SKRIPSI





JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2015

SKRIPSI

Oleh: MUSLIMATUL KHOIRIYAH NIM. 11630056

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2015

SKRIPSI

Oleh: MUSLIMATUL KHOIRIYAH NIM. 11630056

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 08 Desember 2015

Pembimbing I

Pembimbing II

Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm NIP. 19830628 200912 2 004 Nur Aini, M.Si NIPT. 20130902 2 316

Mengetahui, Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M. Si NIP. 19790620 200604 2 002

SKRIPSI

Oleh: MUSLIMATUL KHOIRIYAH NIM. 11630056

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 08 Desember 2015

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc	
	NIP. 19 <mark>821104 200</mark> 901 2 007	
Ketua Penguji	: d <mark>rg. Ar<mark>ief S</mark>ury<mark>adi</mark>nata</mark>	(
	NIP <mark>. 19850720 20091</mark> 2 1 003	
Sekretaris Penguji 🕥	: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm	
	NIP. 19830628 200912 2 004	
Anggota Penguji	: Nur Aini, M.Si	
	NIPT 20130902 2 316	

Mengesahkan, Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M. Si NIP. 19790620 200604 2 002

SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muslimatul Khoiriyah

NIM : 11630056

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : "Pengaruh Variasi Konsentrasi Reagen Diasetil

Monoksim dan Tiosemikarbazida dalam Pembuatan

Sensor Urea Secara Adsorpsi pda Plat Silika Gel"

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 14 Desember 2015 Yang Membuat Pernyataan,

Muslimatul Khoiriyah NIM. 11630056

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمن الرحيم

Alhamdulillahirabbil'alamin, segala puja dan puji syukur senantiasa tercurahkan kehadirat Allah Swt. pencipta seluruh alam yang telah memberikan rahmat dan kenikmatan yang tiada tara sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan judul "Pengaruh Variasi Konsentrasi Reagen Diasetil Monoksim dan Tiosemikarbazida dalam Pembuatan Sensor Urea Secara Adsorpsi pada Plat Silika Gel". Penulis menyadari bahwa dalam penyelesaian tugas akhir ini masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan, akan tetapi semoga segala usaha yang dilakukan dapat bermanfaat.

Shalawat serta salam kepada Nabi Muhammad Saw. semoga senantiasa teriring di setiap waktu karena berkat beliaulah kita dapat menuju jalan kehidupan yang diridhoi oleh Allah Swt. yaitu agama Islam.

Ucapan terimakasih tertuju pada semua pihak yang telah memberikan dukungan serta bantuan dalam penyelesaian tugas akhir ini. Ucapan terimakasih penulis sampaikan pada:

- Kedua orang tua serta kedua kakak tercinta yang telah memberikan dukugan moril maupun materil untuk penulis dalam menuntut ilmu dan menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik.
- Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas
 Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik
 Ibrahim Malang.

- 4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 5. Ibu Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm., Ibu Nur Aini, M.Si., dan drg. Arief Suryadinata selaku dosen pembimbing yang telah memberikan banyak waktu luang, pengarahan, masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik.
- 6. Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan dan pengalaman berharga dalam penyelesian tugas akhir ini.
- 7. Segenap dosen Jurusan Kimia atas segala ilmu dan bimbingannya.
- 8. Fakultas Sains dan Teknologi atas bantuan dana penelitian melalui Kompetisi Meneliti Mahasiswa 2015
- 9. Seluruh laboran serta staf administrasi Kimia atas segala kontribusinya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
- 10. Teman-teman Jurusan Kimia terutama untuk Nia, Husna, Hanim, Indri, Iqbal, Ali, Sholeh, Abbas, Bahru, Samsul, Ainun, Rita, Mbak Tyas dan Zaky.
- 11. Seluruh pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Semoga skrpsi ini dapat memberikan manfaat pada penulis secara pribadi dan kepada para pembaca. *Amin yaa robbal alamiin*.

Malang, 10 Oktober 2015

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
KATA PENGANTAR	V
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	X
DAFTAR PERSAMAAN	
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	
BAB I PENDAHULUAN 1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan	
1.4 Batasan Masalah.	9
1.5 Manfaat	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Urea	11
2.2.1 Urea Sebagai Indikator Masalah Kesehatan	
2.2 Metode Analisis Urea Secara Kolorimetri dengan Reagen DAM	16
2.3 Warna Senyawa Kompleks	21
2.4 Sensor Kimia	22
2.5 Immobilisasi	
2.5 Adsorpsi	
2.6 Plat Silika Gel	
2.7 Analisis Warna Digital dengan Model Warna RGB	
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	30
3.2 Alat dan Bahan	30
3.2.1 Alat	30
3.2.2 Bahan	30
3.3 Tahapan Penelitian	31
3.4 Cara Kerja	31
· ·	31
3.4.1.1 Pembuatan Sampel Simulasi Urea	31
3.4.1.2 Pembuatan Reagen Identifikasi Urea	31
-	31
b. Pembuatan Reagen Tiosemikarbazida (TSC)	
c. Pembuatan Reagen Asam	
3.4.2 Penentuan Teknik Immobilisasi Terbaik	
3.4.3 Penentuan Suhu dan Waktu Pemanasan Terbaik	

3.4.3.1 Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik	33
3.4.3.2 Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik	33
3.4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen DAM dan TSC	
3.4.4.1 Penentuan Konsentrasi Optimum DAM	
3.4.4.2 Penentuan Konsentrasi Optimum TSC	
3.4.5 Analisis Data	
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Sampel	36
4.2 Penentuan Teknik Immobilisasi Terbaik	36
4.3 Penentuan Suhu dan Waktu Pemanasan Terbaik	46
4.3.1 Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik	46
4.3.2 Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik	49
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum DAM dan TSC	51
4.4.1 Penentuan Konsentrasi Optimum DAM	51
4.4.2 Penentuan Konsentrasi Optimum TSC	
4.5 Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam	57
BAB V PENUTUP	
4.2 Kesimpulan	62
4.3 Saran	62
DAFTAR PUSTAKA	63
LAMPIRAN	67

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Komposisi reagen identifikasi urea	32
Tabel 4.1 Hasil penentuan teknik immobilisasi terbaik	45
Tabel 4.2 Hasil penentuan suhu pemanasan terbaik	47
Tabel 4.3 Hasil penentuan waktu pemanasan terbaik	49
Tabel 4.4 Hasil penentuan konsentrasi optimum reagen DAM	52
Tabel 4.5 Hasil penentuan konsentrasi optimum reagen TSC	55



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur molekul urea	11
Gambar 2.2 Siklus urea	13
Gambar 2.3 Reaksi kondensasi diasetil monoksim dan urea menghasilkan	
1,2,4-triazin tersubtitusi	17
Gambar 2.4 Proses pendeteksian sensor dan klasifikasi sensor	23
Gambar 2.5 Proses adsorpsI	26
Gambar 2.6 Representasi citra digital	28
Gambar 2.7 Representasi model warna RGB	29
Gambar 4.1 Plat silika gel sebelum dan sesudah immobilisasi reagen	38
Gambar 4.2 Dugaan mekanisme reaksi kondensasi urea dan DAM	39
Gambar 4.3 Dugaan struktur kompleks [Fe(TZ) ₃] ²⁺	41
Gambar 4.4 Spektrum λ_{maks} kompleks $[Fe(TZ)_3]^{2+}$	42
Gambar 4.5 Diagram Tanabe-Sugano untuk kompleks oktahedral d ⁶	43
Gambar 4.6 Grafik hubungan antara suhu pemanasan dan ∆mean RGB	48
Gambar 4.7 Grafik hubungan antara waktu pemanasan dan ΔmeanRGB	50
Gambar 4.8 Grafik hubungan antara konsentrasi DAM dan ΔmeanRGB	53
Gambar 4.9 Grafik hubungan antara konsentrasi TSC dan ∆mean RGB	55

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Reaksi keseluruhan siklus urea	12
Persamaan 2.2 Reaksi protonasi triazin	19
Persamaan 2.3 Reaksi pembentukan kompleks [Fe(TZ) ₂] ³⁺	19
Persamaan 2.4 Reaksi pembentukan kompleks [Fe(TZ) ₂ TSC] ³⁺	19
Persamaan 2.5 Reaksi dekomposisi kompleks [Fe(TZ) ₂ TSC] ³⁺	20
Persamaan 2.6 Reaksi pembentukan kompleks akhir [Fe(TZ) ₃] ²⁺	20
Persamaan 4.1 Reaksi pembentukan kompleks [Fe(TZ) ₂] ³⁺	39
Persamaan 4.2 Reaksi pembentukan kompleks [Fe(TZ) ₂ TSC] ³⁺	39
Persamaan 4.3 Reaksi dekomposisi kompleks [Fe(TZ) ₂ TSC] ³⁺	40
Persamaan 4.4 Reaksi pembentukan kompleks akhir [Fe(TZ) ₃] ²⁺	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian	66
Lampiran 2. Perhitungan dan Pembuatan Larutan	71
Lampiran 3. Hasil Analisis Nilai RGB	75
Lampiran 4. Hasil Uji Statistik dengan MINITAB 17	78
Lampiran 5. Dokumentasi	81



ABSTRAK

Khoiriyah, M. 2015. **Pengaruh Variasi Konsentrasi Reagen Diasetil Monoksim dan Tiosemikarbazida dalam Pembuatan Sensor Urea Secara Adsorpsi pada Plat Silika Gel.**Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam
Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.Pembimbing I: Begum Fauziyah,
S.Si,M.Farm; Pembimbing II: Nur Aini, M.Si; Konsultan: drg. Arief
Suryadinata.

Urea merupakan suatu zat sisa metabolisme yang menjadi salah satu komponen dari darah dengan kadar normal 5 – 25mg/dL.Urea dapat dijadikan salah satu indikator berbagai masalah kesehatan terutama pada ginjal. Metode penentuan urea secara kolorimetri dengan reagen diasetil monoksim (DAM) dan tiosemikarbazida (TSC)serta reagen asam dikembangkan menjadi sebuah sensor kimia berbasis plat silika gel pada penelitian ini. Sensor ini dapat mendeteksi urea melalui perubahan warna menjadi merah muda. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui teknik immobilisasi, suhu pemanasan dan waktu pemanasan terbaik untuk pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel serta mengetahui konsentrasi optimum reagen DAM dan TSC pada sensor yang dibuat.

Reagen DAM-TSC dan reagen asam diimmobilisasikan pada plat silika gel secara adsorpsi menggunakan variasi teknik yaitu penotolan, penyemprotan dan pelapisan untuk mengetahui teknik immobilisasi terbaik. Penentuan suhu dan waktu pemanasan terbaikpada sensor kemudiandilakukan dengan variasi suhu pemanasan 35; 60; dan 100 °C dan variasi waktu pemanasan 10; 20; dan 30 menit. Variasi konsentrasi terhadap reagen DAM (40; 100; dan 160 mmol/L) dan TSC(4; 8; 16 mmol/L) kemudian dilakukan untuk menentukan konsentrasi optimum dalam pembuatan sensor. Pembentukan warna merah muda pada platsebagai respon pada sensor dianalisis berdasarkan model warna RGB dengan adobe photoshop CS5.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa teknik immobilisasi terbaik reagen DAM-TSC pada plat silika gel adalah secara penotolan yang menghasilkan waktu respon 2 menit dengan nilai *∆mean* RGB sebesar 72. Suhu dan waktu pemanasan yang dapat menghasilkan respon terbaik dari sensor yaitu pemanasan pada suhu 100 °C selama 20 menit. Konsentrasi DAM dan TSC optimum yang dihasilkan adalah 160 mmo/L dan 8 mmol/L dengan waktu respon yang sama yaitu 2 menit dan nilai *∆mean* RGB 69,05 dan 64,94 berturut-turut.

Kata kunci: urea, sensor, diasetil monoksim, tiosemikarbazida, adsorpsi, RGB

ABSTRACT

Khoiriyah, M. 2015. **The Effect Of Diacetyl Monoxime and Thiosemicarbazide**Reagent Variation Concentration in The Fabrication Of Urea Sensor By
Adsorption on Silica Gel Plate. Chemistry Department Science and Technology
Faculty Islamic State University of Mulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I:
Begum Fauziyah, S.Si,M.Farm; Supervisor II: Nur Aini, M.Si; Consultant: drg.
Arief Suryadinata.

Urea is a waste product from metabolism that also being one of substance in blood. Urea in blood has normal concentration in the range 5-25 mg/dL. Concentration of urea in blood can indicate of health problem especially related to kidney disfunction. It is also important to monitor the condition of kidney patients. A colorimetry method for urea determination using diacetyl monoxime (DAM), thiosemicarbazide (TSC) reagentand acid reagent has been developed to be a chemical sensor based silica gel plate in this research. The sensor can detect urea through color transformation into pink. The aims of this research are to determine the best immobilization technique, heating temperature and heating time for fabrication of urea sensor by adsorption on silica gel plate and to determine the optimum DAM and TSC reagents concentration in sensor.

DAM and TSC reagent and acid reagent were immobilized on silica gel plate by adsorption using technique variation of splattering, spraying and coating. Best heating temperature and time was determined by varying heating temperature of 35; 60; and 100 °C and heating time of 10; 20; and 30 minutes. Optimum concentration of DAM and TSC was also determined by varying concentration of DAM (40; 100; and 160 mmol) and TSC (4; 8; and 16 mmol/L). The pink color formation on plate as respon from sensor was analyzed based on RGB color model using *adobe photoshop CS5*.

The result showed that the best immobilization technique of DAM-TSC reagent and acid reagent on silica gel plate was by splattering which obtained 2 minutes of respon time and 72 of Δmean RGB. Heating temperature and time that can provide the best respon from sensor was heating at 100 °C for 20 minutes. Optimum concentration of DAM and TSC that was obtained from urea sensor fabrication are 160 and 8 mmol/L with the same 2 minutes of respon time and Δmean RGB are 69,05 dan 64,94 respectively.

Key word: urea, sensor, diacetyl monoxime, thiosemicarabazide, adsorption, RGB

الملخص

الخيرية ، مسلمة. ٢٠١٥. تاثير اختلاف التركيز دياسيتيل مونوكسيم وتييوسيميكاربازيدا في صنع استشعار يوريا بالامتزاز على لوحة هلام السليكا.البحث العلمي. شعبة الكيمياء. بجامعة مولانا مالك إبراهيم الاسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى :بيجوم فوزية، الماجستيرة الصيدلية. المشرفة الثانية :نورعيني، الماجستيرة العالمية. مستشار: عريف سورياديناتا، الدوكتور.

اليوريا هي مادة بقية الأيضية التي تصبح إحدَى المكونات من الدم بالطبيعية 5-25 مليغرام/ديسيلتر. اليوريا بمكن أن تستخدم كمؤشر على المشاكل الصحية، وخاصة في الكلوة. طريقة تقرير اللونية من اليوريا مع دياسيتيل مونوكسيم (DAM) و تيبوسامي كاربازيد (TSC) تطورت إلى استشعار الكيميائية على اساس لوحة هلام السليكا في هذا البحث. منع الحركة الكواشف عن طريق الامتزاز. هذا الاستشعار يكتشف اليوريا عن تَغَيُّر لون إلى الوردي. وكان الغرض من هذا البحث ليَعْلَمَ طريقة المنع الحركة، درجة الحرارة التدفئة وأفضل وقتِ التدفئة لتصنيع الاستشعار و تعليم أفضل التركيز DAM و TSC لاستشعار تصنيع.

لا يُحرك DAM-TSC على لوحة هلام السيليكا كما امتزاز باستخدام المتنوعة يعنى المسح والرش والطلاء ليعلم أفضل طريقة منع الحركة .تقرير أفضل الدرجة و وقت التدفئة في الاستشعاريُفعل باختلاف درجة الحرارة التدفئة ٥٠ و ٢٠ و ٢٠ و ٢٠ و ٣٠ دقائق. اختلاف التركيز على DAM (٤٠) لخرارة التدفئة ٥٠ و ١٠٠ و ٢٠ ميلي مول/لتر) ثم يفعل لتقرير اعلى التركيز في تصنيع و ١٠٠ و ١٠٠ ميلي مول/لتر) ثم يفعل لتقرير اعلى التركيز في تصنيع الاستشعار. تكوين الون الوردي على الاستشعار نحوالاجابة للتحليل على شكل اللون RGB ب photoshop CS5

نتائج البحثِ تدلُّ بأن أفضل طريقةِ منع الحركةِ DAM-TSC على لوحة هلام السليكا هي بالمسحِ التي تحصُلُ وقت الإجابة ٢ دقيقة ومتوسط قيمة RGB . ٧٢ درجة الحرارة التدفئة مع وقتِ التدفئة التي تحصُلُ افضلَ الاجابة من الاستشعارهي التدفئة على ١٠٠ درجة مادام ٢٠ دقائق. اعلى التركيز على DAM و TSC في تصنيع الاستشعار هي ١٦٠ ميلي مول\لتر و ٨ ميلي مول\لتر مع نفس الوقت الإجابة يعنى ٢ دقيقة ومتوسط قيم RGB هي على التوالي ٢٩٠٥ و ٢٤,٩٤٠.

كلمة الرئسية: اليوريا، الاستشعار، دياسيتيل مونوكسيم، تييوسيميكاربازيدا، والامتزاز، RGB

BABI

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Urea merupakan salah satu senyawa hasil akhir dari metabolisme yang dikeluarkan dari tubuh dalam bentuk urin melalui ginjal. Urea dapat berasal dari hasil akhir metabolisme seperti NH₃ yang apabila tidak dieksresikan akan membahayakan sel atau jasad hidup itu sendiri karena bersifat toksik (Martoharsono, 2006). Urea difiltrasi oleh ginjal pada bagian glomerulus kemudian keluar dari tubuh dalam bentuk urin dan sebagian kecil direabsorpsi di tubulus menuju darah sehingga menjadi salah satu komponen yang normal dalam darah (Sherwood, 2006). Urea dalam darah atau disebut juga *blood nitrogen urea* (BUN) memiliki kadar normal sebesar 5 – 25 mg/dL (Shanmugam, dkk., 2010).

Perubahan kadar urea dalam darah dapat dijadikan salah satu indikator untuk berbagai masalah kesehatan. Diagnosis terhadap kelainan pada fungsi ginjal dapat dilakukan dengan mengetahui kadar urea yang biasanya juga dihubungkan dengan kadar kreatinin dalam darah. Kadar urea tidak hanya dapat mencerminkan adanya gangguan terhadap fungsi ginjal, akan tetapi juga merupakan respon normal yang diberikan oleh ginjal terhadap kurangnya volume cairan ekstraseluler maupun terjadinya penurunan aliran darah menuju ginjal (Akcay, dkk., 2010).

