).

2.8 Repeatabilitas

Yang dimaksud dengan repeatabilitas ialah teknik pengujian yang dilakukan terhadap analit secara berulang-ulang. Uji ini dilakukan dengan tujuan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang dilakukan terhadap sampel secara berulang-ulang. Uji ini penting dilakukan agar diperoleh ketepatan sistem dalam memberi respon terhadap analit yang dideteksi. Dalam uji repeatabilitas yang dinyatakan ialah presisi metoda analisis yang dilakukan dalam kondisi yang sama dan interval waktu yang singkat. Dalam arti lain uji repeatabilitas dilakukan untuk mengetahui variabilitas data yang dihasilkan pada dua atau lebih pengujian secara berurutan pada kondisi yang sama. Hasil data yang baik memiliki

perbedaan data yang tidak signifikan sehingga hasil uji berada pada kisaran tingkat kepercayaan (konfidensi) 95%. Karena pentingnya uji repeatabilitas ini dalam proses analisis untuk mengetahui hasil dari analisis, maka dalam penelitian uji ini merupakan uji yang harus dilakukan (Miller, 1991)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, labu ukur 25 mL, pipet ukur, spatula, kaca arloji, botol kaca, neraca analitik Ohaus, oven Thermo Scientific, pH meter Oakton, Seperangkat alat destilasi, *ultrasonic*, *hot plate*, mikropipet, seperangkat alat evaporasi, kawat emas (diameter 1 mm dan panjang 5 cm), kawat perak (diameter 1 mm dan panjang 5 cm) dan Autolab Metrohm tipe AUT84948 sistem tiga elektroda. Tiga sel elektroda yang digunakan yaitu elektroda emas termodifikasi polipirol dan ekstrak buah Maja sebagai elektroda kerja, elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah Maja sebagai elektroda kerja, Ag/AgCl (KCl 3M) sebagai elektroda pembanding, dan kawat platinum sebagai elektroda bantu.

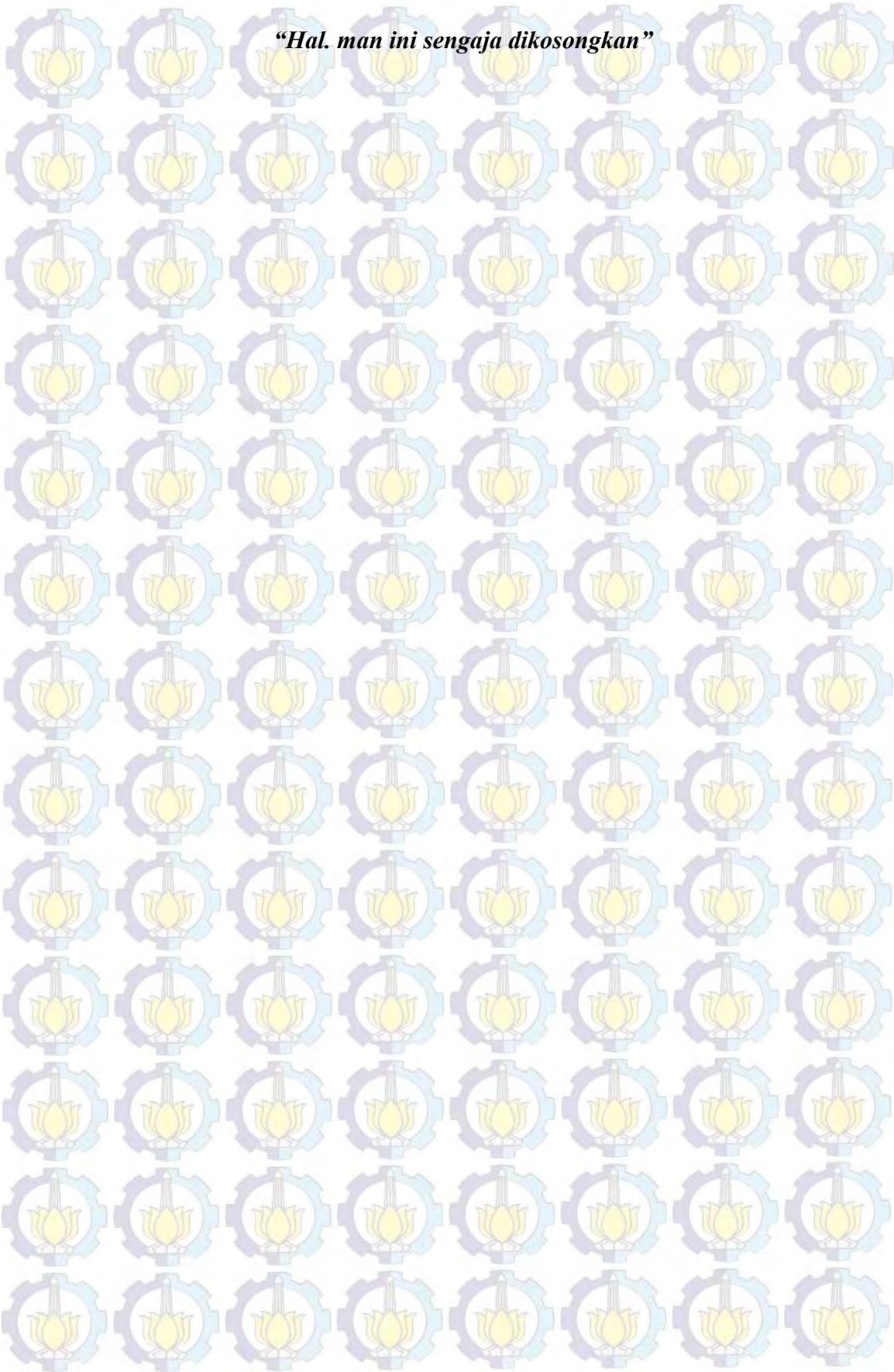
3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu daging buah Maja (*Aegle marmelos*) yang tumbuh di wilayah Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, pirol, *shrinkage*, kertas amplas silikon karbida dengan grade 1200, etanol, glukosa, dinatrium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4), gas N_2 , natrium dihidrogen fosfat (NaH_2PO_4), aqua DM (Brataco), potasium klorida (KCl), natrium Hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), silika, parafin, asam askorbat, urea dan tisu.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Daging buah Maja (*Aegle marmelos*) diambil dan dikeringkan hingga beratnya konstan. Kemudian dipotong-potong hingga berukuran kecil. Selanjutnya dilakukan proses maserasi selama 3 – 4 hari menggunakan pelarut etanol p.a (Hossain, et al., 2008). Setelah itu disaring dan dievaporasi pada suhu 60°C untuk memisahkan ekstrak dari pelarutnya.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Tanaman maja (*Aegle marmelos*) adalah tanaman yang biasa hidup didaerah tropis. Pada penelitian ini buah maja (*Aegle marmelos*) diambil dari tanaman maja (*Aegle marmelos*) yang tumbuh didaerah Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Buah maja (*Aegle marmelos*) yang diambil masih tergolong buah mentah yang berumur 2 bulan. Buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki ukuran yang cukup besar dan daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki ciri berwarna putih dan berserat (gambar 4.1)



