

**VALIDASI METODE UJI ANALISIS ASAM URAT DALAM
URIN DENGAN VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KARBON PENSIL**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



Diajukan oleh:

FILDZAH NURAZMI YANUARESA

No Mahasiswa : 16612105

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

**VALIDASI METODE UJI ANALISIS ASAM URAT DALAM
URIN DENGAN VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN
ELEKTRODA KARBON PENSIL**

SKRIPSI

yang diajukan oleh:

FILDZAH NURAZMI YANUARESA

No Mahasiswa: 16612105

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi Prodi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam
Indonesia

Yogyakarta, 06 Mei 2020

Dosen Penguji

Tanda tangan

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
2. Mai Anugrahwati, S.Si., M.Sc.
3. Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc.

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Fildzah Nurazmi Yanuaresa
NIM : 16612105
Program Studi : Ilmu Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul Validasi Metode Uji Analisis Asam Urat dalam Urin dengan Voltametri Siklik Menggunakan Elektroda Karbon Pensil bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan di dalam skripsi ini. Apabila di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sungguh-sungguhnya dan penuh rasa tanggung jawab.

Yogyakarta, 07 Mei 2020

Yang menyatakan,



Fildzah Nurazmi Yanuaresa

NIM: 16612105

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin, dengan penuh rasa syukur kupersembahkan karya kecil ini untuk orang-orang yang kusayangi:

1. Papah dan Mamah tercinta, motivator terbesar dalam hidupku yang tak pernah lupa dan lelah untuk mengingatkan, memberi semangat, mendo'akan dan menyayangiku, terimakasih atas segala pengorbanan dan kesabaran dalam menghantarkanku sampai sejauh ini.
2. Adikku, Kakek, Nenek, Mbah, Om dan Tante serta keluarga besar tercinta yang selalu menyemangati, mendo'akan dan mendukungku disetiap kesempatan.
3. Hamba Allah, Terjombang, Keluarga ceunah serta teman-teman seperjuanganku di Kimia UII Yogyakarta yang selalu memberi dukungan, saran dan motivasi dikala menghadapi masalah dalam proses pembelajaran selama ini.
4. Terimakasih saya ucapkan kepada Bapak Prof. Riyanto, Ph.D selaku dosen pembimbing yang selama ini telah memberikan ilmunya serta dengan sabar membimbing saya dalam proses penyelesaian skripsi ini. Tanpa beliau, mungkin skripsi ini tidak akan ada.
5. Terimakasih kepada seluruh dosen Kimia FMIPA UII Yogyakarta yang telah membimbing serta memberikan ilmu yang sangat bermanfaat sehingga penulis dapat sampai pada tahap ini.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullaahi Wabarakaatuh

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Validasi Metode Uji Analisis Asam Urat dalam Urin dengan Metode Voltametri Siklik Menggunakan Elektroda Karbon Pensil dengan lancar. Penulisan skripsi ini dibuat dengan tujuan memenuhi salah satu syarat yang harus dipenuhi dalam menyelesaikan Pendidikan Sarjana Sains (S.Si) pada program studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan skripsi ini sepenuhnya tidak terlepas dari bantuan dan bimbingan oleh berbagai pihak. Oleh karena itu, ucapan dan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Allah SWT dan Nabi Muhammad SAW, yang selalu memberikan kasih dan sayang serta petunjuk bagi hamba-Nya.
2. Bapak Prof. Riyanto, M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam serta Dosen Pembimbing Skripsi di Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Prof. Is Fatimah, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Dr. Dwiwarso Rubiyanto, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
5. Seluruh staff dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
6. Semua pihak yang tidak saya sebutkan satu persatu baik secara langsung maupun tidak langsung telah membantu proses penulisan dan penyelesaian skripsi ini.

Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan kalian dan senantiasa melimpahkan rahmatan kasih sayang-Nya kepada kita semua. Atas perhatian dari semua pihak yang telah membantu penyusunan skripsi, penulis mengucapkan banyak teimakasih.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabaraakaatuh

Yogyakarta, 9 Maret 2020

Penulis



Fildzah Nurazmi Yanuaesa



DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN.....	x
INTISARI.....	xii
ABSTRACT.....	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
BAB 3 DASAR TEORI	9
3.1 Asam Urat.....	9
3.2 Voltametri Siklik	11
3.3 Elektrolisis	12
3.4 Elektroda.....	13
3.5 Elektroda Karbon Pensil.....	15
3.6 Elektrolit.....	16
BAB 4 METODOLOGI PENELITIAN.....	18
4.1 Alat dan Bahan	18
4.1.1. Alat.....	18
4.1.2 Bahan	18
4.2 Prosedur Kerja.....	18

4.2.1 Pembuatan Elektroda Kerja dari Karbon Pensil	18
4.2.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M	19
4.2.3 Pembuatan Larutan KCl 0,1 M	19
4.2.4 Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 0,1 M	19
4.2.5 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat	20
4.2.6 Persiapan Instrument	20
4.2.7 Penentuan Jenis Pensil Terbaik	21
4.2.8 Penentuan Elektrolit Optimum	21
4.2.9 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Standar Asam Urat	22
4.2.10 Penentuan Presisi	22
4.2.11 Penentuan Akurasi	23
4.2.12 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi, LOD dan LOQ	23
4.2.13 Karakterisasi Material Karbon Pensil dengan SEM-EDX	23
BAB 5 HASIL DAN PEMBAHASAN	24
5.1 Penentuan Jenis Pensil Terbaik	24
5.2 Penentuan Elektrolit Optimum	26
5.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Standar Asam Urat	30
5.4 Penentuan Presisi Pengukuran	31
5.5 Penentuan Akurasi Pengukuran	36
5.6 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi, Limit Deteksi dan Limit Kuantifikasi	38
5.7 Perbandingan Hasil Analisis Karbon Pensil Sebelum dan Sesudah Digunakan dengan SEM-EDX	39
BAB 6 KESIMPULAN DAN SARAN	43
6.1 Kesimpulan	43
6.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	47

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Asam Urat.	9
Gambar 2. Voltammogram Siklik.....	11
Gambar 3. Elektroda kerja dan pembanding buatan.	14
Gambar 4. Voltammogram siklik pensil dengan elektrolit NaOH 0,1 M dimana (a) 2H (b) 3H dan (c) 3B	25
Gambar 5. Perbandingan elektrolit dengan standar asam urat 0,1 M dimana (a) KCl (b) H ₂ SO ₄ dan (c) NaOH	27
Gambar 6. Voltammogram siklik pengaruh variasi konsentrasi standar asam urat 0,01 M – 0,09 M dalam larutan NaOH 0,1 M.....	31
Gambar 7. Voltammogram siklik dari NaOH 0,1 M, sampel urin dan standar asam urat 0,001 M – 0,005 M sebanyak 7 kali pengulangan.....	33
Gambar 8. Kurva standar adisi serta daerah kerja yang dibuat untuk menentukan konsentrasi asam urat dalam sampel urin.....	35
Gambar 9. Voltammogram siklik hasil analisis akurasi pada sampel urin.	37
Gambar 10. Grafik hubungan antara konsentrasi asam urat (M) dengan arus.....	38
Gambar 11. Morfologi permukaan karbon pensil sebelum analisis (a) sesudah (b) pada perbesaran 3000x dan sebelum (c) sesudah (d) pada perbesaran 350x ..	40

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Perbandingan arus anodik ketiga elektrolit dan standar asam urat	30
Tabel 2. Konsentrasi asam urat dalam sampel urin.....	35
Tabel 3. Densitas arus hasil analisis akurasi dalam sampel urin.....	37
Tabel 4. Densitas arus standar asam urat hasil analisis.....	38
Tabel 5. Data unsur dalam karbon pensil sebelum analisis beserta persentase massanya	41
Tabel 6. Data unsur dalam karbon pensil sesudah analisis beserta persentase massanya	42



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan Elektrolit dan Standar Asam Urat.....	47
Lampiran 2. Penentuan Variasi Konsentrasi Asam Urat.....	49
Lampiran 3. Penentuan Presisi	50
Lampiran 4. Voltammogram dan Kurva Standar Adisi Penentuan Presisi	51
Lampiran 5. Arus Presisi	58
Lampiran 6. Perhitungan Presisi.....	60
Lampiran 7. Perhitungan Akurasi.....	61
Lampiran 8. Perhitungan Linieritas, LOD dan LOQ.....	62
Lampiran 9. Gambar Hasil Morfologi Permukaan Karbon Pensil dengan SEM	63
Lampiran 10. Data Hasil SEM-EDX dari Karbon Pensil Sebelum dan Sesudah Digunakan sebagai Elektroda Kerja	65

VALIDASI METODE UJI ANALISIS ASAM URAT DALAM URIN DENGAN VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA KARBON PENSIL

INTISARI

Fildzah Nurazmi Yanuaresa

NIM: 16612105

Telah dilakukan penelitian terkait penentuan kadar asam urat dalam urin manusia dengan metode voltametri siklik menggunakan karbon pensil sebagai elektroda kerjanya. Karbon merupakan bahan yang umum digunakan sebagai elektroda karena sifatnya yang inert. Selain itu, produk karbon berupa pensil banyak ditemukan di sekitar dengan harga yang terjangkau. Voltammogram siklik yang dihasilkan dari analisis digunakan untuk menentukan karakteristik puncak asam urat. Penelitian ini juga bertujuan untuk melihat kelayakan metode uji yang digunakan berdasarkan parameter yang ada meliputi presisi, akurasi, linieritas, limit deteksi (LOD) dan limit kuantifikasi (LOQ). Penentuan kadar asam urat dalam urin dilakukan dengan menguji sampel urin dan standar asam urat dalam elektrolit NaOH 0,1 M. Hasil penelitian menunjukkan nilai koefisien korelasi dari analisis menggunakan elektroda karbon pensil adalah sebesar $R^2 = 0,996$. Presisi pengukuran didapatkan sebesar 7,3344%, akurasi sebesar 75,99% dengan limit deteksi sebesar 1,56 mg/dL serta limit kuantifikasi sebesar 5,96 mg/dL. Kadar asam urat dalam urin yang diperoleh dari hasil analisis sebesar 0,0328 mg/dL.

Kata kunci: Asam Urat, Karbon Pensil, Elektroda Kerja.

VALIDATION OF URIC ACID TEST ANALYSIS METHOD IN URINE WITH CYCLIC VOLTAMETRY USING PENCIL CARBON ELECTRODES

ABSTRACT

Fildzah Nurazmi Yanuaresa

NIM: 16612105

The determination of uric acid levels in human urine using the cyclic voltammetry method using carbon pencils as the working electrode has been done. Carbon is a material commonly used as an electrode because of its inert nature. Besides, carbon products in the form of pencils are found around at affordable prices. The cyclic voltammogram generated from the analysis was used to determine the characteristics of the uric acid peak. This study also aims to see the feasibility of the test methods used based on existing parameters including precision, accuracy, linearity, limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ). Determination of uric acid levels in urine was done by testing urine samples and uric acid standards in 0.1 M NaOH electrolytes. The results showed the correlation coefficient value from the analysis using pencil carbon electrodes was $R^2 = 0.996$. Precision measurements were obtained at 7.3344%, accuracy at 75.99% with a detection limit of 1.76 mg/dL and a quantification limit of 5.88 mg/dL. Uric acid levels in urine obtained from the analysis of 0.0328 mg/dL.

Keywords: Gout, Pencil Carbon, Working Electrode.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.4 Latar Belakang

Semakin pesatnya perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi berbanding lurus dengan perubahan pola hidup masyarakat. Hal itu menyebabkan munculnya berbagai penyakit degeneratif yang dapat membahayakan kesehatan. Penyakit degeneratif tersebut dapat disebabkan oleh suatu pola hidup yang tidak dijaga. Salah satu contoh penyakit degeneratif yang paling sering kita dengar adalah penyakit asam urat. Penyakit asam urat atau dikenal sebagai *gout arthritis* merupakan suatu penyakit yang diakibatkan karena penimbunan kristal monosodium urat di dalam tubuh. Asam urat merupakan asam yang terbentuk dari hasil metabolisme akhir purin, dimana purin adalah salah satu komponen asam nukleat yang terdapat dalam inti sel tubuh. Peningkatan kadar asam urat dapat mengakibatkan berbagai macam gangguan pada tubuh manusia seperti perasaan nyeri di daerah persendian. Bahan pangan yang memiliki kandungan purin tinggi dapat meningkatkan kadar asam urat dalam darah antara 0,5 – 0,75 g/mL purin yang dikonsumsi. Mengonsumsi makan-makanan yang memiliki kandungan lemak atau minyak tinggi seperti santan, mentega, margarin, makanan yang digoreng dan juga pada buah-buahan berlemak tinggi seperti alpukat dan durian sangat berpengaruh terhadap pengeluaran asam urat (Krisnatuti, 2007).

Jumlah penderita penyakit asam urat di Indonesia terus meningkat seiring dengan berjalannya waktu. Berdasarkan data dari Kemenkes pada tahun 2013, penderita asam urat di Indonesia yang didiagnosis oleh tenaga kesehatan yaitu sebesar 11,9%, berdasarkan diagnosis gejala sebesar 24,7% dan berdasarkan diagnosis daerah, jumlah penderita asam urat tertinggi terletak di Nusa Tenggara Timur dengan persentase 33,1%, kemudian diikuti oleh Jawa Barat sebesar 32,1% dan Bali sebesar 30%. Penyakit asam urat yang tidak hanya diderita oleh lansia, namun juga mulai banyak penderita penyakit asam urat di umur yang produktif. Hal itu tentunya dapat menyebabkan penurunan produktivitas kerja sehingga penting dilakukannya tindakan pencegahan. Faktor lain perlu dilakukannya tindakan

pencegahan yaitu karena asam urat sangat erat hubungannya dengan proses metabolisme yang terjadi dalam tubuh manusia. Apabila proses metabolisme tersebut terganggu tentunya akan menimbulkan dampak negatif lainnya pada tubuh. Pencegahan ini dapat dilakukan dengan berbagai macam cara antara lain dengan menjaga dan mengatur pola hidup sehat serta rutin melakukan *check up* untuk mendeteksi kadar asam urat dalam tubuh. Deteksi kadar asam urat yang umum dilakukan adalah menguji sampel urin atau darah dari penderita. (Kemenkes, 2013).

Pemeriksaan kadar asam urat dalam urin dan serum manusia yang umum dilakukan adalah menggunakan metode kolorimetrik yang didasarkan pada reduksi *phospho-tungstic acid* oleh asam urat untuk menghasilkan warna tungsten biru, metode high performance liquid chromatography (HPLC) (Nasrul, 2012). Metode spektrofotometri (Norazmi, 2017), kromatografi, tetapi metode ini terlalu kompleks dan memakan banyak waktu (Zuo, 2015), dan dapat juga menggunakan pendekatan enzim dengan enzim uricase. Deteksi kadar asam urat dalam urin dengan metode pendekatan enzim memang memiliki selektivitas yang tinggi hanya saja mengeluarkan banyak biaya selain itu enzim dapat cepat rusak sehingga memerlukan kondisi penyimpanan tertentu. Sekarang ini terdapat suatu metode yang banyak menarik perhatian yaitu metode elektrokimia atau lebih tepatnya menggunakan metode voltametri siklik. Metode voltametri siklik ini mulai banyak diperhatikan karena memiliki sensitivitas yang tinggi, cepat, tidak mengeluarkan banyak biaya, mudah untuk dimodifikasi dan tidak memerlukan preparasi sampel (Riyanto, 2019).

Dalam voltametri siklik terdapat tiga elektroda yang digunakan yaitu elektroda kerja, elektroda rujukan dan elektroda bantu. Elektroda kerja yang umum digunakan dalam suatu analisis dengan metode voltametri siklik adalah emas (Au), platina (Pt), perak (Ag), Nikel (Ni) dan karbon (C). Elektroda kerja yang digunakan sangat berpengaruh terhadap hasil analisis karena elektroda kerja merupakan tempat dimana reaksi kimia yaitu reaksi oksidasi terjadi. Oleh karena itu, sangat penting untuk diperhatikan material yang akan digunakan sebagai elektroda dalam analisis dengan metode voltametri siklik (Hutapea, 2015). Diantara elektroda yang disebutkan, karbon merupakan salah satu jenis bahan yang dapat dijadikan sebagai

elektroda karena harganya yang murah, mudah didapatkan serta karbon tidak akan ikut bereaksi dengan senyawa yang dianalisis karena sifatnya yang inert (Ridaningtyas, 2013). Selain itu, elektroda berbasis karbon memiliki rentang potensial yang luas, arus latar rendah dan cocok digunakan untuk bermacam-macam sensor (Wang, 2007).

Berdasarkan latar belakang diatas, penulis berencana melakukan penelitian untuk mengetahui respon dari karbon pensil dalam analisis asam urat secara voltametri siklik dengan harapan untuk mendapatkan suatu alternatif yang mampu menggantikan peran enzim dalam deteksi kadar asam urat namun tidak memakan banyak biaya, mudah didapatkan dan digunakan serta memiliki selektivitas dan sensitivitas yang baik untuk penentuan kadar asam urat dalam urin.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut maka rumusan masalah yang dapat disusun adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh elektrolit untuk penentuan kadar asam urat dalam urin dengan metode siklik voltametri menggunakan elektroda karbon pensil?
2. Bagaimana pengaruh penggunaan variasi konsentrasi larutan standar asam urat dalam penentuan kadar asam urat secara voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil?
3. Berapa nilai regresi linier, limit deteksi, presisi dan akurasi yang dihasilkan dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil dalam penentuan kadar asam urat?
4. Berapa kadar asam urat dalam urin dari hasil uji dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang tersebut maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan elektrolit optimum yang digunakan dalam penentuan kadar asam urat dalam urin dengan metode siklik voltametri menggunakan elektroda karbon pensil.

2. Mengetahui pengaruh penggunaan variasi konsentrasi dari larutan standar asam urat dalam penentuan kadar asam urat secara voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil.
3. Menentukan nilai regresi linier, limit deteksi, presisi dan akurasi yang dihasilkan dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil untuk penentuan kadar asam urat dalam urin.
4. Mengetahui kadar asam urat dalam urin hasil uji dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui penggunaan serta kerja dari voltametri siklik yang dapat digunakan untuk analisis asam urat dalam urin manusia.
2. Mengetahui validasi metode uji dari voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil dalam penentuan kadar asam urat pada urin.
3. Menambah wawasan tentang material baru yang dapat digunakan sebagai elektroda kerja dengan harga yang murah namun memiliki kinerja bagus dalam analisis dengan metode voltametri siklik.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

Asam urat adalah suatu senyawa yang merupakan hasil metabolisme akhir dari purin. Kadar asam urat diatas batas normal dapat menyebabkan berbagai macam gangguan kesehatan pada tubuh manusia. Oleh karena itu, asam urat dalam urin harus dengan cepat dideteksi. Xinying (2013) mengenalkan suatu metode penentuan asam urat berbasis elektroda karbon kaca yang dimodifikasi dengan grafen. Penelitian dilakukan dalam larutan buffer fosfat pH 4 untuk analisis asam urat, asam askorbat dan norepinefrin dimana ketiga campuran senyawa tersebut di uji dengan elektroda karbon kaca tanpa modifikasi dan yang telah dimodifikasi dengan grafen secara voltametri siklik. Analisis dengan elektroda karbon kaca tanpa modifikasi, tidak dapat menangkap sinyal dari aktifitas ketiga senyawa tersebut pada permukaan elektroda sedangkan saat menggunakan elektroda karbon kaca yang dimodifikasi dengan grafen menunjukkan aktifitas elektrokatalitik yang baik terhadap oksidasi elektrokimia ketiga senyawa tersebut. Hasil penelitiannya menunjukkan nilai yang memuaskan dengan % RSD sebesar 1,9 % serta *recovery* sebesar 103%.

Menurut Norazmi (2018), senyawa asam urat dapat dideteksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis karena asam urat berada pada daerah panjang gelombang UV-Vis. Asam urat terdeteksi dengan UV-Vis pada Panjang gelombang 292 nm. Absorpsi maksimum puncak gelombang pada 294,46 nm. Melalui analisis dengan spektrofotometer ini mampu menemukan konsentrasi asam urat saat ini dan dapat mengamati serapan gelombang UV dari asam urat. Hasil penelitiannya juga mengatakan bahwa dengan empat konsentrasi asam urat berbeda yang digunakan dapat menunjukkan bahwa keempat konsentrasi tersebut menyerap sinar UV pada puncak gelombang yang konstan. Selain itu, metode ini simple dan tidak memerlukan struktur yang rumit selama proses deteksi sehingga cocok untuk digunakan dalam bidang kesehatan karena proses deteksi yang cepat.