Gangguan fungsi ginjal dapat menggambarkan kondisi sistem vaskuler tubuh sehingga mengetahuinya lebih awal dapat membantu upaya pencegahan pasien agar tidak mengalami komplikasi yang lebih parah seperti stroke, jantung koroner, gagal ginjal kronis, penyakit pembuluh darah perifer dan lain-lain. Selain

untuk diagnosis penyakit yang berhubungan dengan ginjal, penentuan kadar urea dalam darah juga berguna untuk mengevaluasi perkembangan status penderita gagal ginjal kronik saat dilakukan terapi seperti hemodialisis. Hemodialisis merupakan suatu metode terapi untuk penderita gagal ginjal dengan menghilangkan produk-produk sisa metabolisme yang menumpuk dalam darah, salah satunya adalah urea dengan prinsip difusi melalui membran semipermiabel (Amin, dkk., 2014). Berdasarkan hal tersebut analisis urea menjadi analisis yang perlu dilakukan secara rutin untuk keperluan klinis.

Islam merupakan agama yang mengatur seluruh aspek kehidupan manusia agar dapat menjalani kehidupan di dunia dengan baik untuk menuju kebahagiaan dunia dan akhirat dan salah satu aspek terpenting itu adalah kesehatan. Tujuan pokok kehadiran Islam adalah untuk memelihara agama, jiwa, akal, jasmani, harta dan keturunan dan setidaknya tiga hal dari yang disebutkan adalah berkaitan dengan kesehatan (Shihab, 2012). Hal ini menunjukkan bahwa kesehatan merupakan tuntutan yang amat penting dalam islam. Rasulullah Saw. bersabda:

عَنْ عَبْدِ اللَّهِ بْنِ عَمْرِو بْنِ الْعَاصِ قَالَ قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ يَا عَبْدَ اللَّهِ أَلَمْ أُخْبَرْ أَنَّكَ تَصُومُ النَّهَارَ وَتَقُومُ اللَّيْلَ قُلْتُ بَلَى يَا رَسُولَ اللَّهِ قَالَ فَلَا تَفْعَلْ صُمْ وَأَفْطِرْ وَقُمْ وَنَمْ فَإِنَّ لِجَسَدِكَ عَلَيْكَ حَقًّا وَإِنَّ لِزَوْجِكَ عَلَيْكَ حَقًّا

Artinya:

Dari 'Abdullah bin 'Amr bin al-'Ash dia berkata bahwa Rasulullah saw telah bertanya (kepadaku): "Benarkah kamu selalu berpuasa di siang hari dan dan selalu berjaga di malam hari?" Aku pun menjawab: "ya (benar) ya Rasulullah."Rasulullah saw pun lalu bersabda: "Jangan kau lakukan semua itu. Berpuasalah dan berbukalah kamu, berjagalah dan tidurlah kamu, sesungguhnya badanmu mempunyai hak atas dirimu, matamu mempunyai hak atas dirimu, dan isterimu pun mempunyai hak atas dirimu." (Hadis Riwayat al-Bukhari dari 'Abdullah bin 'Amr bin al-'Ash)

Demikian Nabi Saw. menegur beberapa sahabatnya yang bermaksud melampaui batas beribadah, sehingga kebutuhan jasmaniahnya terabaikan dan kesehatannya terganggu (Shihab, 2012). Al-Qur'an dan sunnah Nabi Saw. banyak menjelaskan konteks kesehatan yang pada dasarnya mengarah pada upaya pencegahan. Maka dari itu, upaya pencegahan dini dari suatu penyakit seperti pemeriksaan laboratorium secara klinis terhadap kadar urea dalam tubuh menjadi penting untuk dilakukan agar kondisi tubuh dapat diketahui dan sedini mungkin diagnosis lebih lanjut dapat dilakukan untuk mencegah masalah kesehatan yang lebih fatal.

Kebutuhan mengenai pentingnya melakukan analisis urea secara rutin khusuhnya dalam bidang kesehatan mendorong para peneliti untuk mengembangkan berbagai metode analisis urea. Metode konvensional yang biasa dipakai dalam suatu analisis memang dapat menganalisis analit dalam kadar sangat kecil serta memenuhi akurasi dan presisi akan tetapi pada beberapa kasus, metode konvensional membutuhkan instrumen yang relatif rumit dan mahal, frekuensi analisis yang rendah, konsumsi reagen dan sampel yang tinggi, dan membutuhkan teknisi yang ahli (Plata., dkk, 2010). Hal tersebut tentunya dapat menyulitkan untuk melakukan analisis urea secara rutin. Sensor kimia dapat dijadikan suatu pilihan yang tepat untuk mengatasi berbagai masalah di atas.

Sensor kimia memiliki dua bagian yang penting; yaitu elemen reseptor yang merespon secara selektif dan transduser fisik yang mengubah informasi kimia menjadi signal yang dapat dianalisis. Sensor biasanya diklasifikasi berdasarkan tipe transduser (seperti elektrokimia, optik, suhu) (Plata dkk., 2010). Jika dibandingkan dengan metode konvensional, analisis menggunakan sensor kimia lebih efisien

untuk dilakukan serta dapat memberikan hasil dengan cepat dan baik. Sensor urea saat ini telah banyak dikembangkan karena aplikasinya yang dapat diterapkan pada berbagai bidang, salah satunya dalam bidang kesehatan dalam penentuan urea dalam darah.

Metode analisis urea yang telah dikembangkan sebagai sebuah sensor adalah secara potensiometri. Metode ini menggunakan enzim urease sebagai reseptor pada sensor sehingga disebut biosensor urea. Pembuatan biosensor urea berbasis enzim urease telah banyak dilakukan dan dikembangkan dengan teknik immobilisasi dan prinsip elektroda potensiometri (Fatima dan Mishra, 2011). Biosensor urea dapat mendeteksi urea berdasarkan reaksi hidrolisis urea yang dibantu oleh urease menghasilkan ammonia serta karbon dioksida. Kedua gas tersebut dapat dideteksi menggunakan membran gas permeabel seperti PTFE (politetrafuoroetilen) maupun silikon. Hal ini karena gas tersebut dapat berdifusi melewati membran, yang juga dapat merubah pH, sehingga deteksi juga dapat dilakukan menggunakan sensor pH (Kuswandi, 2010).

Biosensor urea berbasis enzim telah banyak dikembangkan dan dilakukan dengan berbagai teknik immobilisasi pada berbagai matriks meliputi biopolimer khitin, kitosan-natrium tipolifosra, dan membran polianilin (Fatmawati, dkk., 2013; Fauziyah, 2012; Mulyasuryani, dkk., 2010; Nazaruddin, 2010). Penggunaan biosensor urea berbasis enzim memang memiliki keunggulan tinggi dalam hal spesifisitas dan selektifitas reaksi yang tejadi dengan analit, sensitivitas reaksi yang tinggi dan akurasi yang baik, akan tetapi penggunaan enzim serta elektroda sensitif pH dalam metode tersebut memiliki beberapa kekurangan yang menyebabkan kinerja biosensor mudah terganggu (Ruzicka, dkk., 1979; Eddowes, 1987; Koncki,

dkk., 1992 dalam Eggenstein, dkk., 1999). Maka dari itu perlu dilakukan pembuatan sensor urea berbasis reagen kimia lain yang lebih stabil dan memberikan hasil yang sama baiknya. Salah satunya adalah menggunakan reagen diasetil monoksim dan tiosemikarbazida.

Metode penentuan urea secara kolorimetri menggunakan reagen diasetil monoksim merupakan metode yang lebih dahulu digunakan dalam analisis urea dibandingkan metode potensiometri. Metode tersebut merupakan dasar dari berbagai metode penentuan kadar urea dalam cairan-cairan biologis (Wybenga, dkk., 1971). Prinsip dari metode ini adalah pada reaksi kondensasi antara urea dan diasetil monoksim dalam kondisi asam yang menghasilkan suatu senyawa yang berwarna (Mather dan Roland, 1969). Akan tetapi reaksi antara urea dengan diasetil monoksim (DAM) tidak begitu mudah difahami (Rho, 1972). Selain itu, kesulitan lain dalam menggunakan metode DAM adalah pada sensitivitas blanko dan stabilitas warna yang terbentuk sehingga dibutuhkan pemakaian reagen lain untuk kestabilan warna akhir yang terbentuk yaitu tiosemikarbazida dan ion Fe(III) (Beale dan Croft, 1961).

Metode penentuan urea secara kolorimetri berbasis reagen diasetil monoksim awalnya memiliki banyak kelemahan sehingga berbagai pengembangan dari metode tersebut dilakukan untuk mengatasinya. Penggunaan jenis asam dan penstabil warna diketahui dapat mempengaruhi kondisi reaksi yang dibutuhkan serta hasil reaksi yang diperoleh. Marsh, dkk. (1965) dalam Wybenga, dkk. (1971) menyatakan bahwa, penggunaan tiosemikarbazida dan ion Fe³⁺ dapat memperbaiki sensitivitas yang dihasilkan pada metode Fearon yang asli. Hal tersebut juga dapat menurunkan kebutuhan asam kuat yang digunakan.

Rahmatullah dan Boyde (1980) dalam penelitiannya mengenai metode ini melakukan perbandingan pada penggunaan berbagai reagen penstabil warna dan reagen asam. Diasetil monoksim yang dikombinasikan dengan tiosemikarbazida dan reagen asam berupa asam sulfat memberikan hasil reaksi dengan nilai absorbansi sebesar 0.090 dengan waktu pemanasan selama 20 menit, sementara warna akhir yang dihasilkan dapat bertahan sampai 2 jam. Sementara itu, hasil yang lebih baik diperoleh dari kombinasi antara diasetil monoksim dan antipyrine serta campuran dua jenis asam yaitu asam sulfat dan asam asetat. Absorbansi yang dihasilkan meningkat menjadi 0,370 meski waktu pemanasan yang dibutuhkan menjadi lebih panjang yaitu 40 menit sementara warna yang dihasilkan hanya bertahan <30 menit. Akan tetapi dengan penambahan ion Fe³⁺ yang berasal dari Fe₂(SO₄)₃ dalam metode tersebut, absorbansi dapat ditingkatkan menjadi 0,743 dan waktu pemanasan juga semakin singkat menjadi 15 menit. Hasil terbaik diperoleh dari penggunaan diasetil monoksim, tiosemikarbazida, campuran asam sulfat dan asam fosfat serta FeCl₃. Waktu pemanasan yang dibutuhkan untuk reaksi adalah selama 5 menit, absorbansi yang dihasilkan adalah sebesar 0,940 dengan warna yang stabil sampai 2 jam. Maka dari itu, saat ini metode kolorimetri untuk analisis urea banyak dilakukan menggunakan kombinasi reagen diasetil monoksim dan tiosemikarbazida serta sedikit penambahan ion Fe³⁺ pada reagen asam karena dapat memberikan hasil yang memuaskan.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini dilakukan pembuatan sensor urea berbasis reagen diasetil monoksim, tiosemikarbazida dan reagen asam untuk mengembangkan metode analisis urea secara kolorimetri menggunakan

reagen tersebut. Reagen diimmobilisasikan secara adsorpsi pada sebuah material pendukung berupa plat silika gel yang biasa digunakan dalam analisis KLT.

Immobilisasi reagen pada plat silika gel telah dilakukan dalam pembuatan berbagai sensor pada penelitan sebelumnya. Fitriani (2013) dalam penelitiannya tentang identifikasi fenilpiruvat dalam urin melakukan immobilisasi reagen FeCl₃ pada plat silika gel dan hasilnya menunjukkan bahwa plat tersebut dapat mendeteksi natrium fenilpiruvat ditunjukkan dengan terbentuknya spot berwarna hijau. Fenilpiruvat dapat dideteksi hingga konsentrasi terkecil sebesar 0,5 mmol/L. Plat KLT juga digunakan oleh Baghel, dkk. (2013) sebagai poptode untuk mengembangkan metode konvensional penentuan Cu (II) secara spektrofotometri. Logam Cu (II) dapat dideteksi berdasarkan spot warna yang tebentuk pada plat dan dapat diukur secara kuantitatif berdasarkan analisis nilai warna RGB. Sensor ini mampu memberikan respon linier pada rentang 0,012 – 8,4 µg/mL dengan limit deteksi 15 mg/mL. Sharma, dkk. (2015) juga menggunakan plat KLT sebagai sensor untuk penentuan logam Pb dalam air secara kuantitatif. Hasilnya menunjukkan bahwa plat tersebut berhasil mendeteksi adanya Pb dari terbentuknya spot berwarna biru. Berdasarkan analisis nilai RGB pada spot warna yang terbentuk, sensor ini mampu memberikan respon yang linier pada rentang 0,024 – 12 µg/mL untuk nilai G dan B sementara limit deteksi yang dihasilkan adalah 3 μg/mL.

Pengaruh variasi konsentrasi dua reagen utama yang digunakan yaitu diasetil monoksim dan tiosemikarbazida dikaji dalam pembuatan sensor ini karena kedua reagen tersebut merupakan reseptor utama yang memberikan respon berupa perubahan warna menjadi merah muda dari reaksi yang terjadi karena adanya urea.

Wybenga, dkk. (1971) menyatakan bahwa dengan melakukan variasi terhadap kedua reagen tersebut, absorbansi yang dihasilkan dapat semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi yang digunakan sampai pada konsentrasi optimum. Sensitivitas reaksi juga dapat lebih ditingkatkan serta kebutuhan reagen asam kuat yang tinggi dapat diturunkan. Reagen asam yang digunakan adalah kombinasi asam sulfat dan asam fosfat yang telah diketahui dapat memberikan warna hasil reaksi yang lebih baik dan stabil serta waktu pemanasan yang lebih singkat (Marsh, dkk., 1965; Rahmatullah dan Boyde, 1980; Wybenga, dkk., 1971).

Sensor yang dibuat pada penelitian ini mendeteksi urea dari perubahan warna yang ditimbulkan saat sampel yang berupa larutan urea diteteskan pada plat yang telah terimmobilisasi reagen diasetil monoksim-tiosemikarbazida (DAM-TSC) dan reagen asam (asam sulfat dan asam fosfat). Sementara warna yang dihasilkan dianalisis secara digital berdasarkan model warna RGB. Melalui penelitian ini, diharapkan nantinya diperoleh sebuah sensor kimia yang stabil serta dapat memberikan hasil yang baik dalam mendeteksi urea dan menjadi alternatif metode baru dalam penentuan urea. PERPUSTAKA

1.2. Rumusan Masalah

- 1. Bagaimana teknik immobilisasi terbaik dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel?
- 2. Berapa suhu dan waktu pemanasan terbaik dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel?
- 3. Berapa konsentrasi optimum reagen DAM dan TSC dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel?

1.3. Tujuan Penelitian

- Mengetahui teknik immobilisasi terbaik dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel.
- Mengetahui suhu dan waktu pemanasan terbaik dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel.
- 3. Mengetahui konsentrasi optimum reagen DAM dan TSC dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel.

1.4. Batasan Masalah

- Sampel yang dianalisis adalah sampel buatan yang berupa larutan urea dengan konsentrasi 100 mmol/L
- 2. Metode immobilisasi yang digunakan adalah adsorpsi dengan variasi teknik meliputi; penotolan, pelapisan dan penyemprotan.
- 3. Variasi suhu pemanasan yang digunakan adalah 35; 60; dan 100 °C dan variasi waktu pemanasan yang digunakan adalah 10; 20; dan 30 menit.
- 4. Variasi konsentrasi reagen diasetil monoksim yang digunakan adalah 40; 100; dan 160 mmol/L sementara variasi konsentrasi reagen tiosemikarbazida adalah 4; 8; dan 16 mmol/L.
- 5. Reagen asam yang digunakan adalah campuran dua jenis asam yaitu asam suflat dan asam fosfat dengan penambahan FeCl₃.

1.5. Manfaat Penelitian

 Secara umum: dapat memberikan informasi dan pengetahuan umum tentang metode pendeteksian urea melalui alat yang efektif, efisien dan mudah yang dapat menjadi alternatif metode konvensional di laboratorium. 2. Secara khusus: dapat meningkatkan kemampuan mahasiswa mengaplikasikan ilmu kimia secara praktis dari teori yang dipelajari.

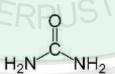


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Urea

Urea atau karbamida merupakan suatu senyawa organik dengan rumus kimia (NH₂)₂CO. Molekul urea memiliki dua gugus amina (-NH₂) yang digabungkan oleh gugus fungsi karbonil. Urea pertama kali ditemukan dalam urin pada tahun 1773 oleh kimiawan perancis Hilaire Roulle. Pada tahun 1828, seorang kimiawan Jerman Friedrich Wohler memperoleh urea dengan mereaksikan perak tiosianat dengan ammonium klorida dalam sebuah percobaan yang gagal untuk memperoleh ammonium tiosianat. Urea memiliki peran penting dalam metabolisme senyawa yang mengandung nitrogen pada hewan mamalia. Urea berbentuk padat, tidak berwarna, bersifat netral, sangat larut dalam air dan relatif tidak beracun. Urea disintesis di dalam tubuh berbagai organisme sebagai bagian dari siklus urea, yang dapat berasal dari oksidasi asam-asam amino ataupun ammonia (Shanmugam, dkk., 2010).



Gambar 2.1 Struktur molekul urea

Protein dalam makanan diperlukan untuk menyediakan asam amino yang akan digunakan untuk memproduksi senyawa nitrogen yang lain, untuk mengganti protein dalam jaringan yang mengalami penguraian dan untuk mengganti nitrogen yang telah dikeluarkan dari tubuh dalam bentuk urea. NH₃ dapat dilepaskan dari

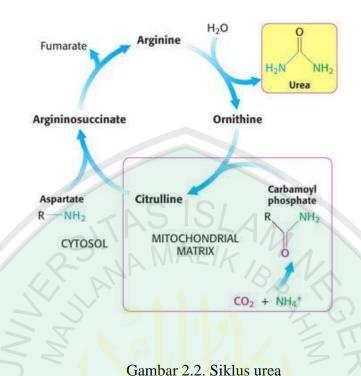
asam amino melalui reaksi transaminasi dan deaminasi. Pada reaksi transaminasi gugus –NH₂ yang dilepaskan diterima oleh suatu asam keto, sehingga terbentuk asam amino baru dan asam keto lain, sedangkan pada reaksi deaminasi, gugus – NH₂ dilepaskan dalam bentuk ammonia yang kemudian dikeluarkan dalam tubuh dalam bentuk urea dalam urine. Amonia dengan kadar yang tinggi merupakan racun bagi tubuh manusia (Poedjiadi, 1994).

