

Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri  
untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP  
(*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE  
(*Screen Printed Carbon Electrode*)

**SKRIPSI**

Oleh :  
WALUYO TIRTO NUGROHO  
145090201111043



JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2018

repository.ub.ac.id

Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri  
untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP  
(*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE  
(*Screen Printed Carbon Electrode*)

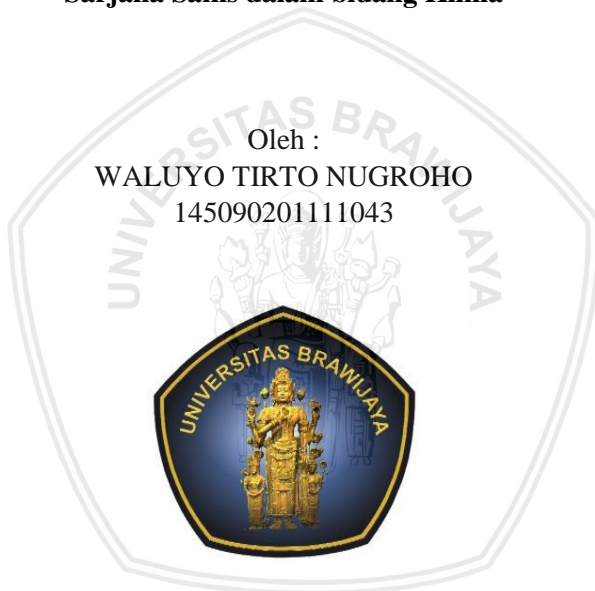
**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Oleh :

WALUYO TIRTO NUGROHO

145090201111043



JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2018

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri  
untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP  
(*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE  
(*Screen Printed Carbon Electrode*)

Oleh :  
WALUYO TIRTO NUGROHO  
145090201111043

Setelah diseminarkan di depan Majelis Penguji pada  
tanggal 20 DEC 2018  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana  
Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I



Dr. Ani Mulyasaryani, MS.  
NIP.196306281991032001

Pembimbing II



Barlah Rumhayati, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP.197404292000032001

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D  
NIP.197310202002121001

**LEMBAR PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Waluyo Tirto Nugroho

NIM : 145090201111043

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP (*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE (*Screen Printed Carbon Electrode*)**

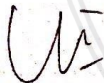
Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Desember 2018

Yang menyatakan,



Waluyo Tirto Nugroho  
NIM.145090201111043

Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP (*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE (*Screen Printed Carbon Electrode*)

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam membran selektif MIP terhadap kinerja sensor potensiometri parasetamol. Tiga sensor diuji, satu sensor tanpa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan dua sensor menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan konsentrasi 0,5% dan 2% w/w. Sensor dengan kinerja terbaik diuji terhadap perubahan pH yaitu 8,9,10, dan 11. Membran selektif MIP dibuat menggunakan PVA sebagai monomer, glutaraldehid sebagai pereaksi pengikat silang, dan asam sitrat sebagai pembuat suasana asam yang berguna agar terjadi reaksi ikatan silang antara PVA dengan glutaraldehid.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dibuat dengan metode kopresipitasi, reaksi antara campuran larutan  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{FeCl}_3$ , dan  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  dengan larutan  $\text{NaOH}$  panas. Endapan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disaring dan dicuci dengan akuades hingga bebas ion. Tiga larutan membran dibuat, lalu dilapiskan sebanyak 2,5  $\mu\text{L}$  pada elektroda indikator (SPCE) dan dipanaskan dengan suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 10 menit. Pelapisan membran dilakukan sebanyak dua kali setelah dilakukan pemanasan yang pertama. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam MIP berpengaruh terhadap sensitivitas sensor. Sensitivitas sensor terbaik dihasilkan pada konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 0,5% pada membran selektif MIP. Sensor ini bekerja pada kisaran konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M, yang memberikan nilai Nernst sebesar 42,6 mV/dekade pada pH 11 dengan waktu respon dari sensor sebesar 170 detik.

Kata kunci :  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , membran selektif MIP, faktor Nernst, pH, kisaran konsentrasi

The Effect of Amount  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  in Making Potensiometric Sensors for Paracetamol Using Selective MIP (Molecularly Imprinted Polymer) Membrane on The SPCE (Screen Printed Carbon Electrode) Surface

ABSTRACT

The aims of the research were to study the effect of amount  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  in selective MIP membrane to the performance of paracetamol potentiometric sensors. Three sensors tested, one sensor without  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and the other using  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  with concentration 0,5% and 2% w/w. Sensors which the best performance tested to the change of pH such as 8,9,10, and 11. Selective MIP membrane made using PVA as monomer, glutaraldehyde as crosslinking agent, and citric acid as acid circumstances maker which useful to happen crosslinking between PVA with glutaraldehyde.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  made with coprecipitation method, reaction between mixture of  $\text{FeSO}_4$  solution,  $\text{FeCl}_3$ , and  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  with hot NaOH solution.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  precipitation was filtered and washed with aquades until free from ion. Three membrane solution was made, then coated as much 2,5  $\mu\text{L}$  on the indikator electrode (SPCE) and was heated in the oven in  $50^\circ\text{C}$  for 10 minutes. Coating membrane was did as much twice after the first heated in the oven. Research result that  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  concentration in MIP took effect to the sensors sensitivity. The best performance sensors obtained using 0,5%w/w  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  on the selective MIP membrane. This sensors work on the range of concentration  $1 \times 10^{-5}$  until  $1 \times 10^{-9}$  M which give Nernst number 42,6 mV/decade in pH 11 with response time from sensors 170 seconds.

Keywords :  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , selective MIP membrane, Nernst factor, pH, range of concentration

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan karunia yang telah dilimpahkan, sehingga skripsi dengan judul **“Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada Pembuatan Sensor Potensiometri untuk Parasetamol Menggunakan Membran Selektif MIP (*Molecularly Imprinted Polymer*) pada Permukaan SPCE (*Screen Printed Carbon Electrode*)”** ini dapat terselesaikan.

Pada kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah memberikan kontribusi dalam membantu pelaksanaan penelitian skripsi serta penyusunan naskah skripsi, antara lain :

1. Dr. Ani Mulyasuryani, MS. selaku Dosen Pembimbing I dan Barlah Rumhayati, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembimbing II, atas segala bimbingan dan pengarahan yang telah diberikan.
2. Prof. Aulanni'am, drh. DES selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan semangat yang telah diberikan.
3. Dr. Ulfa Andayani, S.Si., M.Si dan Ir. Adam Wiryawan, MS selaku Dosen Penguji pada Seminar Proposal dan Seminar Kemajuan atas segala masukan yang telah diberikan dalam perbaikan naskah skripsi.
4. Masruri, S.Si., M.Si., Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas bantuan yang telah diberikan.
5. Segenap dosen, karyawan, dan laboran (PLP) di Jurusan Kimia atas segala bantuan yang telah diberikan selama penelitian.
6. Orang tua dan keluarga yang telah memberikan semangat, dukungan, dan doa sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
7. Sahabat dan semua pihak yang telah membantu, memberikan dukungan dan semangat dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari masih terdapat kekurangan pada naskah skripsi ini, sehingga penulis mengharapkan adanya kritik dan saran yang membangun. Semoga skripsi ini dapat memberi wawasan dan manfaat tak hanya bagi penulis, namun juga bagi pembaca. Amiin.

Malang, Desember 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Sensor Potensiometri	4
2.2 Sensor Parasetamol	9
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan	11
3.2.1 Alat Penelitian	11
3.2.2 Bahan Penelitian	11
3.3 Tahapan Penelitian	11
3.3.1 Pembuatan Sensor Parasetamol	11
3.3.2 Pembuatan Larutan Buffer dan Larutan Uji	12
3.3.3 Karakterisasi Sensor Parasetamol	12
3.4 Tahapan Kerja Penelitian	12
3.4.1 Pembuatan Sensor Parasetamol	12
3.4.1.1 Pembuatan Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	12
3.4.1.2 Ekstraksi Parasetamol	13
3.4.1.3 Pembuatan 10 mL PVA 5% w/v	13
3.4.1.4 Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5% w/v	13
3.4.1.5 Pembuatan 10 mL Gluteraldehid 2% w/v	13
3.4.1.6 Pembuatan 5 mL Larutan Parasetamol 1% w/v	13
3.4.1.7 Pembuatan Suspensi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -PVA	13



3.4.1.8 Pembuatan Membran Selektif MIP- Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	13
3.4.1.9 Pelapisan Membran Selektif MIP pada Elektroda Indikator SPCE	15
3.4.2 Pembuatan Larutan Penyangga dan Larutan Uji	16
3.4.2.1 Pembuatan Larutan Tris, HCl, NaHCO <sub>3</sub> , NaOH 0,05 M dan Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0,05 M	16
3.4.2.2 Pembuatan penyangga pH 8, 9, 10, dan 11	16
3.4.2.3 Pembuatan Larutan Uji Parasetamol	17
3.4.3 Karakteristik Sensor Parasetamol	17
3.4.3.1 Pengukuran Potensial Sel	17
3.4.3.2 Penentuan Bilangan Nernst	17
3.4.3.3 Penentuan Kisaran Konsentrasi	17
3.4.3.4 Penentuan Waktu Respon	17
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Pengaruh Jumlah Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> pada Kinerja Sensor Parasetamol	19
4.2 Pengaruh pH Larutan Uji Terhadap Sensitivitas Sensor Parasetamol Beserta Cara Karakteristiknya	21
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan	25
5.2 Saran	25
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	26
<b>LAMPIRAN</b>	29

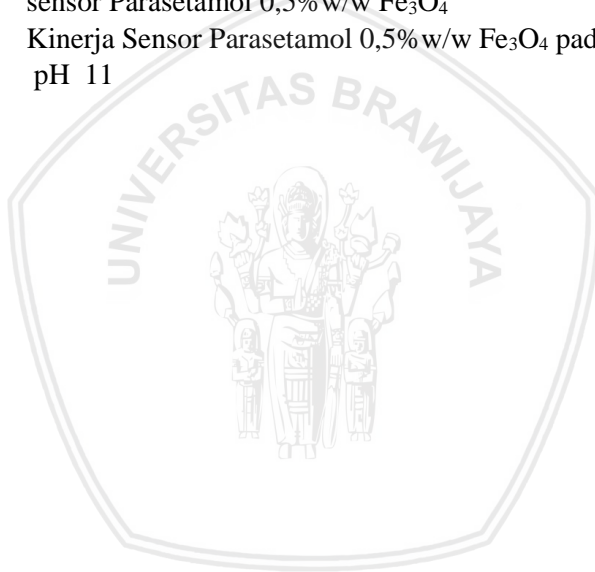
**DAFTAR GAMBAR**

Gambar 4.1 : Kurva Hubungan Antara Potensial Sel (mV) dengan $-\log[\text{parasetamol}]$ pada 3 sensor dengan jumlah $\text{Fe}_3\text{O}_4$ yang berbeda	19
Gambar 4.2 : Kurva Hubungan pH dengan Faktor Nernst pada Sensor Parasetamol 0,5% w/w $\text{Fe}_3\text{O}_4$	22
Gambar 4.3 : Karakterisasi Sensor Parasetamol 0,5% w/w $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada pH 11	23