Gambar 4.1 Daging buah maja (*Aegle marmelos*)

Ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) dihasilkan dengan menggunakan metode meserasi (perendaman). Daging buah maja (*Aegle marmelos*) dikeringkan hingga beratnya konstan. Setelah itu dihaluskan menggunakan alat penghalus. Hasil yang didapatkan adalah 150 gram berat kering. Kemudian dilakukan perendaman menggunakan pelarut etanol 99,9% sebanyak 3 liter selama 5 hari. Dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat

dan residunya. Filtrat yang dihasilkan memiliki warna kecoklatan. Pemisahan antara pelarut dan ekstrak dilakukan dengan menggunakan metode evaporasi pada suhu 60 °C. Ekstrak yang dihasil masih dalam bentuk cairan pekat berwarna kecoklatan. Kandungan yang terdapat pada ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) pada pelarut etanol yaitu alkaloid, karbohidrat, tannin, fenol, fitosterol, getah, minyak, lemak dan saponin (Pandian, et al., 2012).

4.2 Pipirol Sebagai Modifikan Elektroda

4.2.1 Preparasi pirol

Pirol yang digunakan dalam penelitian ini ialah pirol 97% merk yang berwarna coklat kehitaman. Sehingga perlu dilakukan pemurnian. Metode yang digunakan untuk memurnikan pirol adalah destilasi. 10 mL pirol yang berwarna coklat kehitaman dimasukkan kedalam labu alas bulat pada rangkaian alat destilasi. Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 130 °C (titik uap pirol). Proses destilasi dilakukan sampai pirol tersebut habis. Destilat yang dihasilkan berupa cairan bening. Pirol yang telah murni tersebut kemudian dimasukkan kedalam botol kaca berwarna gelap dan dialiri gas nitrogen lalu dimasukkan kedalam kulkas pada suhu rendah. Perlakuan yang dilakukan pada pirol murni bertujuan agar pirol tidak mengalami oksidasi. Hal ini disebabkan karena pirol merupakan senyawa yang mudah mengalami oksidasi. Pirol dapat teroksidasi dengan mudah jika terkena cahaya. Pirol yang telah murni siap digunakan untuk analisis selanjutnya.