Hans Krebs dan Kurt Henseleit pada tahun 1932 mengemukakan serangkaian reaksi kimia tentang pembentukan urea. Mereka berpendapat bahwa urea terbentuk dari ammonia dan karbondioksida melalui serangkaian reaksi kimia yang berupa siklus, yang mereka namakan siklus urea. Pembentukan urea ini terutama berlangsung dalam air, bersifat netral, terdapat dalam urine yang dikeluarkan dari dalam tubuh. Biosintesis urea terdiri atas beberapa tahap reaksi yang merupakan suatu siklus sebagai berikut (Poedjiadi, 1994):

- 1. Sintesis karbamil fosfat
- 2. Pembentukan sitrulin
- 3. Pembentukan asam arginosuksinat
- 4. Penguraian asam arginosuksinat
- 5. Penguraian argninin

Reaksi keseluruhan siklus urea ini adalah sebagai berikut:

$$2NH_3 + CO_2 + 3ATP + 2H_2O \longrightarrow Urea + 2AMP + 2Pi + PPi$$
 (2.1)



2.1.1. Urea Sebagai Indikator Masalah Kesehatan

Urea difiltrasi oleh ginjal pada bagian glomerulus kemudian keluar dari tubuh dalam bentuk urin dan sebagian kecil direabsorpsi di tubulus menuju darah sehingga menjadi salah satu komponen yang normal dalam darah (Sherwood, 2006). Urea dalam darah atau disebut juga *blood nitrogen urea* (BUN) memiliki kadar normal sebesar 5 – 25 mg/dL (Shanmugam, dkk., 2010). Urea terkandung sekitar 75% dari total fraksi nitrogen non protein dalam darah. Filtrasi urea dari darah menuju urin yang dilakukan oleh glomerulus ginjal yang merupakan bagian utama dari eliminasi atau pengeluaran kelebihan nitrogen dari tubuh. Kadar BUN merupakan ukuran dari fungsi ginjal. Diantara penyakit ginjal yang menyebabkan BUN meningkat adalah glomerulonefritis akut, nefritis kronis, nefrosklerosis, nekrosis tubular dan lain-lain. Berbagai tipe kerusakan dari saluran kemih juga

dapat menyebabkan kadar BUN meningkat. Kreatinin dan BUN dibersihkan melalui glomeruli ginjal, maka dari itu, urea sebagian direabsorbsi oleh tubulus sementara kreatinin tidak. Maka dari itu, penentuan urea nitrogen dan kreatinin biasanya dilakukan bersamaan untuk diagnosis gangguan fungsi ginjal yang berbeda (Tietz, 1987).

Meskipun urea merupakan suatu zat sisa metabolisme yang harus dikeluarkan dalam tubuh, keberadaannya dalam darah dapat dijadikan suatu indikator masalah kesehatan terutama berhubungan dengan ginjal seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Dengan mengetahui kadar urea dalam tubuh, kondisi kesehatan tubuh dapat dipantau sehingga bila terjadi gangguan, tindakan sedini mungkin dapat dilakukan untuk mengantisipasi terjadinya gangguan kesehatan yang lebih fatal. Allah Swt. telah menjelaskan mengenai hal ini dalam surat Shaad (38): 27

"Dan kami tidak mencipta<mark>k</mark>an <mark>l</mark>angit <mark>dan bumi d</mark>an apa yang ada anta<mark>r</mark>a keduanya tanpa hikmah."

Ayat diatas menyatakan "dan kami tidak menciptakan langit dan bumi serta apa yang ada di antara keduanya" seperti udara, dan tentu tidak juga Kami menciptakan kamu semua dengan batil yakni sia-sia tanpa hikmah. Allah Swt. menciptakan langit dan bumi juga segala yang ada di antara keduanya dengan tata aturan yang demikian rapi, indah serta harmonis. Ini menunjukkan bahwa Dia tidak bermain-main yakni tidak menciptakan secara sia-sia tanpa arah tujuan yang benar (Shihab, 2002). Salah satu bentuk penciptaan Allah Swt. yang diatur demikian rapi adalah urea. Urea memang seharusnya dibuang melalui ginjal akan tetapi sebagian

kecil urea juga diserap kembali dan menjadi komponen dari darah dengan rentang yang telah ditentukan yaitu 5 – 25 mg/dL. Jika kadar urea dalam darah berada pada kadar yang kurang atau melebihi kadar normal tersebut, dapat mengindikasikan berbagai masalah kesehatan terutama yang berhubungan dengan ginjal.

Kerusakan terhadap ginjal maupun penyakit lain merupakan suatu gangguan kesehatan yang dapat disebabkan oleh berbagai faktor meliputi virus, bakteri, maupun gaya hidup manusia yang kian buruk. Masalah kesehatan dalam islam juga merupakan bahasan penting. Kesehatan merupakan suatu nikmat yang perlu diapresiasi dengan rasa syukur serta merupakan suatu hak badan yang wajib untuk senantiasa dijaga, dipelihara dan dilindungi dari segala gangguan penyakit (Qardhawi, 2001). Al-Bukhari dari kitab Shahihnya dari Hadist Ibnu Abbas, berkata, Rasulullah Saw. bersabda:

"Ada dua nikmat yang <mark>sering dilalai</mark>ka<mark>n oleh ke</mark>bany<mark>ak</mark>an manusia, yaitu kesehatan dan waktu luang"

Mengutip dari hadist tersebut, dikatakan bahwa kesehatan adalah suatu nikmat yang oleh kebanyakan manusia yang sering dilalaikan. Hal tersebut menunjukkan bahwa masalah yang ditimbulkan akibat gangguan kesehatan pun merupakan suatu masalah umum yang tidak bisa hanya ditanggungkan pada beberapa pihak saja. Seorang muslim memiliki kewajiban untuk memberikan kontribusi dalam bentuk apapun yang sanggup dilakukan untuk masalah apapun yang terjadi di masyarakat secara umum. Nabi Saw. telah menyatakan hal yang berhubungan dengan ini dalam suatu hadist berikut

عَنْ أَبِي سَعِيْد الْخُدْرِي رَضِيَ اللهُ عَنْهُ قَالَ: سَمِعْتُ رَسُوْلَ اللهِ صلى الله عليه وسلم يَقُوْلُ: مَنْ رَأَى مِنْكُمْ مُنْكُراً فَلْيُغَيِّرُهُ بِيَدِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِلِسَانِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِقَلْبِهِ وَذَلِكَ أَضْعَفُ ٱلإِيْمَانِ

"Dari Abi Sa'id Al-Khudlari radhiyallahu 'anhu dia berkata: Saya mendengar Rasulullah shallallahu 'alaihi wasallam bersabda: "Barangsiapa diantara kamu yang melihat kemungkaran maka hendaklah ia mengubahnya dengan tangannya, jika ia tidak mampu maka dengan lidahnya, jika tidak mampu maka dengan hatinya dan itulah (mengubah kemungkaran dengan hati) selemah-lemah iman "(HR.Muslim).

Hadist tersebut melahirkan pesan, bahwa, paling tidak, seorang muslim harus merasakan manis atau pahitnya sesuatu yang terjadi di dalam masyarakatnya, bukan bersikap tak acuh dan tak peduli (Shihab, 2002). Dalam konteks masalah kesehatan yang disebabkan oleh gangguan terhadap fungsi ginjal, salah satu upaya yang dapat dilakukan adalah dengan melakukan suatu tindakan pencegahan. Tindakan pencegaah dapat meliputi berbagai hal termasuk melakukan pemeriksaan laboratorium terhadap kadar urea dalam tubuh. Sebagai seorang ilmuwan dalam bidang kimia, kontribusi yang dapat dilakukan adalah melakukan penelitian untuk menemukan metode analisis urea yang dapat digunakan dengan mudah seperti halnya pembuatan sensor urea.

2.2 Metode Analisis Urea Secara Kolorimetri dengan Reagen Diasetil Monoksim

Metode penentuan urea secara kolorimetri dengan reagen diasetil monoksim pertama kali ditermukan oleh Fearon pada tahun 1939. Metode penentuan urea secara kolorimetri menggunakan reagen diasetil monoksim merupakan dasar dari berbagai metode penentuan kadar urea dalam cairan-cairan biologis. Penentuan urea dilakukan secara langsung tanpa deproteinisasi maupun dilakukan proteinasi terhadap sampel terlebih dahulu (Wybenga, dkk., 1971).

Beberapa kajian mengenai mekanisme terjadinya reaksi antara diasetil monoksim dan urea telah banyak dilakukan. Beale dan Croft (1961) menyatakan bahwa salah satu kemungkinan reaksi yang terjadi antara diasetil monoksim dan urea adalah kondensasi urea dan diasetil monoksim dengan rasio 1:1 membentuk sebuah cincin triazin tersubtitusi. Khramov dan Claav (1961) yang juga melakukan modifikasi terhadap reaksi fearon dengan menggunakan dimetil glioxim serta tiosemikabrazida sebagai reagen warna juga menyatakan reaksi yang berlangsung merupakan reaksi kondensasi pembentukan cincin dengan produk 1,2,4-triazin tersubtitusi. Dugaan reaksi yang berlangsung ditunjukkan pada Gambar 2.3 berikut (Lugosi, 1972):

Gambar 2.3 Reaksi kondensasi diasetil monoksim dan urea menghasilkan1,2,4-triazin tersubtitusi

Produk yang terbentuk dari reaksi antara urea dan diasetil monoksim diketahui tidak stabil terhadap cahaya sehingga mekanisme dari reaksi tersebut sampai saat ini belum diketahui secara pasti selain diketahui bahwa absorbansi maksimum pada 480 nm. Selain itu terdapat masalah lain yang meliputi reaksi antara konstituen dari reagen kromogen lain, sensitivitas reaksi yang rendah, kurva yang non linier, reagen yang sensitif terhadap cahaya sehingga metode ini memerlukan modifikasi untuk memperbaiki masalah tersebut. Berbagai modifikasi pun telah dilakukan untuk memperbaiki masalah-masalah tersebut, meliputi

penggunaan berbagai jenis asam, zat penstabil warna seperti tiosemikarbazida dan *antipyrine* serta penggunaan ion Fe(III) (Rahmatullah dan Boyde, 1980).

Tiosemikarbazida dalam kombinasinya dengan FeCl₃ yang digunakan Marsh, dkk. (1965) dalam prosedur telah terbukti menghasilkan reaksi Fearon yang lebih sensitif dengan kebutuhan asam kuat yang lebih sedikit dan dengan memvariasi konsentrasi diasetil monoksim, tiosemikarbazida dan reagen asam serta penggunaan kadmium sulfat dalam campuran reaksi, urea dalam serum dapat dideteksi hingga konsentrasi serendah 5 mg/100 mL (Wybenga, dkk., 1971).

Coulombe dan Favreu menyatakan bahawa asam sulfat memberikan hasil warna yang lebih tinggi daripada asam fosfat akan tetapi dengan pencampuran dua jenis asam tersebut, warna yang dihasilkan lebih baik daripada penggunaan satu asam saja, dengan jumlah optimum 100 ml sampai 300 ml per liter dari asam fosfat dan asam sulfat pekat (Rho, 1972). Hal tersebut juga dibuktikan oleh Rahmatullah dan Boyde (1980) yang melakukan perbandingan terhadap jenis asam yang digunakan dan hasilnya menunjukkan bahwa asam sulfat dan asam fosfat dapat memberikan absorbansi tertinggi diantara asam lain yaitu sebesar 0,90 dengan waktu pemanasan hanya 5 menit serta kestabilan warna akhir yang terbentuk bertahan sampai 2 jam. Maka dari itu, kombinasi reagen terbaik yang digunakan dalam metode kolorimetri berdasarkan reaksi Fearon adalah diasetil monoksim, tiosemikarbazida serta reagen asam yang merupakan campuran asam sulfat dan asam fosfat serta penambahan sedikit ion Fe(III) dari FeCl₃.

Shanmugam, dkk. (2010) menjelaskan bahwa urea dapat diukur berdasarkan reaksi yang terjadi antara urea dengan diasetil monoksim dengan adanya ion Fe(III) dalam medium asam pada kondisi panas yang menghasilkan

senyawa kuning dan selanjutnya dengan penambahan tiosemikarbazida terbentuk produk berwarna merah muda. Pembentukan produk berwarna magenta atau merah muda kemudian diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 540 nm. Warna merah muda yang dihasilkan diduga karena telah terbentuk suatu senyawa kompleks dari 1,2,4-triazin (hasil reaksi diasetil monoksim dan urea) dengan tiosemikarbazida dan ion Fe(III) dari FeCl₃ yang ditambahkan.

Berdasarkan penelitian Ratnam dan Anipindi (2012) mengenai studi terhadap mekanisme dan laju reaksi oksidasi tiosemikarbazida, semikarbazida dan hidroksilamin dengan Fe(III) serta adanya triazin (triazin yang digunakan merupakan berbagai senyawa 1,2,4-triazin tersubtitusi). Reaksi yang terjadi antara triazin (TZ), tiosemikarbazida (TSC) dan Fe(III) melibatkan beberapa tahapan reaksi. Triazin terlebih dahulu mengalami protonasi kemudian membentuk kompleks dengan Fe(III) berdasarkan reaksi sebagai berikut:

$$TZ + H^{+} \longrightarrow H(TZ)^{+}$$
 (2.2)

$$Fe^{3+} + 2[H(TZ)^{+}] \longrightarrow [Fe(TZ)_{2}]^{3+}$$
 (2.3)

Kempampuan pembentukan kompleks Fe(III) tersebut dijelaskan meningkat karena adanya asam fosfat pekat dalam reaksi. Reaksi selanjutnnya yaitu pembentukan kompleks terner antara Fe(III)-TZ-TSC dengan perbandingan 1:2:

$$[Fe(TZ)_2]^{3+} + TSC \longrightarrow [Fe(TZ)_2(TSC)]^{3+}$$
(2.4)

Reaksi pembentukan kompleks tersebut melibatkan pembentukan ikatan koordinasi dengan penyumbang elektron berasal dari atom nitrogen dan sulfur milik

tiosemikarbazida. Akan tetapi, sumbangan elektron lebih cenderung berasal dari atom S karena keelektronegatinnya yang lebih rendah.

Kompleks hasil reaksi (2.4) dinyatakan sangat stabil sehingga reaksi berikutnya yang merupakan reaksi dekomposisi berlangsung sangat lambat. Reaksi dekomposisi ini merupakan tahap penentu laju (*rate-determining step*) dan menghasilkan radikal bebas tiosemikarbazida:

$$\left[\operatorname{Fe}(\operatorname{TZ})_{2}(\operatorname{TSC})\right]^{3+} \longrightarrow \left[\operatorname{Fe}(\operatorname{TZ})_{2}\right]^{2+} + \operatorname{NH}_{2} \longrightarrow \operatorname{CS} \longrightarrow \dot{\operatorname{N}} \longrightarrow \operatorname{NH}_{2}$$
 (2.5)

Reaksi (2.5) melibatkan oksidasi TSC oleh Fe(III) menghasilkan radikal bebas TSC sementara Fe(III) mengalami reduksi menjadi Fe(II) dan tetap membentuk kompleks dengan dua molekul triazin. Radikal TSC kemudian diduga mengalami dimerisasi dan menghasilkan disulfida sedangkan Fe(II) membentuk kompleks dengan penambahan satu lagi molekul triazin:

$$\left[\operatorname{Fe}(\operatorname{TZ})_{2}\right]^{2+} + \operatorname{TZ} \longrightarrow \operatorname{Fe}(\operatorname{TZ})_{3}\right]^{2+} \tag{2.6}$$

Warna merah muda yang dihasilkan pada reaksi TSC, 1,2,4-traizin dan Fe(III) pada metode penentuan urea ini diduga berasal dari produk akhir dari rangkaian reaksi yang telah disebutkan sebelumnya yaitu kompleks [Fe(TZ)₃]²⁺. Croof dkk. (2012) dalam penelitiannya mengenai penentuan Fe(II) dengan salah satu senyawa 1,2,4-triazin yang tidak tersulfonasi yaitu *3-(2-pyridyl)-5,6-diphyenyl-1,2,4-triazine* (PDT) menyatakan bahwa Fe(II) dan PDT membentuk kompleks [Fe(PDT)₃]²⁺ berwarna magenta atau merah muda dengan panjang gelombang maksimum 555 nm. Hal yang serupa juga dinyatakan oleh Zhu dkk. (2007) yang melakukan penelitian tentang penggunaan PDT dalam penentuan Fe(II) dalam sampel bahan alam dengan HPLC, bahwa Fe(II) juga membentuk kompleks dengan PDT dengan warna magenta.

2.3 Warna Senyawa Kompleks

Senyawa koordinasi atau senyawa kompleks dapat memiliki warna tertentu. Dimilikinya warna tersebut akibat adanya transisi elektron yang terjadi pada daerah sinar tampak (visible). Pada transisi ini elektron pindah dari satu term dengan tingkat energi tertentu ke term dengan tingkat energi yang lebih tinggi. Warna kompleks yang dapat diinderai oleh mata manusia adalah warna komplementer dari sinar yang diabsorpsi oleh kompleks yang bersangkutan (Effendy, 2011).

Spektrum suatu senyawa kompleks dapat dijelaskan dalam teori medan kristal sebagai akibat dari transisi elektronik yang terjadi pada senyawa kompleks. Transisi pada senyawa kompleks seringkali dikaitkan dengan dengan transisi *d-d* karena melibatkan orbital-orbital molekul yang karakter utamanya adalah karakter orbital *d* dari logam atau ion logam yang menjadi pusat dari suatu kompleks (Effendy, 2010). Warna yang dimiliki oleh suatu senyawa kompleks berhubungan langsung dengan besarnya perbedaan tingkat energi antara orbital-orbital molekul. Karena perbedaan tingkat energi ini tergantung pada beberapa faktor seperti geometri dari kompleks, sifat ligan yang ada, dan tingkat oksidasi dari atom pusat maka spektrum dari suatu kompleks dapat memberikan informasi berharga tentang struktur dan ikatan-ikatan yang ada pada suatu kompleks (Effendy, 2010).

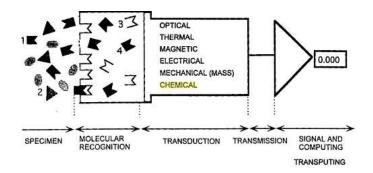
Dalam membahas spektrum senyawa kompleks, medan yang timbul akibat interaksi antara atom pusat dan ligan-ligan disebut medan ligan. Terminologi medan ligan ini digunakan untuk membahas spektrum suatu kompleks yang interaksi antara atom puat dan ligan merupakan interaksi elektrostatik murni seperti yang diasumsikan oleh teori medan kristal sampai pada model interaksi yang terdapat dalam teori orbital molekul. Penekanan utama dalam interpretasi spektrum

senyawa kompleks adalah berkaitan dengan jumlah pita absorpsi yang diharapkan dapat diperoleh. Hal ini memerlukan dua hal pokok yaitu; 1) penentuan diagram tingkat energi yang akurat dari suatu senyawa kompleks dan 2) pemahaman tentang aturan-aturan seleksi yang mengatur transisi elektronik dalam suatu senyawa kompleks (Effendy, 2011).