Penentuan kadar asam urat dalam urin telah banyak dilakukan dengan berbagai macam metode seperti voltametri. Pada penelitian oleh Khasanah (2012) dilakukan

pengembangan metode voltametri lucutan (*stripping voltamery*) untuk analisis asam urat dengan melapisi elektoda menggunakan polimer cetakan molekul menghasilkan linieritas kurva kalibrasi R^2 sebesar 0,9919 pada rentang konsentrasi $6,0 \times 10^{-9} \text{ M} - 3,0 \times 10^{-8} \text{ M}$. Sensitivitas yang dihasilkan sebesar $0,5 \mu\text{A/nM/cm}^2$ dengan presisi yang dihasilkan sebesar 7,59 – 12,78% dan batas deteksi sebesar $4,1 \times 10^{-9} \text{ M}$. Recovery metode yang dihasilkan dapat mencapai 99,6 % ($n=3$). Dalam voltametri siklik, elektroda kerja yang digunakan tidak hanya karbon melainkan dapat juga menggunakan elektroda berbasis nikel seperti yang dilakukan oleh Rofida (2016) yaitu menggunakan nikel sebagai elektroda kerjanya pada penentuan kadar asam urat dalam urin sedangkan untuk elektroda referensi menggunakan KCl jenuh dan kawat Pt sebagai elektroda pembanding. Hasil penelitian tersebut didapatkan nilai R^2 sebesar 0,998, nilai LOD sebesar 0,59 mg/dL, LOQ sebesar 1,98 mg/dL, recovery sebesar 100,95% dan konsentrasi asam urat dalam urin 2,4025 mg/dL.

Bahan elektroda lain yang dimodifikasi juga telah dilakukan sebelumnya oleh Kang (2001) dalam penentuan kadar asam urat secara elektrokimia dengan voltametri namun menggunakan elektroda berbasis *activated glassy carbon* yang menunjukkan hasil memuaskan pada selektivitas dan sensitivitasnya. Keunggulan dalam penggunaan metode yakni tidak memerlukan preparasi sampel asam urat karena metode yang digunakan ialah elektroanalisis. Nilai koefisien korelasinya sebesar 0,999. Limit deteksi yang dihasilkan sekitar 9 nM terlebih elektroda *activated glassy carbon* ini mudah untuk diperbaharui dalam larutan asam sulfat.

Sakomoto (2011) melakukan penelitian tentang deteksi asam urat menggunakan elektroda karbon yang dimodifikasi tembaga. Dalam metode ini didasarkan pada reaksi yang spesifik antara Cu (II) dan asam askorbat. Saat asam askorbat teroksidasi oleh ion tembaga, asam askorbat tersebut akan secara selektif menjadi molekul yang tidak aktif sehingga metode ini dapat mendeteksi asam urat tanpa adanya keberadaan asam askorbat. Sensitivitas dari konsentrasi asam urat yang didapatkan berada pada rentang diatas 1 sampai 8 mg/dL. Selektivitas yang dihasilkan juga menunjukkan hasil yang memuaskan walaupun tidak menggunakan

enzim yang mana berarti sensor ini mampu disimpan dalam jangka panjang serta elektrodanya mudah dimodifikasi.

Analisis kadar asam urat dapat dilakukan secara potensiometri seperti yang dilakukan oleh Khasanah (2016) dengan mengembangkan elektroda pasta karbon termodifikasi *molecularly imprinted polymer* (MIP) sebagai suatu sensor potensiometri untuk analisis kadar asam urat. Larutan asam urat ini diukur pada pH optimum yaitu pada pH 5. MIP yang digunakan terbuat dari monomer metil metakrilat dimana dengan menggunakan monomer metal metakrilat ini dapat meningkatkan kerja dari elektroda pasta karbon yang digunakan untuk analisis asam urat secara potensiometri. Hasil penelitian didapat koefisien variasi sebesar 1,36% – 2,03 %, akurasi sebesar 63,9% – 166,0%, batas deteksi sebesar $3,03 \times 10^{-6}$. Elektroda yang digunakan memiliki waktu respon kurang dari dua menit dan ketahanannya selama delapan minggu dengan 104 kali pemakaian.

Analisis kadar asam urat yang telah banyak dilakukan yaitu menggunakan metode spektrofotometri. Setiap metode yang digunakan tentunya akan menghasilkan hasil yang berbeda karena setiap metode memiliki keunggulan serta kekurangannya masing-masing. Seperti yang dilakukan oleh Pertiwi (2016) terkait perbedaan dalam analisis kadar asam urat dengan dua metode berbeda yaitu spektrofotometri dan *Point of Care Testing* (POCT). Berdasarkan hasil penelitian, pengukuran kadar asam urat menggunakan spektrofotometer diperoleh nilai rata-rata kadar asam urat sebesar 6,7 mg/dL sedangkan hasil pengukuran menggunakan metode *Point of Care Testing* (POCT) didapatkan nilai rata-rata kadar asam urat sebesar 5,2 mg/dL. Hasil dari kedua metode yang digunakan terdapat perbedaan yang signifikan pada analisis kadar asam urat yaitu nilai p.value yang dihasilkan sebesar 0,0000, nilai ($p < 0,05$). Metode lain dalam deteksi asam urat dalam tubuh juga dapat dilakukan yaitu dengan teknologi voltametri HMDE. Menurut Boangmanalu (2018) *Hanging Drop Mercury Electrode* (HMDE) merupakan salah satu metode yang sedang dikembangkan karena kemampuan dan potensinya dalam analisis asam urat. Deteksi kadar asam urat dalam darah atau urin menggunakan metode voltametri dengan *Hanging Mercury Drop Electrode* (HMDE) ini sangat

efektif dan sensitif karena mampu membaca kadar asam urat dalam tubuh meskipun dalam jumlah yang sedikit.

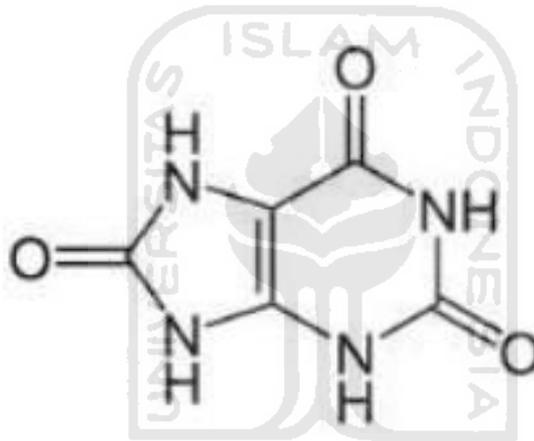


BAB 3

DASAR TEORI

3.1 Asam Urat

Asam urat atau *uric acid* adalah suatu senyawa turunan purina yang merupakan hasil akhir metabolisme purin dengan rumus kimia $C_5H_4N_4O_3$. Senyawa asam urat ini terdiri dari komponen karbon, hidrogen, nitrogen dan oksigen. Nama kimia untuk asam urat ini adalah 2,6,8-trioksimurin. Asam urat akan membentuk ion urat dua kali lebih banyak pada pH alkali kuat dibandingkan dengan pH asam (Dianati, 2015).



Gambar 1. Struktur Kimia Asam Urat (Dianati, 2015).

Asam urat sendiri adalah suatu zat yang dihasilkan dari metabolisme purin dalam tubuh. Asam urat ini biasanya akan dikeluarkan oleh ginjal melalui urin dalam kondisi yang normal. Tetapi pada kondisi tertentu, ginjal tidak mampu mengeluarkan asam urat dalam jumlah seimbang sehingga akan menyebabkan kelebihan asam urat dalam darah. Kelebihan suatu zat asam urat yang secara terus menerus akan mengakibatkan terjadinya penimbunan dan penumpukan pada persendian di tempat lain termasuk di dalam ginjal itu sendiri dalam bentuk kristal-kristal (Safitri, 2012).

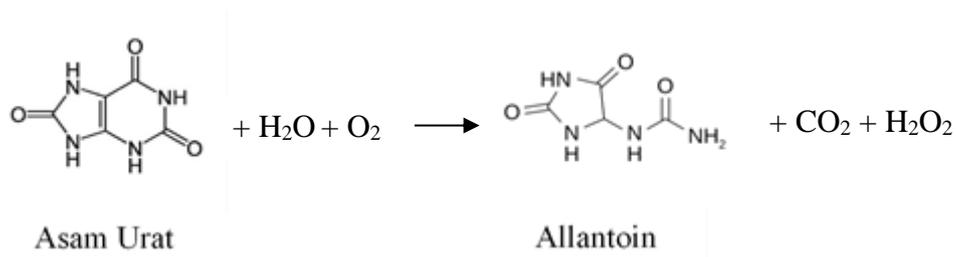
Senyawa asam urat memiliki fungsi sebagai antioksidan dalam tubuh yang berguna untuk regenerasi sel. Saat tubuh kekurangan antioksidan mengakibatkan banyak oksidan dan radikal bebas yang akan membunuh sel-sel dalam tubuh. Hal

tersebut yang akan mengakibatkan kulit kita menjadi tidak sehat dan mudah kusam sedangkan satu-satunya mamalia yang tidak dapat memproduksi antioksidan sendiri ialah manusia. Oleh karena itu, pentingnya mendapatkan asupan antioksidan dari luar tubuh. Contoh mudah dari antioksidan yaitu vitamin C dan vitamin E. Kedua vitamin tersebut memiliki fungsi yang sama yaitu bekerja untuk menangkal radikal bebas di kulit yang berasal dari luar tubuh. Semakin banyak radikal bebas yang masuk dalam tubuh akan menyebabkan semakin banyaknya senyawa asam urat dalam tubuh sehingga kelebihan asam urat tersebut nantinya akan menimbulkan penyakit gout atau yang biasa disebut sebagai penyakit asam urat (Joewono, 2011).

Asam urat pada kadar normal dapat berfungsi sebagai antioksidan alami bagi tubuh. Asam urat dalam tubuh dapat diketahui melalui pemeriksaan kadar asam urat serum. Kadar asam urat normal pada pria berkisar antara 3,0 – 7,0 mg/dL sedangkan kadar asam urat normal pada wanita antara 2,4 – 6,0 mg/dL. Kadar asam urat dalam darah yang berlebih dapat menjadi indikator adanya suatu penyakit. Keadaan disaat kadar asam urat dalam darah berlebih dapat disebut sebagai hiperurismia. Hiperurisemia ini tidak langsung menjadi asam urat tetapi apabila kondisi hiperurisemia terjadi secara terus-menerus maka dapat menimbulkan penyakit asam urat (Syamsiyah, 2017).

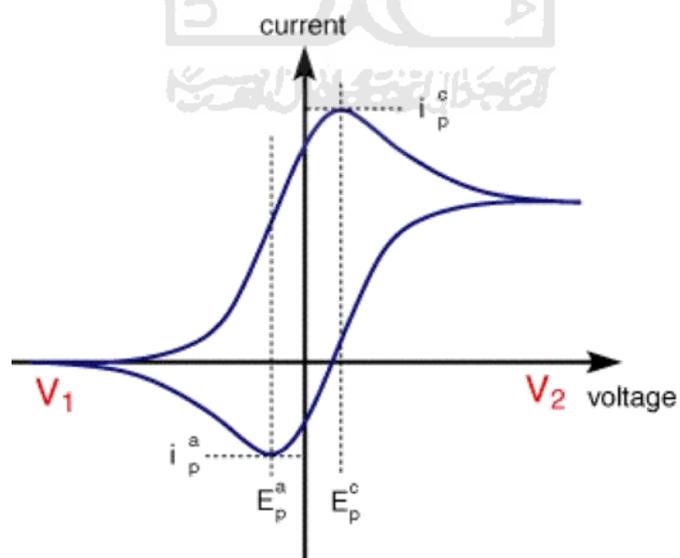
Asam urat dapat disebabkan karena dua faktor, yaitu faktor primer dan faktor sekunder. Faktor primer berkaitan dengan kondisi tubuh dari penderita sedangkan untuk faktor sekunder terkait dengan asupan makanan dan faktor dari luar lainnya. Faktor primer yang menyebabkan penyakit asam urat ini dapat berasal dari potensi genetik yang artinya bersifat turunan, kemudian dapat pula disebabkan karena ketidakseimbangan hormon dan proses pengeluaran asam urat yang terganggu di ginjal. Sedangkan faktor sekunder penyakit asam urat dapat berasal dari banyaknya konsumsi makanan dengan kandungan purin yang tinggi, alkohol dan obat-obatan kimia (Safitri, 2012).

Secara umum, asam urat elektroaktif dapat dioksidasi secara irreversible dalam suatu larutan dimana produk utamanya adalah allantoin (Kang, 2017). Reaksi oksidasi asam urat adalah sebagai berikut:



3.2 Voltametri Siklik

Voltametri siklik merupakan suatu teknik yang digunakan untuk memperoleh informasi yang berkaitan dengan reaksi elektrokimia dari voltamogram yang dihasilkan. Scan potensial yang melawan densitas arus dengan berbagai kecepatan scan akan menghasilkan voltammogram siklik. Voltammogram siklik menghasilkan nilai dari parameter-parameter penting seperti potensial puncak anoda (E_{pa}), potensial puncak katoda (E_{pc}), puncak arus anoda (i_{pa}), puncak arus katoda (i_{pc}), potensial setengah katoda ($E_{p/2}$) dan potensial setengah gelombang ($E_{1/2}$) (Riyanto, 2013).



Gambar 2. Voltammogram Siklik

Berdasarkan suatu voltammogram yang dihasilkan pada voltametri siklik, terdapat tiga sistem yang paling sering ditemukan antara lain adalah sistem dapat berbalik (*reversible system*). Pada sistem ini umumnya ditunjukkan ketika puncak oksidasi dan puncak reduksi muncul dengan nilai potensial yang tidak berbeda jauh dan bahkan sama. Sistem kedua yaitu sistem kuasi dapat berbalik (*quasi reversible system*). Voltammogram yang ditunjukkan pada sistem ini yaitu voltammogram dimana puncak reduksinya bergerak pada potensial negatif sedangkan puncak oksidasi bergerak pada potensial positif. Hal tersebut menyebabkan rentang yang berjauhan antara potensial puncak oksidasi dengan potensial puncak reduksi. Sistem yang ketiga yaitu sistem tidak dapat berbalik (*irreversible system*). Pada sistem ini, voltammogram biasanya menunjukkan tidak terdapat puncak reduksi karena adanya proses perpindahan elektron yang terjadi dengan cepat sehingga sistem ini belum sempat mengalami reduksi namun elektron dari senyawa tersebut telah berpindah (Riyanto, 2013).

Menurut reaksi reduksi-oksidasi $O + ze \longrightarrow R$, potensial elektroda dapat ditunjukkan oleh persamaan sebagai berikut:

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

Dimana E° merupakan potensial tetap system dapat berbalik (*reversible system*), konsentrasi spesies yang mengalami oksidasi dan reduksi ditunjukkan oleh C_o dan C_R . Saat arus yang mengalir di sel elektrolisis dan keseimbangan diantara muka elektroda-larutan terganggu, seterusnya potensial akan dinaikkan dan konsentrasi spesies elektroaktif dari permukaan elektroda dikontrol dalam nilai yang baru maka kecepatan perpindahan spesies elektroaktif diantara permukaan elektroda menjadi tetap (Riyanto, 2013).

3.3 Elektolisis

Elektrolisis merupakan proses berlangsungnya reaksi kimia yang disebabkan oleh aliran listrik ketika dilewatkan pada larutan ionik atau larutan elektrolit sehingga mengakibatkan terjadinya perubahan kimia. Serangkaian alat elektrolisis dapat disebut dengan sel elektrolisis (Brady, 1993).

Dua buah elektoda yang terhubung dengan rangkaian listrik dari luar kemudian dimasukkan dalam suatu larutan elektrolit, akan menyebabkan arus yang mengalir melalui larutan elektrolit tersebut jika sumber energi atau baterainya diletakkan pada rangkaian luar. Arus yang dialirkan tersebut akan menimbulkan suatu reaksi yang disebut reaksi oksidasi-reduksi, dimana reaksi oksida terjadi pada anoda yang disebabkan adanya transfer elektron dari spesies yang tereduksi kepada elektoda. Sedangkan pada katoda terjadi reaksi oksidasi dengan adanya transfer electron dari elektroda menuju spesies teroksidasi (Khopkar, 2010).

Arus listrik yang berasal dari luar rangkaian akan digunakan sebagai penggerak reaksi kimia non-spontan dalam elektrolisis. Analisa kuantitatif dari elektrolisis dikembangkan oleh Faraday dimana ia mengamati bahwa massa produk yang terbentuk pada suatu elektroda berbanding lurus dengan jumlah arus listrik yang ditransfer dari elektroda tersebut dan massa molar yang terkait (Chang, 2005).

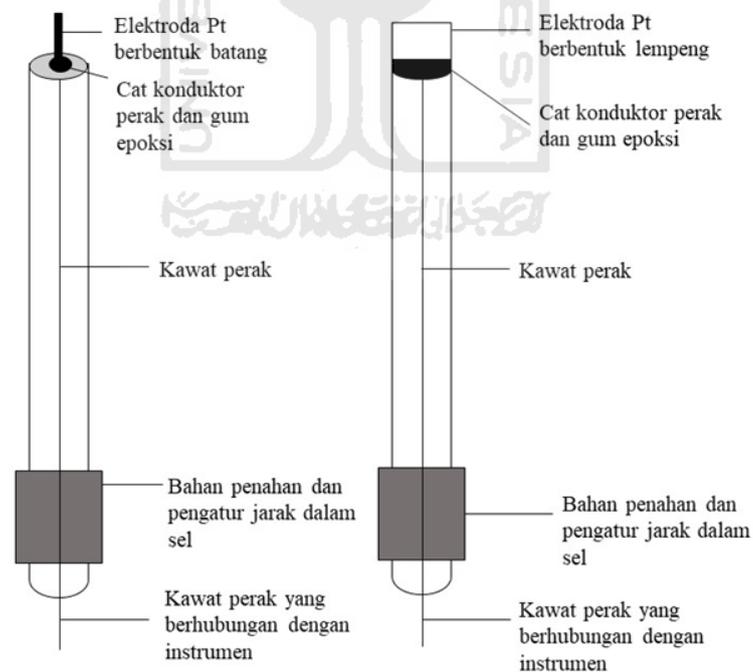
3.4 Elektroda

Analisis secara elektrokimia khususnya dengan voltametri siklik, tidak jauh hubungannya dengan suatu elektroda yang digunakan. Elektroda merupakan suatu media penghantar yang dapat mengumpulkan atau mengendalikan aliran partikel-partikel bermuatan baik itu di dalam cairan, gas ataupun semikonduktor. Elektroda ini dapat dalam berbagai macam bentuk seperti batang, kawat maupun lempengan (Mulyono, 2006).

Suatu analisis yang dilakukan secara elektrokimia khususnya menggunakan teknik voltametri, terdapat tiga jenis elektroda yang biasa digunakan antara lain adalah elektroda kerja (*working electrode/WE*), elektroda pembanding (*reference electrode/RE*) dan elektroda bantu (*counter electrode/CE*). Elektroda kerja sendiri berfungsi sebagai tempat untuk terjadinya reaksi kimia, dimana reaksi kimia disini merupakan reaksi reduksi dan oksidasi (redoks). Elektroda kerja yang biasa digunakan dalam suatu analisis dengan teknik voltametri adalah *glassy carbon* (C), emas (Au), platinum (Pt), dan perak (Ag). Pemilihan elektroda kerja yang akan digunakan sangat penting meliputi tiga hal yaitu morfologi permukaan, jenis bahan dan juga desain dari elektroda kerja yang akan digunakan. Elektroda rujukan

merupakan elektroda yang sudah diketahui nilai potensial reduksinya. Elektroda rujukan ini prinsipnya harus mengetahui nilai potensial yang ada dengan cara mengukur potensial pada elektroda kerja. Pada analisis voltametri siklik, elektroda Ag/AgCl adalah elektroda yang paling umum digunakan sebagai elektroda rujukan namun elektroda Ag/AgCl ini mudah rusak apabila dalam keadaan kering. Oleh karena itu, biasanya elektroda rujukan ini diatasi dengan cara disimpan dalam 3 M NaCl apabila sedang tidak digunakan sehingga selalu dalam keadaan basah. Elektroda rujukan ini harus rutin diperiksa serta diganti larutan dalam bejana dengan 3 M NaCl secara berkala agar selalu dalam keadaan basah. Sedangkan elektroda bantu merupakan elektroda yang bekerja melewatkan semua arus yang dibutuhkan untuk menyeimbangkan arus yang terdapat di elektroda kerja (Riyanto, 2013).

