

# PERFORMANSI ANALITIK SENSOR UREA TERIMMOBILISASI REAGEN DIASETIL MONOKSIM (DAM) DAN TIOSEMIKARBAZIDA (TSC) SECARA ADSORPSI PADA PLAT SILIKA GEL

M.I. Fahmi, B. Fauziyah, S. Maimunah  
Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim  
Malang  
Email: muhammadiqbalfahmi53@yahoo.com

## Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan sensor urea secara adsorpsi fisik menggunakan reagen diasetil monoksim dan reagen tiosemikarbazida serta kombinasi asam sulfat dan asam posfat dengan campuran  $\text{FeCl}_3$  pada plat silika gel. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui performansi analitik sensor yang meliputi suhu pemanasan terbaik, waktu respon sensor, stabilitas sensor, dan konsentrasi terkecil analit yang mampu dideteksi oleh sensor. Semua reagen diimmobilisasikan pada plat silika gel dan bereaksi dengan urea. Reagen DAM akan bereaksi dengan urea membentuk senyawa triazin (TZ) dan bereaksi dengan ion  $\text{Fe}^{3+}$  membentuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{TZ})_3]^{2+}$  yang menghasilkan sinyal warna merah muda. Hasil penelitian yang diperoleh yaitu suhu pemanasan terbaik terjadi pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . Waktu respon yang dihasilkan sensor dalam mendeteksi urea terjadi pada detik ke-180. Stabilitas sensor yang dihasilkan pada penyimpanan suhu dingin adalah  $< 24$  jam dan penyimpanan suhu ruang hampir mencapai 24 jam. Sedangkan nilai LoD dan LoQ dari penelitian adalah  $0,1232$  mmol/L dan  $0,4105$  mmol/L.

**Kata Kunci:** urea, sensor, diasetil monoksim, tiosemikarbazida, sensor, adsorpsi, RGB

## I. PENDAHULUAN

Urea merupakan molekul hasil dari ekskresi ammonia yang berasal dari proses katabolisme asam amino (Miles, 2003). Kadar normal dari urea dalam tubuh atau dalam darah adalah  $5-25$  g/dL (Shanmugam *et al.*, 2010). Selain di dalam tubuh urea juga terdapat dalam lingkungan karena dapat menyuburkan tanaman melalui proses nitrifikasi. Akan tetapi pupuk urea juga mampu mencemari lingkungan akibat dari pemakaian pupuk urea secara berlebihan. Hal tersebut dikarenakan tanaman mempunyai kemampuan yang terbatas dalam menyerap pupuk urea sehingga kelebihan urea akan mencemari lingkungan (Triyono *et al.*, 2013).

Deteksi urea dapat dilakukan dengan metode kolorimetri memakai reagen diasetilmonoksim yang menghasilkan warna merah muda (Rho, 1971). Reaksi antara urea dengan diasetil monoksim dan tiosemikarbazida dengan adanya ion Fe(III) dalam medium asam pada kondisi panas akan menghasilkan senyawa berwarna merah muda. Ion Fe(III) diberikan oleh FeCl<sub>3</sub> dan medium asam disumbangkan oleh adanya asam sulfat dan asam ortofosfat dalam reagen asam (Shanmugam *et al.*, 2010).

Sensor kimia merupakan perangkat yang mampu merubah suatu informasi kimia menjadi sinyal yang mampu dibaca oleh pengguna dimana informasi tersebut dapat berupa reaksi kimia (Hulanicki *et al.*, 1991). Sensor kimia dapat dibuat dengan mengikat reagen pada suatu matrik dengan tidak merubah sifat dari reagen yang disebut dengan proses immobilisasi (Kuswandi, 2010).

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Alat dan bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, pipet ukur, pipet tetes, kamera *Sony Ericson 5 mega pixel, photoshop CS5, hot plate, waterbath*, dan peralatan gelas lain yang biasa digunakan di laboratorium kimia.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah, urea, diasetilmonoksim (DAM), tiosemikarbazida (TSC), *ferric chloride* (FeCl<sub>3</sub>), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pekat, asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), plat silika gel dan aquades.

### B. Immobilisasi Reagen pada Plat Silika Gel

Immobilisasi reagen identifikasi urea pada plat silika gel dilakukan dengan teknik adsorpsi fisik kemudian dikeringkan dengan hairdryer sampai kering.