2.4 Sensor Kimia

Sensor kimia adalah sebuah perangkat yang merubah sebuah informasi kimia seperti konsentrasi menjadi sinyal-sinyal yang dapat dengan mudah dibaca. Informasi kimia ini bisa berupa reaksi kimia atau properti fisik dari bahan yang diselidiki (Hulanicki, dkk., 1991). Jadi, sensor kimia dapat didefinisikan sebagai sebuah alat yang dapat merubah informasi kimiawi dalam sebuah senyawa menjadi sinyal analitik yang berguna. Untuk mengubah informasi kimiawi dari proses kimia maupun biokimia yang terjadi, bagian bahan kimia yang dipakai harus dihubungkan dengan sebuah transduser (Wiley, 2012).

Sensor kimia memiliki 2 komponen dasar, yakni bagian reseptor dan bagian transduser. Bagian reseptor berfungsi sebagai penerima sinyal kimia berupa kondisi lingkungan dan dirubah menjadi energi yang dapat diukur oleh bagian transduser. Sementara bagian transduser adalah bagian yang berfungsi merubah energi menjadi informasi yang dapat dibaca dengan mudah oleh analis (Hulanicki, dkk., 1991). Sensor biasanya diklasifikasi berdasarkan tipe transduser (seperti elektrokimia, optik, suhu). Gambar 2.4 menunjukkan ilustrasi cara kerja sensor kimia mendeteksi analit:



Gambar 2.4 Proses pendeteksian sensor dan klasifikasi sensor berdasarkan proses transduksinya (Wiley, 2012)

Sensor kimia adalah perangkat penting pada analisa kimia. Pada penerapannya bukan hanya untuk menganalisa, namun juga sebagai media sampling, transport sampel, pemrosesan sinyal dan pengolahan data. Sensor kimia juga bekerja sesuai dengan rencana yang ingin dilakukan pada suatu analisa tiap sampel (Hulanicki, dkk., 1991). Aplikasi sensor dapat dilakukan untuk monitoring lingkungan, diagnosis medis dan kesehatan dan lain-lain (Plata, dkk., 2010).

Reseptor pada sensor kimia dapat dibedakan dalam beberapa prinsip kerja (Hulanicki, dkk., 1991):

- a. Fisik, pada sensor ini tidak terjadi suatu reaksi kimia, contohnya seperti sensor pada permasalahan untuk mengukur adsorbsi, indek bias, konduktifitas, suhu dan perubahan massa.
- Kimia, pada sensor ini reaksi kimia sangat berperan penting pada tersajinya data hasil analisa.
- Biokimia, reaksi biokimia adalah hal yang sangat berperan pada tersajinya data untuk analis, contohnya seperti potensiometri mikroba dan immunosensors.
 Sensor seperti ini disebut biosensor.

Sebagai suatu alat analisis, kriteria dari kinerja sebuah sensor kimia dapat didefinisikan dari parameter-parameter yang digunakan dalam karakterisasi sebuah metode analisis (Wiley, 2012). Dalam karakterisasi sensor dapat ditentukan sampai sejauh mana sensor tersebut memiliki kemampuan yang baik dalam mengenali zat yang ingin dideteksinya. Kemampuan mendeteksi zat tersebut diukur meliputi akurasi, presisi, selektivitas, sensitifitas, linier range, waktu pakai, limit deteksi, dan stabilitas.

2.5 Immobilisasi

Untuk membuat suatu sensor kimia bisa bekerja dengan baik, maka reagen kimia yang digunakan harus bisa terhubung dengan baik pada transduser. Proses ini biasanya dinamakan immobilisasi reagen. Immobilisasi reagen dapat didefinisikan sebagai pengikatan reagen pada fasa padat atau material pendukung secara merata, yang memungkinkan untuk terjadinya pertukaran larutan sampel dimana terdapat analit untuk dideteksi. Pengikatan reagen ini ditempuh dengan berbagai cara yaitu fisika dan kimia. Metode immobilisasi secara fisik meliputi proses penyerapan (adsorpsi), pemerangkapan (entrapment), pengkapsulan (encapsulation) dan interaksi elektrostatik. Sedangkan secara kimia meliputi pembentuk ikatan kovalen dan crosslinking (Kuswandi, 2010).

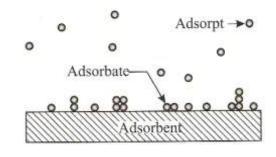
2.6 Adsorpsi

Secara umum, adsorpsi merupakan interaksi antara molekul-molekul dari suatu senyawa terikat oleh permukaan suatu zat padat atau zat cair. Molekul-molekul pada zat padat atau zat cair memiliki gaya dalam keadaan tidak seimbang

dimana gaya kohesi cenderung lebih besar dari pada gaya adhesi. Ketidakseimbangan gaya-gaya tersebut menyebabkan zat padat atau cair tersebut cenderung menarik zat-zat lain atau gas yang bersentuhan pada permukaannya (Saragih, 2008). Istilah yang diberikan untuk zat yang teradsorpsi disebut adsorbat sedangkan zat yang mengadsorpsi adalah adsorben (Bernasconi, 1995).

Adsorpsi secara umum dibedakan menjadi dua jenis, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia (Adamson, 1990). Adsorpsi fisika adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan yang hanya dipengaruhi oleh gaya van der Waals atau ikatan hidrogen (Castellan, 1983). Proses adsorpsi fisika bersifat *reversible* (dapat balik) karena dapat dilepaskan kembali dengan adanya penurunan konsentrasi larutan. Adsorbat tidak terikat secara kuat pada bagian adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari bagian permukaan ke bagian lain dan dapat diganti oleh adsorbat lain (Larry, dkk., 1982). Adsorpsi kimia merupakan proses penyerapan yang melibatkan pemutusan dan pembentukan ikatan baru pada permukaan adsorben (Sugiarti, 2008). Adsorbat yang teradsorpsi oleh proses kimia umumnya sangat sulit untuk diregenerasi (Oscik, 1982), adsorpi ini biasanya tidak *reversible*. Untuk memisahkan adsorbat dan adsorben harus dipanaskan pada suhu tinggi (Larry, dkk., 1982).

Untuk mengetahui karakteristik yang terjadi dalam proses adsorpsi dapat diilustrasikan pada Gambar 2.5, padatan berpori (pores) yang menghisap (adsorp) dan melepaskan (desorp) suatu fluida disebut adsorben. Molekul fluida yang dihisap tetapi tidak terakumulasi atau melekat ke permukaan adsorben disebut adsorptive, sedangkan yang terakumulasi atau melekat disebut adsorbat (Alberty, 1983).



Gambar 2.5 Proses adsorpsi (Alberty, 1983)

Teknik immobilisasi secara adsorpsi merupakan sebuah cara yang paling sederhana dalam immobilisasi molekul/reseptor pada permukaan suatu sensor. Beberapa bahan adsorben yang biasa digunakan adalah silika gel, zeolit, karbon aktif, alumina, dan bahan-bahan resin lainnya yang biasanya digunakan sebagai adsorban (Kuswandi, 2010).

Adsorpsi adalah bentuk yang paling mudah dalam immobilisasi reagen pada material pendukung. Teknik ini juga sangat luas digunakan, karena bisa digunakan untuk mengikat berbagai macam reagen dari material reagen organik hingga anorganik. Meskipun demikian, adhesi dari reagen pada fasa padat biasanya lebih lemah karena ikatan yang terbentuk selama proses adsorpsi tidak mudah untuk ditentukan (Kuswandi, 2008).

2.7 Plat Silika Gel

Silika gel merupakan fase diam kromatografi lapis tipis. Fase diam untuk kromatografi lapis tipis seringkali juga mengandung substansi yang mana dapat berpendar dalam sinar ultra violet (Solihat, 2004).

Silika merupakan penjerat polar yang paling sering digunakan, meskipun demikian silika gel juga banyak dijumpai dalam bentuk yang termodifikasi. Silika

gel merupakan padatan pendukung yang ideal karena stabil pada kondisi asam, *non swelling*, memiliki karakteristik pertukaran serta memiliki daya tahan tinggi terhadap panas dan mudah dimodifikasi dengan bahan lain. Selain itu, silika gel memiliki situs aktif gugus silanol (SiOH) dan silokan (Si-O-Si) di permukaan (Buhani, dkk., 2009). Partikel silika gel mengandung gugus hidroksil di permukaannya yang membentuk ikatan hidrogen dengan molekul-molekul polar. Air yang terserap dalam gel mencegah molekul-molekul polar dari pencapaian permukaan. Untuk mengatasinya gel diaktifkan dengan pemanasan sehingga air terserap dapat dikeluarkan (Solihat, 2004).

2.8 Analisis Warna Digital dengan Model Warna RGB

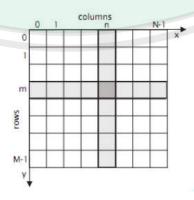
Warna merupakan suatu kesan yang ditimbulkan oleh cahaya terhadap mata. Tiap-tiap warna dihasilkan dari reaksi cahaya putih yang mengenai suatu permukaan benda, sehingga permukaan dari benda tersebut memantulkan sebagian dari spektrum. Bagian dari spektrum yang dipantulkan inilah yang disebut sebagai warna dari permukaan yang terkena cahaya. Terjadinya warna disebabkan oleh vibrasi cahaya putih. Misalnya suatu benda, terlihat merah karena permukaannya berkapasitas menyerap semua komponen dari spektrum-spektrum warna kecuali panjang gelombang warna merah. Sehingga yang terlihat oleh mata kita panjang gelombang yang dipantulkan atau diteruskan ke mata kita (warna komplementer) dari benda tersebut (Sukarjo,1992).

Bila zat menyerap warna atau panjang gelombang tertentu dari sinar tampak, zat tersebut akan meneruskan warna komplemennya sehingga yang tampak oleh mata kita sebagai warna. Bila zat menyerap semua warna dari sinr tampak, zat

tersebut berwarna hitam. Sebaliknya bila zat sama sekali tidak menyerap warna dari sinar tampak, zat tersebut berwarna putih (Sukarjo,1992).

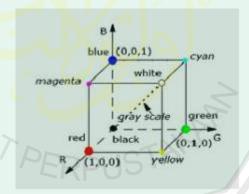
Warna yang terbentuk sebagai respon pada sensor dalam penelitian ini dianalisis secara digital menggunakan foto yang diambil. Foto dapat dikategorikan sebagai citra yang dapat berarti gambar diam yang berasal dari webcam atau kamera. Sedangkan digital disini mempunyai maksud bahwa pengolahan citra/gambar dilakukan secara digital menggunakan komputer (Mulyanto, dkk., 2009 dalam Tompunu dan Kusumanto, 2011).

Secara matematis, citra merupakan fungsi kontinyu (continue) dengan intensitas cahaya pada bidang dua dimensi. Agar dapat diolah dengan komputer digital, maka suatu citra harus dipresentasikan secara numerik dengan nilai-nilai diskrit. Repersentasi dari fungsi kontinyu menjadi nilai-nilai diskrit disebut digitalisasi citra. Sebuah citra digital dapat diwakili oleh sebuah matriks dua dimensi f(x,y) yang terdiri dari M kolom dan N baris, dimana perpotongan antara kolom dan baris disebut piksel ($pixel = picture \ element$) atau elemen terkecil dari sebuah citra. Gambar 2. 6 berikut menunjukkan representasi dari citra digital dalam sebuah vektor dua dimensi;



Gambar 2.6 Representasi citra digital (Jahne, 2000)

Aplikasi pengolahan citra digital pada umumnya dapat dibagi menjadi 3 yaitu; *color image*, *black and white image* dan *binary image* (Tompunu dan Kusumanto, 2011). Pada model *color image* atau RGB (Red, Green, Blue) ini masing-masing piksel memiliki warna tertentu, warna tersebut adalah merah (*Red*), hijau (*Green*) dan biru (*Blue*). Masing-masing warna memiliki rentang 0 – 255, maka totalnya adalah 255³ = 16.581.375 variasi warna berbeda pada gambar, dimana variasi warna ini cukup untuk gambar apapun. *Color image* ini terdiri dari tiga matriks yang mewakili nilainilai merah, hijau dan biru untuk setiap pikselnya. Sebuah jenis warna dapat ditulis sebagai RGB (30, 75, 255) putih = RGB (255. 255. 255), sedangkan untuk hitam RGB (0, 0, 0) (Tompunu dan Kusumanto, 2011). Sebuah jenis warna dapat dibayangkan sebagai sebuah vektor 3 dimensi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 berikut:



Gambar 2.7 Representasi model warna RGB (Ibraheem, dkk., 2012)

Bidang warna RGB dideskripsikan sebagai sebuah kubus dengan nilai RGB ternormalisasi dalam rentang 0 sampai 1 dengan nilai abu-abu pada diagonal utama dari nilai hitam (0,0,0) serta berseberangan dengan nilai untuk putih (1,1,1). Hal tersebut dianggap sebagai dasar model warna untuk kebanyakan aplikasi gambar (Ibraheem, dkk., 2012).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai Agustus 2015 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Fisika Edukasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Jalan Gajayana No. 50 Malang.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory* mengenai pengaruh variasi konsentrasi reagen diasetil monoksim dan tiosemikarbazida dalam pembuatan sensor urea secara adsorpsi pada plat silika gel.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, mikropipet, oven, *hair dryer, stopwatch*, kuas, botol semprot kecil, gelas arloji, *beaker glass* 50 mL, *beaker glass* 100 mL, labu ukur 50 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 1 mL, pipet tetes, dan peralatan gelas lain yang biasa digunakan di laboratorium kimia.

3.3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah urea, diasetil monoksim (DAM), tiosemikarbazida (TSC), FeCl₃, H₂SO₄ p.a, H₃PO₄ p.a, plat silika gel dan aquades.

3.4. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dengan beberapa tahapan yaitu:

- 1. Preparasi bahan
- 2. Penentuan teknik immobilisasi terbaik
- 3. Penentuan suhu dan waktu pemanasan terbaik
- 4. Penentuan konsentrasi optimum reagen DAM dan TSC
- 5. Analisis data

3.4.1. Preparasi Bahan

Preparasi bahan yang dilakukan meliputi pembuatan sampel urea simulasi, pembuatan reagen diasetil monoksim, pembuatan reagen tiosemikarbazida dan pembuatan reagen asam.

3.4.1.1. Pembuatan Sampel Simulasi Urea

Sampel simulasi urea yang dibuat merupakan larutan urea dalam air dengan konsentrasi 100 mmol/L. Ditimbang urea sebanyak 0,3003 gram kemudian dilarutkan dalam aquades sampai volume hampir 50 mL. Dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.1.2. Pembuatan Reagen Identifikasi Urea

Reagen ini terdiri dari tiga jenis reagen, yaitu reagen diasetil monoksim, tiosemikarbazida dan reagen asam.

a. Pembuatan Reagen Diasetil monoksim (DAM)

Reagen diasetil monoksim dibuat dengan tiga variasi konsentrasi yaitu 40; 100; dan 160 mmol/L. Masing-masing reagen dibuat sebanyak 50 mL.

b. Pembuatan Reagen Tiosemikarbazida (TSC)

Reagen tiosemikarbazida dibuat dengan tiga variasi konsentrasi yaitu 4; 8; dan 16 mmol/L. Masing-masing reagen dibuat sebanyak 50 mL.

c. Pembuatan Reagen Asam Fosfat dan Asam Sulfat (Shanmugam, 2010)

Dipipet 1 mL H₃PO₄ dan 6 mL H₂SO₄ pekat dan dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL. Ditambahkan aquades 75 mL. Didinginkan campuran tersebut dan ditambahkan 0,1 mL larutan FeCl₃ 10%. Diencerkan larutan dengan aquades di labu takar 100 mL sampai volume mencapai tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.2 Penentuan Teknik Immobilisasi Terbaik

Disiapkan plat silika gel ukuran 2 x 2 cm yang serta reagen identifikasi urea yang merupakan campuran antara reagen DAM, TSC dan reagen asam dengan komposisi sebagai berikut:

Tabel 3.1 Komposisi reagen identifikasi urea

No	Nama Bahan	Volume (mL)
1	Diasetil monoksim 100 mmol/L	2,5
2	Tiosemikarbazida 8 mmol/L	2,5
3	Reagen asam	5

Diambil reagen tersebut sebanyak 0,5 mL kemudian diimmobilisasikan di atas plat dengan variasi teknik yaitu secara penotolan, pelapisan dan penyemprotan sampai reagen terserap seluruhnya. Dikeringkan plat silika gel yang telah terimmobilisasi reagen identifikasi urea dengan *hairdryer*. Ditetesi plat yang telah kering dengan sampel simulasi urea menggunakan pipet tetes. Plat dipanaskan dalam oven pada suhu 100 °C selama 30 menit. Dihitung waktu respon serta diamati kejelasan dari respon warna yang terbentuk pada masing-masing plat, sehingga diketahui teknik

immobilisasi terbaik. Respon yang dihasilkan oleh deteksi adanya urea dalam sampel adalah berupa bercak warna merah muda yang akan tampak pada permukaan plat. Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

3.4.3 Penentuan Suhu dan Waktu Pemanasan Terbaik

3.4.3.1 Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik

Disiapkan plat silika gel ukuran 2 x 2 cm serta reagen identifikasi urea dengan komposisi pada Tabel 3.1 sebanyak 0,5 mL. Diimmobilisaikan ke atas plat silika gel sampai reagen terserap seluruhnya dengan teknik adsorpsi terbaik yang didapat. Plat lalu dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditetesi plat dengan sampel simulasi urea menggunakan pipet tetes. Plat didiamkan 5 menit kemudian dipanaskan dalam oven dengan variasi suhu pemanasan; 35; 65; dan 100 °C selama 30 menit. Dihitung waktu respon serta diamati kejelasan dari respon warna yang terbentuk pada masing-masing plat, sehingga diketahui suhu pemanasan terbaik. Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

3.4.3.2 Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik

Prosedur yang sama seperti pada tahap penentuan suhu pemanasan terbaik juga dilakukan pada tahapan ini akan tetapi suhu pemanasan yang dipakai adalah suhu pemanasan terbaik yang diperoleh dengan variasi waktu pemanasan yaitu 10; 20; dan 30 menit. Waktu pemanasan terbaik diperoleh dengan membandingkan waktu respon serta kejelasan respon warna yang terbentuk pada masing-masing plat. Diulangi tahapan ini sebanyak tiga kali pengulangan.

3.4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Diasetil Monoksim (DAM) dan Tiosemikarbazida (TSC)

3.4.4.1 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Diasetil Monoksim (DAM)

Variasi konsentrasi reagen DAM yang digunakan adalah sebesar 40; 100; dan 160 mmol/L. Disiapkan plat silika gel ukuran 2 x 2 cm serta reagen identifikasi urea sebanyak 10 mL yang merupakan campuran reagen DAM 40 mmol/L (2,5 mL), reagen TSC 8 mmol/L (2,5 mL) dan reagen asam (5 mL). Diimmobilisasikan reagen identifikasi urea tersebut sebanyak 0,5 mL ke atas plat silika gel dengan teknik adsorpsi terbaik lalu dikeringkan plat dengan *hairdryer*. Ditetesi plat dengan sampel simulasi urea menggunakan pipet tetes. Plat didiamkan selama 5 menit kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu pemanasan terbaik selama x menit.