Kereaktifan dari suatu elektroda bergantung pada jenis bahan, morfologi permukaan serta perawatan elektroda. Elektroda yang akan digunakan dalam suatu



Gambar 3. Elektroda kerja dan pembanding buatan (Riyanto, 2013).

analisis elektrokimia harus memiliki sifat-sifat seperti kestabilan, konduktivitas dan katalis elektrokimia yang tinggi (Weinberg, 1983). Terdapat beberapa alasan yang

dinyatakan oleh (Couper, 1990) dalam pemilihan bahan yang akan dijadikan sebagai elektroda antara lain adalah sebagai berikut:

1. Kestabilan fisik, maksudnya adalah bahan elektroda yang akan digunakan harus memiliki kekuatan mekanik yang cukup, tidak mudah terkorosi oleh elektrolit, komponen bahan reaksi, hasil oksidasi secara elektrokimia serta tidak mudah pecah.
2. Bentuk fisik dari suatu bahan elektroda harus sesuai dengan desain sel elektrolisis, mudah dipasang, mudah diganti dalam pergantian berbagai perubahan elektroda dan mudah dihubungkan dengan sumber listrik.
3. Bahan elektroda harus mendukung reaksi yang diinginkan dan bersifat katalisis elektrokimia serta harus mendukung perubahan kimia yang diinginkan (kecepatan reaksi kimia tinggi seta potensial rendah) tidak berlangsungnya semua reaksi kimia yang tidak diinginkan (Riyanto,2013).

3.5 Elektroda Karbon Pensil

Material karbon ada dalam bentuk alotrop yang berbeda dan karbon memainkan peran yang sangat penting dalam kehidupan saat ini. Karbon merupakan suatu unsur yang paling pertama ditemukan oleh manusia dan sudah digunakan sejak zaman purbakala. Bersamaan dengan penemuan sejarah manusia yang tiada henti, tidak hanya ditemukan grafit dan berlian yang merupakan alotrop karbon namun juga banyak jenis produk karbon yang telah diproduksi. Berbagai jenis bahan karbon bahkan sudah ada sejak abad ke-20. Sejak sejarah dimana elektroda grafit diaplikasikan untuk produksi elektrokimia dari logam alkali, material karbon telah luas digunakan baik itu pada industri maupun analisis elektrokimia. Perkembangan pesat aplikasi material karbon pada elektrokimia dikarenakan sifatnya yang menarik perhatian para pengguna material karbon, dimana karbon tersedia dalam berbagai alotrop, ikatan kovalen yang kuat dalam material karbon, stabilitas termal dan elektrokimia yang baik dan kemungkinan banyaknya mikrostruktur karbon dari berbagai kekerasan, biaya dan reaktivitas. (McCreery, 2008).

Komponen penyusun karbon pensil biasanya terdiri dari grafit dengan persentase sekitar 65%, tanah liat (*clay*) sekitar 35% dan sisanya adalah bahan tambahan seperti resin, lilin atau polimer. Berdasarkan *European Letter Scale*, pensil karbon ditandai dengan huruf H yang artinya adalah *hardness* (kekerasan) dan B yang artinya *blackness* (Kehitaman) dari pensil tersebut. Angka yang biasanya terdapat didepannya itu menunjukkan tingkatan kekerasan atau kehitaman dari pensil karbon tersebut mulai dari 9H (paling keras) sampai 8B (paling lunak). Tipe B pada karbon pensil menandakan komponen penyusunnya lebih banyak terdiri dari grafitnya dan juga lebih lunak sedangkan tipe H lebih banyak *clay* atau tanah liat sedangkan untuk tipe HB tersusun atas grafit dan *clay* dengan komposisi yang seimbang. Pensil karbon grafit ini mulai digunakan sebagai elektroda kerja karena harganya yang murah, mudah digunakan dan praktis serta tidak memakan banyak waktu untuk membersihkan permukaan elektroda. Ketersediaan dari pensil karbon dimana dapat dibeli di toko-toko sekitar dengan harga yang murah sehingga memungkinkan pensil karbon ini dijadikan sebagai bahan elektroda kerja sekali pakai. Kelebihan lainnya dari elektroda karbon pensil ini yaitu hanya memerlukan sedikit waktu analisis serta memungkinkan dalam menentukan konsentrasi yang kecil dalam volume sampel yang sedikit (David, 2017).

3.6 Elektrolit

Suatu analisis elektrokimia mempunyai komponen penting salah satunya adalah elektrolit. Elektrolit merupakan suatu senyawa yang lelehan atau larutannya dalam air dapat menghantarkan arus listrik sedangkan apabila lelehan atau larutannya tidak dapat menghantarkan arus listrik, maka disebut sebagai senyawa non-elektrolit. Senyawa elektrolit meliputi berbagai macam senyawa seperti asam, basa dan juga garam. Elektrolit mengandung moleku-molekul positif (kation) dan molekul negative (anion) sehingga dapat menghantarkan arus listrik dengan baik. Elektrolit yang digunakan dalam suatu analisis elektrokimia dengan menggunakan voltametri siklik sangat berpengaruh terhadap hasil uji (Keenan, 1984).

Terdapat syarat yang harus diperhatikan dalam pemilihan bahan sebagai elektrolit yang akan digunakan dalam analisis elektrokimia yaitu elektrolit tersebut

tidak mudah mengalami oksidasi atau reduksi, memiliki sifat konduktor yang baik serta tidak mudah bereaksi. Dalam beberapa penelitian, KOH dan NaOH merupakan larutan basa yang paling sering digunakan sebagai larutan elektrolit. Penggunaan larutan alkali sebagai elektrolit dalam suatu sintesis secara elektrokimia memiliki beberapa kelebihan yaitu bahan tersebut jika dijadikan sebagai elektrolit tidak berbahaya, memiliki sifat konduktor yang baik serta elektroda yang digunakan tidak mudah terkorosi apabila elektrolit yang digunakan adalah larutan beralkali (Riyanto, 2013).



BAB 4

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah seperangkat alat voltametri siklik (Metrohm), instrument SEM-EDX, gelas beker 50 mL (Herma), gelas beker 25 mL (herma), Labu ukur 25 mL (Herma), Labu 50 100 mL (Herma), Labu ukur 100 mL (Herma), kaca arloji, pipet tetes, spatula, sendok sungu, pipet ukur 20 mL (Pyrex), pipet ukur 10 mL (Pyrex), pipet ukur 5 mL (Pyrex), pengaduk kaca.

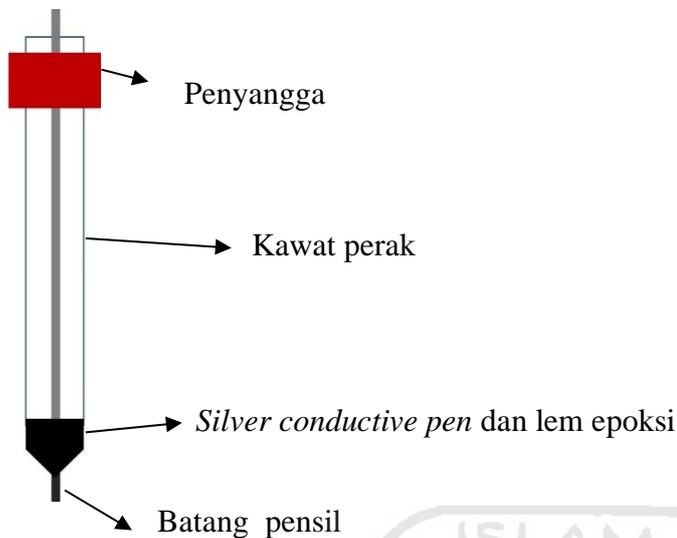
4.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah pensil 2H, 2B, 3H dan 3B, kawat perak (Ag) dari pengrajin logam, epoksi, *silver conductive pen*, NaOH padatan (Merck), KCl padatan (Merck), asam sulfat pekat (H₂SO₄), akuades, serbuk asam urat, sampel urin yang diperoleh dari urin penulis.

4.2 Prosedur Kerja

4.2.1 Pembuatan Elektroda Kerja dari Karbon Pensil

Pipet tetes yang akan dimanfaatkan sebagai pipa kaca dibersihkan. Kawat perak sepanjang 18 cm dimasukkan ke dalam pipa kaca sehingga keluar disebelah ujungnya kira-kira 1 cm untuk dihubungkan dengan rangkaian listrik luar. Digunakan selotif sebagai penyangga agar elektroda tidak jatuh. Cat konduktor perak (*silver conductives paint*) digunakan untuk menghubungkan kawat perak dengan batang karbon pensil 2B berukuran 0,5 cm dengan diameter 0,5 mm dan cat konduktor dibiarkan kering selama 3 jam. Setelah kering, kawat perak dan karbon pensil yang terlapsi oleh cat konduktor perak ditutupi dengan lem epoksi lalu dibiarkan selama 1 hari untuk memastikan benar-benar kering dan elektroda kerja karbon pensil siap digunakan. Dilakukan proses yang sama untuk membuat elektroda kerja karbon pensil dengan jenis pensil 2H, 3B dan 3H pada panjang dan diameter yang sama.



4.2.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,1 gram menggunakan kaca arloji kemudian dipindahkan ke dalam gelas beker berukuran 25 mL. Selanjutnya padatan NaOH tersebut dilarutkan dengan akuades dan diaduk hingga homogen. Larutan NaOH kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL. Setelah itu diencerkan larutan NaOH dengan akuades hingga tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.3 Pembuatan Larutan KCl 0,1 M

Padatan KCl ditimbang sebanyak 0,186 gram menggunakan kaca arloji kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 25 mL. Padatan KCl kemudian dilarutkan dengan akuades dan diaduk hingga homogen lalu dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan larutan dengan akuades hingga tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.4 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,1 M

H₂SO₄ p.a dipipet sebanyak 0,138 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur berukuran 25 mL. Diencerkan dengan menggunakan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

4.2.5 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat

4.2.5.1 Pembuatan Larutan Induk Asam Urat 0,1 M

Serbuk asam urat ($C_5H_4N_4O_3$) ditimbang sebanyak 1,68 gram menggunakan kaca arloji. Lalu dipanaskan 100 mL larutan NaOH 0,1 M diatas *hotplate* sambil distirer. Kemudian serbuk asam urat dimasukkan sedikit demi sedikit hingga larut. Setelah itu didinginkan dan dimasukkan dalam gelas kaca hitam.

4.2.5.2 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,01 M

Larutan induk asam urat 0,1 M diambil sebanyak 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.5.3 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,02 M

Larutan induk asam urat 0,1 M diambil sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.5.4 Pembuatan larutan Standar Asam Urat 0,03 M

Larutan induk asam urat 0,1 M diambil sebanyak 7,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.5.5 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,04 M

Larutan induk asam urat 0,1 M diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.5.6 Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,05 M

Larutan induk asam urat 0,1 M diambil sebanyak 12,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan digojok hingga homogen.

4.2.6 Persiapan Instrument

Icon diagnosa pada komputer diklik sehingga akan muncul gambar *dummy cell*. *Dummy cell* dihubungkan dengan kabel CV sesuai dengan gambar yang terdapat dalam diagnosa. Lalu diklik *start* untuk mengukur kesiapan alat. Sel dan elektroda

yang akan digunakan dibersihkan dengan akuades dan dikeringkan dengan tisu sampai bersih dan kering. Elektroda kerja (WE) karbon pensil yang akan digunakan dipasang disisi kiri, elektroda pembanding (CE) yaitu kawat Pt dipasang disisi kanan, serta elektroda rujukan (RE) yaitu Ag/AgCl dipasang ditengah dan ketiga elektroda tersebut dihubungkan dengan kabel yang sesuai

4.2.7 Penentuan Jenis Pensil Terbaik

Sel dan elektroda dibersihkan dengan menggunakan akuades lalu dikeringkan dengan tisu hingga bersih. Elektroda kerja yang berupa karbon pensil 2H dipasang disisi kanan, elektroda Pt dipasang disisi kiri serta elektroda rujukan (Ag/AgCl) dipasang ditengah dan ketiga elektroda tersebut disambungkan dengan kabel yang sesuai. Larutan elektrolit NaOH 0,1 M dipipet sebanyak 5 mL dan akuades 20 mL dimasukkan ke dalam sel elektrolisis. Dilakukan pengujian menggunakan voltametri siklik dengan kecepatan scan 100 mV/s. Jika sudah selesai, larutan tadi dibuang dalam wadah limbah yang telah disediakan, lalu sel dan elektroda dibersihkan dengan akuades dan di keringkan dengan tisu hingga bersih. Langkah yang sama dilakukan pada elektroda karbon pensil lain yaitu 3H dan 3B dengan larutan elektrolit NaOH 0,1 M. Hasil voltammogram dari tiap jenis pensil dengan elektrolit dibandingkan untuk melihat jenis pensil yang menghasilkan voltammogram paling baik.

4.2.8 Penentuan Elektrolit Optimum

Sel dan elektroda dibersihkan dengan menggunakan akuades lalu dikeringkan dengan tisu hingga bersih. Kemudian elektroda kerja karbon pensil dipasang disisi kanan, elektroda Pt dipasang disisi kiri serta elektroda rujukan (Ag/AgCl) dipasang ditengah dan ketiga elektroda disambungkan dengan kabel yang sesuai.

Langkah selanjutnya 5 mL KCl 0,1 dan 20 mL akuades dipipet dimasukkan ke dalam sel elektrokimia. Setelah itu dilakukan scan atau pengujian menggunakan instrument voltametri siklik. Jika pengujian selesai, larutan tadi dibuang dalam wadah limbah yang telah disediakan lalu sel dan elektroda dibersihkan dengan akuades dan di keringkan dengan tisu hingga bersih. Langkah berikutnya yaitu 5 mL KCl 0,1 M dan 20 mL larutan standar asam urat 0,1 M dipipet lalu dimasukkan

dalam sel elektrokimia. Scan dengan kecepatan 100 mV/s dan jika sudah larutan dibuang serta sel dan elektroda dibersihkan kembali dengan akuades lalu dikeringkan dengan tisu. Langkah di atas diulangi pada masing-masing elektrolit yaitu H_2SO_4 0,1 M dan NaOH 0,1 M. Voltamogram yang dihasilkan dibandingkan dari variasi akuades dan standar asam urat kemudian ditentukan elektrolit yang paling sesuai.

4.2.9 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan Standar Asam Urat

Sel dan elektroda dibersihkan dengan menggunakan akuades lalu dikeringkan dengan tisu hingga bersih. Kemudian elektroda kerja karbon pensil dipasang disisi kanan, elektroda Pt dipasang disisi kiri serta elektroda rujukan (Ag/AgCl) dipasang ditengah dan ketiga elektroda disambungkan dengan kabel yang sesuai. 5 mL elektrolit optimum 0,1 M dan 5 mL standar asam urat 0,01 M dipipet lalu dimasukkan ke dalam sel elektrokimia. Scan pada dengan kecepatan 100 mV/s. Cara yang sama dilakukan pada konsentrasi standar asam urat 0,03 M, 0,05 M, 0,07 M dan 0,09 M. Scan dengan kecepatan 100 mV/s pada setiap konsentrasi larutan standar asam urat. Voltammogram yang dihasilkan dipelajari untuk menentukan pengaruh variasi konsentrasi larutan standar asam urat.

4.2.10 Penentuan Presisi

Sel dan elektroda dibersihkan dengan menggunakan akuades lalu dikeringkan dengan tisu hingga bersih. Kemudian elektroda kerja karbon pensil dipasang disisi kanan, elektroda Pt dipasang disisi kiri serta elektroda rujukan (Ag/AgCl) dipasang ditengah dan ketiga elektroda disambungkan dengan kabel yang sesuai. 5 mL elektrolit optimum 0,1 M, 5 mL sampel urin dan 15 ml akuades dimasukkan ke dalam sel elektrokimia (sebagai standar asam urat 0 M). Scan pada kecepatan 100 mV/s. Setelah itu ditambahkan secara berurutan sebanyak 1 mL larutan standar asam urat 0,026 M (sebagai 0,001 M), 0,054 M (sebagai 0,002 M), 0,084 M (sebagai 0,003 M), 0,116 M (sebagai 0,004 M), 0,15 M (sebagai 0,005 M) ke dalam sel elektrokimia dan diuji dengan kecepatan scan 100 mV/s pada setiap penambahan larutan standar asam urat. Metode di atas dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan.

4.2.11 Penentuan Akurasi

Sel dan elektroda dibersihkan dengan menggunakan akuades lalu dikeringkan dengan tisu hingga bersih. Kemudian elektroda kerja karbon pensil dipasang disisi kanan, elektroda Pt dipasang disisi kiri serta elektroda rujukan (Ag/AgCl) dipasang ditengah dan ketiga elektroda disambungkan dengan kabel yang sesuai. Larutan elektrolit optimum 0,1 M diambil sebanyak 5 mL ditambahkan 5 mL sampel urin dan 15 mL larutan standar asam urat 0,1 M kemudian dianalisis pada kecepatan scan 100 mV/s sebagai C1. Sampel urin sebanyak 5 mL dipipet ke dalam sel elektrokimia ditambahkan dengan 5 mL larutan elektrolit optimum 0,1 M dan 15 mL akuades kemudian dianalisis sebagai C2. Akuades sebanyak 5 mL ditambahkan dengan 5 mL larutan elektrolit optimum 0,1 M dan 15 mL larutan standar asam urat 0,1 M dimasukkan ke dalam sel elektrokimia kemudian dianalisis sebagai C3. Data yang diperoleh dilakukan perhitungan menggunakan rumus akurasi:

$$\text{Rumus Akurasi} = \frac{(C1-C2)}{C3} \times 100 \%$$

4.2.12 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi, LOD dan LOQ

Penentuan linieritas kurva kalibrasi, LOD dan LOQ digunakan data hasil pengukuran variasi konsentrasi larutan standar asam urat 0,01 M – 0,05 M dengan menggunakan larutan elektrolit optimum 0,1 M pada kecepatan scan 100 mV/s. Hasil data tersebut kemudian dibuat kurva kalibrasi sehingga akan diketahui nilai persamaan $y=ax+b$ dan nilai R^2 .

4.2.13 Karakterisasi Material Karbon Pensil dengan SEM-EDX

Sampel berupa karbon pensil sebelum digunakan analisis yang telah dibentuk menjadi serbuk diletakkan dan ditempel di atas SEM *specimen holder* dengan menggunakan *carbon double tipe*. Ruang sampel dipastikan dalam keadaan vakum dan dilakukan uji. Karakterisasi material karbon pensil setelah digunakan analisis juga diuji dengan SEM-EDX seperti cara di atas.