4.2.2 Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol dan Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Elektroda emas yang digunakan adalah emas dengan kemurnian 99,99% berbentuk kawat dengan ukuran panjang 5 cm dan diameter 1 mm. Dilakukan pencucian terhadap elektroda menggunakan pelarut etanol 70% dan aqua DM. pencucian ini dilakukan untuk membersihkan elektroda dari senyawa lain. Setelah itu elektroda dimasukkan ke dalam kabel kerut (*shrinkage*) (gambar 4.2) agar dalam proses analisis yang terukur hanya permukaan elektroda yang berdiameter

1 mm. Untuk memastikan kebersihannya, elektroda kemudian di cuci lagi dalam alat ultrasonic selama 20 menit. Pencucian ini bertujuan untuk mencegah adanya senyawa lain dalam proses analisis. Elektroda yang telah dicuci siap dimodifikasi.



Gambar 4.2 Elektroda emas dilapisi kabel kerut

Modifikasi elektroda emas dilakukan dengan cara menempelkan polipirol ke permukaan elektroda. Metode polimerisasi yang digunakan adalah elektropolimerisasi. Digunakan teknik voltametri siklik dengan sistem tiga elektroda dimana elektroda emas sebagai elektroda kerja, elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dan elektroda Pt sebagai elektroda bantu. Potensial yang digunakan dari -0,8 V sampai +1,6 V dengan laju sapuan 100 mV/sekon sebanyak 10 siklik. Proses ini dilakukan dalam 0,1 M pirol murni dalam larutan elektrolit kalium klorida (KCl) 0,1 M. Setelah itu dilakukan stabilisasi terhadap elektroda. Stabilisasi dilakukan dengan metode yang sama namun elektrolit yang digunakan adalah KCl 0,1 M. Stabilisasi dilakukan hingga voltamogram yang dihasilkan konstan. Proses ini bertujuan agar dipemukaan elektroda yang tertempel adalah murni polipirol. Pada proses elektropolimerisasi permukaan elektroda yang dihasilkan berwarna hitam pekat. Hal ini menunjukkan bahwa proses polimerisasi pirol berlangsung dengan baik. Proses elektropolimerisasi polipirol dilakukan dengan berbagai variasi pH larutan. Variasi pH yang digunakan adalah pH 1

Table 4.26 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 4</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14722E-05
Variance	3.04416E-12	2.26826E-12
Observations	10	10
Df	9	9
F	1.342067189	
P(F<=f) one-tail	0.334142522	
F Critical one-tail	3.178893104	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.26) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 4, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan.

Table 4.27 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 4

t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 4</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14722E-05
Variance	3.04416E-12	2.26826E-12
Observations	10	10
Pooled Variance	2.65621E-12	
Hypothesized Mean Difference	0	
Df	18	
t Stat	-1.976295891	
P(T<=t) one-tail	0.031825473	
t Critical one-tail	1.734063607	
P(T<=t) two-tail	0.063650946	
t Critical two-tail	2.10092204	

Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.27) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1

terhadap pengukuran hari ke 4, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.28 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14209E-05
Variance	3.04416E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
df	9	9
F	1.155062184	
P(F<=f) one-tail	0.416743669	
F Critical one-tail	3.178893104	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.28) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan.

Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.29) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 1 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.29 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 1 Dibandingkan Hari Ke 7

t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances		
	<i>Hari Ke 1</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.29126E-05	-7.14209E-05
Variance	3.04416E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
Pooled Variance	2.83983E-12	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	18	
t Stat	-1.979327613	
P(T<=t) one-tail	0.031641298	
t Critical one-tail	1.734063607	
P(T<=t) two-tail	0.063282597	
t Critical two-tail	2.10092204	

Table 4.30 Hasil Uji F Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7

F-Test Two-Sample for Variances		
	<i>Hari Ke 4</i>	<i>Hari Ke 7</i>
Mean	-7.14722E-05	-7.14209E-05
Variance	2.26826E-12	2.63549E-12
Observations	10	10
df	9	9
F	0.860658984	
P(F<=f) one-tail	0.413390534	
F Critical one-tail	0.314574906	

Setelah dilakukan uji F (Tabel 4.30) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 4 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai F hitung lebih besar dibanding dengan nilai F kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan bahwa pada tingkat kepercayaan 95 % data hasil pengukuran memiliki kepresisian yang berbeda secara signifikan.