Dihitung waktu respon serta diamati kejelasan dari respon warna yang terbentuk. Diulangi prosedur di atas dengan reagen diasetil monoksim 100 mmol/L dan 160 mmol/L. Konsentrasi optimum reagen diasetil monoksim diperoleh dengan membandingkan waktu respon serta kejelasan warna akhir yang terbentuk pada masing-masing plat. Prosedur di atas diulangi sebanyak enam kali pengulangan.

3.4.4.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Tiosemikarbazida (TSC)

Prosedur yang sama dalam penentuan konsentrasi optimum DAM juga dilakukan dalam penentuan konsentrasi optimum reagen TSC dengan variasi konsentrasi sebagai berikut; 4; 8; dan 16 mmol/L sementara konsentrasi DAM yang digunakan adalah konsentrasi optimum yang telah didapat. Konsentrasi optimum reagen TSC diperoleh dengan membandingkan waktu waktu respon serta kejelasan respon warna yang terbentuk pada masing-masing plat. Prosedur di atas diulangi sebanyak enam kali pengulangan.

3.5 Analisis Data

Analisis data dilakukan secara langsung dengan mengamati hasil penelitian berupa sensor yang telah berubah warna setelah ditetesi urea yang dilakukan secara berulang. Sensor tersebut kemudian dipotret menggunakan kamera *Sony Erricson Xperia Neo V* dengan resolusi 5 megapixel dan dianalisis warna pada foto berdasarkan model warna RGB menggunakan *adobe photoshop CS5* sehingga menjadi data numerik untuk selanjutnya data diolah dengan *microsoft excel 2013*.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini merupakan sebuah sampel simulasi untuk menggantikan sampel serum darah penderita penyakit gangguan fungsi ginjal. Konsentrasi normal urea dalam darah adalah 5 – 25 mg/dL (Shanmugam dkk., 2010) atau setara dengan 0,8 – 4 mmol/L sehingga untuk mengkondisikan sampel seperti pada penderita kelainan fungsi ginjal pada umumnya yaitu dengan konsentrasi sampel simulasi yang dibuat jauh lebih tinggi dari kadar normal tersebut yaitu sebesar 100 mmol/L. Sampel simulasi ini dibuat dengan melarutkan sejumlah padatan urea dalam aquades sehingga diperoleh larutan urea dengan kosentrasi 100 mmol/L.

4.2 Penentuan Teknik Immobilisasi Terbaik

Immobilisasi merupakan tahapan penting dalam pembuatan sebuah sensor kimia karena pada tahapan ini reagen, yang bertindak sebagai reseptor pada sensor, diikat dalam sebuah matriks dengan syarat aktifitas reagen tersebut masih tetap ada. Teknik immobilisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah teknik immobilisasi paling sederhana yang biasa digunakan dalam pembuatan sebuah sensor kimia yaitu secara adsorpsi (Kuswandi, 2010). Adsorpsi yang dilakukan merupakan adsorpsi fisika.

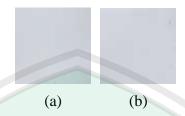
Matriks atau material pendukung yang digunakan adalah plat silika gel GF₂₅₄ yang digunakan sebagai fase diam dalam analisis secara KLT. Plat ini berupa lembaran tipis dimana permukaannya yang berwarna putih merupakan silika gel.

Silika gel tersebut berfungsi sebagai adsorben dan sudah terikat pada bahan pendukung sebagai lapisan bawah dari plat sehingga tidak perlu dilakukan fabrikasi. Ukuran plat silika gel yang digunakan adalah 2 x 2 cm. Silika gel dipilih sebagai material pendukung pada pembuatan sensor ini karena silika gel telah memenuhi kriteria khusus yang dibutuhkan dalam reaksi yang terjadi. Silika gel bersifat stabil pada kondisi asam serta memiliki daya tahan tinggi terhadap panas (Buhani dkk, 2009).

Adsorpsi pada permukaan plat terjadi karena adanya gugus aktif silanol (SiOH) serta siloksan (Si-O-Si) pada permukaan (Buhani dkk, 2009) sehingga dapat mengikat molekul-molekul dari reagen akibat terjadinya interaksi gugus aktif tersebut dengan molekul reagen. Interaksi ini dapat berupa ikatan hidrogen yang terjadi antara gugus hidroksil dari silanol dengan atom O dan N dari molekul diasetil monoksim dan molekul tiosemikarbazida atau lainnya. Selain itu, reagen juga dapat terikat akibat *gaya van der walls* yang terjadi antara molekul silika gel dan molekul reagen.

Immobilisasi reagen diasetil monoksim-tiosemikarbazida (DAM-TSC) dan reagen asam secara adsorpsi pada plat silika gel ini dilakukan melalui tiga variasi teknik yaitu secara penotolan, pelapisan dan penyemprotan untuk mengetahui teknik immobilisasi yang menghasilkan sensor dengan kinerja yang baik. Plat silika gel yang awalnya berwarna putih pada permukaannya tidak mengalami perubahan warna yang signifikan meskipun telah terimmobilisasi campuran reagen. Hal tersebut juga ditunjukkan dari nilai mean RGB atau rata-rata nilai merah, hijau dan biru yang dihasilkan oleh kedua plat. Plat silika gel sebelum diimmobilisasikan reagen memiliki mean RGB sebesar 238,111 sementara setelah dilakukan

immobilisasi nilai mean RGB menjadi 237,667. Gambar 4.1 menunjukkan plat silika sebelum dan sesudah dilakukan immobilisasi campuran reagen DAM, TSC, dan reagen asam.



Gambar 4.1 Plat silika gel sebelum immobilisasi (a) dan sesudah immobilisasi (b) reagen DAM, TSC dan reagen asam

Setelah ditetesi sampel simulasi urea dengan konsentrasi 100 mmol/L dan dipanaskan pada suhu 100 °C selama 30 menit, plat silika gel yang awalnya berwarna putih kemudian berubah menjadi merah muda. Hal ini menandakan bahwa reagen DAM-TSC dan reagen asam telah berhasil terimmobilisasi pada permukaan plat sehingga setelah ditetesi sampel simulasi urea dan dilakukan pemanasan, plat dapat memberikan respon perubahan warna menjadi merah muda. Perubahan warna ini disebabkan terjadinya reaksi antara reagen DAM, TSC, reagen asam dan urea yang menghasilkan suatu kompleks berwarna merah muda.

Pembentukan kompleks merah muda tersebut terjadi melalui beberapa tahapan reaksi. Rangkaian reaksi tersebut membutuhkan panas sebagai katalis. Reaksi dimulai dengan reaksi kondensasi antara urea dengan DAM dalam kondisi asam yang berasal dari reagen asam yang ditambahkan (Beale dan Croft, 1961). Pasangan elektron bebas (PEB) gugus amina pada urea menyerang gugus karbonil dari molekul diasetil monoksim karena PEB dari amina lebih bersifat nukleofil yang mengakibatkan atom O bermuatan parsial negatif. Selanjutnya bereaksi dengan H⁺ dari reagen asam sehingga melepas H₂O dan terjadi reaksi pembentukan cincin

senyawa 3-hidroksi-5,6-dimetil-1,2,4-triazin. Reaksi berlangsung melalui dugaan mekanisme berikut:

Gambar 4.2 Dugaan mekanisme reaksi kondensasi urea dan diasetil monoksim (DAM) dalam kondisi asam membentuk cincin 1,2,4-triazin tersubtitusi

Produk yang terbentuk dari reaksi pada Gambar 4.2 yaitu 3-hidroksi-5,6-dimetil-1,2,4-triazin kemudian bereaksi lebih lanjut dengan ion Fe(III) yang berasal dari penambahan FeCl₃ dan tiosemikarbazida (TSC) melalui untuk membentuk sebuah kompleks berwarna merah muda menurut rangkaian reaksi berikut (Ratnam dan Anipindi, 2012):

$$Fe(III) + 2TZ \longrightarrow [Fe(TZ)_2]^{3+}$$
(4.1)

$$[Fe(TZ)_2]^{3+} + TSC \longrightarrow [Fe(TZ)_2TSC]^{3+}$$
(4.2)

Ratnam dan Anipindi (2012) menjelaskan bahwa reaksi pembentukan kompleks [Fe(TZ)₂TSC]³⁺ melibatkan pembentukan ikatan koordinasi dengan penyumbang elektron berasal dari atom nitrogen atau sulfur milik tiosemikarbazida. Kompleks [Fe(TZ)₂TSC]³⁺ merupakan senyawa intermediet pada rangkaian reaksi ini yang selanjutnya mengalami dekomposisi. Reaksi dekomposisi ini merupakan tahap penentu laju (*rate-determining step*). Reaksi berlangsung sesuai dengan persamaan berikut ini (Ratnam dan Anipindi, 2012):

$$[Fe(TZ)_2TSC]^{3+} \longrightarrow [Fe(TZ)_2]^{2+} + radikal TSC$$
 (4.3)

Reaksi (4.3) terjadi dengan melibatkan oksidasi TSC oleh Fe(III) menghasilkan radikal bebas TSC sementara Fe(III) mengalami reduksi menjadi Fe(II) dan tetap membentuk kompleks dengan dua molekul triazin. Radikal TSC kemudian dengan cepat mengalami dimerisasi dan menghasilkan disulfida sedangkan Fe(II) membentuk kompleks dengan penambahan satu lagi molekul triazin (Ratnam dan Anipindi, 2012):

$$[Fe(TZ)^2]^{2+} + TZ \longrightarrow [Fe(TZ)_3]^{2+}$$
 (4.4)

Tiga molekul 3-hirdroksi-5,6-dimetil-1,2,4-triazin yang berperan sebagai ligan, menyumbangkan masing-masing dua pasangan elektron bebas yang diduga berasal dari aton N dan O yang berdekatan pada strukturnya kepada ion pusat Fe(II) sehingga membentuk ikatan kovalen koordinasi dan menghasilkan suatu kompleks dengan bilangan koordinasi enam. Struktur kompleks tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.3 berikut:

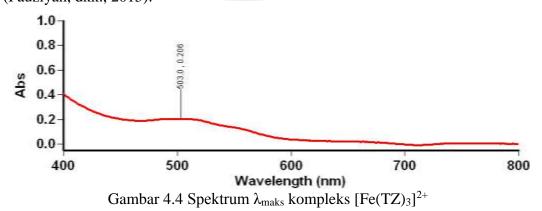
Gambar 4.3 Dugaan struktur kompleks [Fe(TZ)₃]²⁺

Pembentukan suatu kompleks menurut teori medan kristal dipengaruhi oleh beberapa faktor yang dapat membantu untuk mengetahui kestabilannya. Begitu pula dalam menjelaskan pembentukan kompleks akhir yang berupa [Fe(TZ)₃]²⁺ dalam rangkaian reaksi yang telah dijelaskan melibatkan ion pusat Fe³⁺ dan Fe²⁺ dalam tahapan reaksinya. Salah satu hal penting dalam menjelaskan pembentukan suatu kompleks adalah harga energi penstabilan medan kristal atau CSFE (*crystal stabilization field energy*) yaitu energi yang terlibat pada penstabilan suatu kompleks (Effendy, 2011).

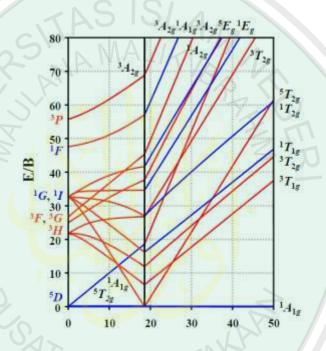
Fe³⁺ pada tahapan reaksi ini membentuk kompleks oktahedral medan kuat dengan dua ligan triazin (TZ) dan satu ligan tiosemikarbazida (TSC) untuk kemudian mengalami reaksi oksidasi dan reduksi sehingga ion pusat Fe³⁺ tereduksi menjadi Fe²⁺ lalu membentuk kompleks dengan tiga molekul triazin dengan bentuk oktahedral pula dengan medan kuat. Fe³⁺ adalah ion pusat dengan konfigurasi d^5 sementara Fe²⁺ adalah d^6 . Harga CSFE untuk kompleks oktahedral medan kuat dengan ion pusat yang memiliki konfigurasi d^5 adalah -20Dq+2P sementara untuk d^6 adalah sebesar -24Dq+3p. Ditinjau dari harga tersebut, diketahui bahwa Fe²⁺ memiliki harga CSFE yang lebih besar dari Fe³⁺. Menurut Effendy (2011), semakin

besar harga CSFE yang dihasilkan dalam pembentukan suatu kompleks, maka kompleks yang dihasilkan cenderung lebih stabil sehingga pembentukan kompleks yang lebih stabil dihasilkan oleh Fe²⁺ ketimbang Fe³⁺. Hal inilah yang menyebabkan kompleks akhir yang terbentuk pada rangkaian reaksi ini bukanlah dengan ion pusat Fe³⁺ yang berupa [Fe(TZ)₂TSC]³⁺ melainkan kompleks dengan ion pusat Fe²⁺ berupa [Fe(TZ)₃]²⁺.

Warna merah muda yang ditimbulkan pada plat diduga berasal dari kompleks akhir yang terbentuk yaitu [Fe(TZ)₃]²⁺. Hal ini didasarkan pada pembentukan kompleks yang lebih stabil pada akhir reaksi yaitu [Fe(TZ)₃]²⁺ sementara kompleks lain dengan ion pusat Fe³⁺ tidak terbentuk di akhir reaksi. Warna merah muda yang timbul pada kompleks tersebut disebabkan karena terjadinya transisi elektronik yaitu transisi elektron yang terjadi dari tingkat energi satu ke tingkat energi yang lebih tinggi. Energi yang diabsorpsi atau diserap adalah perbedaan energi pada dua tingkat energi tersebut dan absorbansinya bersesuaian dengan panjang gelombang pada spektrum visibel. Warna merah muda yang dihasilkan merupakan warna komplementer dari sinar dengan panjang gelombang yang diabsorbsi kompleks tersebut (Effendy, 2010) yaitu pada panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) sekitar 503 nm yang ditunjukkan pada spektrum berikut (Fauziyah, dkk., 2015):



Spektrum senyawa kompleks oktahedral medan kuat seperti pada kompleks $[Fe(TZ)_3]^{2+}$ dapat dijelaskan menggunakan diagram Tanabe-Sugano. Pada diagram Tanabe-Sugano, absis atau sumbu x menyatakan kekuatan medan ligan dimana semakin ke kanan maka kekuatan medan ligan suatu kompleks adalah semakin bertambah. Ordinat atau sumbu y menyatakan tingkat engergi dari *term* yang ada. Diagram Tanabe-Sugano untuk kompleks oktahedral dengan konfigurasi d^6 diberikan pada Gambar 4.4



Gambar 4.5 Diagram Tanabe-Sugano untuk kompleks oktahedral d⁶

Berdasarkan Gambar 4.5, dapat diketahui bahwa ada beberapa transisi yang mungkin terjadi menurut aturan seleksi spin yaitu:

$${}^{l}A_{1g} \longrightarrow {}^{l}T_{1g}$$

$${}^{l}A_{1g} \longrightarrow {}^{l}T_{2g}$$

$${}^{l}A_{1g} \longrightarrow {}^{l}E_{g}$$

$${}^{l}A_{1g} \longrightarrow {}^{l}A_{2g}$$

$${}^{l}A_{1g} \longrightarrow {}^{l}A_{1g}(F)$$

Akan tetapi hanya satu puncak yang dapat teramati pada spektrum yang dihasilkan. Hal ini dapat dikarenakan transisi lain terjadi pada frekuensi yang relatif tinggi sehingga energi transisi yang dihasilkan semakin besar dan terjadi pada λ lebih pendek dari daerah λ visibel maka tidak dapat teramati pada spektrum tersebut. Puncak yang dihasilkan pada λ 503 nm kemungkinan merupakan hasil transisi ${}^{I}A_{Ig} \longrightarrow {}^{I}T_{Ig}$.

Teknik immobilisasi terbaik diketahui dari waktu respon serta pembentukan warna akhir paling optimal yang dihasilkan oleh masing-masing plat dengan variasi teknik immobilisasi. Kejelasan warna yang terbentuk pada masing-masing plat diamati secara langsung serta dianalisis secara digital berdasarkan model warna RGB menggunakan *adobe photoshop cs5*.

Analisis warna RGB bertujuan untuk mengetahui perbedaan warna yang lebih akurat berdasarkan data numerik dari nilai masing-masing komponen warna merah (red), hijau (green) dan biru (blue) dari warna yang berasal dari foto. Semakin tinggi nilai mean RGB yang dihasilkan oleh warna pada masing-masing plat, semakin rendah intensitas warna yang diserap oleh plat karena nilai RGB yang ditangkap oleh kamera menandakan besar intensitas warna yang tidak terserap oleh plat, sehingga untuk mengetahui besar intensitas warna RGB yang diserap oleh plat, dihitung nilai Δmean RGB atau selisih nilai mean RGB blanko dan nilai mean RGB warna dari respon sensor.

Berdasarkan hasil yang didapat pada Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa plat dengan teknik penotolan dan pelapisan memberikan respon pada 2 menit pemanasan sedangkan pada teknik adsorpsi secara penyemprotan memberikan respon pada waktu 3 menit pemanasan. Kejelasan warna akhir yang dihasilkan

masing-masing plat dengan variasi teknik immobilisasi tidak memiliki perbedaan yang signifikan bila diamati secara langsung. Namun ditinjau dari nilai Δmean RGB masing-masing plat dengan variasi teknik immobilisasi, intensitas warna mengalami sedikit peningkatan dari hasil adsorpsi secara penyemprotan, pelapisan kemudian penotolan akan tetapi dengan selisih nilai yang tidak jauh berbeda.

Tabel 4.1 Hasil penentuan teknik immobilisasi terbaik

	doer 1.1 Hash penentaan tekink immoonisasi terbaik							
No	Teknik adsorpsi	Waktu respon	Gambar plat silika gel	Δmean RGB				
1	Penyemprotan	3 menit	BAN	65,778				
2	Pelapisan	2 menit	A LANGE	70,444				
3	Penotolan	2 menit	The state of the s	72				

Analisis statistik juga dilakukan pada tahap ini untuk mengetahui adanya perbedaan pengaruh yang diberikan variasi teknik terhadap kejelasan warna yang diwakili dengan nilai Δ mean RGB. Analisis statistik dilakukan melalui ANOVA satu arah dengan nilai α 0,05. Berdasarkan hasil yang diperoleh diketahui bahwa F_{hitung} yang dihasilkan adalah sebesar 0,87 sementara F_{tabel} adalah 5,14 maka diketahui bahwa F_{htiung} < F_{tabel} sehingga variasi teknik immobilisasi dapat dikatakan tidak memberi perbedaan yang signifikan terhadap nilai Δ mean RGB. Akan tetapi jika dilihat dari kerataan warna yang terbentuk, plat dengan teknik adsorpsi secara

penotolan memiliki warna yang relatif lebih rata dibandingkan pelapisan maupun penyemprotan.