BAB 5

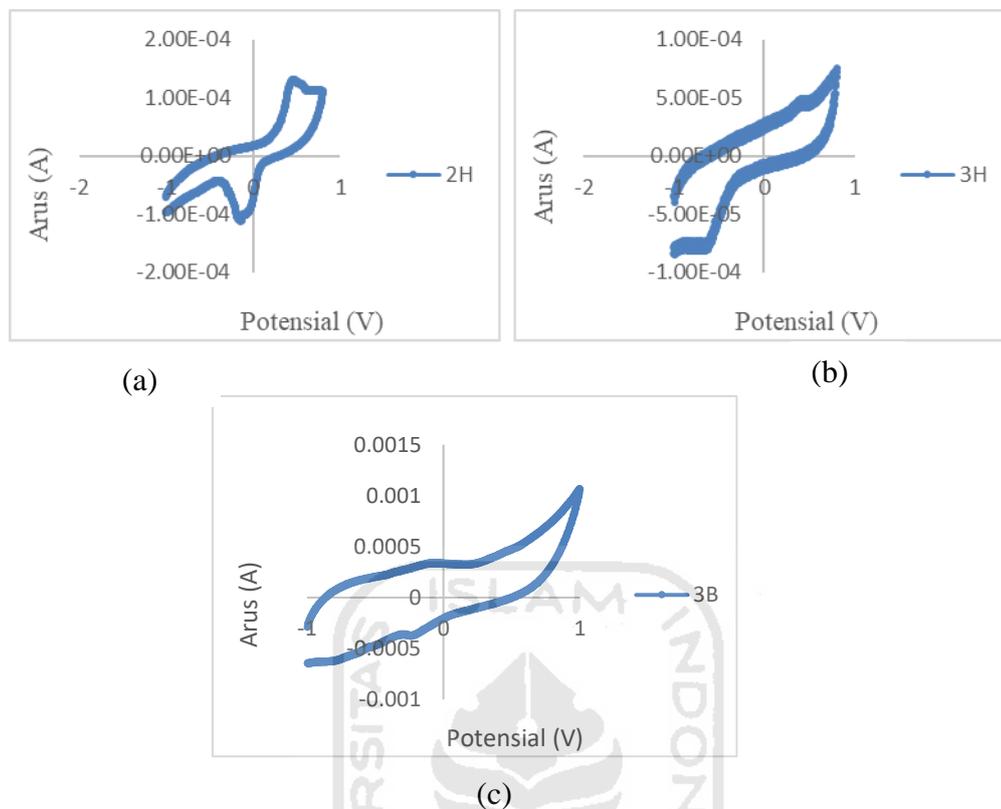
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian terkait studi voltametri siklik asam urat dalam urin manusia dengan menggunakan elektroda kerja berupa batang karbon pensil ini bertujuan untuk mengetahui kelayakan metode tersebut dalam penentuan kadar asam urat dengan melihat berbagai macam parameter yang ada seperti linieritas kurva kalibrasi, batas limit deteksi dan kuantifikasi, presisi serta akurasi. Parameter-parameter tersebut akan dijadikan sebagai acuan untuk melihat metode yang digunakan dalam penelitian ini baik atau tidak pada penentuan kadar asam urat dalam urin. Penelitian ini juga bertujuan untuk melihat respon dari karbon pensil yang dijadikan sebagai elektroda kerja terhadap berbagai macam pengaruh dari parameter seperti variasi elektrolit yang digunakan dan variasi konsentrasi asam urat. Kadar asam urat dalam urin akan didapatkan dari penelitian ini sebagai hasil akhir melalui analisis langsung terhadap sampel urin manusia.

5.1 Penentuan Jenis Pensil Terbaik

Karbon merupakan salah satu material yang sangat cocok dijadikan sebagai elektroda dalam analisis elektrokimia. Hal tersebut dikarenakan sifat karbon yang inert, maksudnya adalah karbon tidak akan ikut bereaksi baik sebagai katoda ataupun anoda sehingga yang akan mengalami reaksi reduksi-oksidasi pada sel elektrolisis adalah elektrolit dan atau air sebagai pelarut (Riyanto, 2013). Material karbon dalam hal ini yang dipilih sebagai elektroda kerja yaitu pensil dikarenakan karbon pensil mudah ditemukan di sekitar dan juga harganya yang murah. Variasi jenis pensil yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah 2H, 3H dan 3B.

Tahap pertama dalam penentuan jenis pensil terbaik dilakukan dengan menguji elektrolit NaOH 0,1 M pada masing-masing jenis pensil yang telah disiapkan menggunakan voltametri siklik. Hasil voltammogram yang dihasilkan dari tiap pengujian jenis pensil dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Voltammogram siklik pensil dengan elektrolit NaOH 0,1 M dimana (a) 2H (b) 3H dan (c) 3B

Gambar 4 (a) menunjukkan voltammogram siklik yang dihasilkan dari pengujian elektrolit NaOH 0,1 M dengan pensil 2H terbentuk puncak arus anodik pada potensial 0,480 V dengan arus sebesar $1,287 \times 10^{-4}$ A sedangkan puncak arus katodik terbaca pada potensial -0,146 V dengan arus sebesar -0,112 A. Gambar 4 (b) merupakan hasil voltammogram siklik dari pengujian elektrolit NaOH 0,1 M menggunakan pensil tipe 3H. Hasil voltammogram menunjukkan adanya puncak arus anodik pada potensial 0,421 V dengan arus sebesar $4,75 \times 10^{-5}$ A dan puncak arus katodik pada potensial -0,624 V dengan arus sebesar $8,03 \times 10^{-5}$ A.

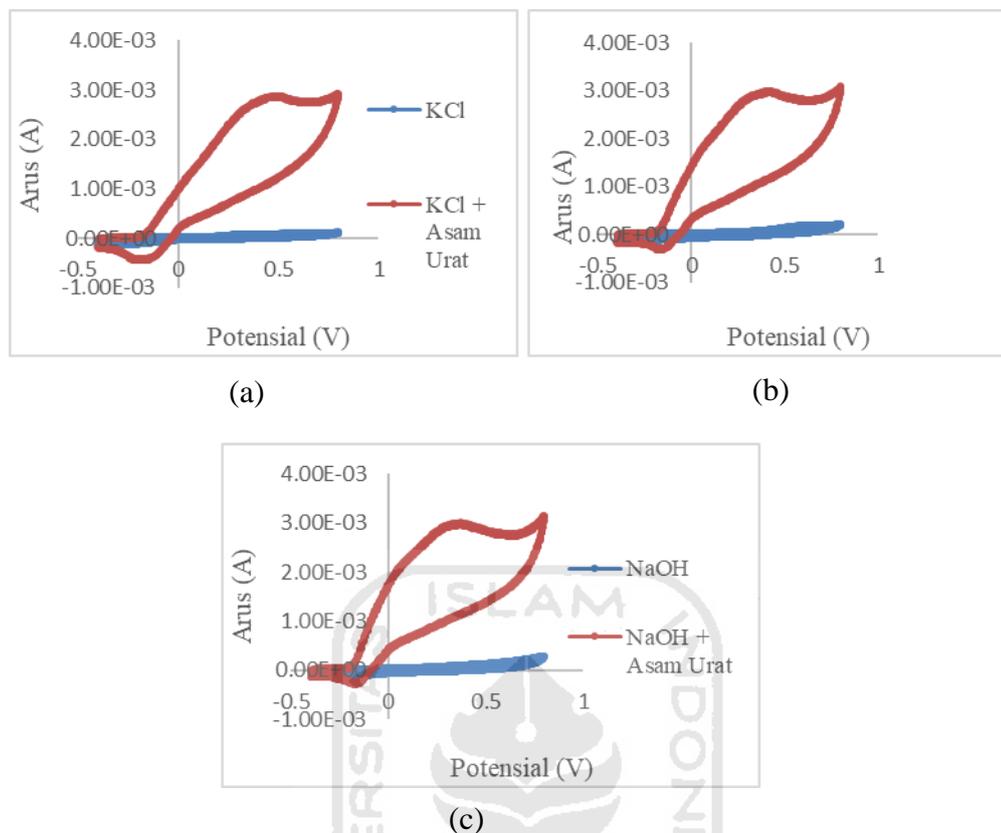
Gambar 4 (c) merupakan voltammogram siklik dari elektrolit NaOH 0,1 M dengan pensil 3B yang menunjukkan tidak ada sinyal yang terbaca terhadap pensil 3B dengan tidak terbentuknya puncak arus anodik maupun katodik. Pensil jenis B disini dimaksudkan dengan 'Blackness' yang artinya kehitaman dikarenakan komposisi penyusul pensil tersebut lebih dominan grafit dibandingkan tanah liatnya sehingga pensil tipe B ini biasanya lebih halus dibandingkan tipe H. Tipe H sendiri

menunjukkan '*Hardness*' atau kekerasan dimana tanah liat lebih dominan sebagai komponen penyusun dibandingkan dengan grafit. Berdasarkan voltammogram siklik yang dihasilkan pada Gambar 4, diantara pensil 2H, 3H dan 3B, 3B merupakan satu-satunya jenis pensil yang tidak menunjukkan adanya aktifitas senyawa yang terjadi di permukaan elektroda karbon pensil. Hal tersebut dibuktikan dengan tidak terbentuknya puncak oksidasi sehingga apabila pensil 3B digunakan sebagai elektroda untuk analisis asam urat nantinya tidak akan mengganggu proses terjadinya reaksi oksidasi dan reduksi asam urat di permukaan elektroda. Berdasarkan hasil voltammogram siklik yang dihasilkan tersebut, pensil 3B dipilih sebagai elektroda kerja untuk analisis selanjutnya.

5.2 Penentuan Elektrolit Optimum

Elektrolit merupakan salah satu komponen penting dalam analisis elektrokimia secara voltametri siklik. Penentuan elektrolit optimum dilakukan dengan cara membandingkan puncak arus dari ketiga elektrolit pilihan yaitu KCl, H₂SO₄ dan NaOH. Elektrolit yang menghasilkan puncak arus paling tinggi akan dipilih sebagai elektrolit optimum yang nantinya digunakan dalam analisis pada tahap selanjutnya.

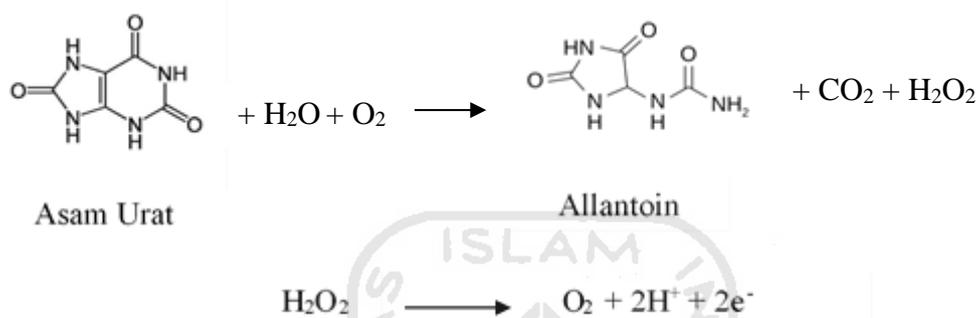
Penentuan elektrolit optimum dimulai dengan menguji elektrolit KCl 0,1 M dengan blanko dan KCl 0,1 M dengan standar asam urat pada kecepatan scan 100 mV/s kemudian selanjutnya dilakukan tahap yang sama pada elektrolit H₂SO₄ dan NaOH. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui bahwa puncak oksidasi yang terbaca adalah benar puncak milik asam urat yang memberikan respon berbeda dari blanko. Hasil analisis elektrolit KCl, H₂SO₄ dan NaOH dengan standar asam urat dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Perbandingan elektrolit dengan standar asam urat 0,1 M dimana (a) KCl (b) H_2SO_4 dan (c) NaOH

Gambar 5(a) dapat dilihat perbandingan antara hasil voltammogram siklik dari KCl dan blanko dengan KCl yang sudah ditambahkan standar asam urat. Gambar 5a menunjukkan hasil voltammogram KCl sebelum ditambahkan dengan standar asam urat tidak terjadi adanya puncak arus anodik sedangkan setelah adanya penambahan standar asam urat terjadi kenaikan puncak arus anodik yang signifikan pada potensial 0,494 V dengan arus sebesar $2,872 \times 10^{-3}$ A. Puncak arus katodik juga mengalami kenaikan pada KCl yang ditambahkan asam urat dari arus $-1,244 \times 10^{-4}$ menjadi arus $-4,128 \times 10^{-4}$ A. Puncak arus anodik yang terbaca merupakan puncak arus oksidasi dari asam urat yang terjadi pada potensial 0,494 V. Hal tersebut dibuktikan dengan terjadinya kenaikan arus setelah KCl ditambahkan dengan standar asam urat. Beberapa penelitian mengatakan bahwa puncak oksidasi asam urat akan terbaca pada potensial 0,3 V – 0,6 V dengan elektroda padat (Strochkova, 1997). Puncak katodik yang terbentuk dalam voltammogram

kemungkinan adalah puncak reduksi dari oksigen (O_2) membentuk hidrogen peroksida (H_2O_2) yang menghasilkan elektron sehingga elektron yang dihasilkan tersebut akan ditangkap oleh elektroda kerja dan akan dilanjutkan menuju elektroda *counter* sehingga akan terukur besar arus yang dihasilkan. Reaksi oksidasi asam urat yang terjadi pada puncak arus anodik serta reaksi reduksi oksigen yang terjadi pada puncak arus katodik adalah sebagai berikut:



Tahap selanjutnya adalah pengujian elektrolit H_2SO_4 dengan akuades sebagai blanko dan H_2SO_4 yang ditambahkan standar asam urat. Hasil voltammogram siklik dapat dilihat pada Gambar 5(b). Gambar 5(b) dapat dilihat bahwa elektrolit H_2SO_4 tanpa penambahan asam urat terbentuk puncak arus anodik yang sangat kecil sebesar $1,805 \times 10^{-4}$ A sedangkan saat elektrolit H_2SO_4 telah ditambahkan dengan standar asam urat terjadi kenaikan puncak anodik yang signifikan dengan arus yang terbaca sebesar $2,928 \times 10^{-3}$ A. Hal tersebut membuktikan bahwa puncak anodik yang terbaca adalah benar puncak milik asam urat dilihat dengan adanya perbedaan saat elektrolit H_2SO_4 ditambahkan asam urat. Terbentuknya puncak anodik pada blanko di elektrolit H_2SO_4 dibandingkan dengan elektrolit sebelumnya yaitu KCl dimungkinkan karena H_2SO_4 merupakan asam dimana banyak terdapat H^+ dalam larutan dan mungkin melebihi kondisi larutan elektrolit yang dibutuhkan oleh asam urat untuk melakukan oksidasi sehingga banyak ion H^+ yang terserap di permukaan elektroda dan menghasilkan arus. Puncak arus anodik yang terbentuk merupakan puncak oksidasi asam urat dengan reaksi sebagai berikut:

Asam urat akan teroksidasi membentuk allantoin dan CO_2 sedangkan H_2O_2 sebagai hasil reduksi dari oksigen akan menghasilkan elektron yang akan ditangkap oleh elektroda kerja dan dilanjutkan menuju elektroda *counter* untuk kemudian diukur arus yang terbaca. Oleh karena itu, puncak arus katodik yang terbentuk pada voltammogram di setiap pengujian ketiga elektrolit pada potensial di sekitar -0,1 V dimungkinkan merupakan puncak reduksi dari oksigen (O_2) yang menghasilkan H_2O_2 dalam larutan yang dianalisis. Perbandingan densitas arus yang dihasilkan dari setiap pengujian elektrolit dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan arus anodik ketiga elektrolit dan standar asam urat 0,1 M

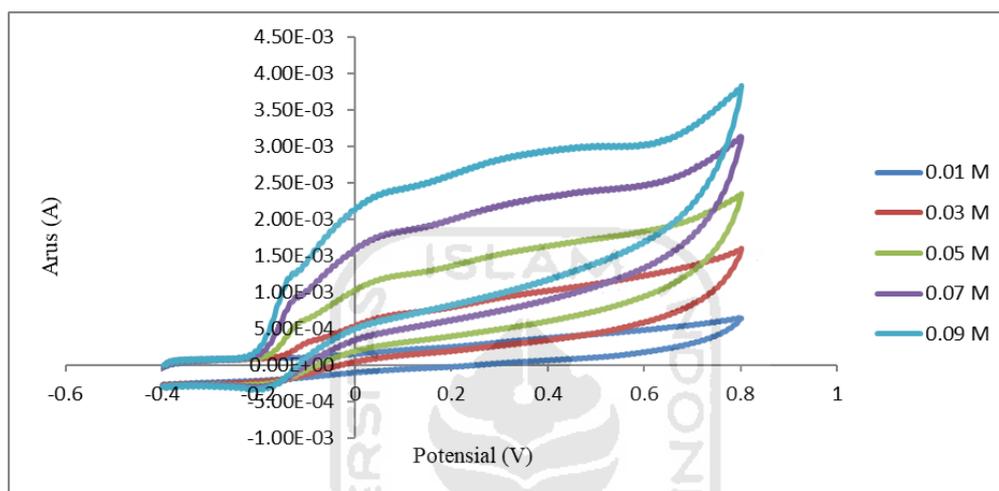
No.	Elektrolit + Standar	Arus (A)
1	KCl + Asam Urat	$2,872 \times 10^{-3}$
2	H_2SO_4 + Asam Urat	$2,989 \times 10^{-3}$
3	NaOH + Asam Urat	$2,995 \times 10^{-3}$

Tabel 1 menunjukkan pengaruh variasi elektrolit dengan penambahan standar asam urat menghasilkan densitas arus yang berbeda. Ketiga elektrolit yaitu KCl, H_2SO_4 dan NaOH menghasilkan densitas arus yang tidak terlalu signifikan perbedaannya akan tetapi diantara ketiga elektrolit tersebut, NaOH memberikan respon densitas arus yang paling besar yaitu $2,995 \times 10^{-3}$ A. Hal itu dapat dikarenakan NaOH merupakan larutan basa alkali dimana asam urat akan membentuk ion asam urat lebih banyak dalam larutan alkali dibandingkan dalam larutan asam. Semakin banyak ion asam urat yang terbentuk, maka semakin banyak pula ion asam urat yang akan teroksidasi. Larutan elektrolit NaOH juga merupakan elektrokatalis yang membantu terjadinya proses transfer elektron sehingga berjalan lebih maksimal. Berdasarkan hal tersebut, NaOH dipilih sebagai elektrolit optimum yang akan digunakan untuk proses analisis selanjutnya.

5.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Standar Asam Urat

Konsentrasi suatu larutan merupakan salah satu komponen yang sangat berpengaruh terhadap tinggi dan lebar arus yang dihasilkan selama proses analisis dengan voltametri siklik. Melihat ada atau tidaknya pengaruh dari konsentrasi suatu

larutan terhadap analisis dalam penelitian ini, maka dilakukan pengujian dengan voltametri siklik terhadap variasi konsentrasi larutan standar asam urat. Konsentrasi standar asam urat divariasikan dari 0,01 M; 0,03 M; 0,05 M; 0,07 M dan 0,09 M. Variasi konsentrasi standar asam urat tersebut diuji dalam larutan NaOH 0,1 M dengan voltametri siklik pada kecepatan scan 100 mV/s. Hasil voltammogram siklik dapat dilihat pada Gambar 6.



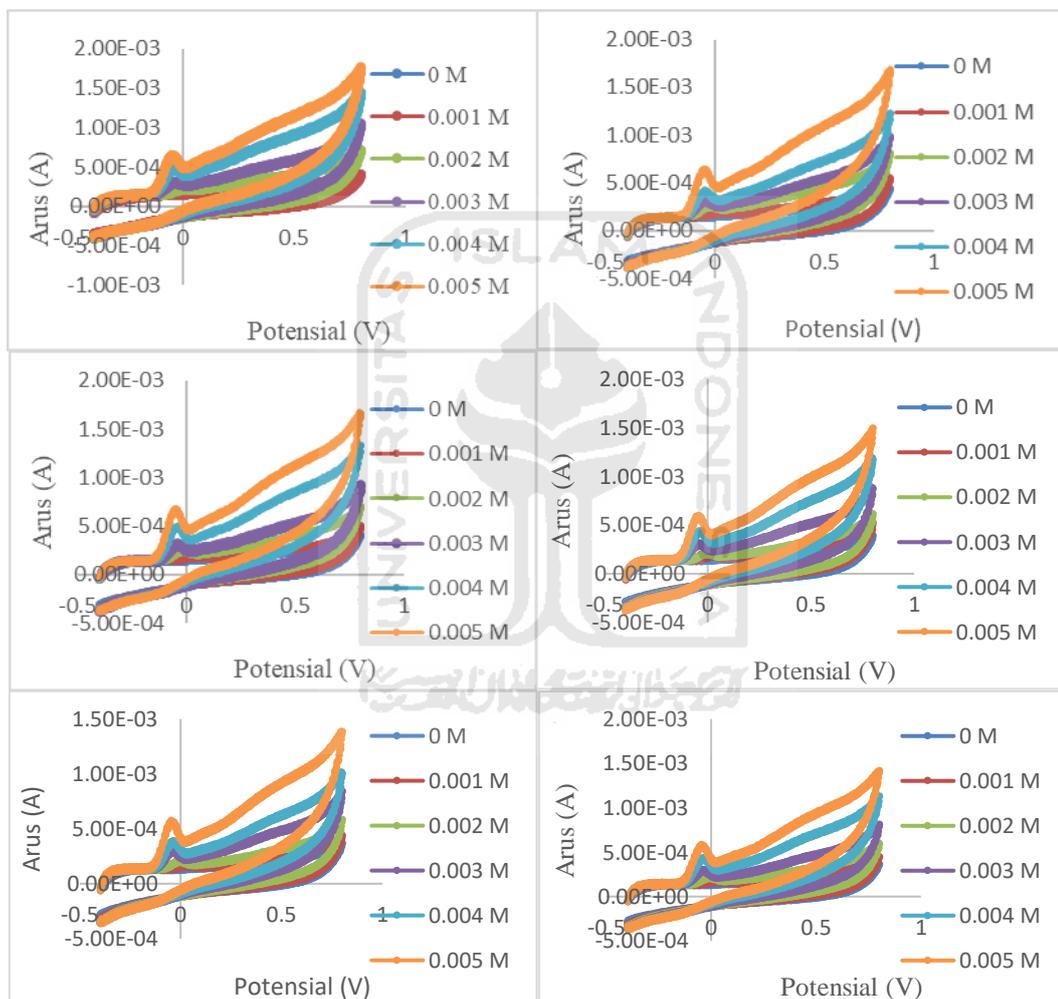
Gambar 6. Voltammogram siklik pengaruh variasi konsentrasi standar asam urat 0,01 M – 0,09 M dalam larutan NaOH 0,1 M

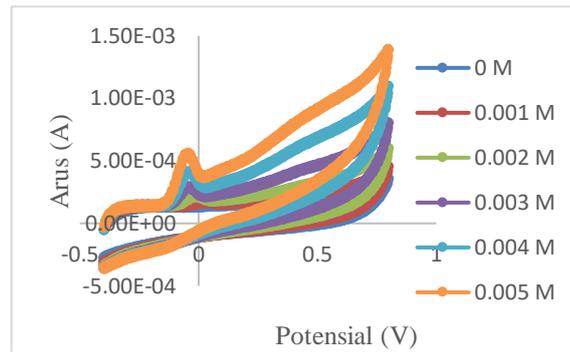
Gambar 6 menunjukkan adanya pengaruh dari variasi konsentrasi asam urat yang digunakan terhadap tinggi puncak arus anodik yang dihasilkan dalam voltammogram siklik. Dari Gambar 8 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi asam urat yang ditambahkan dalam larutan maka densitas arus yang dihasilkan juga akan semakin tinggi. Hal tersebut dikarenakan dengan semakin tingginya konsentrasi asam urat maka molekul-molekul asam urat dalam larutan akan semakin banyak yang mengalami oksidasi. Hasil tersebut sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa konsentrasi suatu analit berbanding lurus dengan densitas arus yang dihasilkan.