**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 :	Pengaruh Jumlah Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada Biosensor AA2P	8
Tabel 3.1 :	Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 0% w/w	14
Tabel 3.2 :	Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 0,5% w/w	14
Tabel 3.3 :	Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 2% w/w	15
Tabel 3.4 :	Komposisi larutan penyangga	16
Tabel 4.1 :	Pengaruh jumlah $\text{Fe}_3\text{O}_4$ terhadap Faktor Nernst dan tetapan sensor	20
Tabel 4.2 :	Pengaruh pH Terhadap Faktor Nernst pada sensor Parasetamol 0,5% w/w $\text{Fe}_3\text{O}_4$	22
Tabel 4.3 :	Kinerja Sensor Parasetamol 0,5% w/w $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada pH 11	24



## DAFTAR LAMPIRAN

A. Preparasi Larutan	
A.1 Pembuatan 10 mL Larutan PVA 5 % w/v	29
A.2 Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5% w/v	29
A.3 Pembuatan 10 mL Larutan Gluteraldehid 2 % w/v	29
A.4 Pembuatan Suspensi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -PVA	29
A.5 Pembuatan Membran Selektif MIP- Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	30
A.6 Pembuatan Larutan Tris, HCl, NaHCO <sub>3</sub> , NaOH, dan Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 0,05 M	31
A.7 Pembuatan larutan penyangga pH 8,9,10, dan 11	32
B. Diagram Alir	
B.1 Diagram Alir Penelitian	36
C. Data Hasil Penelitian	
C.1 Pengaruh Jumlah dalam Sensor Parasetamol	37
C.1.1 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol Tanpa Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	37
C.1.2 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol 0,5% w/w Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	38
C.1.3 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol 2% w/w Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	39
C.2 Pengukuran Terhadap Pengaruh pH (Sensor dengan 0,5% w/w Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )	40
C.2.1 Pada pH 8	40
C.2.2 Pada pH 9	41
C.2.3 Pada pH 10	42
C.2.4 Pada pH 11	43
C.3 Karakterisasi Sensor Parasetamol dengan 0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> pada pH 11 dengan larutan penyangga karbonat	44
C.4 Waktu Respon (pada Saat Karakterisasi)	46
C.4.1 Kurva Hubungan Potensial Sel (y) dengan Waktu Respon	47

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Parasetamol dikenal sebagai senyawa obat-obatan yang efektif untuk pereda nyeri dan penurunan demam karena bersifat antipiretik dan analgesik [1]. Batas dosis yang dianjurkan adalah 4 g/hari untuk orang dewasa dan 60 - 360 mg/hari untuk anak-anak [2]. Akan tetapi, jika penggunaannya melebihi batas dosis yang dianjurkan, senyawa ini dapat menimbulkan kerusakan pada hati dan menyebabkan iritasi pada lambung [3], sehingga diperlukan suatu metode analisis untuk mengetahui dan mengontrol kadar parasetamol dalam obat-obatan [1][4].

Metode analisis parasetamol yang tersedia saat ini adalah secara spektrofotometri sinar tampak. Prinsip analisis secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan resorsinol untuk membentuk senyawa azo, yang absorbansinya diukur pada panjang gelombang 505 nm. Batas deteksi dan batas kuantifikasi yang dapat terukur adalah 0.192  $\mu\text{g/mL}$  dan 0.640  $\mu\text{g/mL}$  [5]. Metode ini tidak selektif karena diganggu oleh senyawa ibuprofen dan kafein pada obat-obatan, sehingga diperlukan pengembangan metode penentuan parasetamol yang lebih selektif. Dengan demikian, pada penelitian ini akan dikembangkan sensor parasetamol dengan prinsip elektroda selektif ion (ESI). Selektivitas ditentukan membran selektif, sehingga pada penelitian ini menggunakan membran MIP yang dilapiskan pada elektroda karbon tercetak (SPCE).

MIP terbentuk dari reaksi antara monomer dengan pereaksi pengikat silang yang dibantu oleh katalisator berupa asam atau bantuan termal [6][7]. Prinsip membran MIP adalah molekul-molekul bahan aktif didalam polimer terikat silang yang berfungsi sebagai larutan internal dengan jumlah tetap [8]. Bahan aktif yang digunakan dapat berupa ionofor atau senyawa yang sama pada analit target. Untuk meningkatkan sensitivitas pada membran MIP, dapat ditambahkan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [9]. Pada jumlah yang tepat, nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mampu berinteraksi dengan ion-ion atau molekul analit target pada permukaan membran luar dan permukaan membran bagian dalam untuk memperkuat aktivitas ion dan molekul, sebagai transduser, dan menghantarkan sinyal potensial pada sensor yang selanjutnya dibaca oleh detektor[10].

Penelitian dilakukan oleh Kee-Shyuan Loh, dkk pada tahun 2008 yaitu membandingkan kinerja biosensor AA2P (*Ascorbic acid 2-phosphate*) untuk mendeteksi senyawa herbisida Asam 2,4 Diklorofenoksiasetat menggunakan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan variasi konsentrasi 0 %, 0,4 % dan 2,2 % w/w. Biosensor dengan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  0,4 % dan 2,2 % w/w mempunyai batas deteksi 2,0  $\mu\text{M}$  dan 2,5  $\mu\text{M}$  , berbeda dengan tanpa nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang mempunyai batas deteksi 5,1  $\mu\text{M}$  [11]. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mempengaruhi sensitivitas sensor, sehingga pada penelitian ini akan membandingkan tiga konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  0%, 0,5% dan 2% w/w pada membran selektif MIP terhadap kinerja sensor.

Parasetamol dapat dideteksi molekulnya pada pH 5,5 menggunakan ionofor Mn(III)Cl-tetrakis[3,5-bis(t-butyl)-phenyl]porphyrin (Mn(III)-porphyrin 1) pada membran cair pasta karbon dengan harga Nerst sebesar -45,7 mV [12]. Parasetamol memiliki pKa 9,71, pada pH < 9,71 parasetamol terbentuk sebagai molekulnya akan tetapi, pada pH = 9,71 parasetamol terdisosiasi setengahnya menjadi ion asetilaminofenoksida. Pada penelitian ini, sensor akan diuji pada larutan uji pH 8,9,10,11 dan untuk mengetahui karakteristik sensor yang meliputi harga Nernst, kisaran konsentrasi, dan waktu respon.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada kinerja sensor parasetamol ?
2. Bagaimana pengaruh pH larutan uji terhadap sensitivitas sensor parasetamol beserta cara karakterisasinya ?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Elektroda yang digunakan adalah *Screen Printed Carbon Electrode* (SPCE) berukuran 4,7 cm x 1 cm.
2. Elektroda pembanding yang digunakan adalah Ag/AgCl.
3. pH larutan yang dipelajari adalah 8, 9,10, dan 11.
4. Karakteristik sensor parasetamol yang ditentukan meliputi nilai faktor Nernst, kisaran konsentrasi, dan waktu respon.
5. Konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada membran selektif sebesar 0% , 0,5% dan 2% w/w.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

1. Mempelajari pengaruh jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam membran selektif MIP terhadap kinerja sensor potensiometri.
2. Mempelajari pengaruh pH terhadap sensitivitas sensor parasetamol beserta mengetahui cara karakterisasi pada sensor parasetamol.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi baru dalam pembuatan sensor potensiometri parasetamol menggunakan membran selektif MIP serta kinerja sensor potensiometri terhadap penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan pengaruh terhadap pH.







## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Sensor Potensiometri

Potensiometri adalah metode analisis yang didasarkan nilai potensial sel antara potensial reduksi atau potensial membran pada elektroda indikator terhadap elektroda pembanding. Potensial sel tersebut mengacu pada persamaan berikut [13]:

$$E_{\text{sel}} = E_{\text{ind}} - E_{\text{reff}} + E_{\text{ij}} \quad (2.1)$$

$E_{\text{sel}}$  = Potensial sel

$E_{\text{ind}}$  = Elektroda indikator

$E_{\text{reff}}$  = Elektroda pembanding

$E_{\text{ij}}$  = Potensial batas antar larutan

Analisa dilakukan dalam keadaan setimbang dimana nilai  $\Delta G = 0$  dan tidak ada arus yang mengalir pada rangkaian sistem tertutup. Pada pengukuran secara potensiometri dibutuhkan dua elektroda yang berfungsi sebagai elektroda pembanding dan elektroda indikator. Elektroda pembanding yang digunakan harus tetap nilai potensialnya pada sistem. Sedangkan elektroda indikator adalah elektroda yang mampu berinteraksi dengan analit secara selektif. Metode analisis secara potensiometri mengacu kepada elektroda indikator yang merupakan elektroda selektif ion (ESI) [13].

Elektroda selektif ion adalah elektroda membran yang memiliki bahan aktif sebagai larutan internal didalam membran. Elektroda ini mendeteksi ion-ion tertentu yang bekerja secara selektif . Pada ESI, beda potensial terjadi akibat perbedaan potensial membran bagian dalam dengan membran bagian luar, yang sesuai dengan persamaan berikut [13] :

$$E_b = E_1 - E_2 \quad (2.2)$$

Dimana,  $E_b$  merupakan potensial membran yang didapat dari selisih antara potensial membran bagian luar ( $E_1$ ) terhadap potensial membran bagian dalam ( $E_2$ ).  $E_1$  merupakan perbandingan antara aktivitas ion analit dalam larutan ( $a_1$ ) terhadap aktivitas ion analit

pada permukaan membran bagian luar ( $a_1'$ ), sedangkan  $E_2$  merupakan perbandingan antara aktivitas ion bahan aktif dalam membran ( $a_2$ ) terhadap aktivitas ion bahan aktif pada permukaan membran bagian dalam ( $a_2'$ ), yang dihubungkan dengan persamaan berikut [13]:

$$E_1 = J_1 - \frac{0,0592}{n} \log ( a_1'/a_1 ) \quad (2.3)$$

$$E_2 = J_2 - \frac{0,0592}{n} \log ( a_2'/a_2 ) \quad (2.4)$$

Kemudian persamaan pada potensial membran menjadi [13] :

$$E_b = J_1 - \frac{0,0592}{n} \log ( a_1'/a_1 ) - J_2 - \frac{0,0592}{n} \log ( a_2'/a_2 ) \quad (2.5)$$

Dimana n merupakan muatan ion, jika  $n = 1$  dan  $J_1 = J_2$ , persamaan menjadi [13] :

$$E_b = 0,0592 \log (a_1/a_2) \quad (2.6)$$

Jika pada elektroda indikator tidak menggunakan elektroda pembanding dalam dan aktifitas ion dalam membran ( $a_2$ ) adalah konstan, maka [13] :

$$E_{ind} = E_b + E_{lj} \quad (2.7)$$

$$E_{ind} = 0,0592 \log (a_1/a_2) + E_{lj} \quad (2.8)$$

Jika  $E_{lj} = 0$  maka,

$$E_{ind} = K - 0,0592 \log a_1 \quad (2.9)$$

Kemudian potensial sel dapat dihitung melalui persamaan berikut [13]:

$$E_{sel} = E_{ind} - E_{reff} + E_{lj} \quad (2.10)$$

$$E_{sel} = K - 0,0592 \log a_1 - E_{reff} + E_{lj} \quad (2.11)$$

Jika menggunakan elektroda pembanding luar berupa elektroda Ag/AgCl yang bernilai tetap yaitu 0,205 V, dengan  $E_{ij} = 0$ , maka [13]:

$$E_{sel} = K' - 0,0592 \log a_1 \quad (2.12)$$

Persamaan 2.12 memberi informasi bahwa potensial sel berbanding lurus terhadap konsentrasi analit dengan harga kemiringan 0,0592 yang disebut bilangan Nernst. Harga bilangan Nerst tergantung pada jumlah muatan ion atau  $n$  [14].