Kurang meratanya warna yang dihasilkan pada hasil immobilisasi secara penyemprotan dan pelapisan dapat disebabkan karena reagen banyak yang hilang saat dilakukan penyemprotan pada plat sehingga tidak seluruh reagen dapat terserap pada plat. Sementara pada immobilisasi secara penotolan, kemungkinan sebagian reagen dapat terserap dengan merata pada plat sehingga warna yang dihasilkan juga dapat optimal. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa teknik immobilisasi terbaik yang dihasilkan adalah secara penotolan. Hal ini ditinjau dari waktu respon serta respon warna terbaik yang diberikan yaitu warna yang paling rata.

4.3 Penentuan Suhu dan Waktu Pemanasan Terbaik

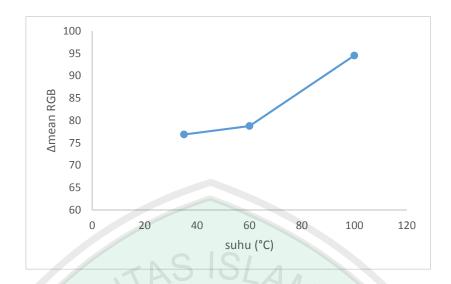
4.3.1 Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik

Reaksi antara DAM-TSC, reagen asam dan urea berlangsung sangat lambat dalam keadaan normal sehingga pemanasan penting untuk dilakukan agar reaksi dapat berlangsung lebih cepat (Shanmugam dkk., 2010). Maka dari itu, dilakukan pula penentuan terhadap suhu pemanasan untuk menghasilkan sensor yang dapat memberikan respon yang terbaik. Variasi suhu yang digunakan adalah 35; 60; dan 100 °C dan teknik immobilisasi yang digunakan adalah teknik immobilisasi terbaik yang telah diperoleh sebelumnya. Suhu pemanasan terbaik ditentukan berdasarkan waktu respon serta kejelasan warna akhir yang terbentuk pada plat. Tabel 4.3 berikut menunjukkan hasil penentuan suhu pemanasan terbaik

Tabel 4.3 Hasil penentuan suhu pemanasan terbaik

No	Suhu Pemanasan (°C)	Waktu respon	Gambar plat silika gel	Δmean RGB
1	35	20 menit	104	76,889
2	60	10 menit		78,778
3	100	2 menit	182	94,556

Berdasarkan Tabel 4.3, diketahui bahwa plat dengan suhu pemanasan paling rendah (35 °C) memberikan respon atau perubahan warna sangat lambat yaitu pada 20 menit pemanasan akan tetapi kejelasan warna akhir yang dihasilkan masih sangat rendah dan hampir tidak dapat diamati sedangkan plat dengan suhu pemanasan 60 °C dapat berubah warna pada menit ke 10 pemanasan, warna yang terbentuk sampai 30 menit pemanasan sudah lebih terlihat daripada pada suhu 35 °C. Sementara itu, plat yang dipanaskan pada suhu 100 °C mulai berubah warna pada sekitar menit ke-2 pemanasan dan setelah 30 menit pemanasan, kejelasan warna yang dihasilkan adalah paling tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu pemanasan yang digunakan, dapat mempercepat respon terbentuknya warna pada plat serta kejelasan warna akhir yang dihasilkan juga semakin meningkat. Peningkatan intensitas warna tersebut juga dapat dilihat dari hasil analisis nilai RGB yang disajikan dalam grafik pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Grafik hubungan antara suhu dan nilai ∆mean RGB

Grafik pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa nilai Δmean RGB mengalami peningkatan pada plat dengan pemanasan pada suhu 35 °C sampai 100 °C. Plat dengan pemanasan 35 °C memiliki nilai 76,889 meningkat menjadi 78,778 pada suhu 65 °C sementara pada suhu 100 °C, nilai Δmean RGB meningkat drastis menjadi 94,556. Peningkatan nilai Δmean RGB menandakan bahwa warna yang paling jelas dihasilkan pada suhu pemanasan 100 °C. Berdasarkan analisis statistik ANOVA satu arah yang dilakukan, F_{hitung} yang dihasilkan adalah 5,95 sementara F_{tabel} yang dihasilkan adalah 5,14 sehingga dapat diketahui bahwa F_{hitung} > F_{tabel}. Maka dari itu, dapat dikatakan bahwa variasi terhadap suhu pemanasan perbedaan yang signifikan terhadap nilai Δmean RGB yang dihasilkan.

Berdasarkan hal-hal tersebut dapat diketahui bahwa suhu pemanasan yang dibutuhkan untuk reaksi antara reagen dan urea untuk menghasilkan warna yang optimum adalah pada 100 °C ditinjau dari waktu respon serta kejelasan warna akhir yang dihasilkan pada sensor. Beale dan Croft (1961) juga telah melakukan optimasi pada suhu pemanasan yang dipakai dalam analisis urea menggunakan reagen DAM

secara spektrofotometri. Suhu yang digunakan adalah dari kisaran 90 – 105 °C dan hasilnya menunjukkan bahwa suhu optimum pemanasan yang menghasilkan absorbansi tertinggi adalah pada suhu 99 – 100 °C. Hasil yang serupa juga dikemukakan oleh Wybenga (1971) bahwa suhu pemanasan optimum antara reagen dan urea adalah sekitar 100 °C.

4.3.2 Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik

Penentuan waktu pemanasan terbaik dilakukan untuk mengetahui waktu pemanasan yang menghasilkan respon terbaik dari sensor yang dibuat. Waktu pemanasan optimum perlu untuk diketahui agar reaksi yang terjadi antara urea dan reagen dapat berlangsung sempurna sehingga respon warna yang terbentuk juga dapat maksimal. Variasi waktu pemanasan yang digunakan adalah 10; 20; dan 30 menit. Suhu pemanasan yang dipakai pada tahapan ini merupakan suhu pemanasan optimum yang telah didapatkan sebelumnya.

Tabel 4.4 Hasil penentuan waktu pemanasan terbaik

	Waktu		Gambar	
No pemanasan		Waktu respon	<mark>plat s</mark> ilika	∆mean RGB
	(menit)		gel	
1	10	2 menit	TAXA	61,889
2	20	2 menit		74,556
3	30	2 menit		77,111

Tabel 4.4 menunjukkan bahwa plat dengan kejelasan warna merah muda yang dihasilkan oleh masing-masing plat semakin meningkat seiring dengan lamanya waktu pemanasan. Warna yang dihasilkan pada plat dengan pemanasan selama 10 menit belum terlihat begitu jelas dibandingkan dengan plat dengan pemanasan 20 menit dan 30 menit. Sementara plat dengan pemanasan 20 menit, warna merah muda pada plat sudah terlihat jelas dan sedikit meningkat pada pemanasan 30 menit tetapi perbedaannya tidak terlalu signifikan. Peningkatan intensitas warna ini juga dapat dilihat dari hasil analisi nilai RGB pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Grafik hubungan antara waktu pemanasan dan nilai Δmean RGB

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.7 tersebut dapat diketahui bahwa nilai Δmean RGB yang dihasilkan pada plat mengalami peningkatan drastis dari 10 menit pemanasan yaitu 61,889 menjadi 74,556 pada 20 menit pemanasan kemudian sedikit meningkat menjadi 77,111 pada 30 menit pemanasan. Akan tetapi pada menit ke 30 pemanasan, warna yang terbentuk tidak memiliki perbedaan yang signifikan dibandingkan dengan warna pada 20 menit pemanasan. Hal tersebut juga

didukung dari hasil analisis statistik yang dilakukan terhadap masing-masing data. Analisis dilakukan dengan metode t-test yaitu metode analisis untuk mengetahui adanya perbedaan yang signifikan atau tidak terhadap dua data dalam bentuk Δmean RGB. Analisis ini dilakukan terhadap data Δmean RGB untuk plat dengan pemanasan 20 menit dan 30 menit yang diketahui tidak memiliki perbedaan warna yang begitu jelas jika dilihat dengan kasat mata. Nilai α yang digunakana adalah 0,05. Hasil analisis menunjukkan bahwa perbedaan nilai Δmean RGB yang dihasilkan pada variasi waktu pemanasan antara 20 menit dan 30 menit tidak cukup signifikan karena nilai t_{hitung} < t_{tabel} yaitu t_{hitung} sebesar -0,60 sementara t_{tabel} adalah sebesar 1,533. Berdasarkan beberapa pertimbangan tersebut serta efisiensi waktu yang digunakan waktu pemanasan terbaik yang dihasilkan pada tahapan ini adalah selama 20 menit.

4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Diasetil Monoksim dan Tiosemikarbazida

4.4.1 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Diasetil Monoksim

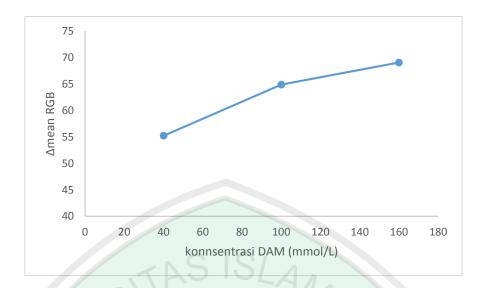
Diasetil monoksim (DAM) merupakan senyawa utama yang bereaksi dengan urea untuk menghasilkan produk yang lebih lanjut membentuk kompleks berwarna merah muda dengan tiosemikarbazida (Beale dan Croft, 1971) sebagai respon dari sensor yang dibuat pada penelitian ini. Maka dari itu, dilakukan variasi terhadap konsentrasi diasetil monoksim yang diimmobilisasikan pada plat silika gel untuk mengetahui pengaruhnya pada sensor yang dihasilkan. Variasi konsentrasi diasetil monoksim yang digunakan adalah 40; 100; dan 160 mmol/L. Sementara konsentrasi reagen tiosemikarbazida yang digunakan adalah 8 mmol/L. Teknik immobilisasi, suhu pemanasan serta waktu pemanasan yang dipakai merupakan hasil optimasi yang telah dilakukan sebelumnya.

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa plat dengan konsentrasi DAM 100 mmol/L dan 160 mmol/L memberikan respon pada 2 menit pemanasan. Sementara plat dengan konsentrasi DAM 40 mmol/L memberikan respon lebih lama yaitu sekitar 4 menit pemanasan. Kejelasan warna akhir yang dihasilkan masing-masing plat terlihat semakin meningkat dari konsentrasi 40, 100 dan 160 mmo/L.

Tabel 4.5 Hasil penentuan konsentrasi optimum reagen DAM

	Tuber 1.5 Husti penentuan konsentuar optimum reagen Br							
	Konsentrasi		Gambar					
No	DAM	Waktu respon	plat silika	∆mean RGB				
	(mmol/L)	SISI	gel					
1	40	4 menit	1800	55,444				
2	100	2 menit	Alanis	64,889				
3	160	2 menit		69,056				

Sesuai dengan hasil pengamatan secara langsung, intensitas warna berdasarkan nilai Δmean RGB yang ditunjukkan pada grafik dalam Gambar 4.8 juga menghalami peningkatan seiiring dengan meningkatnya konsentrasi DAM yang dipakai. Plat dengan konsentrasi DAM 40 mmol/L menghasilkan nilai Δmean RGB sebesar 55,444 lalu meningkat menjadi 64,889 pada konsentrasi 100 mmol/L dan nilai Δmean RGB tertinggi yaitu 69,056 dihasilkan oleh plat dengan konsentrasi DAM 160 mmol/L.



Gambar 4.8 Grafik hubungan konsentrasi DAM dan nilai ∆mean RGB

Analisis statistik juga dilakukan melalui ANOVA satu arah dengan α 0,05 pada tahap ini. Berdasarkan hasil yang diperoleh diketahui bahwa F_{hitung} yang dihasilkan adalah sebesar 13,1 sementara F_{tabel} adalah 3,68 sehingga diketahui bahwa F_{htiung} > F_{tabel} maka dapat dikatakan bahwa variasi konsentrasi DAM yang digunakan memberi perbedaan yang signifikan terhadap nilai Δmean RGB. Hal ini juga didukung data sebelumnya mengenai intensitas warna yang dihasilkan dapat dilihat secara jelas semakin meningkat dari konsentrasi DAM terendah ke konsentrasi tertinggi dan waktu respon tercepat yang dihasilkan yaitu pada konsentrasi DAM yang relatif tinggi. Maka dari itu, konsentrasi DAM optimum yang dipilih adalah 160 mmol/L.

Beale dan Croft (1961) mengungkapkan bahwa DAM dibutuhkan untuk pembentukan warna yang optimum karena pada reaksi Fearon atau disebut juga reaksi *carbamido-diacetyl*, DAM merupakan senyawa yang pertama kali beraksi dengan urea menghasilkan suatu senyawa triazin. Triazin tersebut kemudian diduga bereaksi dengan TSC dan ion Fe(III) untuk menghasilkan produk akhir berupa

kompleks warna merah muda yang merupakan kompleks dengan ion pusat Fe(II) dan triazin dengan perbandingan 1 : 3 berupa [Fe(TZ)₃]²⁺ (Ratnam dan Anipindi, 2012) sehingga intensitas warna akhir yang dihasilkan bergantung langsung pada jumlah triazin yang terbentuk. Rahmatullah dan Boyde (1980) mengatakan bahwa konsentrasi DAM yang relatif tinggi dan sedikit berlebih dibutuhkan untuk menghasilkan warna akhir yang optimum ditunjukkan dengan absorbansi yang dihasilkan. Hal tersebut juga sesuai dengan hasil yang diperoleh pada tahap ini, bahwa konsentrasi DAM yang relatif paling tinggi menghasilkan warna yang paling optimum pada sensor.

4.4.2 Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen Tiosemikarbazida

Tiosemikarbazida (TSC) merupakan salah satu reagen utama yang berperan dalam pembentukan warna kompleks sebagai respon dari sensor yang dibuat. Maka dari itu variasi terhadap konsentrasi reagen TSC juga dilakukan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap sensor yang dibuat. Variasi konsentrasi TSC yang digunakan adalah 4; 8; dan 16 mmol/L sementara konsentrasi DAM yang digunakan adalah konsentrasi DAM yang dianggap optimum.

Tabel 4.6 berikut menunjukkan bahwa plat dengan masing-masing variasi konsentrasi TSC memberikan respon warna pertama kali dalam waktu yang bersamaan yaitu sekitar 2 menit. Akan tetapi kejelasan warna akhir yang dihasilkan memiliki perbedaan. Warna plat dengan konsentrasi TSC 4 mmol/L kurang jelas dibandingkan plat dengan konsentrasi lain yang lebih tinggi. Sementara itu, plat dengan konsentrasi TSC 8 mmol/L memiliki warna paling jelas dan sedikit menurun pada konsentrasi TSC 16 mmol/L dengan sedikit perbedaan dibandingkan

plat dengan konsentrasi TSC 16 mmol/L. Perbedaan kejelasan warna tersebut juga dapat dilihat dari analisis nilai Δ mean RGB pada grafik dalam Gambar 4.10

Tabel 4.6 Hasil penentuan konsentrasi optimum TSC

Tabel 4.6 Hasil penentuan konsentrasi optimum TSC						
No		Konsentrasi SC (mmol/L		Waktu respon	Gambar plat silika gel	Δmean RGB
1		4		2 menit		57,167
2		85	P	2 menit	AMA	64,944
3	11/1/	16		2 menit	N. T.	62,389
		<u> </u>			ن ک	
	70					
	65			00		
B	60	0,			3	
n RG	55	50				
Amean RGB		947				
7	50					
	45					
	40	-				
	(0 2	4	6 8 konsentrasi TSC		14 16 18
				KOHSCHILIASI 130	(11111101/ L)	

Gambar 4.9 Grafik hubungan konsentrasi TSC dan Δ mean RGB

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa konsentrasi TSC yang memiliki nilai Δ mean RGB tertinggi adalah 8 mmol/L. Nilai Δ mean

RGB pada plat dengan konsentrasi TSC 4 mmol/L adalah sebesar 57,167 dan meningkat cukup signifikan menjadi 64,944 pada konsentrasi 8 mmol/L akan tetapi kemudian mengalami sedikit penurunan menjadi 62,389 pada konsentrasi 16 mmol/L. Analisis statistik ANOVA satu arah dengan α 0,05 yang dilakukan menunjukkan bahwa variasi konsentrasi TSC yang digunakan tidak memberikan perbedaan yang cukup signifikan terhadap nilai Δ mean RGB yang dihasilkan karena nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$ yaitu F_{hitung} sebesar 0,69 sementara F_{tabel} adalah sebesar 3,68. Maka dari itu dipilih TSC dengan konsentrasi 8 mmol/L sebagai konsentrasi optimum dalam pembuatan sensor ini ditinjau dari kejelasan warna akhir yang diperoleh.

Terjadinya penurunan intensitas warna pada plat dengan konsentrasi TSC tertinggi yang dipakai yaitu 16 mmol/L kemungkinan disebabkan karena campuran reagen dengan konsentrasi tersebut membentuk warna kuning setelah beberapa saat didiamkan sebelum direaksikan dengan urea sehingga pembentukan warna akhir menjadi terganggu dan hasilnya tidak dapat maksimal. Sementara pada konsentrasi yang lebih rendah yaitu 4 dan 8 mmol/L, reagen tetap berwarna bening sehingga pembentukan warna akhir tidak terganggu dan semakin meningkat dari konsentrasi 4–8 mmol/L.

TSC merupakan senyawa yang berfungsi sebagai penstabil warna akhir merah muda dari reaksi yang terjadi (Shanmugam dkk, 2010; Marsh dkk, 1961). TSC berperan sebagai ligan yang dapat membentuk suatu kompleks yang merupakan senyawa intermediet dengan ion pusat Fe³⁺ dan adanya triazin (Ratnam dan Anipindi, 2012) yang berasal dari reaksi antara urea dan DAM (Beale dan Croft, 1961) dalam rangkaian reaksi pembentukan kompleks akhir berwarna merah

muda. Menurut Rahmatullah dkk (1980), seiring dengan meningkatnya konsentrasi TSC yang dipakai, absorbansi warna yang dihasilkan juga semakin meningkat akan tetapi setelah melewati konsentrasi optimum atau jika konsentrasinya terlalu tinggi, terjadi peningkatan absorbansi pada blanko atau pada campuran reagen tanpa adanya urea. Hal tersebut diduga karena pada konsentrasi TSC yang terlalu tinggi, terjadi reaksi lain yang melibatkan TSC yang berlebih sehingga reaksi pembentukan kompleks akhir berwarna merah muda menjadi terganggu dan berakibat pada warna akhir yang dihasilkan tidak maksimal.