Table 4.31 Hasil Uji t Pengukuran Hari Ke 4 Dibandingkan Hari Ke 7

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances			
	<i>Hari Ke 4</i>	<i>Hari Ke 7</i>	
Mean	-7.14722E-05	-7.14209E-05	
Variance	2.26826E-12	2.63549E-12	
Observations	10	10	
Hypothesized Mean Difference	0		
df	18		
t Stat	-0.073171968		
P(T<=t) one-tail	0.471238129		
t Critical one-tail	1.734063607		
P(T<=t) two-tail	0.942476257		
t Critical two-tail	2.10092204		

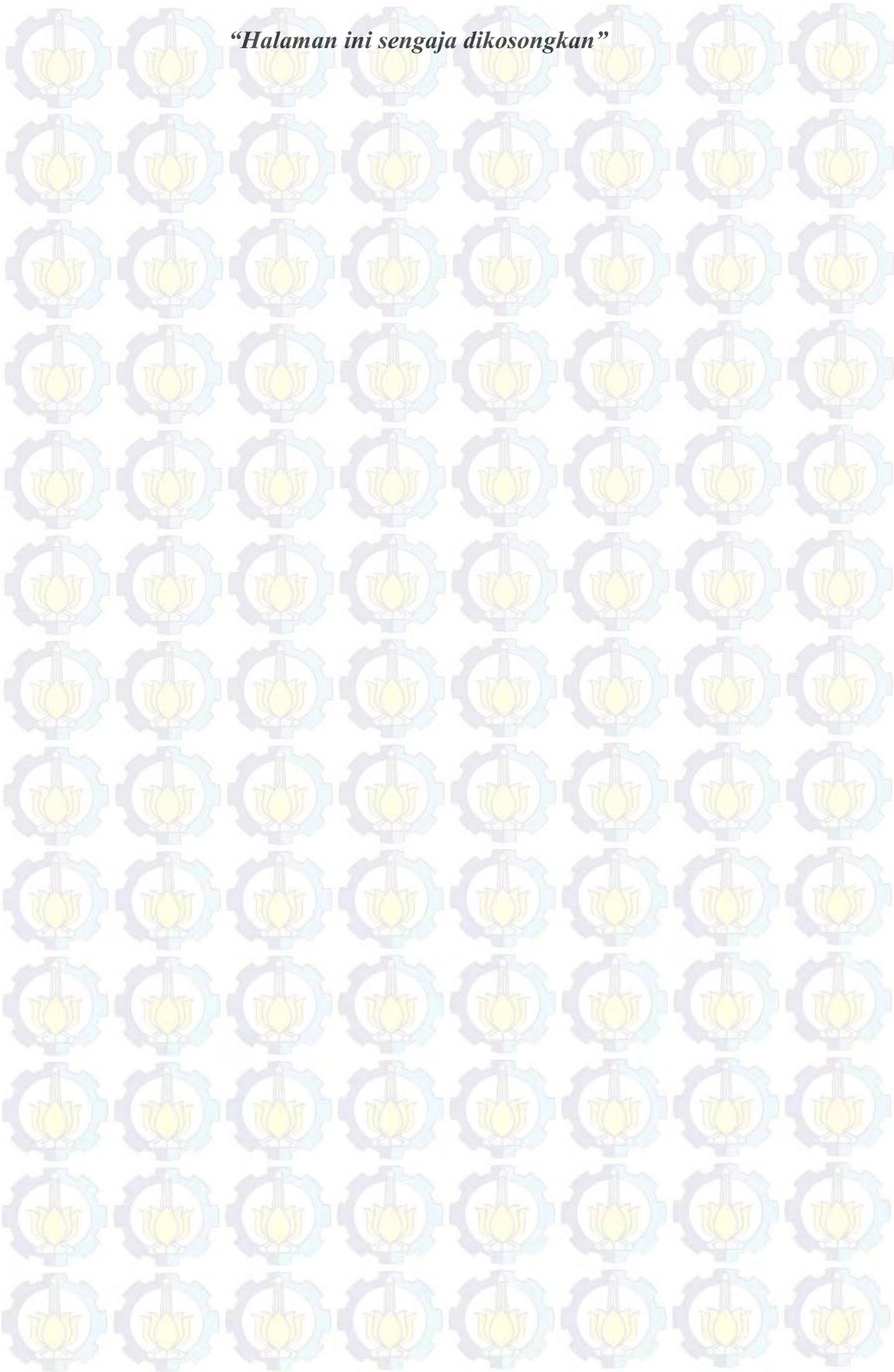
Setelah dilakukan uji t (Tabel 4.31) pada data arus yang dihasilkan pada elektroda yang disimpan dalam kulkas suhu -11°C di pengukuran hari ke 4 terhadap pengukuran hari ke 7, menunjukkan bahwa Nilai t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis. Dapat disimpulkan bahwa H_0 diterima. Hal ini menunjukkan bahwa data hasil pengukuran memiliki perbedaan yang tidak signifikan.