ESI memiliki komponen antara lain berupa material penghantar listrik, membran selektif, larutan internal, transduser serta elektroda pembanding dalam. Material penghantar listrik dapat berupa kawat Pt, Au, Ag dan elektroda karbon yang berfungsi sebagai penghubung ESI dengan alat pengukur tegangan [15]. Larutan internal merupakan bahan aktif dengan jumlah tetap dan diketahui konsentrasinya didalam membran. Bahan aktif berfungsi sebagai ion-ion pengenal terhadap analit yang akan memberi nilai potensial akibat adanya rasio antara konsentrasi ion pada larutan internal terhadap analit yang disebut potensial membran [16].

Membran selektif yang digunakan pada ESI, harus bersifat hidrofilik dan dapat mengantarkan listrik[13][17]. Jenis membran selektif yang tersedia saat ini adalah membran gelas, membran cair, membran padat dan MIP [8][13]. MIP sendiri adalah polimer terikat silang yang memiliki cetakan molekul dari senyawa tertentu yang disebut bahan aktif. Pada elektroda selektif ion, MIP berfungsi sebagai membran pengemban bahan aktif yang bertindak sebagai senyawa internal dan pemisah antara senyawa internal dengan analit. Permukaan luar MIP akan menghasilkan potensial terhadap analit yang disebut potensial membran luar ( $E_1$ ), sedangkan pada permukaan dalam MIP akan menghasilkan potensial terhadap bahan aktif dalam membran yang disebut potensial membran dalam ( $E_2$ ). Selisih nilai keduanya merupakan potensial membran ( $E_b$ )[13].

Pembuatan MIP dilakukan dengan proses polimerisasi dari suatu monomer dengan pereaksi pengikat silang membentuk polimer terikat silang dengan bantuan katalis berupa asam mineral seperti HCl, dan  $H_2SO_4$  [7]. Pada saat proses polimerisasi, penambahan bahan aktif dilakukan dengan tujuan memerangkap molekul bahan aktif pada monomer yang terikat silang secara sempurna sehingga

menjadi MIP [18]. Bahan aktif yang ditambahkan berfungsi sebagai senyawa pengenalan analit atau larutan internal dengan jumlah tetap. Contoh senyawa monomer yang dapat digunakan untuk pembuatan MIP adalah polivinil alkohol (PVA). PVA mudah larut dalam air dengan tingkat beracun yang rendah. Selain itu PVA dapat bereaksi dengan pereaksi pengikat silang seperti glutaraldehyd dan asam sitrat dengan katalis asam atau bantuan thermal[6][7]. Pada pembuatan ESI, MIP dilapiskan pada elektroda indikator yang selanjutnya dikeringkan pada suhu 50°C[14].

Bahan pendukung tambahan dalam sensor potensiometri adalah nanomaterial. Salah satu contoh nanomaterial yang digunakan dalam sensor potensiometri adalah nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan senyawa besi (II,III) oksida berwarna hitam dengan massa jenis  $5\text{g/cm}^3$  yang dapat disintesis dengan teknik aerosol, pengendapan, dan elektrokimia. Didukung dengan luas permukaan yang besar dan bersifat semikonduktor, nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terbukti mampu meningkatkan sensitivitas dan selektivitas sensor [9]. Permukaan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  mampu menarik ion-ion atau molekul target membentuk lapisan rangkap listrik pada permukaannya sehingga memperkuat aktivitas ion didalam membran, membuat beda potensial semakin tinggi yang menyebabkan sensitivitas sensor semakin tinggi. Selain itu, nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berfungsi sebagai transduser, dan menghantarkan sinyal potensial yang selanjutnya dibaca oleh detektor [10]. Lu dan Chen melaporkan bahwa , nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada biosensor glukosa dapat meningkatkan sinyal arus pada amperometri [19]. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  banyak diterapkan pada biosensor untuk meningkatkan sensitivitas, memperkecil batas deteksi, dan mengurangi waktu respon. Penelitian dilakukan oleh Kee-Shyuan Loh, dkk pada tahun 2008 untuk menentukan pengaruh jumlah nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada biosensor AA2P herbisida Asam 2,4 Diklorofenoksiasetat terhadap batas deteksi, dan rentang konsentrasi yang dapat terukur. Berikut tabel hasil penelitian tersebut [11] :

**Tabel 2.1 Pengaruh jumlah Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada Biosensor AA2P**

Jumlah nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> % w/w	Batas deteksi (μM)	Rentang konsentrasi yang dapat terukur (μM)
0	5,1	5-80
0,4	2,0	5-120
2,2	2,5	5-150

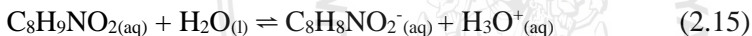
Pada **Tabel 2.1** menjelaskan bahwa penambahan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berpengaruh terhadap nilai batas deteksi dan rentang konsentrasi yang dapat terukur pada biosensor AA2P terhadap herbisida Asam 2,4 Diklorofenoksiasetat. Penambahan nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada biosensor memperkecil nilai batas deteksi hingga 50% dan memperlebar rentang linieritas terhadap konsentrasi Asam 2,4 Diklorofenoksiasetat yang dapat terukur [11].

Pada penelitian lain oleh Hegabe dkk pada tahun 2017, adanya nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menghasilkan kepekaan sebesar 59,8 mV/dekade dengan rentang konsentrasi 1x10<sup>-10</sup> sampai 1x10<sup>-3</sup>M pada sensor pendeteksi gemifloxacin mesilat dengan metode potensiometri. Berbeda dengan sensor tanpa nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang menghasilkan kepekaan sebesar 53,5 mV/dekade dengan rentang konsentrasi 1x10<sup>-8</sup> sampai 1x10<sup>-3</sup>M. Kedua sensor ini menggunakan asam metakrilat sebagai monomer dan trimetilolpropan trimetacrilate sebagai pereaksi pengikat silang [20].

Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat dibuat dengan cara pengendapan atau kopresipitasi dari larutan campuran FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O yang dibasakan. FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O dan FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 4,107 g dan 8,109 g dilarutkan ke dalam 30 mL aquades pada gelas kimia. Larutan NH<sub>4</sub>OH 10% ditambahkan dan diaduk menggunakan magnetik stirer pada kecepatan 450 rpm dengan suhu 60°C selama 90 menit. Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang terbentuk dilakukan dekantasi dan pencucian berulang hingga pH 7 yang selanjutnya dilakukan pengeringan pada suhu 80°C selama 3 jam [21].

## 2.2 Sensor Parasetamol

Parasetamol atau asetaminofen adalah senyawa dengan rumus molekul  $C_8H_9NO_2$  yang memiliki kegunaan sebagai antipiretik dan analgesik [3]. Senyawa ini memiliki sifat fisik berupa serbuk putih yang larut dalam air, etanol, dan aseton. Nilai kelarutan parasetamol dalam air adalah 12,78 g/L air ( $20^\circ C$ ) dengan massa molar sebesar 151,163 g/mol dan titik leleh  $169^\circ C$  [22]. Parasetamol merupakan senyawa turunan fenol yang bersifat asam lemah dengan nilai pKa 9,71, sehingga pada larutannya dengan  $pH < 9,71$  parasetamol akan tetap sebagai molekulnya akan tetapi, pada  $pH = 9,71$  parasetamol dapat terdisosiasi parsial menjadi ion asetilaminofenoksida dan melepaskan ion  $H_3O^+$ . Keseimbangan ion asetilaminofenoksida dalam larutan analit mempengaruhi kinerja sensor pada saat pengukuran. Semakin banyak jumlah ion yang terbentuk, sangat memungkinkan untuk menghasilkan sinyal potensial yang optimal, hal ini diakibatkan oleh nilai aktifitas ion pada membran semakin besar dengan jumlah rasio aktifitas ion membran dalam dan membran luar tetap. Keseimbangan ion asetilaminofenoksida dalam larutan dapat ditulis sebagai berikut [23]:



Pada tahun 2008, Saraswathyamma, dkk mencoba membuat sensor potensiometri untuk mendeteksi molekul parasetamol dalam larutan pH 5.5 menggunakan membran cair PVC dan pasta karbon dengan ionofor Mn(III)Cl-tetrakis[3,5-bis(t-butyl)-phenyl]porphyrin (Mn(III)-porphyrin 1). Kinerja sensor ditentukan dengan faktor Nerst sebesar -45,7 mV, batas deteksi  $3,9 \times 10^{-5}$  M dan waktu respon 40 detik. Hal ini menunjukkan bahwa parasetamol dapat dideteksi dalam bentuk molekulnya menggunakan ionofor [12].

Nilai potensial pada elektroda indikator sesuai dengan persamaan 2.9 dimana  $a_1$  adalah konsentrasi molekul parasetamol sehingga persamaan menjadi [16]:

$$E_{ind} = K - 0,0592 \log [C_8H_9NO_2] \quad (2.16)$$

Sehingga nilai potensial sel dapat dihitung menggunakan persamaan 2.1 dengan elektroda Ag/AgCl sebagai pembanding [16]:

$$E_{\text{sel}} = K - 0,0592 \log [\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2] - E_{\text{Ag/AgCl}} + E_{\text{ij}} \quad (2.17)$$

Dimana  $E_{\text{ij}} = 0$  sehingga,

$$E_{\text{sel}} = K - 0,0592 \log [\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2] - E_{\text{Ag/AgCl}} \quad (2.18)$$

$$E_{\text{sel}} = K' - 0,0592 \log [\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2] \quad (2.19)$$







## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2018 hingga Agustus 2018.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Screen-printed carbon elektrode (SPCE), komputer, potensiometer, konektor elektroda quasense, pH meter Senz TI-13MO597, oven, pengaduk magnetik dan peralatan gelas.

##### 3.2.2 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah besi (II) sulfat tetrahidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ), besi (III) klorida heksahidrat, natrium hidroksida/ $\text{NaOH}$ , polivinil alkohol (PVA) sigma aldrich, glutraldehid 25%, etanol, parasetamol, asam sitrat, akuades pH 7, Tris(*hydroxymethyl*)aminomethane, HCl 37% sigma aldrich,  $\text{NaHCO}_3$ , dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

#### 3.3 Tahapan Penelitian

##### 3.3.1 Pembuatan Sensor Parasetamol

1. Pembuatan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$
2. Ekstraksi parasetamol
3. Pembuatan larutan PVA 5%
4. Pembuatan larutan asam sitrat 5%
5. Pembuatan larutan glutraldehid 2%
6. Pembuatan larutan parasetamol 1%
7. Pembuatan suspensi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$
8. Pembuatan membran selektif MIP
9. Pelapisan membran selektif MIP pada elektroda indikator SPCE

### 3.3.2 Pembuatan Larutan penyangga dan Larutan Uji

1. Pembuatan larutan HCl, Tris, NaHCO<sub>3</sub>, NaOH dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,05 M
2. Pembuatan larutan penyangga pH 8 -11
3. Pembuatan larutan uji parasetamol

### 3.3.3 Karakterisasi Sensor Parasetamol

1. Pengukuran Potensial Sel
2. Pengolahan data

## 3.4 Tahapan Kerja Penelitian

### 3.4.1 Pembuatan Sensor Parasetamol

#### 3.4.1.1 Pembuatan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Sebanyak 0,66 g amonium sulfat dilarutkan dalam 20 mL akuadem. Kemudian sebanyak 1,12 g besi (II) sulfat tetrahidrat dilarutkan dalam 20 mL akuadem. Kedua larutan dipanaskan pada suhu 80°C lalu dicampurkan. Sebanyak 2,7 g besi (III) klorida heksahidrat dilarutkan dalam 20 mL akuadem dan dipanaskan pada suhu 80°C. Larutan besi (III) klorida heksahidrat dicampurkan ke dalam larutan amonium sulfat dan besi (II) sulfat tetrahidrat. Larutan diaduk dan suhu dijaga pada 80°C. Selanjutnya sebanyak 1,6 g NaOH dilarutkan dalam 50 mL akuades dan dididihkan. Larutan campuran amonium sulfat, FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, dan FeSO<sub>4</sub>.4H<sub>2</sub>O dituangkan ke dalam larutan NaOH sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* dan dидiamkan selama 90 menit pada suhu 100°C. Kemudian dilakukan pencucian magnetit yang terbentuk dengan akuades dan akuadem. Endapan magnetit disaring dan dicuci kembali hingga larutan bebas sulfat dan klorida [11].