### C. Penentuan Suhu Terbaik

Penentuan suhu terbaik dilakukan dengan variasi suhu pemanasan 35°C, 60°C, 100°C selama 20 menit memakai urea konsentrasi 100 mmol/L kemudian diamati dan difoto perubahan warna yang terbentuk. Perlakuan tersebut diulangi sebanyak 3 kali.

### D. Penentuan Waktu Respon

Penentuan waktu respon dilakukan dengan variasi waktu pemanasan 20 – 300 detik dengan interval 20 detik selama 20 menit memakai urea konsentrasi 100 mmol/L

kemudian diamati dan difoto perubahan warna yang terbentuk pada setiap interval. Perlakuan tersebut diulangi sebanyak 3 kali.

#### E. Penentuan Stabilitas Sensor

Stabilitas sensor adalah kemampuan sensor untuk mempertahankan karakteristiknya selama periode waktu tertentu. Sensor yang telah diimmobilisasi disimpan pada dua kondisi yang berbeda yaitu pada temperatur 10°C (temperatur dingin) dan 30°C (temperatur kamar). Pengukuran dilakukan berulang-ulang selama 5 hari dengan selang waktu penyimpanan satu hari.

#### F. Penentuan Konsentrasi Terendah Urea yang Dapat dideteksi oleh Sensor (LoD dan LoQ)

Penentuan konsentrasi terendah dilakukan dengan membuat urea konsentrasi 0,2 mmol/L, 0,5 mmol/L, 0,8 mmol/L, dan 1,2 mmol/L. Kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu terbaik selama 20 menit dan diamati. Kemudian dihitung nilai LoD dan LoQ menggunakan rumus berikut (Harmita, 2004):

$$SY/X = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y_i)^2}{n - 2}}$$

$$LoD = \frac{3(\frac{SY}{X})}{slope}$$

$$LoQ = \frac{10(\frac{SY}{X})}{slope}$$

Keterangan :

SY/X = Simpangan Baku Residual

LOD = *Limit of Detection*

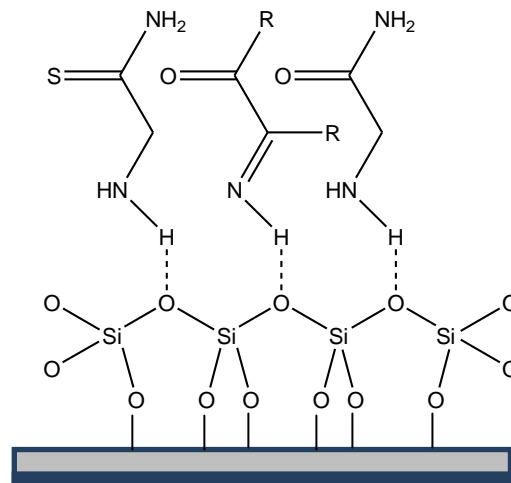
LOQ = *Limit of Quantitation*

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Immobilisasi Reagen pada Plat Silika Gel

Teknik immobilisasi yang digunakan untuk mengikat reagen DAM-TSC dan reagen asam adalah teknik adsorpsi. Hal itu dikarenakan teknik adsorpsi merupakan salah satu teknik yang paling sederhana dalam immobilisasi molekul pada permukaan

sensor. Teknik adsorpsi yang digunakan adalah adsorpsi fisika karena interaksi antara adsorben dan adsorbat tidak terjadi ikatan kimia tetapi dapat berupa gaya van der Waals maupun ikatan hidrogen. Hal tersebut dapat dilihat pada ilustrasi Gambar 1 berikut:



**Gambar 1.** Ikatan hidrogen antara reagen dan plat silika gel

Menurut Buhani *et al* (2009), silika gel memiliki situs aktif gugus silanol (SiOH) dan siloksan (Si-O-Si) dipermukaan. Partikel silika gel mengandung gugus hidroksil dipermukaannya yang membentuk ikatan hydrogen dengan molekul-molekul polar. Gugus hidroksil tersebut berikatan dengan atom O dan N yang terdapat pada reagen diasetilmonoksim dan tiosemikarbazida membentuk ikatan hidrogen.