5.4 Penentuan Presisi Pengukuran

Suatu metode analisis dapat dikatakan baik apabila telah memenuhi syarat dari berbagai macam parameter salah satunya adalah presisi. Presisi dalam penelitian ini dilakukan dengan metode *repeatability* atau keterulangan dengan cara menguji

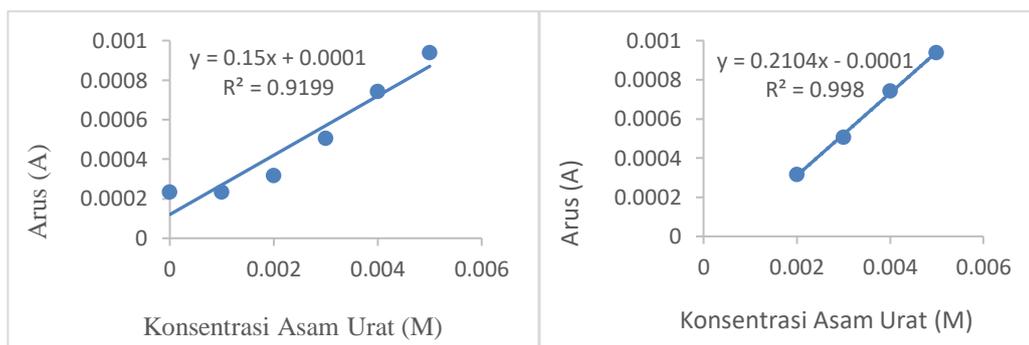
sampel dengan konsentrasi mulai dari 0,001 M – 0,005 M sebanyak 7 kali pengulangan. Penentuan presisi pengukuran ini dilakukan dengan metode adisi yang bertujuan untuk mengurangi pengaruh matriks dari sampel urin dengan cara menguji sebanyak 5 mL larutan NaOH 0,1 M, 5 mL sampel urin dan 15 mL standar asam urat berbagai konsentrasi dari 0,001 M – 0,005 M. Hasil voltammogram siklik dari pengujian standar asam urat 7 kali pengulangan dapat dilihat pada Gambar 7.

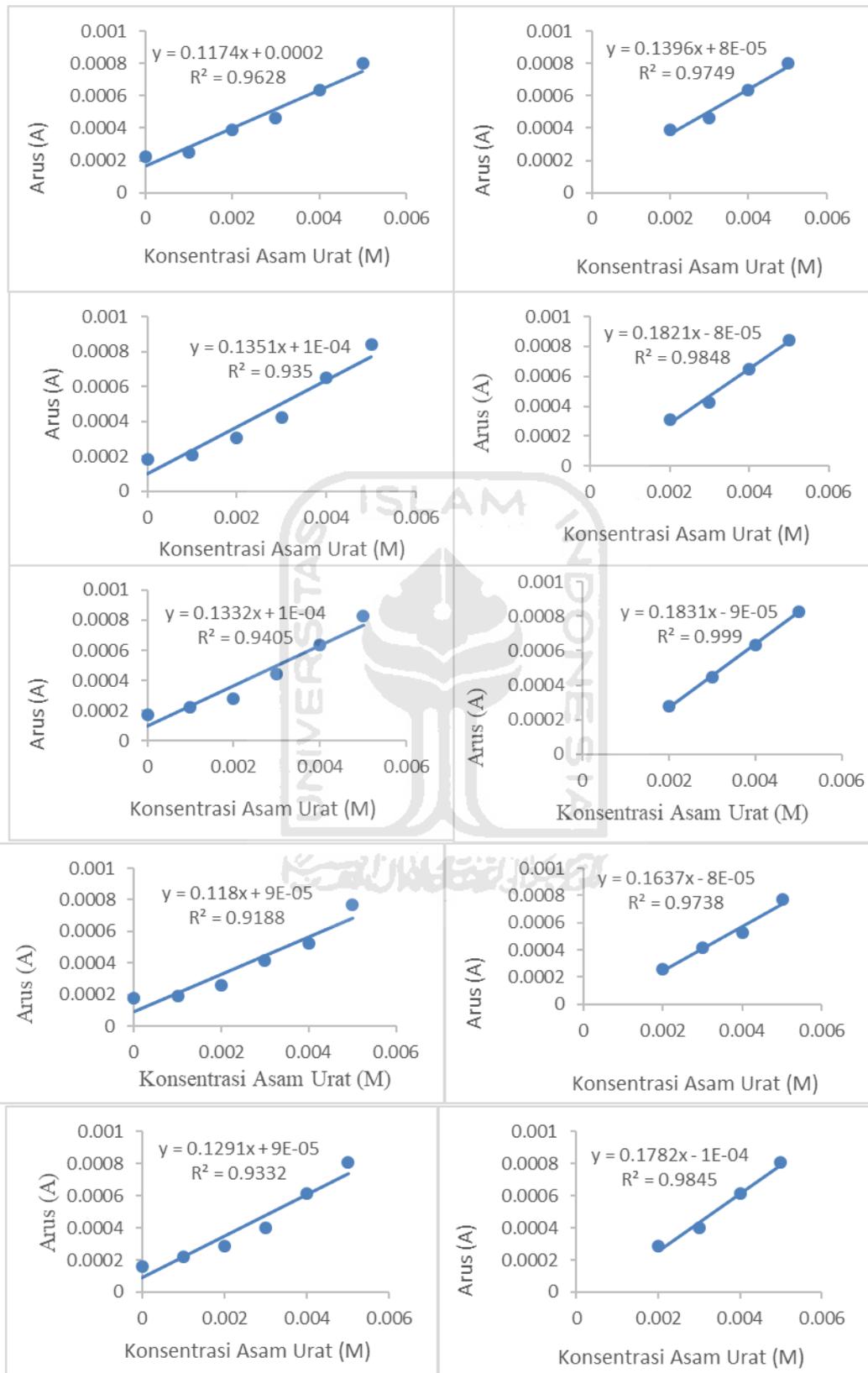


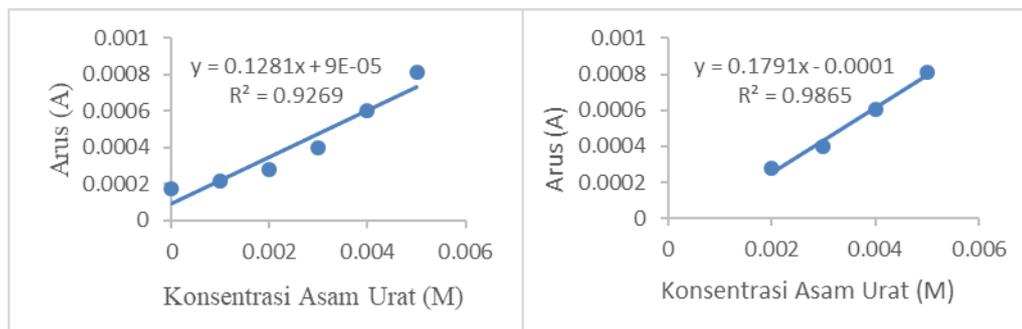


Gambar 7. Voltammogram siklik dari NaOH 0,1 M, sampel urin dan standar asam urat 0,001 M – 0,005 M sebanyak 7 kali pengulangan.

Pada Gambar 7 dapat dilihat bahwa karbon pensil memiliki kestabilan yang baik sebagai elektroda. Hal tersebut dapat dibuktikan dari voltammogram siklik yang dihasilkan tidak terlihat adanya perbedaan yang terlalu signifikan bahkan setelah pengujian sebanyak 7 kali. Puncak arus anodik yang terbaca dalam voltammogram terlihat adanya kenaikan dengan penambahan konsentrasi standar asam urat. Pada potensial di sekitar 0,0 terbentuk puncak arus anodik yang semakin tinggi setiap penambahan konsentrasi. Puncak arus anodik tersebut kemungkinan adalah puncak yang dihasilkan akibat adanya ion H^+ yang terserap pada permukaan elektroda sehingga memunculkan puncak pada voltammogram. Dari data voltammogram siklik sebanyak 7 kali pengulangan, dapat ditentukan konsentrasi asam urat yang ada dalam sampel urin melalui kurva standar adisi yang dapat dilihat pada Gambar 8.







Gambar 8. Kurva standar adisi serta daerah kerja yang dibuat untuk menentukan konsentrasi asam urat dalam sampel urin

Gambar 8 menunjukkan voltammogram siklik dari NaOH 0,1 M, sampel urin dan standar asam urat 0,001 M – 0,005 M sedangkan Gambar 10 (A) menunjukkan hubungan antara arus asam urat dengan konsentrasi asam urat dan didapat nilai R^2 yang beragam namun berada pada rentang 0,9. Dari gambar 10 (A) dapat dilihat bahwa pada konsentrasi asam urat 0 M dan 0,001 M tidak terlihat kenaikan yang signifikan oleh karena itu dibuat daerah kerja yang ada pada Gambar 10 (B) dimana menarik garis dari konsentrasi 0,002 M – 0,005 M karena kenaikannya yang signifikan. Daerah kerja dibuat dengan tujuan untuk menentukan konsentrasi asam urat dalam sampel urin yang dianalisis dimana tertera pada Tabel 2.

Tabel 2. Konsentrasi asam urat dalam sampel urin

Pengulangan ke-	Konsentrasi Asam Urat (ppm)
1	83,2640
2	96,3381
3	83,4706
4	82,6319
5	82,1552
6	94,3378
7	93,8637
Rata-rata	88,0088
Standar Deviasi	6,4549

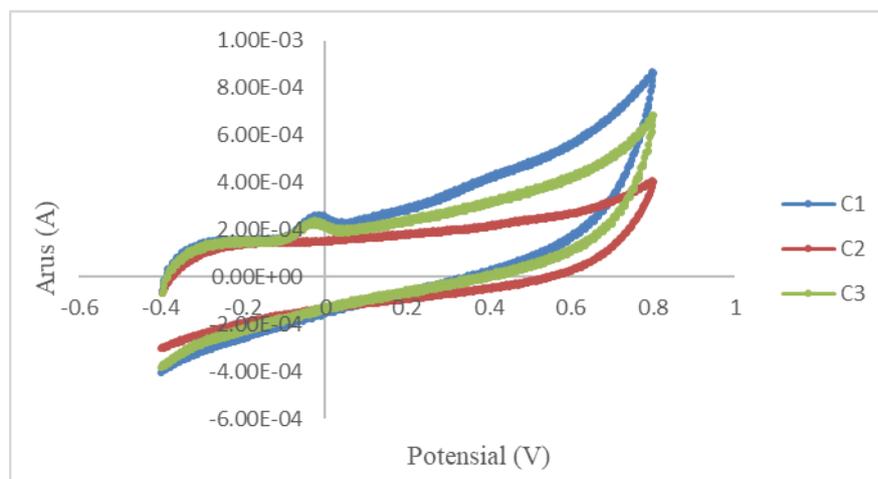
Tabel 2 menunjukkan konsentrasi asam urat dalam sampel urin yang dianalisis sebanyak 7 kali pengulangan dalam satuan ppm sehingga didapatkan rata-rata konsentrasi asam urat sebesar 88,0088 ppm. Dari data pada tabel 2, selanjutnya dapat dilakukan perhitungan untuk menentukan nilai presisi dari dengan cara menghitung % RSD. Berdasarkan perhitungan yang dilakukan didapat nilai % RSD sebesar 7,3344 %. Presisi suatu metode menunjukkan hasil yang baik apabila nilai % RSD yang didapat 2 % atau kurang sedangkan pada penelitian ini % RSD yang didapat telah melebihi kriteria yaitu diatas 2 %. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Berdasarkan nilai % RSD dalam penelitian ini diperoleh lebih dari 2 % maka digunakan persamaan Koefisien Variasi Horwitz (CV Horwitz) sesuai AOAC (Association of Official Analytical Chemist, 2005) sebagai suatu syarat keberterimaan. CV Horwitz yang dihasilkan dari penelitian ini sebesar 11.8541 yang dapat disimpulkan bahwa presisi dari metode pada penelitian ini masih dalam kategori yang baik karena nilai % RSD tidak lebih dari CV Horwitz.

5.5 Penentuan Akurasi Pengukuran

Salah satu parameter lain dari validasi metode yang dijadikan acuan untuk menentukan baik atau tidaknya metode analisis yang digunakan adalah akurasi (*recovery*). Akurasi adalah suatu ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil analisis dengan hasil yang sebenarnya. Akurasi dapat ditentukan dengan menggunakan rumus perhitungan:

$$\text{Recovery} = \frac{(C_1 - C_2)}{C_3} \times 100 \%$$

Penentuan akurasi dilakukan dengan menguji sejumlah standar asam urat yang ditambahkan sampel urin lalu dianalisis. Sebelum menguji sampel yang mengandung standar asam urat, terlebih dahulu menguji standar asam urat dan elektrolit NaOH 0,1 M dengan voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil. Voltammogram siklik hasil pengukuran akurasi dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Voltammogram siklik hasil analisis akurasi pada sampel urin.

Gambar 9 merupakan voltammogram siklik hasil pengukuran akurasi (*recovery*) yang didapatkan dengan metode adisi dimana dilakukan tiga kali pengukuran. Pengukuran pertama (C1) dilakukan dengan menguji sampel urin yang ditambahkan dengan standar asam urat 0,001 M. Pengukuran kedua (C2) dilakukan dengan menguji sampel urin dan pengukuran ketiga (C3) dilakukan dengan menguji larutan standar asam urat 0,001 M. Voltammogram siklik hasil pengukuran akurasi (*recovery*) dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Densitas arus hasil analisis akurasi dalam sampel urin

No	Objek	Arus (A)
1	Sampel + standar (C1)	$4,5261 \times 10^{-4}$
2	Sampel (C2)	$2,2513 \times 10^{-4}$
3	Standar (C3)	$2,9935 \times 10^{-4}$

Berdasarkan data yang didapat pada Tabel 3, selanjutnya dapat dihitung nilai akurasi sebesar 75,99 %. Secara teoritis, suatu metode dikatakan memiliki akurasi yang baik apabila nilai yang didapat berada pada rentang 95 ± 105 % untuk konsentrasi sampel lebih dari 2% (Riyanto, 2014). Berdasarkan hasil penelitian, nilai akurasi yang didapat kurang dari rentang yang ditetapkan sehingga dapat disimpulkan bahwa metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil memiliki akurasi yang kurang baik.

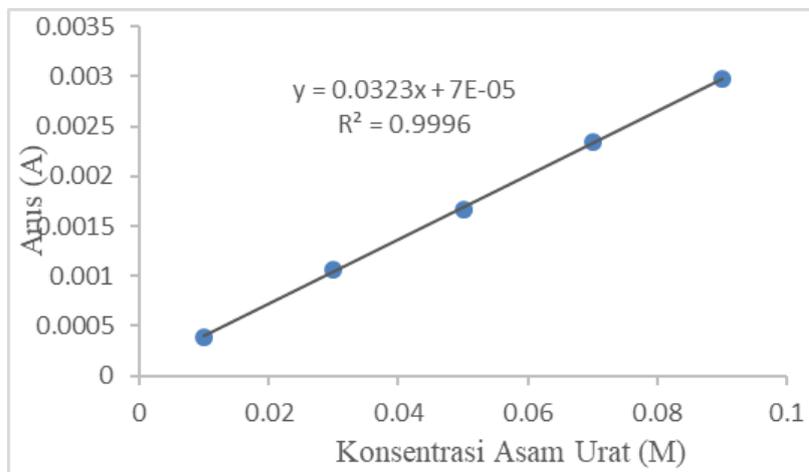
5.6 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi, Limit Deteksi dan Limit Kuantifikasi

Salah satu syarat yang harus dipenuhi untuk menentukan suatu metode yang digunakan baik atau tidak adalah mengetahui nilai Linieritas, *Limit of Detection* (LOD) serta nilai *Limit of Quantification* (LOQ). Parameter tersebut berfungsi untuk sebagai acuan untuk mengetahui kesensitifan dari metode analisis yang digunakan.

Penentuan nilai nilai linieritas, LOD dan LOQ dilakukan dengan cara menghitung data densitas arus yang didapatkan hasil pengujian puncak asam urat pada konsentrasi 0,01 M – 0,09 M dalam larutan NaOH 0,1 M. Data densitas arus puncak arus asam urat hasil analisis serta grafik yang memuat hubungan konsentrasi asam urat dengan arus dapat dilihat pada Tabel 4 dan Gambar 10.