#### 3.4.1.2 Ekstraksi Parasetamol

Sebanyak 5 butir obat sanmol dilarutkan dalam 250 mL akuadem. Kemudian larutan disaring dengan menggunakan kertas saring. Filtrat diambil dan dilakukan kristalisasi asetaminofen dengan cara menguapkan larutan dalam oven pada suhu 130°C.

#### **3.4.1.3 Pembuatan 10 mL PVA 5 %w/v**

Sebanyak 0,5 g PVA ditambah dengan 8 mL air panas dan diaduk hingga larut, lalu larutan didinginkan. Kemudian dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuades, lalu dikocok hingga homogen.

#### **3.4.1.4 Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5 %w/v**

Sebanyak 0,5 g asam sitrat ditambah dengan 8 mL akuades dan diaduk hingga larut. Dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan akuades dan dikocok hingga homogen.

#### **3.4.1.5 Pembuatan 10 mL Larutan Gluteraldehid 2% w/v**

Larutan gluteraldehid 25% sebanyak 0,8 mL dipipet dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL yang selanjutnya ditandabatkan dengan pelarut etanol : akuades dengan perbandingan 1:1.

#### **3.4.1.6 Pembuatan 5 mL Larutan Parasetamol 1% w/v**

Sebanyak 0,05 g parasetamol dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL dan ditandabatkan dengan akuades pH 7, lalu kocok hingga homogen.

#### **3.4.1.7 Pembuatan Suspensi $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -PVA**

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditimbang sebanyak 0,051 g pada gelas arloji dan tambahkan dengan 1 mL larutan PVA 5% lalu, diaduk dan diratakan dengan spatula hingga membentuk suspensi.

#### **3.4.1.8 Pembuatan Membran Selektif MIP- $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Pembuatan membran selektif dilakukan dengan cara mencampur larutan parasetamol 1%, PVA 5%, asam sitrat 5%, gluteraldehid 2% dan suspensi ke dalam gelas arloji dan diaduk menggunakan spatula hingga terasa homogen. Komposisi membran selektif :  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sesuai dengan **Tabel 3.1, 3.2, dan 3.3.**

**Tabel 3.1 Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0% w/w**

Bahan	Volume yang ditambahkan	Massa bahan yang terkandung (mg)
Parasetamol 1% w/v	0,1 mL	1
PVA 5% w/v	0,9 mL	45
Asam sitrat 5% w/v	0,1 mL	5
Gluteraldehid 2% w/v	0,1 mL	2
Suspensi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	-	-
	Massa total (mg)	53

**Tabel 3.2 Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0,5% w/w**

Bahan	Volume yang ditambahkan	Massa bahan yang terkandung (mg)
Parasetamol 1% w/v	0,1 mL	1
PVA 5% w/v	0,9 mL	45
Asam sitrat 5% w/v	0,1 mL	5
Gluteraldehid 2% w/v	0,1 mL	2
Suspensi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	5,4 µL	0,27
	Massa total (mg)	53,27

**Tabel 3.3 Konsentrasi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 2% w/w**

Bahan	Volume yang ditambahkan	Massa bahan yang terkandung (mg)
Parasetamol 1% w/v	0,1 mL	1
PVA 5% w/v	0,9 mL	45
Asam sitrat 5% w/v	0,1 mL	5
Gluteraldehid 2% w/v	0,1 mL	2
Suspensi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	21,6 µL	1,0816
	Massa total (mg)	54,0816

#### 3.4.1.9 Pelapisan Membran Selektif MIP pada Elektroda Indikator SPCE

Untuk pembuatan sensor parasetamol 0% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> larutan membran MIP I dipipet sebanyak 10 µL dan dilapiskan pada elektroda indikator yang ada pada SPCE secara merata, lalu dikeringkan dengan suhu 35-40°C selama ± 2jam dalam oven. Lapisan kedua diterapkan dengan menambahkan larutan membran MIP I sebanyak 10 µL pada elektroda indikator yang telah terlapis dengan lapisan pertama. Selanjutnya dikeringkan kembali dengan suhu 35-40°C selama ± 2jam dalam oven. Pada pembuatan sensor parasetamol 0,5% dan 2 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan prosedur yang sama hingga 2 kali pelapisan pada elektroda kerja.

#### 3.4.2 Pembuatan Larutan penyangga dan Larutan Uji

##### 3.4.2.1 Pembuatan Larutan Tris, HCl, NaHCO<sub>3</sub>, NaOH 0,05 M, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,05 M

Sebanyak 200 ml larutan Tris 0,05 M dibuat dengan melarutkan padatan tris sebanyak 1,2114 g pada gelas kimia 200 mL yang berisi 100 mL akuades. Larutan yang telah homogen ditandabatkan ke dalam labu ukur 200 mL. 50 mL

Larutan HCl 0,05 M dibuat dengan melarutkan dan menandabatkan 0,2 mL HCl 37% w/w ke dalam labu ukur 50 mL dengan akuades pH 7 dan dikocok hingga homogen. 50 mL  $\text{NaHCO}_3$  0,05 M dibuat dengan melarutkan dan menandabatkan 0,21 g  $\text{NaHCO}_3$  ke dalam labu ukur 50 mL dengan akuades pH 7 dan dikocok hingga homogen. 50 mL larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05 M dibuat dengan melarutkan dan menandabatkan 0,265 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ke dalam labu ukur 50 mL dengan akuades pH 7 dan dikocok hingga homogen.

### 3.4.2.2 Pembuatan larutan penyangga pH 8, 9, 10, dan 11

Pembuatan larutan penyangga pH 8, dan 9 dilakukan dengan mencampur larutan Tris 0,05M dan HCl 0,05M. Sedangkan penyangga pH 10 dibuat dengan mencampur larutan  $\text{NaHCO}_3$  0,05M dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05M, dan penyangga pH 11 menggunakan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05M dan NaOH 0,05M menggunakan komposisi sesuai **Tabel 3.4**.

**Tabel 3.4** Komposisi larutan penyangga

Bahan yang diperlukan	pH			
	8	9	10	11
Tris 0,05 M (mL)	32,4	45,2	-	-
HCl 0,05 M (mL)	17,6	4,8	-	-
$\text{NaHCO}_3$ 0,05 M (mL)	-	-	32,1	-
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0,05 M (mL)	-	-	17,9	41,2
NaOH 0,05 M (mL)			-	8,8
Volume akhir (mL)	50	50	50	-

### 3.4.2.3 Pembuatan Larutan Uji Parasetamol

Pembuatan larutan uji parasetamol 0,02 M pH 8 dilakukan dengan cara melarutkan dan menandabatkan 0,0075 g parasetamol dengan penyangga pH 8 ke dalam labu ukur 5 mL. Pembuatan larutan uji parasetamol  $10^{-3}$  M pH 8 dilakukan dengan memipet 0,5 mL larutan parasetamol 0,02 M

dan dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL yang selanjutnya ditandabatkan dengan penyangga pH 8. Pada pembuatan larutan uji parasetamol  $10^{-4}$  hingga  $10^{-9}$  M pH 8 dilakukan dengan cara pengenceran bertingkat.

Pembuatan larutan uji parasetamol  $10^{-2}$  hingga  $10^{-9}$  M dengan masing-masing pH 9, 10, dan 11 dilakukan dengan cara yang sama pada pembuatan larutan uji parasetamol pH 8 akan tetapi, menggunakan larutan penyangga pH masing-masing.

### **3.4.3 Karakterisasi Sensor Parasetamol**

#### **3.4.3.1 Pengukuran Potensial Sel**

Sensor parasetamol (SPCE) dipasang pada konektor elektroda *quasense* yang telah tersambung dengan alat potensiometer/multimeter. Lalu pengukuran dimulai dengan meneteskan larutan uji parasetamol sebanyak 50  $\mu$ L pada permukaan kedua elektroda (elektroda indikator dan elektroda pembanding). Pengukuran potensial sel dilakukan secara berturut-turut dari konsentrasi parasetamol  $1 \cdot 10^{-9}$  –  $5 \cdot 10^{-3}$  M pada masing-masing larutan uji parasetamol dengan pH 8,9,10 dan 11. Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara potensial sel dan  $-\log[\text{parasetamol}]$ .

#### **3.4.3.2 Penentuan Bilangan Nernst**

Penentuan bilangan Nernst dilakukan dengan membuat persamaan garis  $y = ax+b$  pada kurva hubungan antara potensial sel dengan  $-\log[\text{parasetamol}]$ . Bilangan Nernst merupakan kemiringan garis pada kurva.

#### **3.4.3.3 Penentuan Kisaran Konsentrasi**

Kisaran konsentrasi ditentukan berdasarkan kurva hubungan  $-\log [\text{parasetamol}]$  terhadap potensial sel, yaitu garis linear yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi parasetamol dan potensial sel berbanding lurus (c-d).

#### 3.4.3.4 Penentuan Waktu Respon

Waktu respon ditentukan berdasarkan kurva hubungan antara waktu mulai detik ke 10 hingga detik ke 180 dengan potensial sel untuk konsentrasi  $10^{-2}$  hingga  $10^{-9}$ . Waktu respon diperoleh dari hasil kurva yang memiliki potensial sel konstan pada semua konsentrasi.

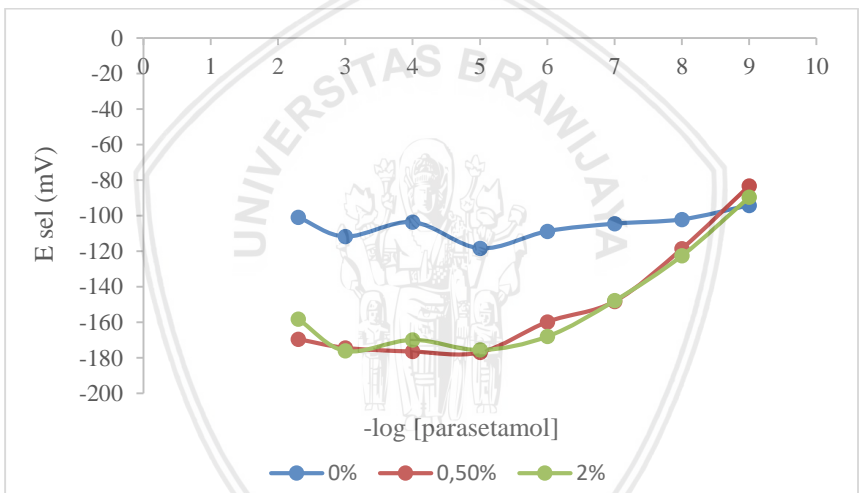




## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Pengaruh Jumlah $\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada Kinerja Sensor Parasetamol

Dipelajari pengaruh jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada membran selektif MIP untuk mengevaluasi kinerja sensor parasetamol. Konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dicoba masing-masing sebesar 0%; 0,5%; dan 2% w/w dalam membran selektif MIP. Sensor diuji pada larutan parasetamol yang dibuat tanpa dilakukan pengaturan pH dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-3}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M. Berdasarkan penelitian ini, didapatkan pengukuran ketiga sensor dan dibuat kurva hubungan antara potensial sel dengan  $-\log[\text{parasetamol}]$  dibuat untuk melihat profil yang diperoleh dan dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.