Table 4.32 Data hasil Uji F dan Uji t Replotabilitas Elektroda

Hari Ke -	Uji	
	F	t
0 dan 4	Diterima	Diterima
0 dan 7	Diterima	Diterima
4 dan 7	Ditolak	Diterima

Hasil uji F dan uji t replotabilitas dapat dilihat pada table 4.30. Dapat disimpulkan bahwa elektroda memiliki kestabilan yang baik jika digunakan dalam rentang beberapa hari. Walaupun dalam pengukuran hari keempat dan ketujuh memiliki presisi yang berbeda secara signifikan, namun memiliki akurasi yang baik dalam pengukuran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

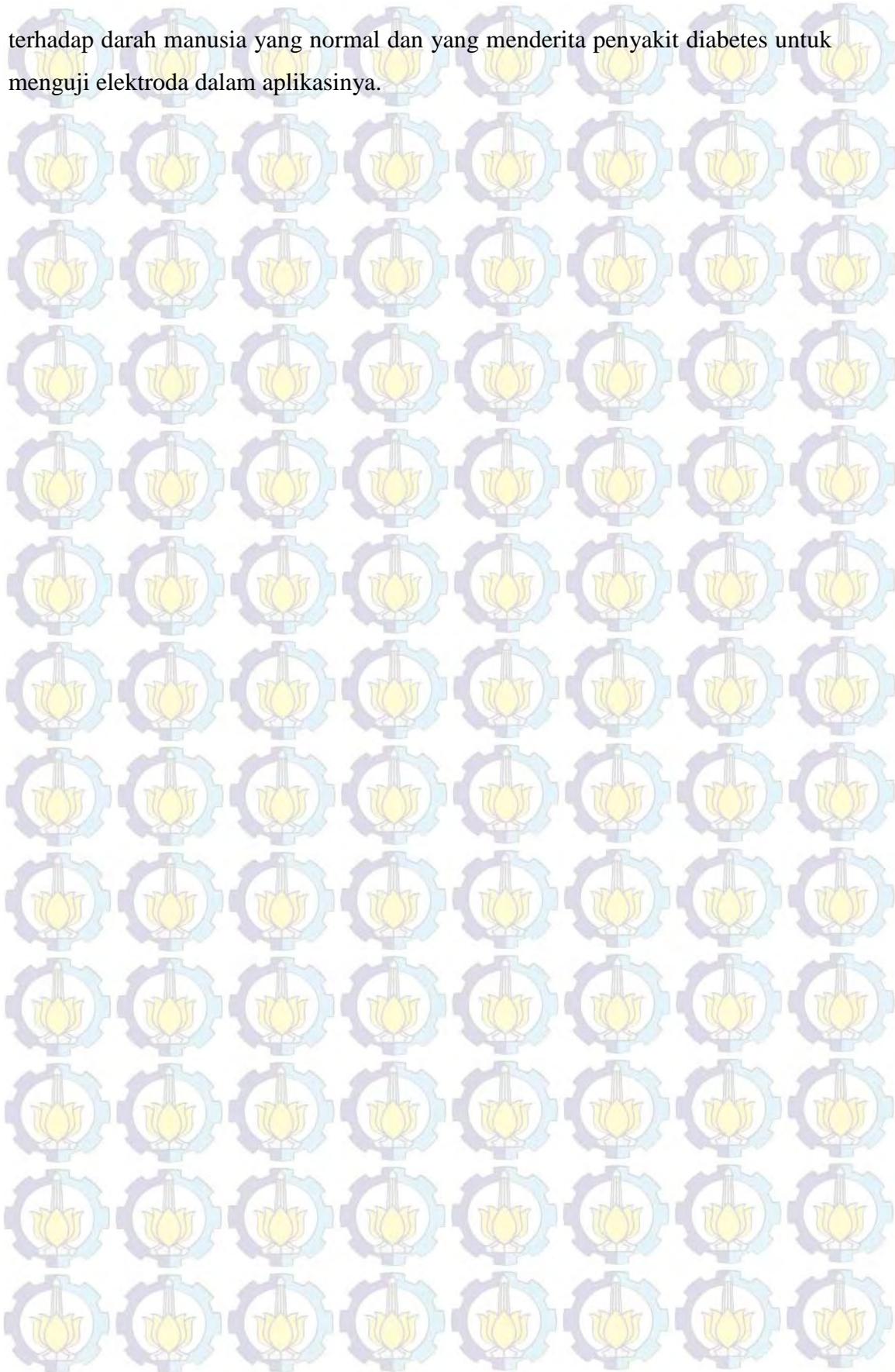
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan, elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki kinerja yang baik terhadap penentuan glukosa. Hal ini ditunjukkan dengan adanya puncak anodik dan katodik di voltamogram ketika dilakukan uji terhadap glukosa. Komposisi terbaik dari adalah 30 % parafin dan 70% silika dari total berat parafin dan silika, sedangkan untuk ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) adalah 80 % dari total berat parafin dan silika. Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dari larutan glukosa. Elektroda memberikan respon kenaikan arus seiring kenaikan konsentrasi glukosa baik pada daerah anodik maupun daerah katodik. Pada daerah anodik, arus menunjukkan kenaikan pada potensial 0,38 V dengan limit deteksi 1,92 μM dan sensitivitasnya sebesar 1,2218 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2}$. Pada daerah katodik, arus menunjukkan kenaikan pada potensial -0,25 V dengan limit deteksi 1,7014 μM dan sensitivitasnya sebesar 1,522 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1} \cdot \text{mm}^{-2}$. Elektroda memiliki selektivitas yang baik pada pH basa. Dari data uji repeatibilitas dan reprotabilitas dapat menunjukkan elektroda memiliki kestabilan yang baik ketika disimpan dalam kulkas suhu $-11\text{ }^{\circ}\text{C}$ jika akan dipakai secara berulang-ulang. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa elektroda perak termodifikasi pasta silika gel dan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*) memiliki sensitivitas, limit deteksi dan selektivitas yang baik terhadap larutan glukosa, sehingga dapat digunakan untuk sebagai sensor glukosa.