Teknik pengeringan untuk proses immobilisasi dilakukan dengan menggunakan *hairdryer* karena alat tersebut mampu mengeringkan lebih cepat dengan suhu yang relatif rendah sehingga reagen yang akan diikat pada plat silika kemungkinan besar tidak akan menguap. Hal itu sangat penting karena apabila reagen dapat terperangkap secara maksimal pada plat silika maka ketika diujikan dengan analit akan bereaksi dengan maksimal yang dapat dilihat dari perubahan warnanya.

#### B. Penentuan Suhu Terbaik

Hasil dari penentuan suhu terbaik dapat dilihat pada Tabel 1 berikut. Tabel 1 menunjukkan suhu terbaik terjadi pada suhu 100°C dengan nilai  $\Delta$  mean RGB tertinggi. Nilai RGB tersebut merupakan kuantitas senyawa yang ada dalam media karena pada dasarnya, variasi warna suatu sistem berubah dengan berubahnya konsentrasi suatu komponen (Fatkhayah, 2013). Suhu merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi

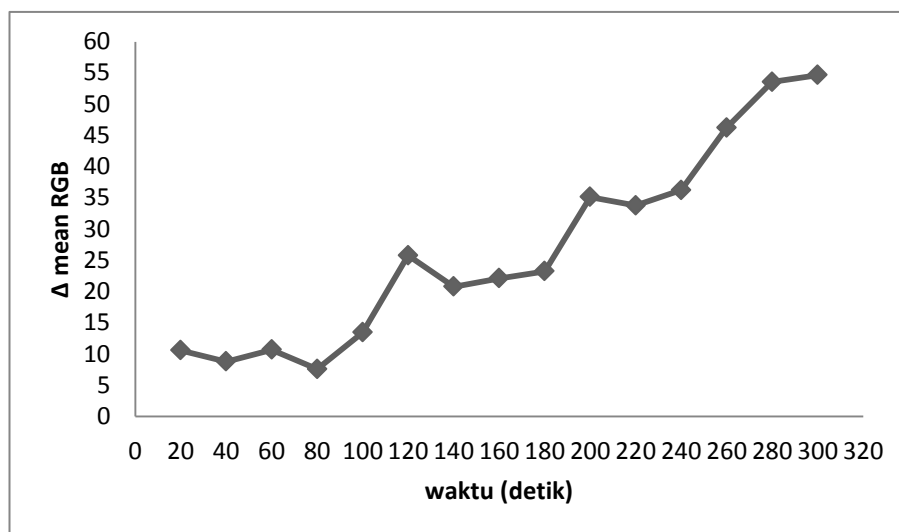
laju reaksi karena semakin tinggi suhu yang diberikan seharusnya reaksi yang terjadi semakin maksimal karena ketika suatu senyawa dipanaskan maka molekul akan bergerak semakin cepat sehingga kemungkinan interaksi antar molekul semakin mungkin terjadi sehingga reaksi yang terjadi semakin cepat.

**Tabel 1.** Hasil penentuan suhu pemanasan terbaik

No.	Suhu Pemanasan (°C)	Waktu pertama kali warna terbentuk	$\Delta$ mean RGB
1.	35	-	76,8889
2.	60	600 detik	78,7778
3.	100	120 detik	94,5556

### C. Penentuan Waktu Respon

Hasil dari penentuan waktu respon dapat dilihat pada Gambar 2 berikut:



**Gambar 2.** Penentuan waktu respon

Waktu respon diperoleh berdasarkan waktu pertama kali sensor menghasilkan sinyal dan sinyal tersebut stabil. Penentuan waktu respon dimulai dari detik ke-20 sampai detik ke-300. Data yang diperoleh kemudian diubah menjadi data berupa nilai  $\Delta$  mean RGB yang diperoleh dari hasil pengurangan blanko dengan nilai rata-rata mean RGB pada tiap variasi waktu. Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa awal grafik mulai naik terjadi ketika waktu pemanasan pada detik ke-180 dan mulai stabil terjadi pada detik ke-200 dengan sensor yang menghasilkan warna dan nilai RGB yang meningkat.

Sensor pada waktu detik ke-20 sampai detik ke-160 warna yang dihasilkan mudah hilang. Hal itu dimungkinkan karena reaksi yang terjadi belum optimal sehingga ketika sudah tidak ada pemanasan, kompleks yang terbentuk akan terurai kembali.