**Gambar 4.1** Kurva Hubungan Antara Potensial Sel (mV) dengan  $-\log[\text{parasetamol}]$  pada 3 sensor dengan jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berbeda.

Terdapat perbedaan profil pada ketiga sensor parasetamol dalam **Gambar 4.1** yang dapat dilihat dari kurva yang dihasilkan. Pada ketiganya, kemiringan kurva sama-sama dimulai pada konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M. Akan tetapi, perbedaan paling nampak ditunjukkan pada sensor parasetamol menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Pada kedua sensor parasetamol menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menunjukkan profil

yang mirip dengan kemiringan kurva paling nampak dibandingkan dengan sensor parasetamol tanpa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hal ini terjadi berkaitan dengan nilai potensial sel yang didapat dari pengukuran setiap konsentrasi pada ketiga sensor. Ditinjau dari nilai potensial sel yang didapat pada ketiga sensor parasetamol yang telah dibuat, nilai potensial sel lebih negatif didapatkan pada sensor parasetamol dengan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Nilai potensial sel yang didapat pada pengukuran berhubungan dengan tetapan sensor atau K (mV) yang diperoleh yang ditunjukkan pada data dalam **Tabel 4.1**.

**Tabel 4.1 Pengaruh Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap Faktor Nernst dan Tetapan sensor.**

% w/w $\text{Fe}_3\text{O}_4$	Faktor Nernst (mV/dekade)	Tetapan sensor / K (mV)
0	5,4	-143,97
0,50	22,8	-297,38
2,00	21,7	-292,82

Data dalam **Tabel 4.1**, perbedaan hasil ketiga sensor dapat ditinjau dari nilai K yang diperoleh. Nilai K pada pengukuran menggunakan sensor parasetamol tanpa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  kurang negatif dibanding dengan kedua sensor parasetamol dengan partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Dari data tersebut, adanya partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan dengan jumlah tertentu akan mempengaruhi nilai K yang diperoleh.

Dengan menggunakan dua konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , potensial paling rendah (lebih negatif) diperoleh pada kisaran konsentrasi  $5 \times 10^{-3}$  hingga  $1 \times 10^{-5}$  M, yang selanjutnya meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi parasetamol pada rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  hingga  $1 \times 10^{-9}$  M. hal ini menunjukkan bahwa sensitivitas kedua sensor parasetamol menggunakan membran selektif MIP-  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dimulai pada konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M. Untuk membandingkan ketiganya, nilai Nernst diambil pada rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  hingga  $1 \times 10^{-9}$  M yang hasilnya disajikan pada **Tabel 4.1**. Kedua sensor parasetamol menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang diuji memiliki faktor Nernst dengan selisih tidak jauh berbeda yaitu

sebesar 1,1 mV/dekade. Nilai Nernst terendah didapat pada sensor parasetamol tanpa menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yaitu sebesar 5,4 mV/dekade. pH larutan uji adalah 7, sehingga parasetamol terlarut tetap dalam bentuk molekul. Dari hasil uji selain meningkatkan sensitivitas sensor, adanya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam membran MIP membuat sensor dapat bekerja mendeteksi parasetamol dalam bentuk molekul pada pH 7.

#### 4.2. Pengaruh pH Larutan Uji Terhadap Sensitivitas Sensor Parasetamol Beserta Cara Karakterisasinya

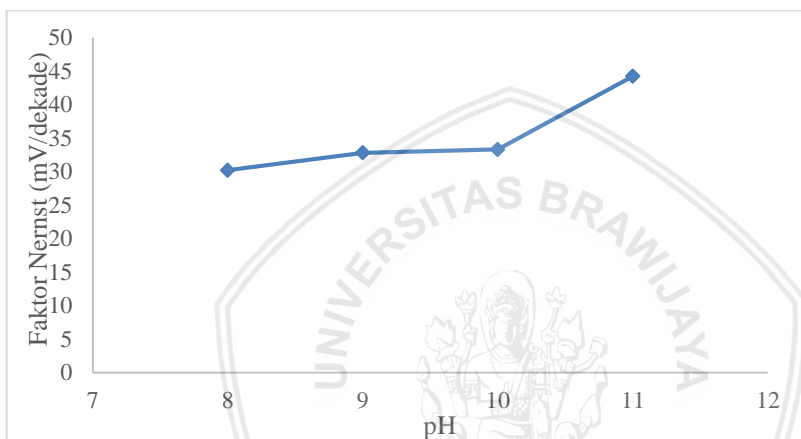
Kinerja sensor parasetamol dipelajari terhadap pH pada larutan uji parasetamol. Parasetamol memiliki pKa 9,71 sehingga pH berpengaruh terhadap ionisasi dari molekul parasetamol yang secara praktis akan mempengaruhi potensial sel yang diperoleh. Konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang digunakan adalah 0,5% w/w karena memberikan nilai Nernst paling tinggi diantara ketiga sensor yang diuji. Evaluasi sensor parasetamol dilakukan pada pH 8,9,10, dan 11. Pengaturan pH dilakukan dengan menambahkan beberapa  $\mu\text{L}$  NaOH 0,1 M pada larutan uji parasetamol hingga didapat pH yang dibutuhkan. Pada penelitian ini, nilai Nernst diambil pada masing-masing pH dengan rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M yang dapat dilihat pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2** Pengaruh pH Terhadap Faktor Nernst sensor Parasetamol 0,5% w/w  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

pH	Faktor Nernst (mV/dekade)
8	30,2
9	32,8
10	33,3
11	44,2

Faktor Nernst meningkat seiring meningkatnya pH pada rentang sebesar 8 hingga 10 dengan selisih masing-masing yang tidak jauh berbeda. Kenaikan paling tampak terjadi pada faktor Nernst yang

dihasilkan dari pH 10 dan 11 dengan selisih sebesar 10,9 mV/dekade. Dari penelitian ini didapat bahwa nilai Nernst tertinggi didapat pada pH 11 yaitu sebesar 44,2 mV/dekade. Hal ini terjadi karena secara teori, pada pH 11 parasetamol mengalami ionisasi sempurna sehingga akan menghasilkan bilangan Nernst paling tinggi []. Pada pH 10 dengan nilai  $\geq pK_a$  parasetamol pada larutannya, akan menghasilkan anion asetilaminofenoksida  $\geq$  jumlah mol analit pada larutannya sehingga hanya akan sedikit menaikkan nilai Nerst jika dibandingkan nilai Nernst pada pH 9.

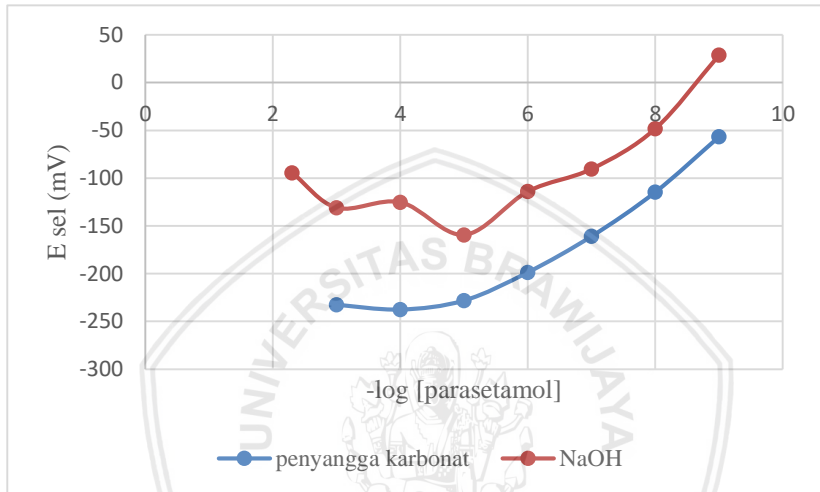


**Gambar 4.2** Kurva Hubungan pH dengan Faktor Nernst pada Sensor Parasetamol 0,5% w/w  $Fe_3O_4$ .

Keterkaitan pH dengan sensitivitas sensor yang dinyatakan dalam bilangan Nernst dihubungkan dengan jumlah ion asetilaminofenoksida yang terbentuk dalam larutan analit. Meningkatnya pH larutan berbanding lurus dengan jumlah ion asetilaminofenoksida yang terbentuk dan berkaitan dengan kemampuan sifat  $Fe_3O_4$  untuk menarik ion-ion menuju permukaan membran indikator, menyebabkan mobilitas ion semakin meningkat yang selanjutnya aktivitas ion semakin meningkat. Aktivitas ion meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi larutan analit, menyebabkan beda potensial pada tiap konsentrasi larutan analit yang sesuai dengan **persamaan 2.12**. Beda potensial yang terjadi

pada tiap konsentrasi memiliki arti bahwa sensor memiliki sensitivitas yang tinggi.

Karakterisasi sensor parasetamol dengan 0,5%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan menggunakan larutan penyangga karbonat pH 11 pada larutan uji parasetamol dengan konsentrasi mulai dari  $1 \times 10^{-3}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M. Grafik hubungan potensial sel dengan  $-\log[\text{parasetamol}]$  dibuat untuk melihat profil kurva yang ditunjukkan pada **Gambar 4.3**.



**Gambar 4.3** Karakterisasi Sensor Parasetamol 0,5% w/w  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada pH 11.

Dari profil kurva pada **Gambar 4.3**, dapat dilihat bahwa nilai potensial sel meningkat mulai dari kisaran konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M dengan perolehan harga Nernst sebesar 42,6 mV/dekade. Hal ini tidak jauh berbeda dengan perolehan harga Nernst dari pengukuran pada larutan uji pH 11 yang diatur menggunakan larutan NaOH 0,1 M.

**Tabel 4.3 Kinerja Sensor Parasetamol 0,5%w/w Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada pH 11.**

pH 11	Faktor Nernst (mV/dekade)	Koefisien korelasi
Karbonat	42,6	0,98
NaOH	44,2	0,96

Dilihat dari faktor Nernst yang diperoleh pada kedua perlakuan, nilai tertinggi didapat dari pengujian sensor parasetamol pada pH 11 dengan pengaturan pH menggunakan NaOH 0,1 M yaitu sebesar 44,2 mV/dekade. Ditinjau dari koefisien korelasinya, nilai tertinggi didapat dari pengujian sensor menggunakan larutan penyangga yaitu sebesar 0,98. Koefisien korelasi ini menunjukkan hubungan antar data dalam dua variabel yang menunjukkan tingkat ketelitian dan ketepatan pada sensor. Waktu respon ditentukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan sensor dalam merespon analit, ditunjukkan pada nilai potensial sel yang relatif konstan pada rentang waktu tertentu. Waktu respon yang diperlukan sensor parasetamol menggunakan 0,5% w/w Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 170 detik.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam membran selektif MIP berpengaruh terhadap sensitivitas sensor parasetamol. Kinerja pada ketiga sensor dibandingkan yang merujuk pada sensitivitas yang diperoleh. Sensitivitas ketiga sensor (0%; 0,5%; 2%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang diperoleh masing-masing sebesar 5,4 ; 22,8 ; dan 21,7 mV/dekade. Sensitivitas tertinggi diperoleh pada sensor parasetamol dengan menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 0,5%.
2. pH pada larutan uji berpengaruh terhadap sensitivitas sensor parasetamol dengan 0,5%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Sensor diuji terhadap perubahan pH yaitu 8 hingga 11. Karakterisasi sensor dilakukan pada larutan uji parasetamol dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-3}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M pada pH 11 menggunakan larutan penyangga karbonat. Karakter sensor yang diperoleh meliputi sensitivitas (faktor Nernst) sebesar 42,6 mV/dekade dengan rentang konsentrasi  $1 \times 10^{-5}$  sampai  $1 \times 10^{-9}$  M dan waktu respon sebesar 170 detik.