5.2 Saran

Perlu dilakukan kajian lebih lanjut mengenai modifikan ekstrak daging buah maja (*Aegle marmelos*), Dimana untuk mengetahui secara tepat senyawa apa yang terlibat dalam reaksi elektrokimia, sehingga lebih efektif lagi dalam mendeteksi glukosa. Selain itu, perlu juga dilakukan pengukuran secara langsung

terhadap darah manusia yang normal dan yang menderita penyakit diabetes untuk menguji elektroda dalam aplikasinya.



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Judul Lampiran	Halaman
A	Skema Kerja	81
A.1	Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja	81
A.2	Pemurnian Pirol	81
A.3	Pembuatan Larutan Standar Glukosa	81
A.4	Pembuatan Elektroda emas termodifikasi Polipirol	82
A.5	Pembuatan Elektroda emas termodifikasi Polipirol/Ekstrak Daging Buah Maja	82
A.6	Deteksi Glukosa Menggunakan Elektroda Emas Termodifikasi Pirol dan Elektroda Emas Termodifikasi Pirol/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.7	Pembuatan Elektroda perak termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.8	Deteksi Glukosa Menggunakan Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel/Ekstrak Daging Buah Maja	83
A.9	Penentuan pH Optimum	84
A.10	Penentuan Daerah Konsentrasi Linear	84
A.11	Uji Interferensi	84
A.12	Uji Repeatibilitas	85
A.13	Uji Reprodubilitas	85
B	Variasi Komposisi Berat Pasta	86

LAMPIRAN

A. SKEMA KERJA

1. Preparasi Ekstrak Daging Buah Maja

Daging buah Maja

- Dikeringkan hingga beratnya konstan
- Diblender hingga menjadi serbuk kecil
- Direndam menggunakan etanol selama 3 hari
- Disaring
- Dievaporasi hingga pelarut etanol menguap seluruhnya

Ekstrak daging buah Maja

2. Pemurnian Pirol

Pirol yang berwarna coklat

- Dipipet 10 mL dan dimasukkan kedalam labu
- Ditambahkan batu didih
- Didestilasi pada suhu 130 °C

Pirol murni

3. Pembuatan Larutan Standar Glukosa

Glukosa padat

- Ditimbang 1,8018 gram
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan NaOH 0,1 M hingga batas labu
- Diaduk hingga larut sempurna

Larutan glukosa 0,1 M

- Diencerkan menggunakan NaOH 0,1 M dengan berbagai variasi konsentrasi

Larutan glukosa 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 μ M

LAMPIRAN B. VARIASI KOMPOSISI BERAT PASTA

Berat total Silika dan Parafin adalah 0,05 gram

Table B.1 Optimasi Silika dan Parafin

Parafin (gr)		Silika (gr)		Perbandingan Parafin:Silika	Ekstrak Buah Maja (<i>Aegle marmelos</i>) (gr)
10%	0,005	90%	0,045	1:9	0,02
20%	0,01	80%	0,04	1:4	0,02
30%	0,015	70%	0,035	3:7	0,02
40%	0,02	60%	0,03	2:3	0,02
50%	0,025	50%	0,025	1:1	0,02
60%	0,03	40%	0,02	3:2	0,02
70%	0,035	30%	0,015	7:3	0,02
80%	0,04	20%	0,01	4:1	0,02
90%	0,045	10%	0,005	9:1	0,02

Table B.2 Optimasi Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*)