Tabel 4. Densitas arus standar asam urat hasil analisis

No	Standar Asam Urat (M)	Arus (A)
1	0.01	$3,8205 \times 10^{-4}$
2	0.03	$1,0663 \times 10^{-3}$
3	0.05	$1,6629 \times 10^{-3}$
4	0.07	$2,3438 \times 10^{-3}$
5	0.09	$2,9727 \times 10^{-3}$
S(y/x)		$2,2596 \times 10^{-5}$



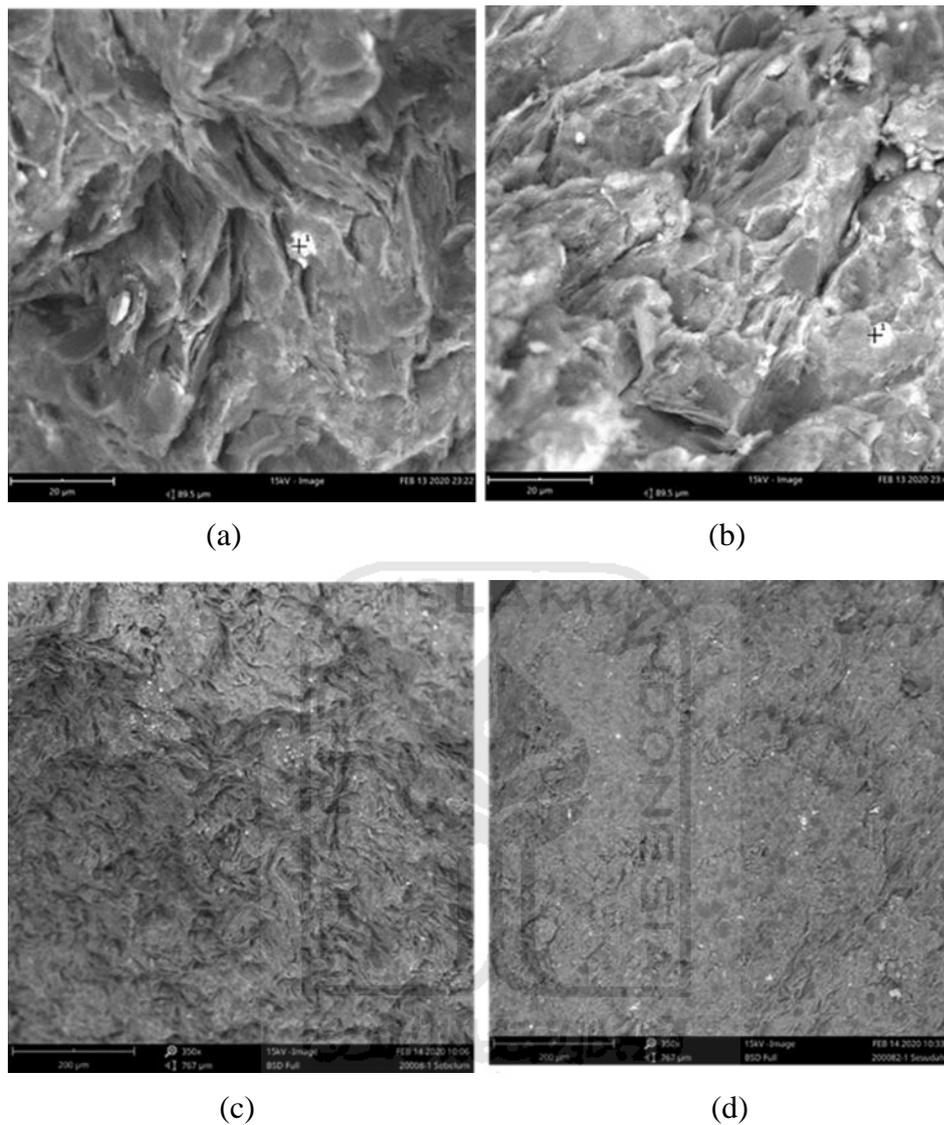
Gambar 10. Grafik hubungan antara konsentrasi asam urat (M) dengan arus

Uji linieritas dilakukan dengan cara menguji satu seri larutan standar yang berbeda konsentrasinya antara 50-150% kadar analit dalam sampel sehingga nantinya akan diperoleh respon linier terhadap konsentrasi larutan baku. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan dalam hal ini adalah koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linier $y = bx + a$ dimana b merupakan slope, a merupakan intersep, x adalah konsentrasi analit dalam sampel dan y merupakan respon dari instrument. Linieritas suatu metode dapat dikatakan memiliki ketelitian yang baik apabila nilai koefisien determinasinya mendekati 1. Hubungan linier dapat dikatakan sudah baik apabila nilai a yang diperoleh sama dengan nol dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis (Riyanto, 2014).

Gambar 10 dapat dilihat grafik hubungan antara densitas arus (A) dengan konsentrasi asam urat (M) menghasilkan nilai R^2 sebesar 0,996 sehingga menunjukkan bahwa kurva kalibrasi hasil pengujian asam urat dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil sudah baik karena nilai R^2 yang dihasilkan mendekati 1. Penentuan nilai Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantifikasi (LOQ) dari voltametri siklik pada analisis asam urat menggunakan elektroda karbon pensil didapatkan melalui perhitungan. Limit Deteksi (LOD) sehingga didapatkan nilai sebesar 1,76 mg/dL sedangkan nilai Limit Kuantifikasi (LOQ) didapat sebesar 5,88 mg/dL.

5.7 Perbandingan Hasil Analisis Karbon Pensil Sebelum dan Sesudah Digunakan dengan SEM-EDX

Analisis dengan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan, homogenitas serta ukuran pori dari karbon pensil yang digunakan sebagai elektroda tersebut terdapat adanya perbedaan atau tidak sebelum dan sesudah digunakan analisis. Tujuan lain dilakukan analisis dengan SEM-EDX adalah mengetahui persentase massa dari komponen-komponen yang terkandung dalam karbon pensil karena berdasarkan literatur komponen utama penyusun pensil adalah sekitar 65 % grafit, 30 % tanah liat dan sisanya dapat terdiri dari bahan tambahan seperti resin, lilin atau polimer (David, 2017). Hasil analisis karbon pensil sebelum dan sesudah digunakan dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Morfologi permukaan karbon pensil sebelum analisis (a) sesudah (b) pada perbesaran 3000x dan sebelum (c) sesudah (d) pada perbesaran 350x

Gambar 11 menunjukkan morfologi permukaan dari karbon pensil pada perbesaran 3000x sebelum dan sesudah digunakan analisis tidak terlihat adanya perbedaan morfologi permukaan yang terlalu signifikan. Karbon pensil jika dilihat dengan SEM-EDX pada perbesaran 3000x bentuk morfologi permukaannya terlihat seperti karang sedangkan pada perbesaran 350x karbon pensil setelah digunakan analisis terlihat memiliki morfologi permukaan yang lebih halus. Data persentase massa dari komponen yang terkandung dalam karbon pensil sebelum dan sesudah digunakan analisis dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Data unsur dalam karbon pensil sebelum analisis beserta persentase massanya

Titik 1		Titik 2		Titik 3	
Nama Unsur	Konsentrasi Atom	Nama Unsur	Konsentrasi Atom	Nama Unsur	Konsentrasi Atom
Karbon	56.74	Karbon	63.55	Karbon	74.67
Oksigen	31.89	Oksigen	29.53	Oksigen	21.54
Silika	2.93	Silika	2.98	Silika	1.66
Alumunium	2.91	Alumunium	2.88	Alumunium	1.62
Besi	Iron	Besi	0.20	Besi	0.13
Natrium	0.32	Natrium	0.45	Natrium	0.29
Magnesium	0.10	Magnesium	0.14	Magnesium	0.10
Titanium	0.17	Titanium	0.09		
Fosfor	0.31	Fosfor	0.18		
Tembaga	0.11				
Sulfur	2.08				
Kalsium	0.06				

Pada Tabel 5 dapat dilihat bahwa komponen yang ada dalam karbon pensil pada tiap spot berbeda-beda persentase massanya. Pada spot 2 tidak ditemukan adanya tembaga (Cu), sulfur (S) dan kalsium (Ca) sedangkan pada spot 3 bahkan terdapat lima komponen yang tidak ditemukan seperti pada spot 1 yaitu titanium (Ti), fosfor (F), tembaga (Cu), sulfur (S) dan kalsium (Ca). Hal tersebut membuktikan bahwa karbon pensil tersebut tidak homogen yang artinya komponen penyusunnya tidak merata di semua permukaan karbon pensil. Selanjutnya data persentase massa dari komponen yang terkandung dalam karbon pensil setelah digunakan analisis dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Data unsur dalam karbon pensil sesudah analisis beserta persentase massanya

Titik 1		Titik 2		Titik 3	
Nama Unsur	Konsentrasi Atom	Nama Unsur	Konsentrasi Atom	Nama Unsur	Konsentrasi Atom
Karbon	74,22	Karbon	71,68	Karbon	73,09
Oksigen	24,17	Oksigen	26,94	Oksigen	25,59
Alumunium	1,03	Alumunium	1,11	Alumunium	0,89
Silika	0,58	Silika	0,26	Silika	0,43

Dari Tabel 6 dapat dilihat bahwa komponen dalam karbon pensil setelah digunakan analisis hanya tersisa karbon, oksigen, alumunium dan silicon pada ketiga spot. Komponen dalam karbon pensil setelah analisis lebih sedikit jika dibandingkan sebelum digunakan analisis dimana terkandung berbagai logam. Hal tersebut dapat dikarenakan karena ikatan kovalen pada tiap komponen kurang kuat sehingga menyebabkan terjadinya gesekan antar ion yang membuatnya mudah lepas. Penyebab lain hilangnya unsur-unsur setelah digunakan karena pensil terbuat dari serbuk grafit yang dipress sehingga dia mudah rontok.

Secara teoritis, komponen penyusun pensil terdiri dari hamper 65 % grafit karbon, 30 % tanah liat (clay) dan 5% sisanya bahan tambahan seperti resin, polimer ataupun lilin. Dari hasil analisis menggunakan SEM-EDX dapat dibuktikan bahwa benar komposisi pensil yang dijadikan sebagai elektroda kerja dalam penelitian ini mengandung hampir sebagian besar adalah karbon, oksigen, silika dan alumina yang dimana tanah liat biasanya adalah AlO_3 atau SiO_2 . Hasil analisis dengan SEM-EDX juga membuktikan bahwa karbon pensil memiliki kestabilan yang baik sebagai elektroda kerja setelah digunakan berkali-kali.

BAB 6

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Penentuan kadar asam urat dalam urin dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil, NaOH merupakan elektrolit yang paling baik dibandingkan KCl dan H₂SO₄ karena memberikan respon densitas arus yang lebih tinggi.
2. Konsentrasi asam urat sangat berpengaruh terhadap voltammogram siklik yang dihasilkan dalam analisis asam urat dengan elektroda karbon pensil. Semakin tinggi konsentrasi asam urat, semakin tinggi pula puncak arus anodik yang terbaca pada voltammogram.
3. Validasi metode yang dilakukan pada penelitian penentuan kadar asam urat dalam urin dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil dapat dikatakan masih bisa terima dengan perolehan nilai linieritas sebesar 0,996, presisi sebesar 7,3344 %, akurasi sebesar 75,99 % yang artinya kurang baik serta nilai LOD sebesar 1,96 mg/dL dan LOQ sebesar 5,88 mg/dL.
4. Kadar asam urat yang terkandung dalam sampel urin dari hasil penelitian yang dilakukan dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda karbon pensil adalah sebesar 0,0328 mg/dL.

6.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terkait jenis pensil menggunakan standar asam urat dan juga penelitian pada pensil tipe HB dengan komposisi antara grafit dan tanah liat yang seimbang untuk analisis kadar asam urat dalam urin dengan metode voltametri siklik.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, W., dan Nursiah L.N., 2014, *Metode Pemisahan dan Pengukuran 2: Elektrometri dan Spektrofotometri*, Makassar.
- Aida, A., dan Reny, Chaidir., 2016, Pengaruh Pemberian Air Rebusan Daun Salam (*Syzygium Polyanthum*) Terhadap Penurunan Kadar Asam Urat, *Jurnal Ipteks Terapan*, Vol. 10, No. 1, 112-119.
- Safitri, A., 2012, *Deteksi Dini Gejala Pencegahan dan Pengobatan Asam Urat*, Pinang Merah, Yogyakarta.
- Boangmanalu, R.K., Fachreza, E.P., Afina, D.R., dan Bella, P., 2018, Teknologi Voltametri HMDE, Sensitif Deteksi Asam Urat dalam Tubuh, *Majalah Farmasetika*, Vol. 3, No. 3, 44-46.
- Brady, J., dan Holum, J., 1993, *Chemistry: The Study of Matter and Its Changes*, John Wiley and Sons, Inc., USA.
- Chang, R., 2005, *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti*, Erlangga, Jakarta.
- Charles, W.K., Donald, C., dan Jesse, H., 1984, *Kimia Untuk Universitas*, Edisi ke-6, Erlangga, Jakarta.
- Darmawan, 2008, *Mencegah dan Mengobati Asam Urat*, Araska, Yogyakarta.
- David, I.G., Popa, D.E., and Buleandra, M., 2017, Pencil Graphite Electrodes: A Versatil Tool in Electroanalysis, *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, Vol. 2017, 1-22.
- Dianati, N.A., 2015, Gout and Hyperuricemia, *J Majority*, 4, 82-89.
- Ervil D dan Aryu. C., 2013, Pengaruh Asupan Purin dan Cairan terhadap Kadar Asam Urat Wanita Usia 50-60 Tahun di Kecamatan Gajah Mungkur Semarang, *Journal of Nutrition College*, Vol. 2, No.1, 44-49.
- Faizah, Dwi P., dan Afdhal M., 2018, Pengaruh Zeolit Sintetis Terhadap Stabilitas dan Sensitivitas Biosensor Asam urat Berbasis *Lactobacillus Plantarum* Menggunakan Metode Voltametri Siklik, *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 7, No. 4, 2302-8491.
- Rajabi, H., Noroozifar, M., Sabbaghi, N., 2017, Electrochemical Determination of Uric Acid Using Nano Resin Modified Carbon Paste Electrode as a New Sensor, *Journal of Materials and Applied Science*, 1, 1: 1002.
- Sakamoto, H., Hatsuda, R., Miyamura, K., Shiraishi, H., and Sugiyama., 2011, Electrochemical Selective Detection of Uric Acid Using a Copper-modified Carbon Electrode, *Analytical Sciences*, 27, 333-335.
- Joewono, S., Sp. PD-KR., dan Hafid, A., 2011, *Asam Urat*, Penebar Swadaya Grup, Depok.
- Joseph, W., Baomin, T., Valeberes, B.N., and Lucio, A., 1998, Performance of Screen-Printed Carbon Electrodes Fabricated from Different Carbon Inks, *Electrochimica Acta*, Vol. 43, No. 23, 3459-3465.
- Kang, Shi., and Shiu., 2001, Determination of Uric Acid at Electrochemically Activated Glassy Carbon Electrode, *Electroanalysis*, 13, 16, 1319-1325.
- Kemenkes, 2013, Riset Kesehatan Dasar, Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan, Jakarta.
- Khopkar, S., 2010, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.

- Krisnatuti, 2007, *Perencanaan Menu untuk Penderita Gangguan Asam Urat*, Penebar Swadaya, Jakarta.
- Lanny, L., 2012, *Bebas Penyakit Asam Urat Tanpa Obat*, Agro Media Pustaka, Jakarta.
- McCreery, R.L., 2008, Advanced Carbon Electrode Materials for Molecular Electrochemistry, *Chemical Reviews*, Vol 7, No 108, 2646-2687.
- Miller, J.C., Miller, J.N., 1991, *Statistika untuk Kimia Analitik, Edisi Kedua*, ITB, Bandung.
- Miratul, Khasanah., 2012, Pengembangan Metode Voltametri Lucutan untuk Analisis Asam Urat melalui Pelapisan Elektroda dengan Polimer Cetakan Molekul, *Disertasi*,
- Miratul, Khasanah., Handoko, D dan Nesti, W., 2016, Pengembangan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Molecularly Imprinted Polymer Sebagai Sensor Potensiometri untuk Asam Urat, *Journal Kimia Riset*, Vol 1, No. 2, 65-72.
- Mulyono, H., 2006, *Kamus Kimia*, PT. Bumi Aksara, Jakarta.
- Nugroho. A, Wahyono. H, dan S. Fatimah., 2006, Validasi Metode Alat Icp-Aes Plasma 40 Untuk Pengukuran Unsur Cr, P, Ti, *Jurnal Pusat Teknologi Bahan bakar Nuklir*, Vol. 12, No. 2, 100-107.
- Norazmi, N., Z.R.A. Rasad, M. Mohamad, dan H. Manap., 2017, Deteksi Asam Urat Menggunakan UV-Vis Spektrometer, *IOP Conf. Seri: Ilmu dan Teknik Material*, 1, 257.
- Syamsiyah, N., S.K.M., 2017, *Berdamai dengan Asam Urat*, Bumi Medika, Jakarta.
- Pertiwi, N.P., 2016, Perbedaan Kadar Asam URat Menggunakan Alat Spektrofotometer dengan Alat *Point of Care Testing* (POCT), *Skripsi*, Fakultas Ilmu Keperawatan dan Kesehatan, Universitas Muhammadiyah Semarang, Semarang.
- Ridaningtyas, Y.W., 2013, Pengolahan Limbah Cair Industri Percetakan Secara Elektrolisis dengan Elektroda Karbon, *Skripsi*, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Riyanto, 2013, *Elektrokimia dan Aplikasinya*, Graha ilmu, Yogyakarta.
- Riyanto., dan Imaylina, R., 2019, Preparation and Application of Nickel Plating on Copper Electrode (NPCE) for Uric Acid Analysis in Human Urine Using Cyclic Voltammetry, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 14, 2290-2304.
- Rofida, Imaylina., 2016, Penentuan Kadar Asam Urat Pada Urin Manusia Menggunakan Siklik Voltametri Siklik dengan Elektroda Nikel, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Yogyakarta.
- Strochkova, E.M., Tur'yan., Ya.I., Kuselman, I., and Shenhar, A., 1997, Simultaneous Voltametric Determination of Uric and Asorbic Acid in Urin, *Talanta*, 44, 1923 – 1928.
- Taha, Hamdy. A., 1996, *Riset Operasi Suatu Pengantar*, Binarupa Aksara, Jakarta.
- Hutapea., Tri, P.W., 2015, Elektroda Perak Termodifikasi Pasta Silika Gel atau Ekstrak Daging Buah Maja (*Aegle marmelos*) untuk Deteksi Glukosa, *Thesis*, Institus Teknologi Sepuluh November, Surabaya.

- Vivi, A., 2007, Pengembangan Sensor Voltametri N_2O dengan Optimalisasi Polarisasi Elektroda dan Konsentrasi Elektrolit Menggunakan Elektroda Kerja Perak (Ag), *Skripsi*, Universitas Jember, Jember.
- Xinying, Ma., Mingyong, Chao., and Meifeng, Chen., 2013, Simultaneous Electrochemical Determination of Norepinephrine, Ascorbic Acid and Uric Acid Using a Graphene Modified Glassy Carbon Electrode, *Russian Journal of Electrochemistry*, 1-8.
- Zhou, Gong., A. N. A. Sujari, and S. Ab Ghani, 2012, Electron Chemical Fabrication, Characterization and Application of Carboxylic Multi-walled Carbon Nanotube Modified Composite Pencil Graphite Electrodes, *Electrochimica Acta*, 65, 257-265.
- Zuo, R., S. Zhou, Y. Zuo, and Y. Deng., 2015, *Food Chemistry*, 182, 242



LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan Elektrolit dan Standar Asam

Urut

1. Pembuatan Larutan Elektrolit H_2SO_4 0,1 M 50 mL dari Larutan H_2SO_4 p.a 96

%

$$M = \frac{10 \times \rho \times \%}{Mr} = \frac{10 \times 1,84 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 96}{98,08 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 18 \text{ M}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 18 \text{ M} = 50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ M}}{18 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,278 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Larutan Elektrolit KCl 0,1 M 50 mL dari Padatan KCl

$$M = \frac{\text{gram}}{Mr} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{74,5 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{50 \text{ mL}}$$

$$\text{gram} = 0,3725 \text{ gram}$$

3. Pembuatan Larutan Elektrolit NaOH 0,1 M 100 mL dari padatan NaOH

$$M = \frac{\text{gram}}{Mr} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{gram} = 0,4 \text{ gram}$$

4. Pembuatan Larutan Elektrolit NaOH 1 M 100 mL dari padatan NaOH

$$M = \frac{\text{gram}}{Mr} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100}$$

$$\text{gram} = 4 \text{ gram}$$

5. Pembuatan Larutan Induk Asam Urat 0,1 M 100 mL dari Serbuk Asam Urat

$$M = \frac{\text{gram}}{Mr} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gram}}{168 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{gram} = 1,68 \text{ gram}$$



Lampiran 2. Penentuan Variasi Konsentrasi Asam Urat

1. Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,01 M 25 mL dari 0,1 M asam urat

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \times 0,01 \text{ M}}{0,1 \text{ M}} = 2,5 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,03 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \times 0,03 \text{ M}}{0,1 \text{ M}} = 7,5 \text{ mL}$$

3. Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,05 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \times 0,05 \text{ M}}{0,1 \text{ M}} = 12,5 \text{ mL}$$

4. Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,07 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \times 0,07 \text{ M}}{0,1 \text{ M}} = 17,5 \text{ mL}$$

5. Pembuatan Larutan Standar Asam Urat 0,09 M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \times 0,09 \text{ M}}{0,1 \text{ M}} = 22,5 \text{ mL}$$

Lampiran 3. Penentuan Presisi

1. Larutan Asam Urat 0 M

Dibuat dari 5 mL elektrolit NaOH 0,1 M + 5 mL sampel urin + 15 mL akuades

2. Larutan Asam Urat 0,001 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 1 \text{ mL} = 0,001 \text{ M} \times 26 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,026 \text{ M}$$

3. Larutan Asam Urat 0,002 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 1 \text{ mL} = 0,002 \text{ M} \times 27 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,054 \text{ M}$$

4. Larutan Asam Urat 0,003 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 1 \text{ mL} = 0,003 \text{ M} \times 28 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,084 \text{ M}$$

5. Larutan Asam Urat 0,004 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 1 \text{ mL} = 0,004 \text{ M} \times 29 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,116 \text{ M}$$