#### 5.2 Saran

Pada penelitian ini perlu dikaji lebih lanjut mengenai nilai batas deteksi dan selektivitasnya pada sensor parasetamol 0,5%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  .

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ellis, Frank. 2002. **Paracetamol – A Curriculum resource.** *Royal Society of Chemistry*. Inggris.
- [2] Tjay, T. H. dan K. Rahardja. 2007. **Obat-obat Penting: Kasiat, Penggunaan dan Efek efek Sampingnya.** *Elex Media Komputindo*. Jakarta.
- [3] HL, V. M., & Mettilda Bai, S. M. 2012. **Beware of Paracetamol Toxicity.** *Journal of Clinical Toxicology*. P.G and Research Department of Zoology. Tamil Nadu, India.
- [4] Acetaminophen Awareness Coalition. **Acetaminophen: How it's Used, Preventing Overdose and What We Can Do to Promote Safe Use.** *KnowYourDose.org*.
- [5] Lawrence, O.A., Olufemi, G., & Alex, O.D. 2012. **Spectrophotometric Determination of Acetaminophen Content of Different Brands of Paracetamol tablet from South-West Nigeria.** *Department of petroleum and Chemical Sciences, Tai Solarin University of Education*. Ijagun, Ogun State, Nigeria.
- [6] Birck, C., Degoutin, S., Tabary, N., Miri, V., & Bacquet, M. 2014. **New Crosslinked cast films based on poly(vinyl alcohol): Preparation and physico-chemical properties.** *Express Polymer Letter*. 8(2). pp 941-952.
- [7] Figueiredo, K. C. S., Alves, T. L. M., & Borges, C. P. 2009. **Poly(vinyl alcohol) films crosslinked by Glutaraldehyde under mild conditions.** *Journal of Applied Polymer Science*. 111(6), 3074–3080.
- [8] Javanbakht, M., Fard, S. E., Mohammadi, A., Abdouss, M., Ganjali, M. R., Norouzi, P., & Safaraliev, L. 2008. **Molecularly Imprinted Polymer based Potentiometric Sensor for the Determination of Hydroxyzine in Tablets and Biological fluids.** *Analytica Chimica Acta*. 612(1), 65–74.
- [9] Zhang, J.-L., Tan, X.-C., dkk. 2011. **Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Magnetic Nanoparticles Modified Electrode as a Sensor for Determination of Nimesulide.** *Chemical Research in Chinese Universities*. 27(4), hal 566-569.
- [10] Alonso Sedano, A. B., Tascón García, M. L., Vázquez Barbado, M. D., & Sánchez Batanero, P. 2004. **Electrochemical study of**



copper and iron compounds in the solid state by using voltammetry of immobilized microparticles: application to copper ferrite characterization. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 566(2), 433–441.

- [11] Loh, K.-S., Lee, Y., Musa, A., Salmah, A., & Zamri, I. 2008. **Use of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles for Enhancement of Biosensor Response to the Herbicide 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid.** *Sensors*. 8(9), 5775–5791.
- [12] Saraswathyamma, B., Pająk, M., Radecki, J., Maes, W., Dehaen, W., Girish Kumar, K., & Radecka, H. 2008. **PVC Supported Liquid Membrane and Carbon Paste Potentiometric Sensors Incorporating a Mn(III)-Porphyrin for the Direct Determination of Undissociated Paracetamol.** *Electroanalysis*. 20(18), 2009–2015.
- [13] Mulyasuryani, Ani. 2014. **Elektroanalitik Dasar dan Aplikasi.** *Deepublish*. Yogyakarta. Hal 19-35.
- [14] Pratiwi, N. 2017. **Pembuatan Sensor Monosodium Glutamat secara Potensiometri Menggunakan Membran Kitosan-Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Berbasis Screen Printed Carbon Electrode (SPCE).** Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya. Malang.
- [15] Balkin, R., Ph, D., Bakker, E., Pretsch. 2006. **Screen-Printed Potassium Ion Sensor Fabricated from Photocurable and Self Plasticized Acrylic Film,** *Journal of Physical Science*. Vol. 17 (2), 141–150.
- [16] Mulyasuryani, A., Sabarudin, A., Suryantoro, A., 2014. **Pengaruh konsentrasi Cetyltrimethylammonium Benzoat dan pH larutan terhadap kinerja Elektroda Selektif Ion Benzoat Berbasis Screen Printed Carbon Electrode.** Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya. Malang.
- [17] Vishnuvardhan, V., Kalyan, Y., Prathish, K. P., Gangadhar, B., Tharakeswar, Y., Rao, T. P., & Naidu, G. R. 2011. **Imprinted Polymer Inclusion Membrane Based Potentiometric Sensor for Determination and Quantification of Diethyl Chlorophosphate in Natural Waters.** *American Journal of Analytical Chemistry*. 02(03), 376–382.
- [18] Patachia, S., Croitoru, C., & Moise, G. 2009. **Molecularly Imprinted Poly(vinyl Alcohol) Films for The Selective**

**Arbsorption of Glycyrrhizinic Acid From Aqueous Solution .**  
*Environmental Engineering and Management Journal.* 8(4), 663–668.

- [19]Lu, B.-W., & Chen, W.-C. 2006. **A Disposable Glucose Biosensor Based on Drop-coating of Screen-printed carbon Electrodes with Magnetic Nanoparticles.** *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 304(1), e400–e402.
- [20]A. Abdallah, N. 2017. **Comparative Study of Molecularly Imprinted Polymer and Magnetic Molecular Imprinted Nanoparticles as Recognition Sites for the Potentiometric Determination of Gemifloxacin Mesylate.** *International Journal of Electrochemical Science.* 10894–10910.
- [21]Taib, S., & Suharyadi, E. 2015. **Sintesis Nanopartikel Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan Template silika (SiO<sub>2</sub>) dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya.***Indonesian Journal of Applied Physic.* 5(01), 23.
- [22]Granberg, R. A., & Rasmuson, Å. C.1999. **Solubility of Paracetamol in Pure Solvents.** *Journal of Chemical & Engineering Data,* 44(6), 1391–1395.
- [23]Hansch, C.; Leo, A.J. 1985. **Comprehensive Medicinal Chemistry: The Rational Design, Mechanistic Study and Therapeutic Applications of Chemical Compounds.** *Medchem Project.; Claremont, CA: Pomona College.,* 26.

## LAMPIRAN

### A. Preparasi Larutan

#### A.1 Pembuatan 10 mL Larutan PVA 5 % w/v

Massa PVA yang dibutuhkan :  $\frac{5\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 10 \text{ mL} = 0,5 \text{ g}$

#### A.2 Pembuatan 10 mL Larutan Asam Sitrat 5% w/v

Massa asam sitrat yang dibutuhkan :  $\frac{5\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 10 \text{ mL} = 0,5 \text{ g}$

#### A.3 Pembuatan 10 mL Larutan Gluteraldehid 2 % w/v

Volume gluteraldehid 25% w/v yang dibutuhkan:  $\frac{2\%}{25\%} \times 10 \text{ mL} = 0,5\text{g}$

#### A.4 Pembuatan Suspensi Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-PVA

Massa jenis PVA : 1,12 g/mL

Massa jenis air : 1 g/mL

Larutan PVA yang dipakai sebanyak 1 mL dengan konsentrasi 5% w/v

Massa PVA pada 1 mL PVA 5% w/v :  $\frac{5\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 1 \text{ mL} = 0,05 \text{ g}$

Volume padatan 0,05 g PVA :

$$\frac{\text{massa PVA pada 1 mL PVA 5\% w/v}}{\text{massa jenis PVA}} = \frac{0,05 \text{ g}}{1,12 \text{ g/mL}} = 0,0446 \text{ mL}$$

Volume air pada 1 mL PVA 5% w/v = (1 - 0,0446) mL  
= 0,9554 mL

Maka massa air = 0,9554 mL X 1 g/mL = 0,9554 g

Massa total 1mL larutan PVA 5% w/v = massa PVA + massa air  
= (0,05 + 0,9554) g  
= 1,0054 g

Sehingga, massa jenis larutan PVA 5% w/v =  $\frac{\text{massa larutan}}{\text{volume larutan}}$

$$= \frac{1,0054 \text{ g}}{1 \text{ mL}} = 1,0054 \text{ g/mL}$$

Massa total 1 mL PVA 5% w/v + 0,051 g Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  = (1,0054 + 0,051) g = 1,0564 g

Massa jenis  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  = 5 g/mL

Volume padatan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  =  $\frac{0,051 \text{ g}}{5 \text{ g/mL}} = 0,0102 \text{ mL}$

Volume total campuran suspensi = (0,0102 + 1) mL = 1,0102 mL

Maka massa jenis suspensi nanopartikel =  $\frac{1,0564 \text{ g}}{1,0102 \text{ mL}} = 1,046 \text{ g/mL}$

Sehingga konsentrasi nanopartikel pada suspensi dapat diketahui :

$$\begin{aligned} \% \text{ w/v nanopartikel } \text{Fe}_3\text{O}_4 &= \frac{\text{massa } \text{Fe}_3\text{O}_4}{\text{volume campuran suspensi}} \\ &= \frac{0,051 \text{ g}}{1,0102 \text{ mL}} \times 100\% \\ &= 5 \% \text{ w/v} \end{aligned}$$

### A.5 Pembuatan membran selektif MIP- $\text{Fe}_3\text{O}_4$

a. MIP 0 % w/w Nanopartikel-  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Massa tiap bahan campuran membran MIP tanpa nanopartikel-  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  adalah ;

- Massa parasetamol =  $\frac{1\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 0,1 \text{ mL} = 0,001 \text{ g}$
- Massa PVA =  $\frac{5\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 0,9 \text{ mL} = 0,045 \text{ g}$
- Massa asam sitrat =  $\frac{5\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 0,1 \text{ mL} = 0,005 \text{ g}$
- Massa gluteraldehid =  $\frac{2\%}{100\%} \text{ g/mL} \times 0,1 \text{ mL} = 0,002 \text{ g}$