Parafin (gr)		Silika (gr)		Perbandingan Parafin:Silika	Ekstrak Daun Maja (<i>Aegle marmelos</i>) (gr)	
30%	0,015	70%	0,035	3:7	10%	0,005
30%	0,015	70%	0,035	3:7	20%	0,01
30%	0,015	70%	0,035	3:7	30%	0,015
30%	0,015	70%	0,035	3:7	40%	0,02
30%	0,015	70%	0,035	3:7	50%	0,025
30%	0,015	70%	0,035	3:7	60%	0,03
30%	0,015	70%	0,035	3:7	70%	0,035
30%	0,015	70%	0,035	3:7	80%	0,04
30%	0,015	70%	0,035	3:7	90%	0,045

DAFTAR PUSTAKA

- Ansel, H.C., (1989), *Pengantar Bentuk sediaan Farmasi*. Edisi 4, UI Press, Jakarta.
- Balasubramanian, K. dan Burghard, M., (2006), “Biosensors based on carbon nanotubes”, *Anal. Bional. Chem.*, Vol. 385, hal. 452–468.
- Cheung, K.M., Bloor, D. dan Stevens, G.C., (1988), “Characterzation of polypyrrole electropolymerized on different electrodes”, *Polymer*, Vol. 29, hal. 1709-1717.
- D’Adamo, P.J. dan Whitney, C., (2007), *Fight It With The Blood Type Diet*, Penguin Inc., New York.
- Darwis, D., (2000), *Teknik Dasar Laboratorium Dalam Penelitian Senyawa Bahan Alam Hayati. Workshop Pengembangan Sumber Daya Manusia di dalam Bidang Kimia Organik Bahan Alam Hayati*, FMIPA UNAND, Padang.
- Day, R.A dan A. L Underwood., (2002), *Analisis Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*, Erlangga, Jakarta.
- Ekanayake, E.M.I.M., Preethichandra, D.M.G. dan Kaneto, K., (2007), “Polypyrrole nanotube array sensor for enhanced adsorption of glucose oxidase in glucose biosensors”, *Biosens. Bioelectron*, Vol. 23, hal. 107–113.
- Hariana, A., (2008), *Tumbuhan Obat dan Khasiatnya, Seri 2*, Penebar Swadaya, Jakarta.
- Hossain, S.J., Tsujiyama, I., Takasugi, M., Islam, A., Biswas, R.S. dan Aoshima, H., (2008), “Total phenolic content, antioxidative, anti-amylase, anti-glucosidase, and antihistamine release activities of Bangladeshi fruits”, *Food Science and Technology Research*, Vol. 14, hal. 261–268.

- Jaafariasl, M., Shams, E., Kazem A., Mohammad, (2010), "Silica gel modified carbon paste electrode for electrochemical detection of insulin", *Electrochimica Acta*, Vol. 56, hal. 4390.
- James, J., Baker, C. dan Swain, H., (2008), *Prinsip-Prinsip Sains Untuk Keperawatan*, Erlangga, Jakarta
- Kounaves, S.P., (1987), *Voltammetric Techniques*, Departement of Chemistry, Tufts University, USA.
- Kros, A., Gerritsen, M., Sprakel, V.S.I., Sommerdijk, N.A.J.M., Jansen, J.A., dan Nolte, R.J.M., (2001), "Silica-based hybrid materials as biocompatible coatings for glucose sensors", *Sensors and Actuators*, Vol. 81, hal. 68-75.
- Kupila, E.L. dan Kankare, J., (1993), "Electropolymerization of pyrrole: effects of pH and anions on the conductivity and growth kinetics of polypyrrole", *Synthetic Metals*, Vol. 55-57, hal. 1402-1405.
- Lambole, V.B., Murti, K., Kumar, U., Sandipkumar, P.B. dan Gajera, V., (2010), "Phytopharmacological properties of *Aegle marmelose* as a potent medicinal tree: An overview", *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, Vol. 5, hal. 67-72.
- Lee, S.R., Lee, Y.T., Sawada, K., Takao, H. dan Ishida, M., (2008), "Development of a disposable glucose biosensor using electroless-plated Au/Ni/copper low electrical resistance electrodes", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 24, hal. 410–414.
- Li, Y., Liu, X., Yuan, H., dan Xiao, D., (2009), "Glucose biosensor based on the room-temperature phosphorescence of TiO₂/SiO₂ nanocomposite", *Biosensors and Bioelectronics*, Vol.24, hal. 3706–3710.
- Lund, H. dan Hummerich, O., (2001), *Organic Electrochemistry*, Marcel Dekker, Inc., New York.