4.5 Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Penelitian ini merupakan suatu upaya pengembangan metode analisis urea secara spektrofotometri menggunakan reagen DAM-TSC konvensional menjadi metode analisis melalui sensor kimia. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, metode tersebut dapat dikembangkan menjadi sebuah sensor kimia dengan melakukan immobilisasi reagen DAM-TSC dan reagen asam pada plat silika gel secara adsorpsi. Hasilnya menunjukkan bahwa plat tersebut dapat mendeteksi adanya urea dari respon berupa warna merah muda yang timbul setelah plat ditetesi sampel simulasi urea. Selain itu, dilakukan beberapa optimasi seperti teknik immobilisiasi, suhu pemanasan dan waktu pemanasan terbaik serta penentuan konsentrasi optimum reagen DAM dan TSC yang dipakai untuk menghasilkan sensor urea dengan respon yang baik.

Hasil dari penelitian ini dapat menjadi sebagai sebuah acuan dasar untuk membuat sensor urea yang dapat dikembangkan lebih lanjut agar dapat dipergunakan khususnya di bidang kesehatan. Salah satu upaya dalam menjaga kesehatan adalah melakukan pencegahan sebagaimana banyak dalil al-Qur'an maupun hadist Nabi Saw. telah banyak membahas mengenai hal tersebut. Upaya pencegahan yang dapat dilakukan adalah dengan memantau kondisi tubuh dan salah satunya berdasarkan pemeriksaan rutin terhadap urea menggunakan sensor. Bila dibandingkan dengan metode penentuan urea konvensional, penggunaan sensor urea memiliki beberapa keunggulan karena tidak membutuhkan banyak reagen serta dapat dilakukan dengan mudah, efisien dan cepat sehingga memudahkan kita untuk menjaga kondisi kesehatan tubuh secara rutin.

Islam merupakan agama yang mengatur segala aspek kehidupan manusia dan salah satu yang terpenting adalah kesehatan. Kesehatan adalah nikmat yang patut disyukuri serta suatu hak badan yang harus selalu dijaga. Akan tetapi gaya hidup manusia saat ini cenderung membuat kebanyakan manusia lalai akan pentingnya kesehatan dan baru menyadarinya ketika terjadi gangguan. Hal ini relevan dengan pernyataan Rasulullah Saw. dalam sebuah hadist yang diriwayatkan oleh Al-Bukhari dalam kitab Shahihnya dari Hadist Ibnu Abbas, berkata, Rasulullah Saw. bersabda:

"Ada dua nikmat yang sering dilalaikan oleh kebanyakan manusia, yaitu kesehatan dan waktu luang"

Hadist tersebut menyebutkan bahwa masalah kesehatan merupakan masalah yang umum terjadi di kalangan masyarakat sehingga menuntut perhatian segala pihak. Sebagai umat islam, merupakan suatu kewajiban untuk peduli pada setiap masalah yang terjadi di masyarakat. Kita diwajibkan untuk memberi kontribusi terhadap segala masalah yang terjadi di masyarakat atau paling tidak, bersikap

peduli dengan kondisi yang ada. Kontribusi tersebut dapat disesuaikan dengan bidang dan keahlian yang digeluti, salah satu contohnya adalah sebagai seorang yang menuntut ilmu dapat memberikan suatu sumbangsih terhadap ilmu pengetahuan melalui penelitiannya.

Suatu penelitian melibatkan berbagai tahapan yang disusun melalui kerangka berpikir yang objektif sehingga hasil yang diperoleh dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah. Sistem penalaran tersebut sebenarnya juga telah dijelaskan dalam al-Qur'an. Al-Qur'an sebagai kitab petunjuk yang memberikan petunjuk kepada manusia untuk kebahagiaan hidupnya di dunia dan akhirat dalam hubungannya dengan ilmu pengetahuan, adalah mendorong manusia seluruhnya untuk mempergunakan akal pikirannya serta menambah ilmu pengetahuannya sebisa mungkin dan menjadikan observasi atas alam semesta sebagai alat untuk menghasilkan penemuan baru atau teori ilmiah (Shihab, 2007). Allah swt. telah menjelaskan bahwa upaya untuk memikirkan segala bentuk penciptaan Allah dan proses yang terlibat di dalamnya merupakan suatu hal yang dilakukan oleh orang-orang yang mau mengambil hikmah dari segala penciptaanNya. Sebagaimana firman Allah Swt. dalam surat Ali Imron (3): 190 –

إِنَّ فِي خَلْقِ ٱلسَّمَوَتِ وَٱلْأَرْضِ وَٱخْتِلَفِ ٱلَّيْلِ وَٱلنَّهَارِ لَآيَتِ لِأُوْلِى ٱلْأَلْبَبِ ۞ ٱلَّذِينَ يَذُكُرُونَ ٱللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ ٱلسَّمَوَتِ وَٱلْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَلذَا بَلِطِلَا سُبْحَلنَكَ فَقِنَا عَذَابَ ٱلنَّارِ ۞ سُبْحَلنَكَ فَقِنَا عَذَابَ ٱلنَّارِ ۞

[&]quot;Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya

berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka"

Ibnu Katsir menjelaskan bahwa yang dimaksud "sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi", artinya, pada ketinggian luasnya langit serta kerendahan bumi dan kepadatannya dan apa yang ada diantaranya berupa tandatanda kekuasaan Allah yang agung dan dapat disaksikan. Ulul albab didefinisikan sebagai mereka yang mempunyai akal yang sempurna lagi bersih, yang mengetahui hakikat banyak hal secara jelas dan nyata. Allah memberikan sifat pada ulul albab sebagai orang yang tidak henti-hentinya berdzikir dalam setiap keadaan. Dengan memahami hikmah yang terdapat pada penciptaan langit dan bumi menunjukkan keagungan sang pencipta juga kekuasaan, keluasan ilmu, hikmah dan perbuatan serta rahmatNya (al-Mubarakfuri, 2006).

Penelitian ini dapat dikategorikan sebagai suatu hasil proses berpikir dalam rangka untuk meningkatkan potensi manusia sebagai makhluk berakal. Hasil yang diperoleh juga diharapkan dapat menjadi sebuah kontribusi di bidang ilmu pengetahuan dan kesehatan. Berkaitan dengan dua hal tersebut, dapat dihubungkan dengan tugas manusia sebagai seorang khalifah di bumi. Islam menekankan bahwa manusia bukannya hidup tanpa makna, akan tetapi ia diciptakan untuk mengabdi kepadaNya dan dalam rangka pengabdian itu, ia mempunyai kewajiban-kewajiban, baik terhadap dirinya, keluarganya yang kecil ataupun yang besar, bahkan kepada seluruh alam ini karena manusia memiliki peran sebagai khalifah di bumi (Shihab, 2007) sebagaimana yang disebutkan dalam surat QS al-Baqarah (2): 30

وَ إِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلاَئِكَةِ إِنِيَّ جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ حَلِيْفَةً قَالُوْا أَتَكْعَلُ فِيْهَا مَن يُفْسِدُ فِيْهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَ نَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَ نُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّ أَعْلَمُ مَا لاَ تَعْلَمُوْن

"Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada Para Malaikat: "Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, Padahal Kami Senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui."

Makna kekhalifaan yang menjadi tujuan kehadiran manusia di bumi, dapat dijadikan suatu dasar untuk selalu ingat bahwa manusia telah dianugerahi oleh Allah Swt. segala potensi sehingga menjadikannya makhluk mulia yang patut disebut sebagai "khallifah" di bumi. Seorang khalifah memiliki tanggung jawab besar bukan hanya terhadap dirinya sendiri tetapi juga terhadap lingkungan dimana dia hidup.

Melalui hasil penelitian ini, diharapkan dapat memberikan sumbangsih terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang disiplin illmu kimia. Sensor kimia yang dibuat pada penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan manfaat kepada mayarakat secara umum sebagai alat deteksi urea dalam tubuh yang jika dikembangkan lagi lebih lanjut dapat digunakan secara mudah, efektif dan efisien serhingga dapat memudahkan upaya pencegahan terhadap masalah kesehatan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

- Teknik immobilisasi terbaik reagen DAM, TSC dan reagen asam pada plat silika gel untuk pembuatan sensor urea secara adsorpsi adalah secara penotolan.
- 2. Suhu serta waktu pemanasan terbaik yang menghasilkan respon terbaik pada sensor yang dibuat adalah pemanasan pada suhu 100 °C selama 20 menit.
- 3. Konsentrasi optimum DAM dan TSC yang dihasilkan pada pembuatan sensor adalah sebesar 160 mmol/L dan 8 mmol/L.

5.2 Saran

- 1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengujikan sensor pada sampel nyata berupa serum darah manusia sehat atau penderita penyakit gangguan fungsi ginjal.
- 2. Perlu dilakukan penentuan performansi analitik pada sensor ini untuk mengetahui kinerja sensor dalam mendeteksi urea.
- 3. Teknik pengambilan foto sensor oleh kamera sebaiknya perlu lebih diperhatikan (seperti cahaya lingkungan dan jarak pengambilan gambar) agar hasil analisis nilai RGB terhadap warna pada foto dapat lebih akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamson, W. A. 1990. *Physical Chemistry of Surfaces fifth edition*. USA: Jhon Willey & Sons.
- Akcay, A., Turkmen, K., DongWon, L. dan Edelstein C. L. 2010. Update on The Diagnosis and Management of Acute Kidney Injury. *International Journal of Nephrology and Renovascullar Disease*. 3: 129 140.
- Alberty, R. A. dan Danniels, F. 1983. *Kimia Fisika Versi S1 Edisi Kelima Jilid 1*. Diterjemahkan oleh N. M. Surdia. Jakarta: Erlangga.
- Al-Qardhawi, Y. 2001. *Islam Agama Ramah Lingkungan*. Diterjemahkan oleh A. Hakam, dkk. Jakarta: Pustaka al-Kautsar.
- Amin, N., Mahmood, R. T., Asad, M. J., Zafar, M. dan Raja, M. 2014. Evaluating Urea and Creatinine Levels in Chronic Renal Failure Pre and Post Dialysis: A Prospective Study. *Journal of Cardiovascular Disease*. Volume 2. Nomor 2.
- Beale, R. N. dan Croft, D. 1961. A sensitive method for colorimetric determination of urea. *J. Clin Path.* 14: 418 424.
- Baghel, A., Sharma, R. D., dan Amlathe, S. 2015. A new optical method for quantitative determination of lead on paper platform and its application for removal from aquoes sample. *Journal Of Chemical and Pharmaceutical Research*. 7(6): 27 36.
- Bernasconi, G. 1995. *Teknologi Kimia*. *Jilid* 2. *Edisi Pertama*. Jakarta: PT. Pradaya Paramita.
- Buhani, Suharsono dan Sumadi. 2009. Production Of Metal Ion Imprinted Polymer From Mercapto-Silica Through Sol-Gel Process as Selective Adsorbent Of Cadmium. *Desalination*. 251: 83 89.
- Castellan, G. M. 1983. *Physical Chemistry* 6th edition. London: Addison Wisley Publishing Co.
- Croof, P. L. dan Hunter, A. 2012. Determination of Fe(II) and total iron in natural waters with 3-(2-pyridyl)-5,6-diphenyl-1,2,4-triazine (PDT). *Analytica Chimica Acta*. Vol. 406: 289 302.
- Effendy. 2010. *Spektroskopi UV/Vis Senyawa Koordinasi*. Malang: Jurusan Kimia, FMIPA UM.

- Effendy. 2011. *Prespektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2.* Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Eggenstein, C., Borchdat, M., Diekmann, C., Grundig, B., Dumschat, C., Camman, K. dkk. 1999. A Disposable Biosensor for Urea Determination in Blood Based on an Ammonium-Sensitive Transduce. *Biosensors & Bioelectronics*. 14: 33 41.
- Fatkhiyah, N. 2013. Analisa Pewarna pada Minuman dengan Menggunakan Kamera Digital. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jember.
- Fatima, I., dan Mishra, S. 2011. Development Of Potentiometric Urea Biosensor For Clinical Purposes. *Indo Global Journal Of Pharmaceutical Science*. 2249 1023.
- Fatmawati, I., Sasangka, P. dan Anna, R. 2013. Optimasi Amobilisasi Urease dari *Schizzosaccharomyces pombe* Menggunakan Matrik Kitosan-Natrium Tripolifosfat. *Kimia Student Journal*. Vol. 2.No. 1: 407 413.
- Fauziyah, B. 2012. Optimasi Parameter Analitik Biosensor Urea Berbasis Immobilisasi Urease dalam Membran Polianilin. Saintis. Vol. 1. No. 1: 65 76.
- Fauziyah, B., dkk. 2015. Penentuan Kondisi Optimmum Analisis Urea Secara Spektrofotometri UV/Vis Menggunakan Variasi Konsentrasi Diasetil Monoksim/Tiosemikarbazida dan Reagen Asam. *Laporan Penelitian*. Malang. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Fitriani, W. 2013. Metode Penentuan Fenilpiruvat pada Urine Menggunakan FeCl₃ yang Diimobilisasi pada Plat Silika Gel. *Skripsi Tidak Dipublikasikan*. Malang: Jurusan Kimia. Fakultas Saintek. Universitas Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hulanicki, A., Stainslaw, Galb dan Folke. 1991. Chemical Sensor Definition and Classification. *Pure and Appl Chem.* Volume 63. No. 9: 1247 1250.
- Ibraheem, N. A., Hasan, M. M., Khan, R, Z., dan Mishra, P. K. 2012. Understanding Color Models: A Review. *ARPN Journal of Science and Technology*. Vol. 2. No. 3: 265 275.
- Jahne, B. 2000. Computer Vision and Applications A Guide for Students & Practitioners. San Diego: Academic Press.
- Kuswandi, B. 2010. Sensor. Jember: Universitas Jember Press.

- Larry, D. B., Junkins, J. F. dan Weand, B. L. 1982. *Process For Water and Wastewater Treatment*. New Jersey: Prentice-Hall Inc.
- Lugosi, R. Y. T. 1972. Reaction of urea with diacetyl monoxime and diacetyl. *Electironic Theses and Dissertations*. Paper 3271.
- Marsh, W. H., Fingeehut, B. dan Kirsch, E. 1965. Determination of Urea Nitrogen with Time Diacetyl Method and Automatic Dialyzing Apparatus. *Am. J. Clin. Path.* 28: 681.
- Martoharsono, S. 2006. *Biokimia Jilid* 2. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Mather, A. dan Dorothy, R. 1968. The Automated Thiosemicarbazide-Diacetyl Monoxime Method for Plasma Urea. *Clinical Chemistry*. 393 397.
- Mulyasuryani, A., Anna, R. dan Are, S. 2010. The Potentiometric Urea Biosensor Using Chitosan Membrane. *Indo. J. Chem.* 10(2): 162 163.
- Nazaruddin. 2010. Biosensor Urea Berbasis Biopolimer Khitin Sebagai Matrik Immobilisasi. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Volume 6. Nomor 1: 41-44
- Oscik, J. 1982. Adsorption Edition Cooper. New York: John Wiley & Sons Inc.
- Plata, M. R., Ana, M. C. dan Angel, R. 2010. State-Of-Art Of (Bio) Chemical Sensor Developments In Analytical Spanish Groups. Sensors. 10: 2511 2576.
- Poedjiadi, A. 1994. Dasar-dasar Biokimia Edisi Revisi. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia
- Rahmatullah, M. dan Boyde, T. R. C. 1980. Improvements in the Determination Of Urea Using Diacetyl Monoxime; Method With and Without Deproteinasation. *Clinical Chimica Acta*. 107: 3 9.
- Ratnam, S dan Anipindi, N. R. 2012. Kinetic and mechanistic studies on the oxidation of hydroxylamine, semicarbazide, and thiosemicarbazide by iron(III) in the presence of triazines. *Transition Met Chem.* 37:453 462.
- Rho, J. H. 1972. Direct Flourometric Determination Of Urea In Urine. *Clinical Chemistry*. Volume 18. Nomor 5.
- Saragih, S. A. 2008. *Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Batubara Riau sebagai Adsorben*. Tesis diterbitkan. Jakarta: FT UI.
- Shanmugam, S, T., Kumar, S. dan Selvarn, K. P. 2010. *Laboratory Handbook On Biochemistry*. New Delhi: PHI Learning Private Limited.

- Sharma, R. D., Baghel, A., dan Amlathe, S. 2013. Analytical Tool For Determination Of Traces Of Cu (II). *Chemical and Process Engineering Research*. Volume 11: 32 34.
- Sharman, V., Jitener M. K. dan Kambadur, M. 2012. Spectrophotometric Determination of Urea in Urine Samples by Using Bizpyrazolone Method. *Proc Indian natn Sci Acad.* 79(1): 51 56.
- Sherwood, L. 2006. Fisiologi Manusia dari Sel ke Sistem Edisi II. Jakarta: EGC
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir al-Mishbah: pesan, kesan dan keserasian al-Qur'an volume 12*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. 2012. *Tafsir Maudhu'i Atas Pelbagai Persoalan Umat*. Bandung: Penerbit Mizan.
- Shihab, M. Q. 2007. *Membumikan al-Qur'an: fungsi dan peran wahyu dalam kehidupan bermasyarakat*. Jakarta: Penerbit Mizan.
- Solihat, U. 2004. *Analisis Kromatografi Tipis Dan Kromatografi Kertas*. Bandung: Dinas Pendidikan Program Analisis Kimia.
- Sugiarti, A. Z. 2008. Pengaruh Jenis Aktivasi Terhadap Kapasitas Adsorpsi Zeolit pada Ion Kromium (IV). Makasar: Kimia FMIPA UNM.
- Sukardjo. 1992. Kimia Koordinasi. Jakarta: PT Renika Cipta.
- Tietz, N.W. 1987. Fundamentals Of Clinical Chemistry, 3rd Edition. Philadelphia: W.B. Saunders Company.
- Tompunu, A. N. dan Kusumanto, RD. 2011. Pengolahan citra digital untuk mendeteksi obyek menggunakan pengolahan warna model normalisasi RGB. Seminar Nasional Teknologi dan Informasi Terapan.
- Wiley, J. dan Sons. 2012. *Chemical Sensors and Biosensors: the Fundamentals and Applications*. United Kingdom: John Wiley & Sons, Ltd.
- Wybenga, D. R., Giorgio, D. J. dan Pileggi, V. J. 1971. Manual and Automated Methods for Urea Nitrogen Measurement in Whole Serum. *Clinical Chemistry*. Volume 14. Nomor 9.
- Zhu, W., Wu, F. C., Zheng, J. dan Lu, C. 2007. The use of 3-(2-pyridyl)-5,6-diphenyl-1,2,4-triazine as a precolumn derivatizing reagent in HPLC determination for Fe(II) in natural samples. *Analytical chemistry*. Vol. 23: 1291 1296.