- Massa total campuran MIP 0%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  =  
 Massa parasetamol + massa PVA + massa asam sitrat +  
 massa glutraldehid =  $(0,001 + 0,045 + 0,005 + 0,002)$  g  
 = 0,053 g  
 = 53 mg

b. MIP 0,5% w/w  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

- Massa nanopartikel yang harus ditambahkan pada 53 mg membran adalah :  $\frac{100\%}{99,5\%} \times 53 \text{ mg} - 53 \text{ mg} = 0,27 \text{ mg}$   
 volume suspensi nanopartikel 5% w/v yang dibutuhkan

$$= \frac{\text{massa Fe}_3\text{O}_4 \text{ yang dibutuhkan}}{5\% \text{ w/v}} = \frac{0,27 \text{ mg}}{5 \text{ mg}/100\mu\text{L}} = 5,4\mu\text{L}$$

c. MIP 2 % w/w  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

- Massa nanopartikel yang harus ditambahkan pada 53 mg membran adalah :  $\frac{100\%}{98\%} \times 53 \text{ mg} - 53 \text{ mg} = 1,0816 \text{ mg}$   
 volume suspensi nanopartikel 5% w/v yang dibutuhkan

$$= \frac{\text{massa Fe}_3\text{O}_4 \text{ yang dibutuhkan}}{5\% \text{ w/v}} = \frac{1,0816 \text{ mg}}{5 \text{ mg}/100\mu\text{L}} = 21,6\mu\text{L}$$

## A.6 Pembuatan Larutan Tris, HCl, $\text{NaHCO}_3$ , NaOH dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 0,05 M

a. Pembuatan 200 mL Larutan Tris 0,05M

- Berat molekul tris = 121,14 g/mol
- Jumlah mol yang dibutuhkan =  $0,05 \text{ M} \times 0,2 \text{ L}$   
 =  $0,05 \text{ mol/L} \times 0,2 \text{ L}$   
 = 0,01 mol
- Massa tris yang dibutuhkan =  $0,01 \text{ mol} \times 121,14 \text{ g/mol}$   
 = 1,2114 g

b. Pembuatan 50 mL Larutan  $\text{NaHCO}_3$  0,05M

- Berat molekul  $\text{NaHCO}_3$  = 84g/mol
- Jumlah mol yang dibutuhkan =  $0,05 \text{ M} \times 0,05 \text{ L}$

$$= 0,05 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L}$$
$$= 0,0025 \text{ mol}$$

- Massa  $\text{NaHCO}_3 = 0,0025 \text{ mol} \times 84 \text{ g/mol}$   
 $= 0,21 \text{ g}$

c. Pembuatan 50 mL Larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05M

- Berat molekul  $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 106 \text{ g/mol}$   
- Jumlah mol yang dibutuhkan  $= 0,05 \text{ M} \times 0,05 \text{ L}$   
 $= 0,05 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L}$   
 $= 0,0025 \text{ mol}$

- Massa  $\text{NaHCO}_3 = 0,0025 \text{ mol} \times 106 \text{ g/mol}$   
 $= 0,26 \text{ g}$

d. Pembuatan 50 mL Larutan  $\text{NaOH}$  0,05M

- Berat molekul  $\text{NaOH} = 40 \text{ g/mol}$   
- Jumlah mol yang dibutuhkan  $= 0,05 \text{ M} \times 0,05 \text{ L}$   
 $= 0,05 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L}$   
 $= 0,0025 \text{ mol}$

- Massa  $\text{NaHCO}_3 = 0,0025 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$   
 $= 0,1 \text{ g}$

### A.7 Pembuatan larutan penyangga pH 8, 9, 10, dan 11

a. Pembuatan larutan penyangga Tris-HCl pH 8

$$x + y = 50 \text{ mL}$$

$$\text{pH} = 8 \text{ maka } \text{pOH} = 6 \text{ sehingga } [\text{OH}^-] = 10^{-6} \text{ M}$$

$$[\text{OH}^-] = K_b \frac{[(\text{HOCH}_2)_3 \text{CNH}_2]}{[(\text{HOCH}_2)_3 \text{CNH}_3^+]}$$

$$[\text{OH}^-] = K_b \frac{(xT-yH)}{yH}$$

$$\frac{[\text{OH}^-]}{K_b} = \frac{(xT-yH)}{yH}$$

$$\frac{10^{-6}}{1,19 \times 10^{-6}} = \frac{0,05x-0,05(50-x)}{0,05(50-x)}$$

$$0,084 = \frac{0,05x-2,5+0,05x}{2,5-0,05x}$$

$$2,1 - 0,042x = 0,1x - 2,5$$

$$4,6 = 0,142x$$

$$x = \frac{4,6}{0,142}$$

$$V \text{ Tris} = 32,4 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} V \text{ HCl} &= 50 - V \text{ tris} \\ &= 50 - 32,4 \text{ mL} \\ &= 17,6 \text{ mL} \end{aligned}$$

b. Pembuatan penyangga Tris-HCl pH 9

$$x + y = 50 \text{ mL}$$

pH = 9 maka pOH = 5 sehingga  $[\text{OH}^-] = 10^{-5} \text{ M}$

$$[\text{OH}^-] = K_b \frac{[(\text{HOCH}_2)_3 \text{CNH}_2]}{[(\text{HOCH}_2)_3 \text{CNH}_3^+]}$$

$$[\text{OH}^-] = K_b \frac{(xT-yH)}{yH}$$

$$\frac{[\text{OH}^-]}{K_b} = \frac{(xT-yH)}{yH}$$

$$\frac{10^{-5}}{1,19 \times 10^{-6}} = \frac{0,05x-0,05(50-x)}{0,05(50-x)}$$

$$8,4 = \frac{0,05x-2,5+0,05x}{2,5-0,05x}$$

$$21 - 4,2x = 0,1x - 2,5$$

$$\begin{aligned}
 23,5 &= 0,52 x \\
 x &= \frac{23,5}{0,52} \\
 V \text{ Tris} &= 45,2 \text{ mL} \\
 V \text{ HCl} &= 50 - V \text{ tris} \\
 &= 50 - 45,2 \text{ mL} \\
 &= 4,8 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

c. Pembuatan penyangga Karbonat pH 10



$$K_{a2} = \frac{[\text{CO}_3^{2-}][\text{H}^+]}{[\text{HCO}_3^-]}$$

$$V \text{ NaHCO}_3 = x$$

$$\text{pH} = 10$$

$$V \text{ Na}_2\text{CO}_3 = y$$

$$[\text{H}^+] = 10^{-10} \text{ M}$$

$$x + y = 50 \text{ mL}$$

$$\text{Sehingga } [\text{H}^+] = K_{a2} \times \frac{[\text{HCO}_3^-]}{[\text{CO}_3^{2-}]}$$

$$10^{-10} = 5,6 \times 10^{-11} \times \frac{0,05x}{0,05(50-x)}$$

$$1,768 = \frac{0,05x}{0,05(50-x)}$$

$$1,768 = \frac{0,05x}{2,5-0,05x}$$

$$4,465 - 0,089x = 0,05$$

$$4,465 = 0,139x$$

$$x = \frac{4,465}{0,139}$$

$$V \text{ NaHCO}_3 = 32,1 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned}
 \text{maka } V \text{ Na}_2\text{CO}_3 &= 50 - V \text{ NaHCO}_3 \\
 &= 50 - 32,1 \text{ mL} \\
 &= 17,9 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

d. Pembuatan penyangga karbonat/hidroksida pH 11





$$K_{b1} = \frac{[HCO_3^-][OH^-]}{[CO_3^{2-}]}$$

$$V \text{ Na}_2\text{CO}_3 = x$$

$$\text{pH} = 11$$

$$V \text{ NaOH} = y$$

$$[OH^-] = 10^{-3} \text{ M}$$

$$x + y = 50 \text{ mL}$$

$$\text{Sehingga } [OH^-] = K_{b1} \times \frac{(xT - yH)}{yH}$$

$$10^{-3} = 2,13 \times 10^{-4} \times \frac{0,05x}{0,05(50-x)}$$

$$4,7 = \frac{0,05x}{0,05(50-x)}$$

$$4,7 = \frac{0,05x}{2,5-0,05x}$$

$$11,75 - 0,235x = 0,05x$$

$$11,75 = 0,285x$$

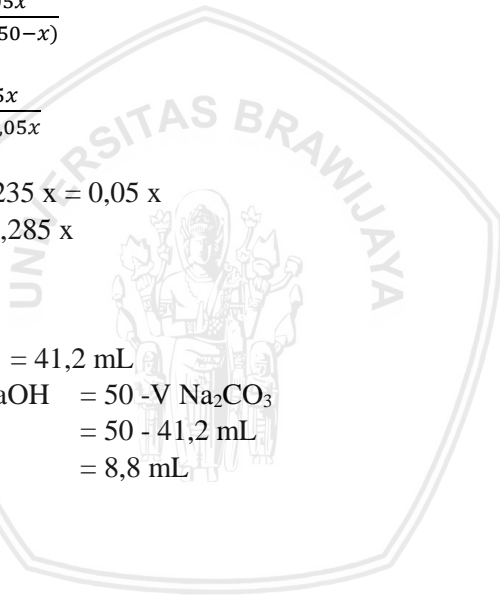
$$x = \frac{11,75}{0,285}$$

$$V \text{ Na}_2\text{CO}_3 = 41,2 \text{ mL}$$

$$\text{maka } V \text{ NaOH} = 50 - V \text{ Na}_2\text{CO}_3$$

$$= 50 - 41,2 \text{ mL}$$

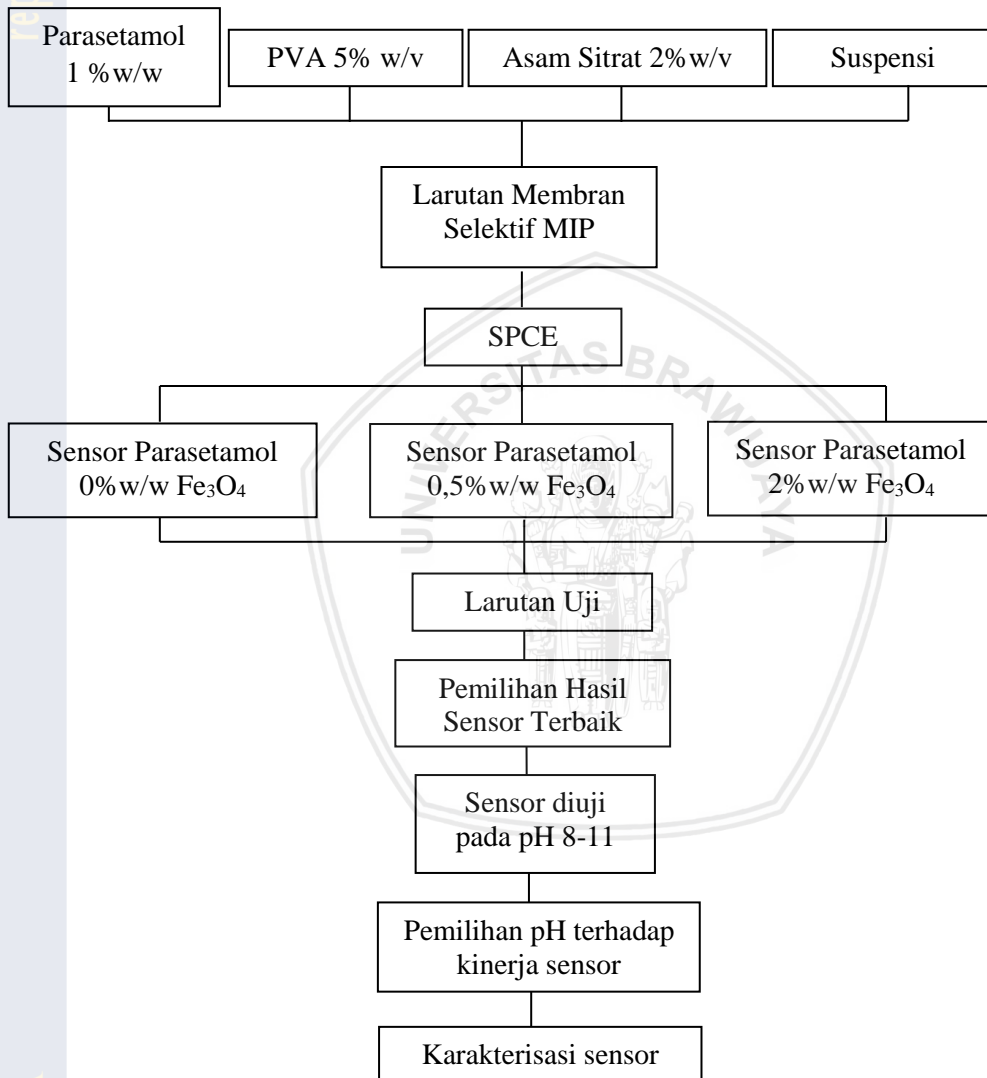
$$= 8,8 \text{ mL}$$



## LAMPIRAN

### B. Diagram Alir

#### B.1 Diagram Alir Penelitian



## LAMPIRAN

### C. Data Hasil Penelitian

#### C.1 Pengaruh Jumlah Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam Sensor Parasetamol

##### C.1.1 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol Tanpa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

0% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					
Konsentrasi (M)	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
5x10 <sup>-3</sup>	-142	-83	-87	-96	-94
1x10 <sup>-3</sup>	-152	-103	-92	-101	-108
1x10 <sup>-4</sup>	-178	-89	-76	-90	-83
1x10 <sup>-5</sup>	-179	-105	-94	-106	-105
1x10 <sup>-6</sup>	-181	-88	-75	-99	-99
1x10 <sup>-7</sup>	-169	-82	-83	-93	-94
1x10 <sup>-8</sup>	-153	-91	-76	-91	-98
1x10 <sup>-9</sup>	-162	-73	-73	-73	-88
Faktor Nernst (mV/dekade)	6,1	6,2	4,0	7,4	3,6

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2,3	-100
3	-111
4	-103
5	-118
6	-108
7	-104
8	-102
9	-94
Faktor Nernst (mV/dekade)	5,4

### C.1.2 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol 0,5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					
Konsentrasi (M)	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
5x10 <sup>-3</sup>	-171	-163	-188	-180	-142
1x10 <sup>-3</sup>	-186	-164	-186	-190	-143
1x10 <sup>-4</sup>	-182	-166	-189	-191	-152
1x10 <sup>-5</sup>	-188	-168	-183	-194	-149
1x10 <sup>-6</sup>	-172	-162	-158	-175	-129
1x10 <sup>-7</sup>	-173	-138	-137	-174	-116
1x10 <sup>-8</sup>	-149	-100	-121	-148	-73
1x10 <sup>-9</sup>	-89	-71	-102	-97	-54
Faktor Nernst (mV/dekade)	22,2	25,4	19,9	22,1	24,6

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-169
3	-174
4	-176
5	-176
6	-159
7	-148
8	-118
9	-83
Faktor Nernst (mV/dekade)	22,8

### C.1.3 Data Pengukuran Potensial Sel dan Faktor Nernst Sensor Parasetamol 2% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

2% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					
Konsentrasi (M)	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
5x10 <sup>-3</sup>	-149	-133	-164	-178	-164
1x10 <sup>-3</sup>	-171	-159	-171	-205	-171
1x10 <sup>-4</sup>	-178	-150	-159	-200	-159
1x10 <sup>-5</sup>	-191	-160	-164	-196	-164
1x10 <sup>-6</sup>	-193	-144	-157	-186	-157
1x10 <sup>-7</sup>	-172	-130	-142	-151	-142
1x10 <sup>-8</sup>	-135	-91	-123	-138	-123
1x10 <sup>-9</sup>	-95	-76	-79	-116	-79
Faktor Nernst (mV/dekade)	24,9	22,0	20,5	20,6	20,5

Rata-Rata	
-log [parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-158
3	-176
4	-169
5	-175
6	-167
7	-147
8	-122
9	-89
Faktor Nernst (mV/dekade)	21,7

## C.2 Pengukuran Terhadap Pengaruh pH (Sensor dengan 0,5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

### C.2.1 Pada pH 8

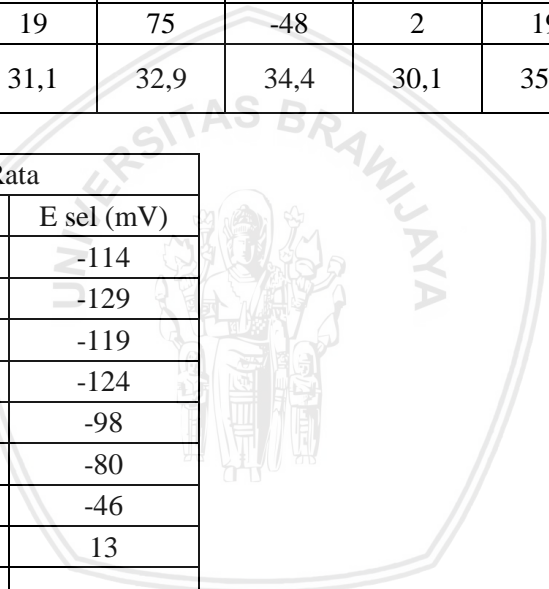
Konsentrasi (M)	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
5x10 <sup>-3</sup>	-156	-100	-170	-74	-134
1x10 <sup>-3</sup>	-167	-120	-185	-86	-105
1x10 <sup>-4</sup>	-94	-90	-195	-80	-143
1x10 <sup>-5</sup>	-121	-110	-199	-101	-120
1x10 <sup>-6</sup>	-86	-60	-160	-90	-94
1x10 <sup>-7</sup>	-94	-54	-163	-75	-36
1x10 <sup>-8</sup>	-33	-8	-125	-30	-25
1x10 <sup>-9</sup>	10	30	-69	7	-10
Faktor Nernst (mV/dekade)	31,5	33,3	29,3	27,9	29,0

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-127
3	-133
4	-120
5	-130
6	-98
7	-84
8	-44
9	-6
Faktor Nernst (mV/dekade)	30,2

### C.2.2 Pada pH 9

Konsentrasi (M)	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
5x10 <sup>-3</sup>	-130	-118	-184	-68	-68
1x10 <sup>-3</sup>	-160	-120	-170	-82	-113
1x10 <sup>-4</sup>	-97	-60	-195	-90	-151
1x10 <sup>-5</sup>	-117	-70	-198	-120	-118
1x10 <sup>-6</sup>	-85	-41	-170	-112	-81
1x10 <sup>-7</sup>	-95	-41	-163	-78	-24
1x10 <sup>-8</sup>	-47	-2	-124	-57	-3
1x10 <sup>-9</sup>	19	75	-48	2	19
Faktor Nernst (mV/dekade)	31,1	32,9	34,4	30,1	35,4

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-114
3	-129
4	-119
5	-124
6	-98
7	-80
8	-46
9	13
Faktor Nernst (mV/dekade)	32,8



### C.2.3 Pada pH 10

Konsentrasi (M)	E Sel (mV)			
	I	II	III	IV
5x10 <sup>-3</sup>	-167	-75.2	-178	-45
1x10 <sup>-3</sup>	-174	-91	-234	-50
1x10 <sup>-4</sup>	-137	-30	-211	-87
1x10 <sup>-5</sup>	-151	-50	-250	-129
1x10 <sup>-6</sup>	-127	-16	-203	-125
1x10 <sup>-7</sup>	-128	-17	-184	-98
1x10 <sup>-8</sup>	-79	26	-160	-65
1x10 <sup>-9</sup>	-25	92	-93	13
Faktor Nernst (mV/dekade)	30,1	32,8	35,5	34,6

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-116
3	-137
4	-116
5	-145
6	-118
7	-107
8	-69
9	-3
Faktor Nernst (mV/dekade)	33,3



### C.2.4 Pada pH 11

Konsentrasi (M)	E Sel (mV)			
	I	II	III	IV
5x10 <sup>-3</sup>	-76	-179	-52	-69
1x10 <sup>-3</sup>	-90	-233	-89	-110
1x10 <sup>-4</sup>	-30	-210	-110	-150
1x10 <sup>-5</sup>	-81	-256	-155	-144
1x10 <sup>-6</sup>	-24	-202	-128	-99
1x10 <sup>-7</sup>	-17	-183	-120	-40
1x10 <sup>-8</sup>	26	-145	-70	-2
1x10 <sup>-9</sup>	121	-60	20	34
Faktor Nernst (mV/dekade)	45,6	44,9	40,9	45,3

Rata-Rata	
-log[parasetamol]	E sel (mV)
2.3	-94
3	-131
4	-125
5	-159
6	-113
7	-90
8	-48
9	28
Faktor Nernst (mV/dekade)	44,2

### C.3 Karakterisasi Sensor Parasetamol dengan 0,5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada pH 11 dengan penyangga karbonat

Karakterisasi Sensor pada pH 11 (0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )					
Konsentrasi	E Sel (mV)				
	I	II	III	IV	V
3	-279	-230	-229	-215	-256
4	-277	-231	-233	-234	-257
5	-240	-215	-221	-222	-256
6	-205	-187	-188	-187	-220
7	-164	-155	-149	-150	-178
8	-120	-105	-100	-105	-134
9	-70	-22	-50	-60	-98
Faktor nernst (mV/dekade)	42,5	46,8	42,9	40,4	40,2

Karakterisasi Sensor pada pH 11 (0,5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )					
Konsentrasi	E Sel (mV)				
	VI	VII	VIII	IX	X
3	-249	-225	-230	-203	-204
4	-243	-233	-240	-224	-199
5	-230	-232	-250	-220	-189
6	-209	-211	-222	-189	-163
7	-186	-172	-180	-145	-124
8	-141	-125	-130	-100	-80
9	-59	-60	-67	-50	-25
Faktor nernst (mV/dekade)	40,9	42,9	45,7	42,9	41,0

Rata-Rata	
$-\log[\text{parasetamol}]$	E sel
3	-232
4	-237
5	-228
6	-198
7	-160
8	-114
9	-56
Faktor Nernst (mV/dekade)	42,6



## C.4 Waktu Respon (pada Saat Karakterisasi)

Waktu (detik)	Konsentrasi (M)						
	$1.10^{-3}$	$1.10^{-4}$	$1.10^{-5}$	$1.10^{-6}$	$1.10^{-7}$	$1.10^{-8}$	$1.10^{-9}$
	Potensial Sel (mV)						
10	-206	-202	-191	-163	-122.08	-66.83	-4
20	-209	-206	-195	-166	-125	-71	-8
30	-211	-208	-197	-168	-128	-74	-11
40	-213	-210	-200	-171	-131	-78	-14
50	-214	-213	-203	-174	-134	-81	-17
60	-216	-215	-205	-176	-137	-84	-20
70	-218	-217	-208	-179	-139	-88	-23
80	-220	-219	-211	-182	-141	-91	-27
90	-222	-221	-213	-184	-144	-94	-31
100	-224	-224	-215	-186	-147	-97	-35
110	-225	-226	-217	-189	-149	-99	-38
120	-226	-228	-219	-190	-151	-102	-42
130	-228	-230	-221	-192	-153	-105	-45
140	-229	-232	-223	-194	-155	-107	-48
150	-230	-234	-225	-195	-157	-110	-51
160	-231	-236	-226	-197	-159	-112	-54
170	-232	-237	-228	-198	-160	-114	-56
180	-233	-238	-229	-199	-162	-115	-58

### C.4.1 Kurva Hubungan Potensial Sel (y) dengan Waktu Respon (x)