#### D. Penentuan Stabilitas Sensor

Hasil dari penentuan stabilitas dapat dilihat pada Tabel 2 berikut:

**Tabel 2.** Hasil penentuan stabilitas sensor

No.	Hari ke-	$\Delta$ Mean RGB		Kondisi Sensor	
		Suhu 10°C	Suhu 30°C	Suhu 10°C	Suhu 30°C
1.	0	65,6667	56,1667	+	+
2.	1	50,1667	47,6667	+	+
3.	2	47,1667	43,6667	+	+
4.	3	44,6667	40,6667	+	-
5.	4	42,1667	40,6667	+	-

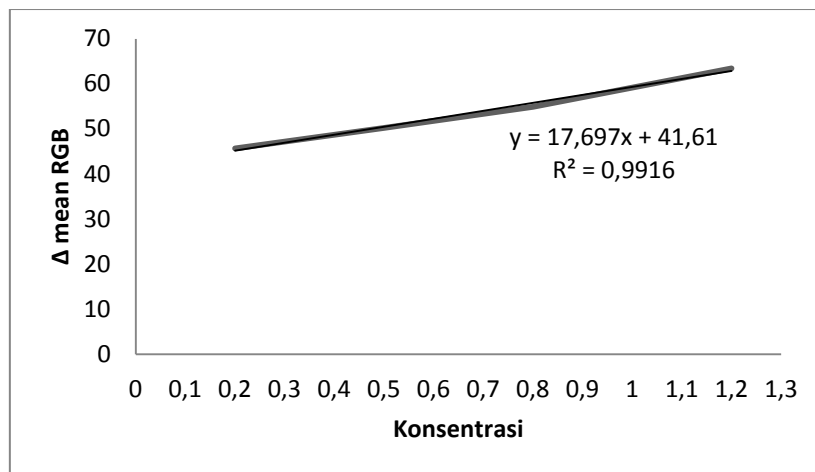
Keterangan: + = Baik  
- = Rusak

Tabel 2 tersebut menunjukkan bahwa nilai  $\Delta$  Mean RGB pada suhu dingin lebih besar dibandingkan pada suhu ruang yang menunjukkan intensitas warna yang terbentuk pada sensor yang disimpan di tempat dingin lebih besar dibandingkan dengan di suhu ruang. Udara atmosfer atau suhu ruang merupakan campuran antara udara dan uap air (lembab). Saat udara dalam keadaan lembab udara memiliki tekanan uap yang tinggi sedangkan tekanan uap pada plat silika gel rendah sehingga uap air berpindah dari udara ke silika gel untuk mencapai kesetimbangan uap air. Uap air tersebut dimungkinkan akan mempengaruhi reagen DAM-TSC ketika bereaksi dengan urea karena air akan membuat deaktivasi pada permukaan silika. Suhu dingin pada dasarnya dapat menghambat reaksi-reaksi kimiawi dengan kata lain komposisinya relatif konstan sehingga ditambahkan sampel urea, reagen DAM-TSC yang terimmobilisasi dalam plat silika gel mampu bereaksi secara maksimal dengan intensitas warna yang lebih tinggi. Dalam penelitian ini, penyimpanan sensor hari ke-3 dan ke-4 pada suhu ruang menunjukkan bahwa sensor yang dihasilkan pecah ketika dipanaskan. Batas ketidakstabilan atau waktu pakai suatu sensor dalam mendeteksi analit tidak boleh lebih dari 15 % dari respon sensor semula (Kuswandi, 2010). Jika dihitung berdasarkan ketentuan tersebut kestabilan sensor yang dihasilkan pada penyimpanan suhu dingin

adalah < 24 jam sedangkan pada penyimpanan suhu ruang stabilitas sensor hampir mencapai 24 jam.

#### E. Penentuan Konsentrasi Terendah Urea yang Dapat dideteksi oleh Sensor (LoD dan LoQ)

Hasil dari penentuan konsentrasi terkecil dapat dibuat kurva standart seperti pada Gambar 3. Berdasarkan kurva tersebut didapatkan persamaan regresi yaitu  $y = 17,697x + 41,61$  dimana  $y$  adalah  $\Delta$  mean RGB,  $b$  adalah slope,  $x$  adalah konsentrasi, sedangkan  $a$  adalah intersep. Dengan nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ) sebesar 0,9916 berarti respon yang diberikan oleh sensor terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat yang ditetapkan, yakni  $R^2 > 0,99$ .