6. Larutan Asam Urat 0,005 M

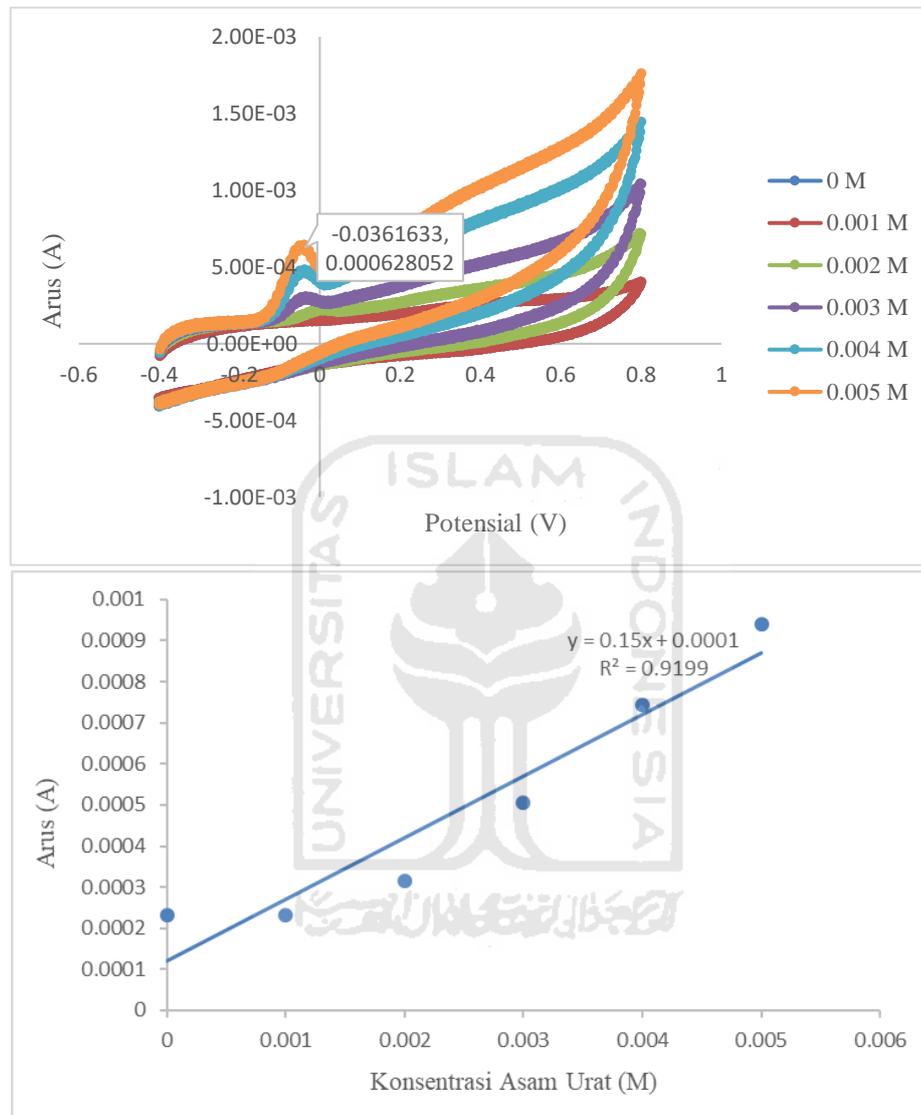
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$M_1 \times 1 \text{ mL} = 0,005 \text{ M} \times 30 \text{ mL}$$

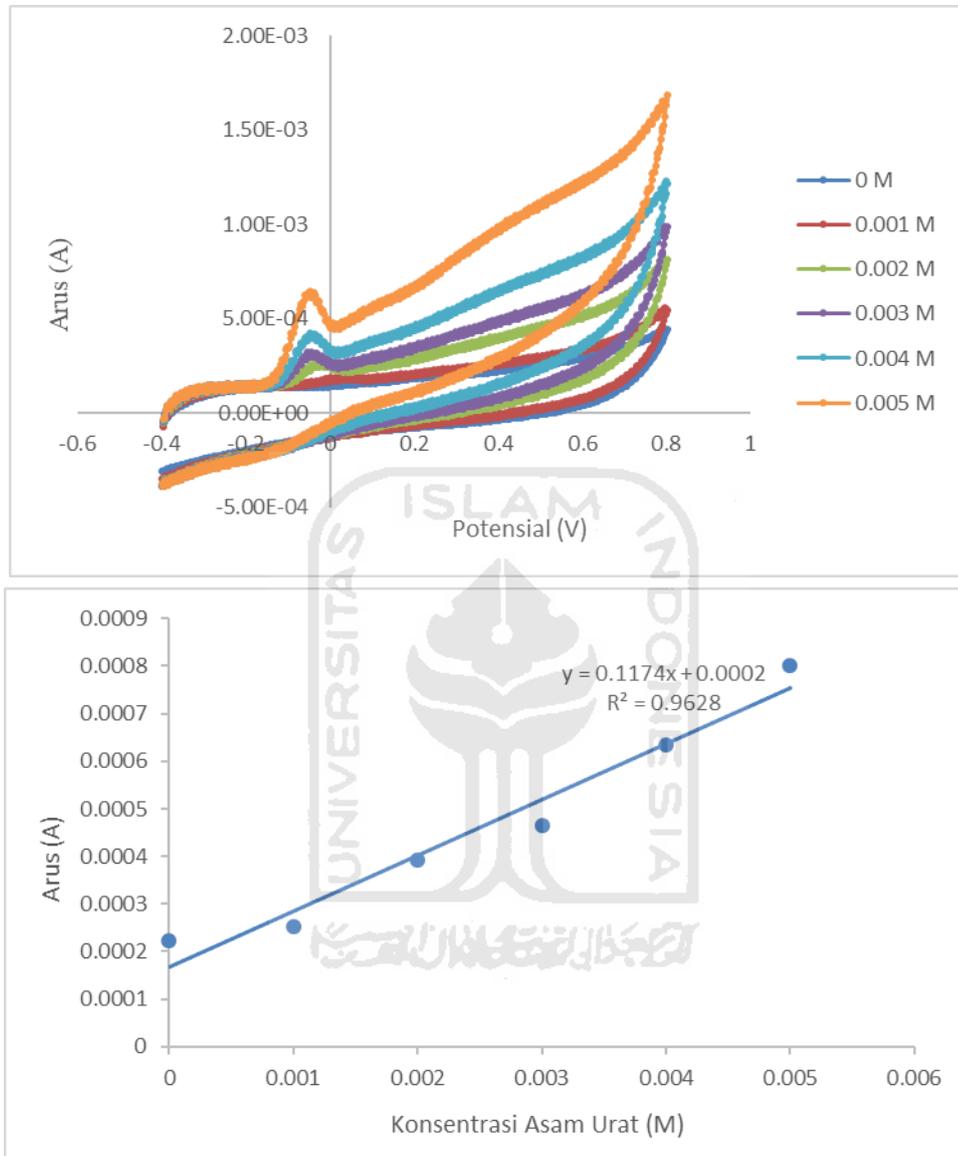
$$M_1 = 0,15 \text{ M}$$

Lampiran 4. Voltammogram dan Kurva Standar Adisi Penentuan Presisi

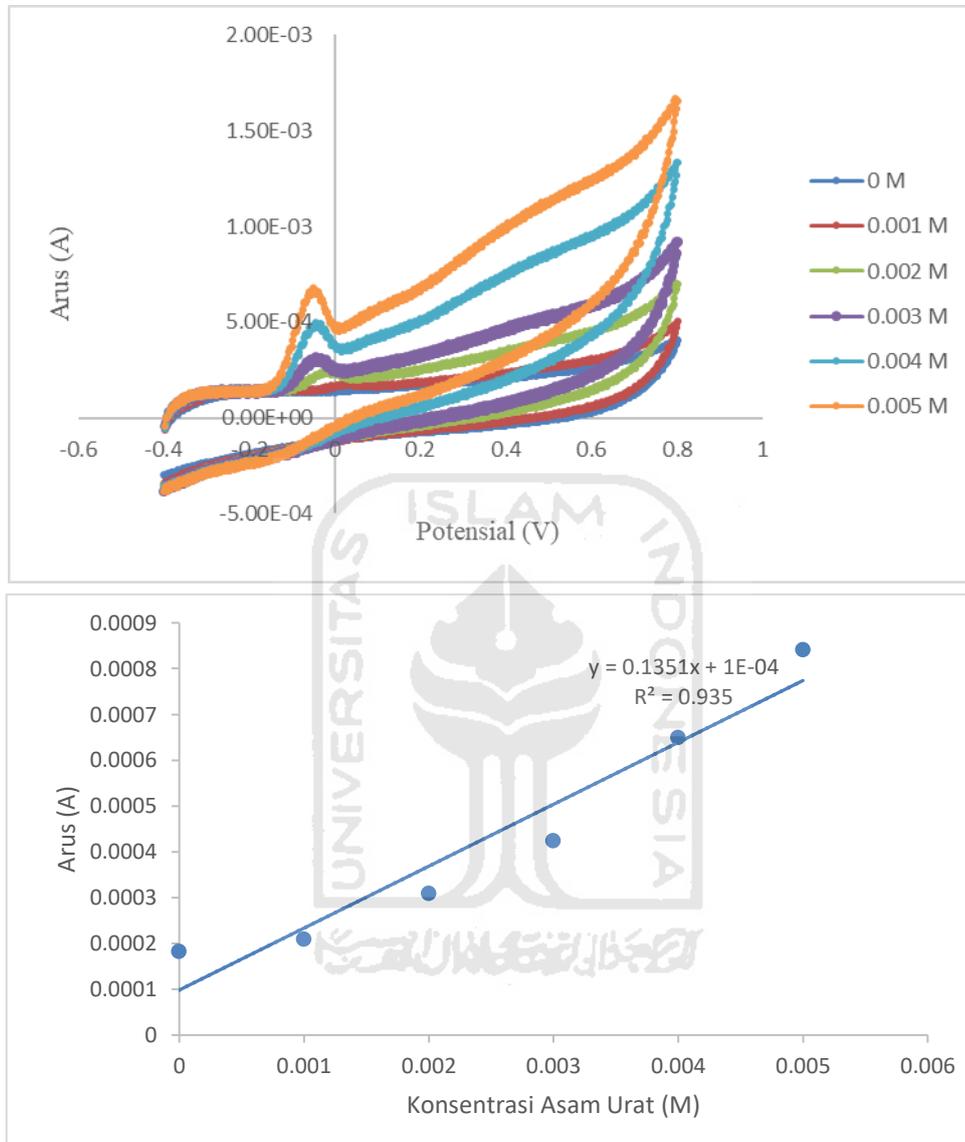
a. Pengulangan ke-1



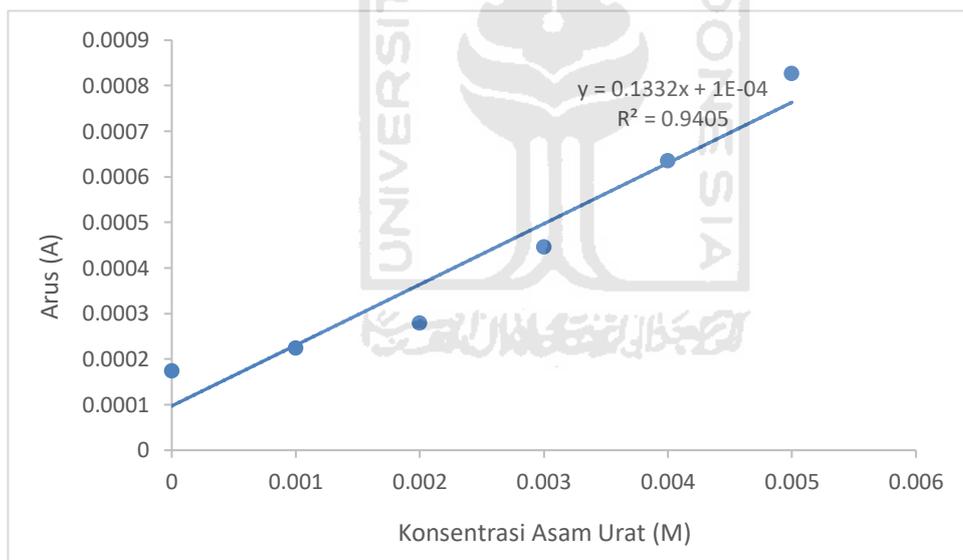
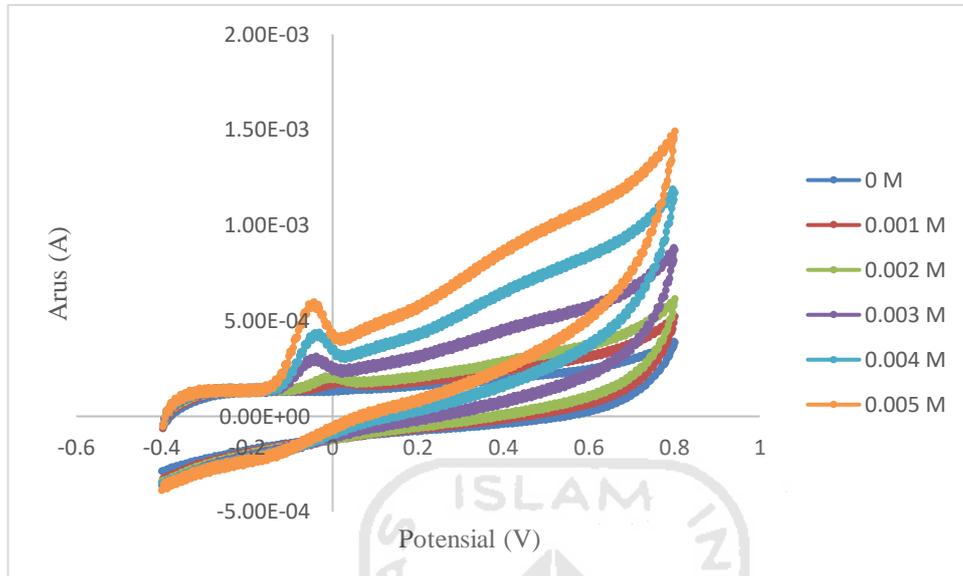
b. Pengulangan ke-2



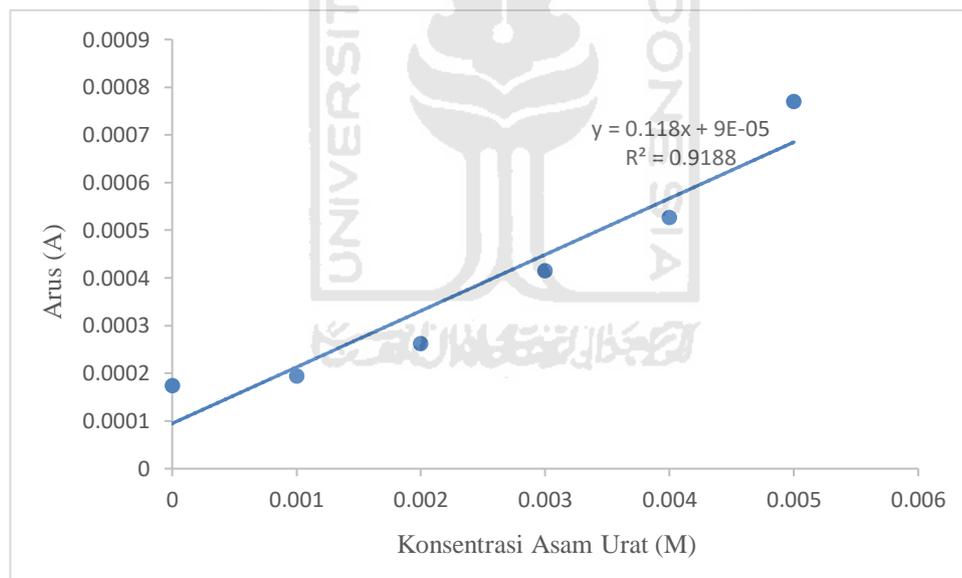
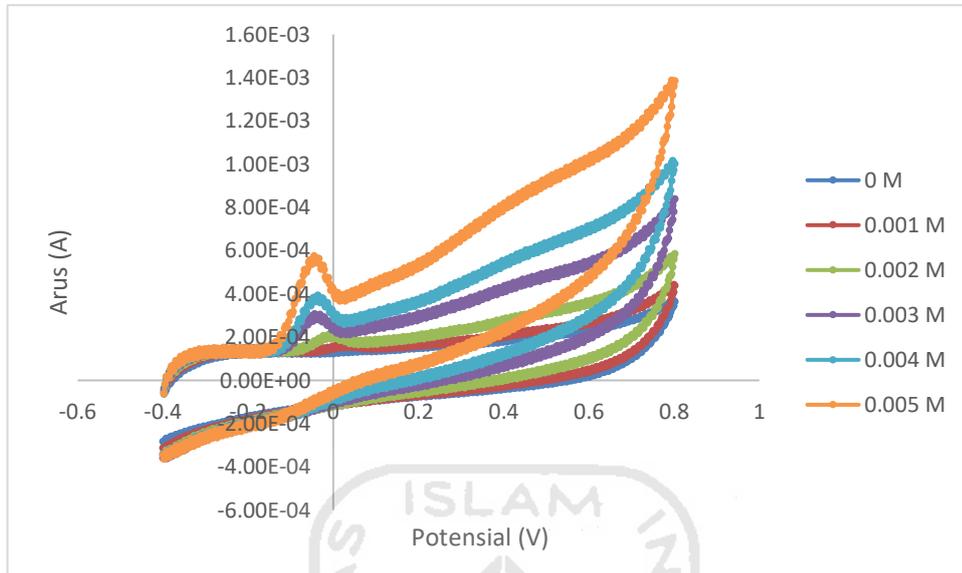
c. Pengulangan ke-3



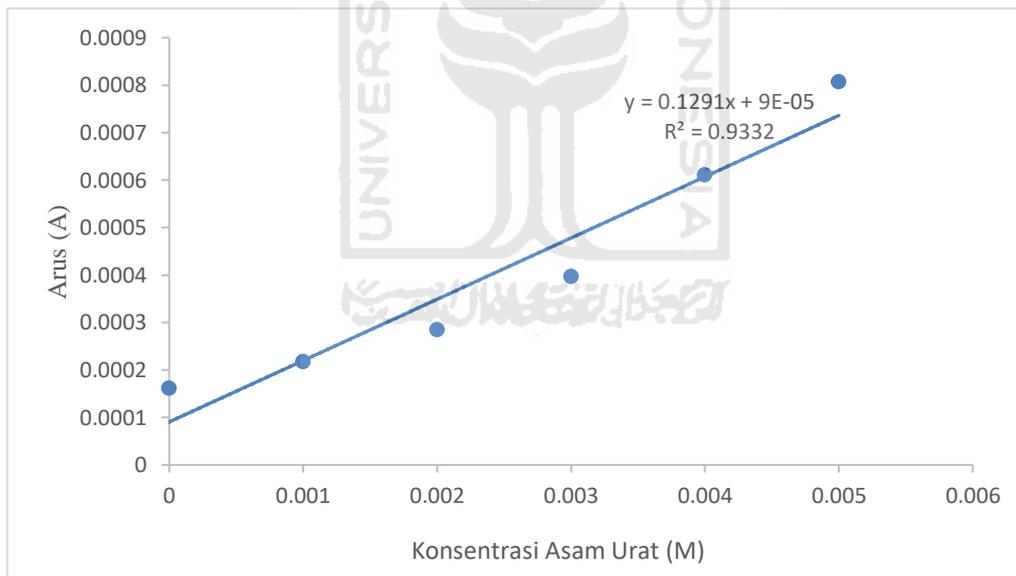
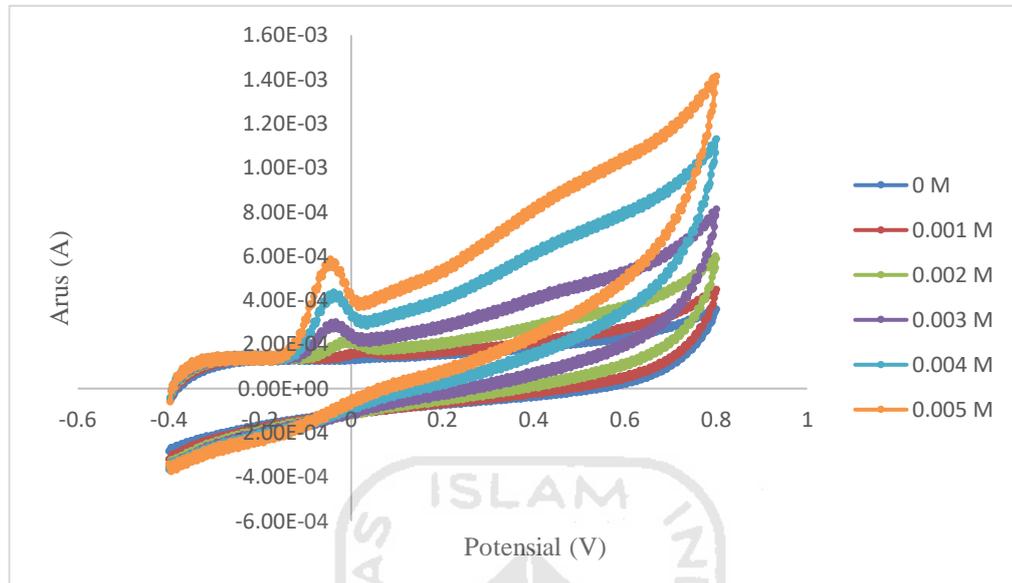
d. Pengulangan ke-4