Lampiran 1 Diagram Alir

1. Preparasi Bahan

1.1 Pembuatan Sampel Simulasi Urea

Urea

- Ditimbang sebanyak 0,3003 gram
- Dilarutkan dengan aquades sampai volume mencapai 50 mL dalam beaker glass
- dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL
- ditambahkan aquades sampai tanda batas
- dihomogenkan

Hasil

1.2 Pembuatan Reagen Diasetil monoksim (DAM)

a) DAM 40 mmol/L

Diasetil monoksim

- Ditimbang diasetil monoksim sebanyak 0,2022 gram
- Dilarutkan dalam 25 mL aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan diasetil monoksim 40 mmol/L

b) DAM 100 mmol/L

Diasetil monoksim

- Ditimbang diasetil monoksim sebanyak 0,5055 gram
- Dilarutkan dalam 25 ml aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan diasetil monoksim 100 mmol/L

c) DAM 160 mmol/L

Diasetil monoksim

- Ditimbang diasetil monoksim sebanyak 0,8088 gram
- Dilarutkan dalam 25 ml aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan diasetil monoksim 160 mmol/L

1.3 Pembuatan Reagen Tiosemikarbazida (TSC)

a) TSC 4 mmol/L

Tiosemikarbazida

- Ditimbang sebanyak 0,0182 gram
- Dilarutkan dalam 25 mL aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan tiosemikarbazida 4 mmol/L

b) TSC 8 mmol/L

Tiosemikarbazida

- Ditimbang sebanyak 0,0364 gram
- Dilarutkan dalam 25 mL aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan tiosemikarbazida 8 mmol/L

c) TSC 16 mmol/L

Tiosemikarbazida

- Ditimbang sebanyak 0,0729 gram
- Dilarutkan dalam 25 mL aquades di beaker glass
- Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL
- Ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan

Larutan tiosemikarbazida 16 mmol/L

1.4 Pembuatan Reagen Asam

Asam Fosfat pekat

- Dipipet 1 mL
- Ditambahkan 6 mL asam sulfat pekat
- Ditambahkan 75 mL aquades
- Didinginkan campuran tersebut dan ditambahkan 0,1 mL larutan FeCl₃
 10%
- Diencerkan larutan dengan aquades di labu takar 100 mL sampai volume mencapai tanda batas dan dihomogenkan

Hasil

1.5 Pembuatan Reagen Identifikasi urea

DAM 100 mmol/L

- Dipipet sebanyak 2,5 mL ke dalam beaker glass 50 mL
- Ditambahkan TSC 8 mmol/L sebanyak 2,5 mL
- Ditambahkan 5 mL reagen asam
- Diaduk sampai bercampur

Hasil

2. Penentuan Teknik Immobilisasi Terbaik

0,5 mL reagen identifikasi urea

- Dimmobilisasikan ke atas plat silika gel ukuran 2 x 2 cm dengan variasi teknik: penotolan; pelapisan; dan penyemprotan
- Dikeringkan plat silika gel yang telah terimmobilisasi reagen identifikasi urea dengan hairdryer
- Ditetesi plat dengan setetes sampel simulasi urea 100 mmol/L dengan pipet tetes
- Dipanaskan plat pada suhu 100 °C selama 30 menit
- Diamati waktu bercak warna mulai terlihat dan kejelasan warna akhir yang terbentuk sehingga diketahui teknik immobilisasi terbaik
- Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

Hasil

3. Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik

0,5 mL reagen identifikasi urea

- Dimmobilisasikan ke atas plat silika gel ukuran 2 x 2 cm dengan teknik immobilisasi terbaik
- Dikeringkan plat silika gel yang telah terimmobilisasi reagen identifikasi urea dengan *hairdryer*
- Ditetesi plat dengan setetes sampel urea buatan 100 mmol/L dengan pipet tetes
- Dipanaskan plat pada variasi suhu 35; 60; dan 100 °C selama 30 menit
- Diamati waktu bercak warna mulai terlihat dan kejelasan warna akhir yang terbentuk sehingga diketahui suhu pemanasan terbaik
- Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

Hasil

4. Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik

0,5 mL reagen identifikasi urea

- Dimmobilisasikan ke atas plat silika gel ukuran 2 x 2 cm dengan variasi teknik immobilisasi terbaik
- Dikeringkan plat silika gel yang telah terimmobilisasi reagen identifikasi urea dengan hairdryer
- Ditetesi plat dengan setetes sampel simulasi ures 100 mmol/L dengan pipet tetes
- Dipanaskan plat pada suhu pemanasan terbaik dengan variasi waktu pemanasan; 10; 20; dan 30 menit
- Diamati waktu bercak warna mulai terlihat dan kejelasan warna akhir yang terbentuk sehingga diketahui waktu pemanasan paling baik untuk mendeteksi urea
- Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

Hasil

5. Penentuan Konsentrasi Optimum Reagen DAM dan TSC

5.1 Penentuan Konsentrasi Optimum DAM

DAM 40 mmol/L

- Dipipet sebanyak 2,5 mL ke dalam beaker glass 50 mL
- Ditambahkan 2,5 mL TSC 8 mmol/L
- Ditambahkan 5 mL reagen asam
- Dicampur

Hasil

- Dipipet sebanyak 0,5 mL
- Diimmobilisasikan ke atas plat silika gel ukuran 2 x 2 cm dengan teknik immobilisasi terbaik
- Dikeringkan dengan hairdryer
- Ditetesi sampel simulasi urea 100 mmol/L
- Didiamkan selama 5 menit
- Dipanaskan pada suhu pemanasan terbaik selama x menit
- Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

Hasil

Keterangan: prosedur yang sama juga dilakukan untuk konsentrasi DAM 100 mmol/L dan 160 mmol/L dengan mengganti komposisi reagen DAM dengan masing-masing konsentrasi tersebut

X menit : waktu pemanasan terbaik

5.1 Penentuan Konsentrasi Optimum TSC

DAM x mmol/L

- Dipipet sebanyak 2,5 mL ke dalam beaker glass 50 mL
- Ditambahkan 2,5 mL TSC 4 mmol/L
- Ditambahkan 5 mL reagen asam
- Dicampur

Hasil

- Dipipet sebanyak 0,5 mL
- Diimmobilisasikan ke atas plat silika gel ukuran 2 x 2 cm dengan teknik immobilisasi terbaik
- Dikeringkan dengan hairdryer
- Ditetesi sampel simulasi urea 100 mmol/L
- Didiamkan selama 5 menit
- Dipanaskan pada suhu pemanasan terbaik selama x menit
- Diulangi prosedur di atas sebanyak tiga kali pengulangan.

Hasil

Keterangan:

Prosedur yang sama juga dilakukan untuk variasi konsentrasi TSC 8 mmol/L dan 16 mmol/L dengan mengganti komposisi reagen TSC sesuai dengan variasi konsentrasi tersebut.

DAM x mmol/L : konsentrasi optimum DAM yang diperoleh

x menit : waktu pemanasan terbaik

Lampiran 2. Perhitungan dan Pembuatan Reagen

1. Pembuatan Urea 100 mmol/L 50 mL

MR Urea = 60.06 gram/mol

 $100 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$

x mmol = 100 mmol x 0.05 L

= 5 mmol = 0,005 mol

 $0,005 \text{ mol} = \frac{\text{berat urea (gram)}}{\text{MP urea}}$

berat urea = 0.005 mol x 60.06 gram/mol

= 0.3003 gram

Larutan urea 100 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan padatan urea sebanyak 0,3003 gram ke dalam 50 mL aquades.

2. Pembuatan Reagen DAM

2.1 Pembuatan Larutan DAM 40 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Diasetil monoksim = 101,10 gram/mol

 $40 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ J}}$

x mmol = 40 mmol/L x 0,05 L

= 2 mmol = 0.002 mol

 $0,002 \text{ mol} = \frac{\text{berat DAM}}{\text{MR DAM}}$

Berat DAM = 0.002 mol x 101.01 gram/mol

=0,2022 gram

Larutan DAM 40 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan padatan DAM 0,2022 gram sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.2 Pembuatan Larutan DAM 100 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Diasetil monoksim = 101,10 gram/mol

$$100 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$$

x mmol = 100 mmol/L x 0.05 L

= 5 mmol = 0,005 mol

 $0,005 \text{ mol} = \frac{\text{berat DAM}}{\text{MR DAM}}$

Berat DAM = 0.005 mol x 101.01 gram/mol

= 0,5055 gram

Larutan DAM 100 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan padatan DAM 0,5055 gram sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.3 Pembuatan Larutan DAM 160 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Diasetil monoksim = 101,10 gram/mol

$$160 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$$

x mmol = 160 $\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \times 0.05 \text{ L}$

= 8 mmol = 0,008 mol

 $0,008 \text{ mol} = \frac{\text{berat DAM}}{\text{MR DAM}}$

Berat DAM = 0.008 mol x 101.01 gram/mol

= 0.8088 gram

Larutan DAM 160 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan padatan DAM 0,8088 gram sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3. Pembuatan Larutan Tiosemikarbazida (TSC)

3.1 Pembuatan Larutan TSC 4 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Thiosemicarbazide (TSC) = 91,13 gram/mol

$$4 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$$

x mmol = 4 mmol/L x 0,05 L

= 0.2 mmol = 0.0002 mol

 $0,0002 \text{ mol} = \frac{\text{berat TSC}}{\text{MR TSC}}$

Berat DAM = 0,0002 mol x 91,13 gram/mol

= 0.0182 gram

Larutan TSC 4 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan 0,0182 gram TSC dalam aquades sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2 Pembuatan Larutan TSC 8 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Thiosemicarbazide (TSC) = 91,13 gram/mol

 $8 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$

x mmol = 8 mmol/L x 0,05 L

= 0.4 mmol = 0.0004 mol

 $0,0004 \text{ mol} = \frac{\text{berat TSC}}{\text{MR TSC}}$

Berat DAM = 0.0004 mol x 91,13 gram/mol

= 0.0364 gram

Larutan TSC 8 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan 0,0364 gram TSC dalam aquades sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.3 Pembuatan Larutan TSC 16 mmol/L sebanyak 50 mL

MR Thiosemicarbazide (TSC) = 91,13 gram/mol

 $16 \text{ mmol/L} = \frac{\text{x mmol}}{0.05 \text{ L}}$

x mmol = 16 mmol/L x 0,05 L

= 0.8 mmol = 0.0008 mol

 $0,0008 \text{ mol} = \frac{\text{berat TSC}}{\text{MR TSC}}$

Berat DAM = 0,0008 mol x 91,13 gram/mol

= 0.0729 gram

Larutan TSC 16 mmol/L sebanyak 50 mL dibuat dengan melarutkan 0,0729 gram TSC dalam aquades sebanyak 25 mL dalam *beaker glass*. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.



Lampiran 3. Hasil Analisis Nilai RGB

Analisis nilai RGB dilakukan dengan aplikasi *image processing tool* yaitu *adobe photoshop CS5* kemudian data yang diperoleh diolah dengan *microsoft excel 2013*

1. Penentuan Teknik Adsorpsi Terbaik

Teknik	Ulangan	Nilai			Mean	Δmean	Rata-rata
adsorpsi	S	R	G	В	RGB	RGB	
Blanko	-	236	239	238	237,6667	-	-
	1	180	163	169	170,6667	67	
Lapis	2	179	161	157	165,6667	72	70,4445
	3	179	159	158	165,3333	72,3334	
	1	181	165	165	170,3333	67,3334	
Semprot	2	182	171	176	176,3333	61,3334	65,7778
	3	184	163	160	169	68,6667	
Totol		170	1 <mark>5</mark> 5	150	158,3333	79,3334	
	2	182	174	172	176	61,6667	72
	3	173	1 <mark>5</mark> 7	158	162,6667	75	

2. Penentuan Suhu Pemanasan Terbaik

Suhu	ulangan	Nilai			Mean	Δmean	
pemanasan (°C)		R	G	В	RGB	RGB	Rata-rata
Blanko		236	239	238	237,6667	-	-
	1	168	163	160	163,6667	74	
35	2	166	154	164	161,3333	76,3334	76,8889
	3	165	156	151	157,3333	80,3334	
	1	171	160	164	165	72,6667	70 7770
60	2	160	155	161	158,6667	79	78,7778
	3	155	154	150	153	84,6667	
	1	150	129	126	135	102,6667	
100	2	155	134	132	140,3333	97,3334	94,5556
	3	162	151	149	154	83,6667	

3. Penentuan Waktu Pemanasan Terbaik

Waktu	Lilongon		Nilai		Mean	Δmean	Rata-rata	
pemanasan	Ulangan	R	G	В	RGB	RGB		
Blanko	-	236	239	238	237,6667	-	-	
	1	185	163	165	171	66,6667		
10	2	189	170	174	177,6667	60	61,8889	
	3	190	171	175	178,6667	59		
	1	184	160	156	166,6667	71	74,5556	
20	2	174	148	147	156,3333	81,3334		
	3	182	157	160	166,3333	71,3334		
30	1	183	153	161	165,6667	72		
	2	180	146	147	157,6667	80	77,1111	
	3	176	147	152	158,3333	79,3334		

4. Penentuan Konsentrasi Optimum DAM

4. Penentuan Konsentrasi Optimum DAM									
Konsentrasi	Ulangan	Nilai		Mean	Δmean	Rata-rata			
(mmol/L)	70 1111 8111	R	G	В	RGB RGB				
Blanko	Y	236	239	238	237,6667	-	-		
	=1	199	1 <mark>9</mark> 7	198	198	39,6667			
	2	206	200	204	203,3333	34,3334			
40	3	166	1 <mark>5</mark> 6	1 <mark>5</mark> 4	158,6667	79	56,4444		
40	4	172	162	1 <mark>6</mark> 1	171	66,667	<i>3</i> 0, 4444		
	5	173	165	1 <mark>6</mark> 3	<mark>1</mark> 77,6667	60			
	6	203	201	204	178,6667	59			
	1	200	196	197	197,6667	40			
	2	172	171	169	170,6667	67			
100	3	163	157	157	159	78,6667	64,8889		
100	4	171	163	161	165	72,6667	04,0007		
	5	179	163	164	168,6667	69			
	6	185	171	171	175,6667	62	1		
	1	176	171	175	174	63,6667			
	2	187	177	172	178,6667	59			
160	3	183	179	180	180,6667	57	69,0556		
100	4	159	161	156	158,6667	79	03,0330		
	5	161	161	158	160	77,6667			
	6	159	159	161	159,6667	78			

5. Penentuan Konsentrasi Optimum TSC

3. Tenentuan Konsentrasi Optimum 18C									
Konsentrasi	Ulangan		Nilai	_	Mean	Δmean	Rata-rata		
(mmol/L)	8	R G		В	RGB	RGB			
Blanko	-	236	239	238	237,6667	-	ı		
	1	204	196	194	198	39,6667			
	2	197	191	193	193,6667	44			
4	3	198	190	188	192	45,6667	57,1667		
4	4	172	159	169	166,6667	71			
	5	175	160	165	166,6667	71			
	6	174	163	161	166	71,6667			
	1	189	180	181	183,3333	54,3334	64,9444		
	2	176	171	175	174	63,6667			
8	3	183	179	180	180,6667	57			
0	4	173	158	161	164	73,6667			
	5	174	164	163	167	70,6667			
	6	175	164	163	167,3333	70,3334			
	1	1 <mark>76</mark>	176	174	175,3333	62,3334			
	2	183	171	175	176,3333	61,6667			
16	3	182	1 <mark>7</mark> 1	175	176	61,6667	62,3889		
10	4	170	158	160	162,6667	75	02,3009		
	5	180	1 <mark>7</mark> 1	15 4	168,3333	69,3334			
	6	196	190	193	1 93	44,6667			

Lampiran 4. Uji Statistik dengan MINITAB 17

MS

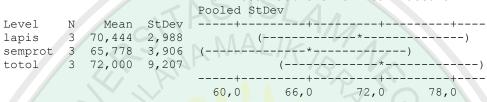
1. Pengaruh teknik immobilisasi

SS

One-way ANOVA: lapis; semprot; total

Factor 2 62,9 31,5 0,87 0,467

```
Error 6 217,9 36,3
Total 8 280,8
S = 6,027 \quad R-Sq = 22,40\% \quad R-Sq(adj) = 0,00\%
Individual 95% CIs For Mean Based on
```



Pooled StDev = 6,027

Source DF

Diketahui F hitung: 0,87

F tabel: 5,14

2. Pengaruh suhu pemanasan

One-way ANOVA: 35; 60; 100

Source DF SS MS F P
Factor 2 564,6 282,3 5,95 0,038
Error 6 284,7 47,4
Total 8 849,3 $S = 6,888 \quad R-Sq = 66,48\% \quad R-Sq(adj) = 55,31\%$

Pooled StDev = 6,89

Diketahui F hitung: 5,95

F tabel: 5,14

3. Pengaruh waktu pemanasan

3.1 Perbedaan pengaruh pemanasan 20 dan 30 menit

Two-Sample T-Test and CI: 20; 30

```
Two-sample T for 20 vs 30
       Mean StDev SE Mean
    N
20 3 74,56 5,87 3,4
30 3 77,11
               4,44
Difference = mu (20) - mu (30)
Estimate for difference: -2,56
95% CI for difference: (-14,36; 9,24)
T-Test of difference = 0 (vs not =): T-Value = -0,60
                                                          P-Value = 0,580 DF
= 4
Both use Pooled StDev = 5,2051
```

4. Pengaruh Konsentrasi DAM

One-way ANOVA: 40; 100; 160

```
SS
Source DF
                            F
                    MS
Factor 2 409,6 204,8 13,01 0,007
Error 6 94,4 15,7
Total 8 504,0
S = 3,968  R-Sq = 81,26%  R-Sq(adj) = 75,01%
```

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev Level N Mean StDev 40 3 61,889 4,168 100 3 67,889 5,419 (-----) (---160 78,222 0,694 56,0 63,0 70,0

Pooled StDev = 3,968

Diketahui F hitung: 13,01 F tabel: 5,14

Pengaruh konsentrasi TSC

One-way ANOVA: 4; 8; 16

```
Source DF
            SS
                 MS
                       F
                6,3 0,43 0,667
      2
         12,7
Factor
      6 87,6 14,6
Error
     8 100,2
Total
S = 3,820 R-Sq = 12,64% R-Sq(adj) = 0,00%
```

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev $\,$

Level	N	Mean	StDev				+
4	3	71,222	0,385	(*)
8	3	71,556	1,836	(*)
16	3	68 , 889	6,345	(*)	
				+			+
				66,5	70,0	73,5	77,0

Pooled StDev = 3,820

Diketahui F hitung: 0,43 F tabel : 5,14



Lampiran 4. Dokumentasi



Hasil immobilisasi secara pelapisan



Hasil immobilisasi secara penotolan



Hasil pemanasan suhu 35 °C



Hasil pemanasan suhu 60 °C







Hasil konsentrasi TSC 4 mmo/L



Hasil konsentrasi TSC 8 mmo/L