- Marks, D.B., Marks, A.D. dan Smith, C.M., (2000), *Biokimia Kedokteran Dasar*, Buku Kedokteran, Jakarta.
- Miller J.C., Miller, J.N., (1991), *Statistika untuk Kimia Analitik, Edisi Kedua*, ITB, Bandung.
- Nugroho, A., Wahyono H., and S. Fatimah., (2006), “Validasi Metode Alat Icp-Aes Plasma 40 Untuk Pengukuran Unsur Cr, P, Ti”, *Jurnal Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, BATAN*, Vol. 12 No. 2: 100-107
- Oxtoby, D. W., Gills, H.P. dan Nactrieb, N.H., (2001), *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*, Erlangga, Jakarta.
- Pandian, S.A., Praveena, R. dan Jegadeesan, M., (2012), “Physicochemical Properties of fruit of *Aegle Marmelos*(L.) Corr.”, *Nature of Pharmaceutical Technology*, Vol. No. 2(1), hal. 1-3.
- Rahayu, A. M., (2012), *Modifikasi Elektroda Emas dengan Polipirol/Emas Nanopartikel untuk Penentuan Kromium*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA ITS, Surabaya
- Riyanto, (2013), *Elektrokimia dan Aplikasinya*, Graha Ilmu, Yogyakarta.
- Ross, S.D., Finkelstein, M. dan Rudd, E.F., (1975), *Anodic Oxidation*, Academic Press, New York.
- Sampath, S., dan Lev, O., (2005), “Renewable, reagentless glucose sensor based on a redox modified enzyme and carbon-silica composite”, *Electroanalysis*, Vol. 8, hal. 1112–1116.
- Sanagi, M.M., (2001), *Teknik Pemisahan Kimia Dalam Analisis Kimia*, University Teknologi Malaysia, Johor Darul Ta’zim.
- Sekar, D.K., Kumar, G., Karthik, L. dan Rao, Bhaskara. K.V., (2001), “A review on pharmacological and phytochemical propertis of *Aegel marmelos* (L.) coor. Serr (Rotaceae)”, *Pelagia Research Library*, Vol. 1, hal 8 – 17.

- Sharma, P.C., Bhatia, V., Bansal, N. dan Sharma, A., (2007), "A review on bael tree", *Natural Product Radiance*, Vol. 6, hal. 171-178.
- Singh, M., Kathuraju, P.K. dan Jampana, N., (2009), "A review polypyrrole based amperometric glucose biosensors", *Sensor and Actuators B: Chem.*, Vol. 143, hal. 430-443.
- Singh, U. dan Kochhar, A., (2012), "Effect of supplementation of bael (*Aegle marmelos* L.) and Nutrition counseling on blood glucose, lipid profile and blood pressure of non-insulin dependent diabetics", *Green Chemistry*, Vol.1.No.3, hal. 284-295.
- Svehla, G., (1990), *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Mikro*, PT Kalman Media Pusaka, Jakarta.
- Taha, Hamdy A., (1996), *Riset Operasi, Suatu Pengantar*, Binarupa Aksara, Jakarta
- Uang, Y.M. dan Chou, T.C., (2003) "Fabrication of glucose oxidase/polypyrrole biosensor by galvanostatic method in various pH aqueous solutions", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 19, hal. 141–147.
- Vreeke, M., Rocca, P. dan Heller, A., (1995), "Direct electrical detection of dissolved biotinylated horseradish peroxidase, biotin, and avidin, *Anal. Chem*", Vol. 67, hal. 303–306.
- Wong, C.M., Wong, K.H. dan Chen, X.D., (2008), "Glucose oxidase: natural occurrence, function, properties and industrial applications", *Appl Microbiol Biotechnol.*, Vol. 78, hal 927-938.
- Xu, H., Malladi, K., Wang, C., Kulinsky, L., Song, M. dan Madou, M., (2008), "Carbon post microarrays for glucose sensors", *Biosens. Bioelectron*, Vol. 23, hal. 1637–1644.

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama **Tri Paus Hasiholan Hutapea**, lahir pada tanggal 03 Nopember 1989 di Tarakan, Kalimantan Timur. Merupakan anak ketiga dari pasangan **Bapak Riduan Hutapea dan Ibu Romauli br. Napitupulu**

Penulis memulai pendidikan formal di TK Katolik Tarakan pada tahun 1995 kemudian pada tahun 1996 di SD Patra Dharma Tarakan dan lulus pada tahun 2002. Pada tahun yang sama melanjutkan pendidikan di SLTP Negeri 1 Tarakan dan lulus pada tahun 2005. Kemudian

melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 1 Tarakan jurusan IPA. Mengakhiri pendidikan Sekolah Menengah Kejuruan pada tahun 2008. Kemudian melanjutkan jenjang pendidikan Strata Satu (S-1) di Universitas Mulawarman dan mengambil Jurusan Kimia Tahun 2008 di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan mengakhirinya pada tahun 2012. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan pendidikan Strata Dua (S2) di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alama Jurusan kimia pada bidang kimia analitik. Kritik dan saran untuk penulis dapat menghubungi no hp 085347009822 atau melalui e-mail : hutapea2606@gmail.com