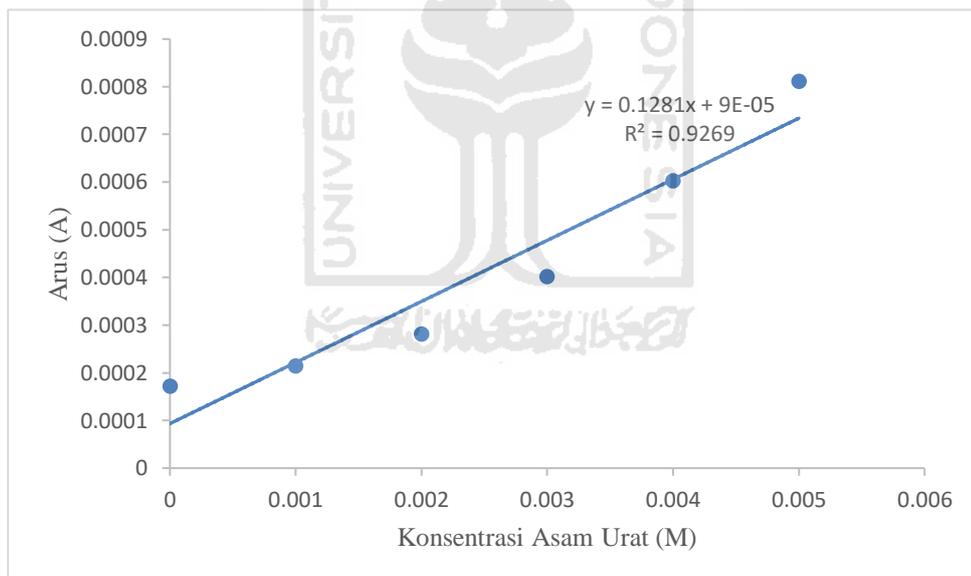
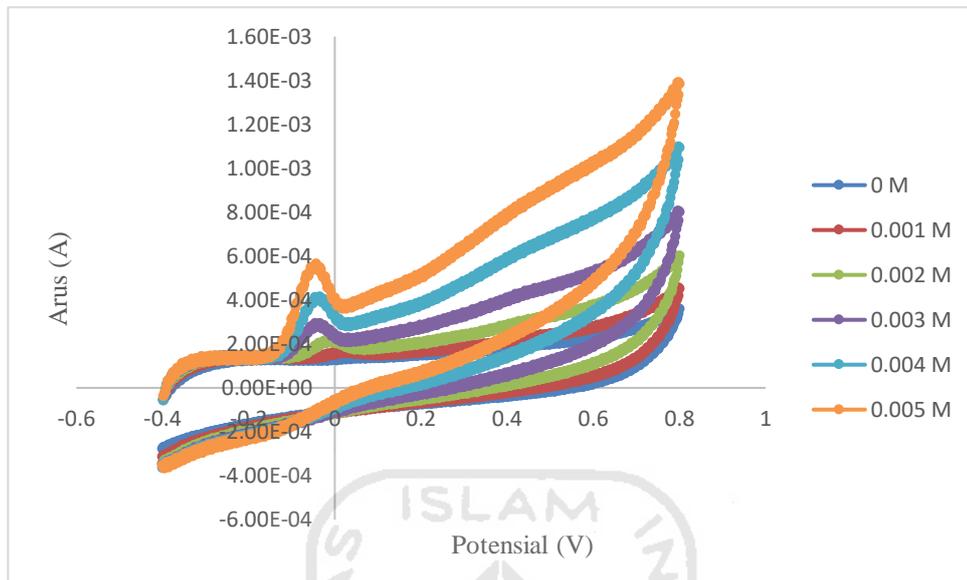
e. Pengulangan ke-5



f. Pengulangan ke-6



g. Pengulangan ke-7



Lampiran 5. Arus Presisi

a. Pengulangan ke-1

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$2,3294 \times 10^{-4}$
0.001	$2,3294 \times 10^{-4}$
0.002	$3,1659 \times 10^{-4}$
0.003	$5,0537 \times 10^{-4}$
0.004	$7,4341 \times 10^{-4}$
0.005	$9,3872 \times 10^{-4}$

b. Pengulangan ke-2

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$2,2345 \times 10^{-4}$
0.001	$2,5192 \times 10^{-4}$
0.002	$3,9114 \times 10^{-4}$
0.003	$4,6603 \times 10^{-4}$
0.004	$6,3538 \times 10^{-4}$
0.005	$8,0018 \times 10^{-4}$

c. Pengulangan ke-3

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$1,8287 \times 10^{-4}$
0.001	$2,0896 \times 10^{-4}$
0.002	$3,0976 \times 10^{-4}$
0.003	$4,2401 \times 10^{-4}$
0.004	$6,4972 \times 10^{-4}$
0.005	$8,4137 \times 10^{-4}$

d. Pengulangan ke-4

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$1,7352 \times 10^{-4}$
0.001	$2,2354 \times 10^{-4}$
0.002	$2,7875 \times 10^{-4}$
0.003	$4,4571 \times 10^{-4}$
0.004	$6,3477 \times 10^{-4}$
0.005	$8,2611 \times 10^{-4}$

e. Pengulangan ke-5

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$1,6473 \times 10^{-4}$
0.001	$1,9851 \times 10^{-4}$
0.002	$2,7432 \times 10^{-4}$
0.003	$4,3036 \times 10^{-4}$
0.004	$5,5481 \times 10^{-4}$
0.005	$7,37 \times 10^{-4}$

f. Pengulangan ke-6

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$1,6229 \times 10^{-4}$
0.001	$2,1753 \times 10^{-4}$
0.002	$2,8507 \times 10^{-4}$
0.003	$3,9710 \times 10^{-4}$
0.004	$6,1096 \times 10^{-4}$
0.005	$8,078 \times 10^{-4}$

g. Pengulangan ke-7

Konsentrasi (M)	Arus (A)
0	$1,7169 \times 10^{-4}$
0.001	$2,1411 \times 10^{-4}$
0.002	$2,8104 \times 10^{-4}$
0.003	$4,0170 \times 10^{-4}$
0.004	$6,0242 \times 10^{-4}$
0.005	$8,1116 \times 10^{-4}$

Lampiran 6. Perhitungan Presisi

Pengulangan	Konsentrasi (M)	Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi (mg/dL)
1	$4,9530 \times 10^{-4}$	83,2640	0.4163
2	$5,7307 \times 10^{-4}$	96,3381	0.4817
3	$4,9652 \times 10^{-4}$	83,4706	0.4174
4	$4,9154 \times 10^{-4}$	82,6319	0.4132
5	$4,8870 \times 10^{-4}$	82,1552	0.4108
6	$5,6117 \times 10^{-4}$	94,3378	0.4717
7	$5,5835 \times 10^{-4}$	93,8637	0.4693
SD	$3,8397 \times 10^{-5}$	6,4549	0.4400
Rata-rata	$5,2352 \times 10^{-4}$	88,0088	0.0328

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{6,4549}{88,0088} \times 100\% = 7,3344 \%$$

$$\text{Log Konsentrasi} = \text{Log } 88,0088 \times 10^{-6}$$

$$= -5,134634617$$

$$\text{CV Horwitz} = 0,5 \times 5,134634617)$$

$$= -2,567317309$$

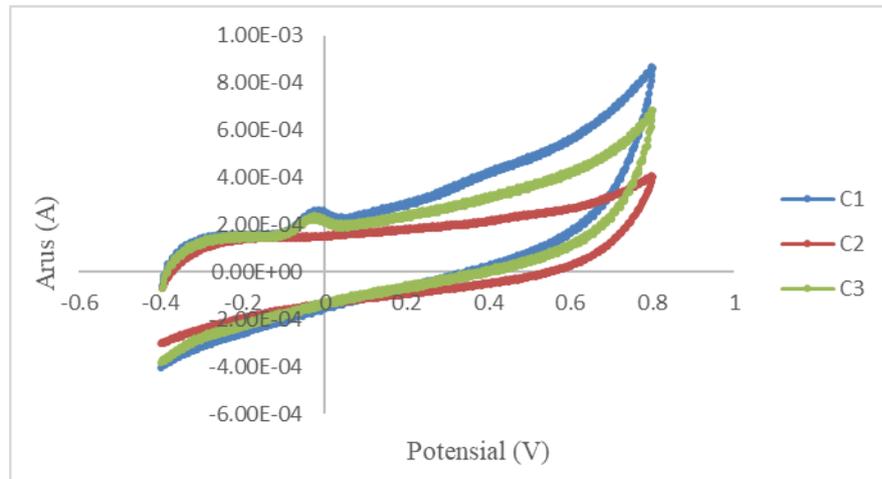
$$= 1 - (-2,567317309)$$

$$= 3,567317309$$

$$= 2^{3,567317309}$$

$$= 11,8541$$

Lampiran 7. Perhitungan Akurasi

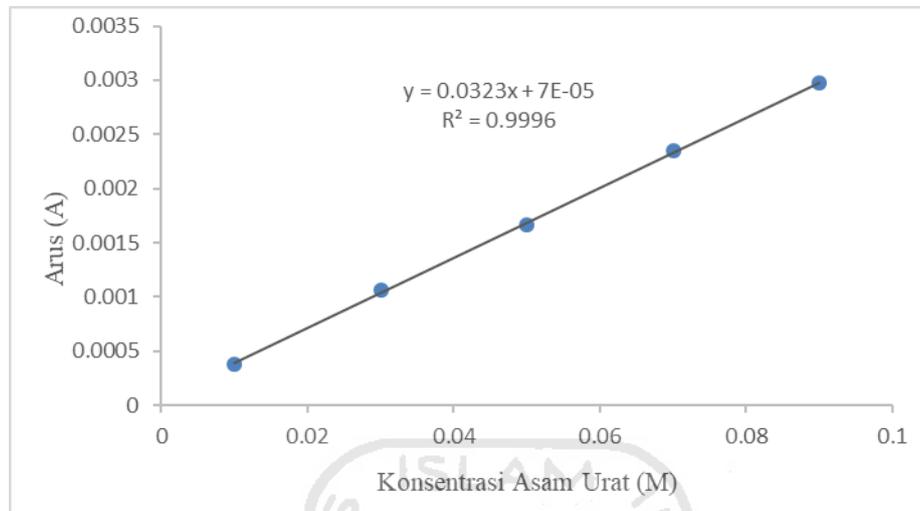


Objek	Arus (A)
Sampel + standar (C1)	$4,5261 \times 10^{-4}$
Sampel (C2)	$2,2513 \times 10^{-4}$
Standar (C3)	$2,9935 \times 10^{-4}$

Perhitungan:

$$\begin{aligned}
 \text{Akurasi (\%)} &= \frac{C1 - C2}{C3} \times 100\% \\
 &= \frac{0,00045261 - 0,00022513}{0,00029935} \times 100\% \\
 &= 75,99\%
 \end{aligned}$$

Lampiran 8. Perhitungan Linieritas, LOD dan LOQ



Konsentrasi (M)	Arus (A)
0.01	$3,8205 \times 10^{-4}$
0.03	$1,0663 \times 10^{-3}$
0.05	$1,6629 \times 10^{-3}$
0.07	$2,3438 \times 10^{-3}$
0.09	$2,9727 \times 10^{-3}$
S(y/x)	2.2596×10^{-5}

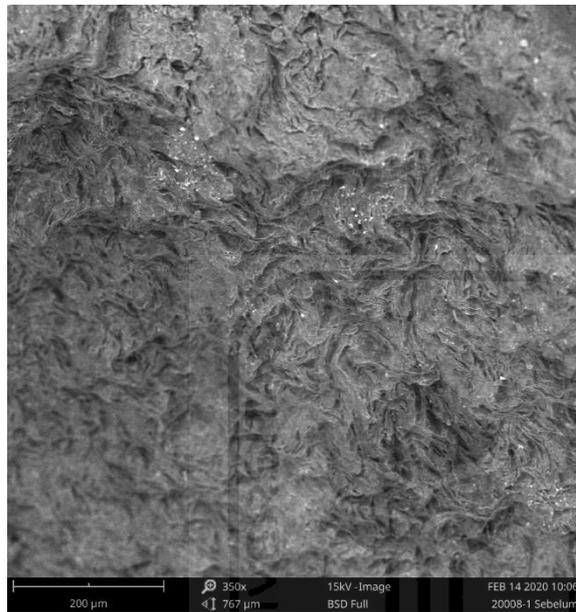
$$\text{Limit of Detection (LOD)} = \frac{3 \times S(\frac{y}{x})}{\text{Slope}} = \frac{3 \times 0,000022596}{0,0323} = 2,0987 \times 10^{-3} = 1,76 \text{ mg/dL}$$

$$\text{Limit of Quantification (LOQ)} = \frac{10 \times \frac{Sy}{x}}{\text{Slope}} = \frac{10 \times 0,000022596}{0,0323}$$

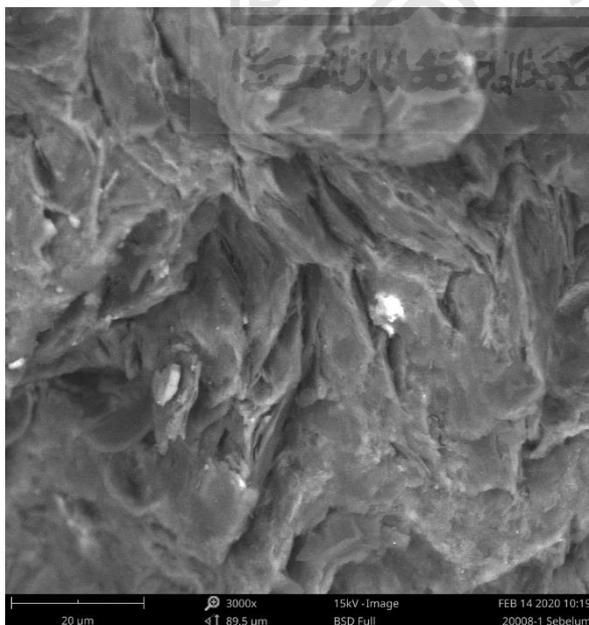
$$= 6,9957 \times 10^{-3} = 5,88 \text{ mg/dL}$$

Lampiran 9. Gambar Hasil Morfologi Permukaan Karbon Pensil dengan SEM

1. Karbon pensil sebelum digunakan analisis sebagai elektroda kerja
 - a. Perbesaran 350x

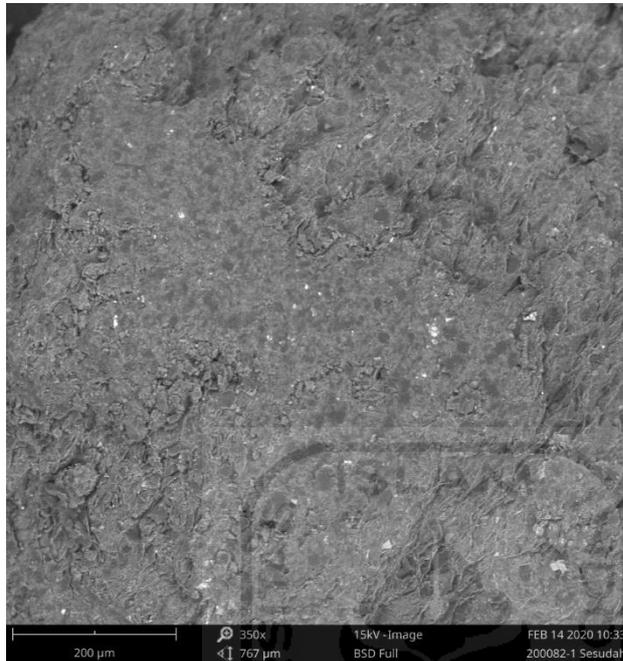


- b. Perbesaran 3000x

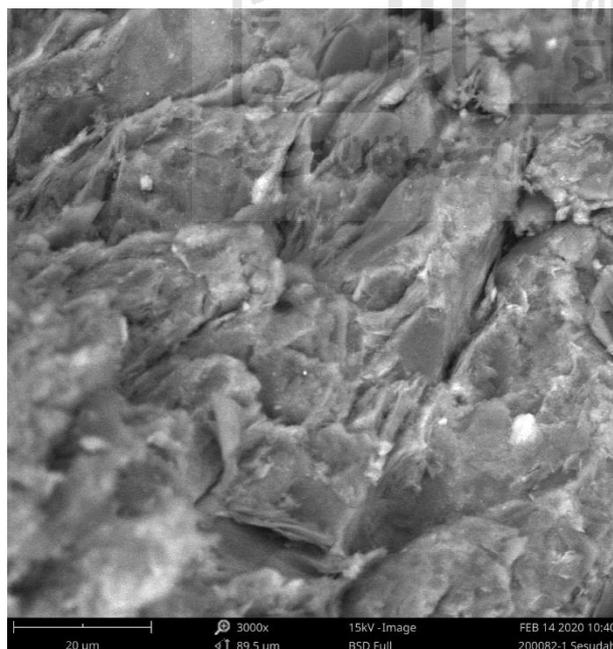


2. Karbon pensil sesudah digunakan analisis sebagai elektroda kerja

a. Perbesaran 350x



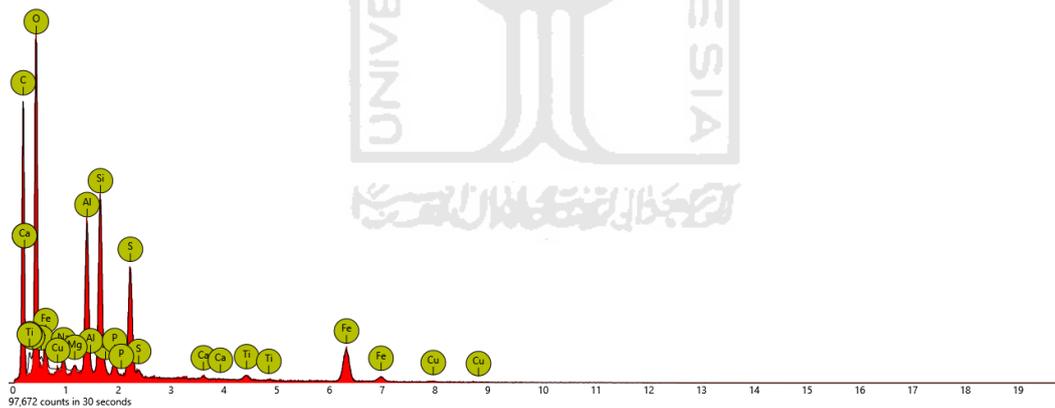
b. Perbesaran 3000x



**Lampiran 10. Data Hasil SEM-EDX dari Karbon Pensil Sebelum dan
Sesudah Digunakan sebagai Elektroda Kerja**

a. Sebelum digunakan

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Conc.	Weight Conc.
6	C	Carbon	56.74	42.90
8	O	Oxygen	31.89	32.11
26	Fe	Iron	2.38	8.35
14	Si	Silicon	2.93	5.18
13	Al	Aluminium	2.91	4.95
16	S	Sulfur	2.08	4.19
15	P	Phosphorus	0.31	0.60
22	Ti	Titanium	0.17	0.52
11	Na	Sodium	0.32	0.47
29	Cu	Copper	0.11	0.43
12	Mg	Magnesium	0.10	0.16
20	Ca	Calcium	0.06	0.15



b. Sesudah digunakan

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Conc.	Weight Conc.
6	C	Carbon	74.22	67.42
8	O	Oxygen	24.17	29.25
13	Al	Aluminium	1.03	2.10
14	Si	Silicon	0.58	1.23