**Gambar 3.** Grafik kurva standar sensor

Berdasarkan kurva tersebut didapatkan persamaan regresi yaitu  $y = 17,697x + 41,61$  dimana  $y$  adalah  $\Delta$  mean RGB,  $b$  adalah slope,  $x$  adalah konsentrasi, sedangkan  $a$  adalah intersep. Dengan nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ) sebesar 0,9916 berarti respon yang diberikan oleh sensor terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat yang ditetapkan, yakni  $R^2 > 0,99$ .

Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar sensor ureaditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 17,697. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu  $x$ ) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu  $y$ ) sebesar 17,697.

Karakteristik suatu sensor juga ditentukan oleh kemampuannya mendeteksi konsentrasi suatu analit. Semakin kecil konsentrasi yang bisa dideteksi, semakin baik

karakteristik sensor tersebut (Fauziyah, 2013). Berdasarkan data yang telah diperoleh, nilai LoD dan LoQ dapat hitung sebagaimana Tabel 3 berikut:

**Tabel 3.**Data perhitungan LoD dan LoQ

$X$	$\bar{y}$	$y_i$	$(\bar{y} - y_i)$	$(\bar{y} - y_i)^2$
0,2	45,6667	45,1494	0,5173	0,2676
0,5	50,2222	50,4585	-0,2363	0,0558
0,8	54,8889	55,7676	-0,8787	0,7721
1,2	63,4444	62,8464	0,5980	0,3576
$\sum (\bar{y} - y_i)^2$				1,4531

Berdasarkan data Tabel 3 dapat dihitung nilai simpangan baku residual (SY/X) yaitu sebesar 0,72655. Data tersebut kemudian diolah dengan perhitungan untuk memperoleh nilai dari LoD dan LoQ. Batas deteksi (LoD) adalah parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko (Harmita, 2004). Nilai LoD yang diperoleh dari sensor dalam mendeteksi urea adalah 0,1232 mmol/L. Apabila sensor mampu mendeteksi urea dengan konsentrasi <0,1232 mmol/L, maka sinyal yang dihasilkan tidak dipercaya sebagai analit melainkan sebagai noise. Apabila sensor mampu mendeteksi urea dengan konsentrasi >0,1232 mmol/L, maka sensor tersebut dapat dikatakan memberi sinyal perubahan terhadap analit. Akan tetapi konsentrasi analit yang berada pada limit deteksi belum sepenuhnya dapat dipercaya karena akurasi yang dihasilkan rendah (Hidayati, 2013).

Nilai batas kuantitasi (LoQ) yang diperoleh pada pembuatan kurva sensor dalam mendeteksi urea sebesar 0,4105 mmol/L. Konsentrasi urea pertama pada kurva standar berada dibawah nilai limit kuantitasi yang menandakan bahwa hasil yang didapatkan mempunyai akurasi yang rendah. Sedangkan konsentrasi kedua berada diatas nilai limit kuantitasi yang menunjukkan bahwa sensor yang dihasilkan memiliki akurasi yang cukup tinggi. Limit kuantitasi menentukan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Meskipun pada rentang 0,2 mmol/L sampai 1,2 mmol/L dalam kurva standar menunjukkan hasil yang linear, namun pengukuran harus mencapai limit



kuantitasi agar pengukuran lebih akurat. Dengan demikian sesuai dengan gambar kurva standar sensor urea, hasil pengukuran pada konsentrasi kedua dikatakan lebih baik dengan konsentrasi yang melebihi LoQ sehingga memberikan hasil dengan akurasi yang tinggi.

#### IV. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Suhu terbaik sensor dalam mendeteksi urea adalah 100°C. Sedangkan waktu repon sensor dalam mendeteksi urea dengan menggunakan reagen diasetil monoksim-tiosemikarbazida terjadi pada detik ke-180.
2. Stabilitas sensor yang dihasilkan dalam mendeteksi urea pada penyimpanan suhu dingin < 24 jam dan pada penyimpanan suhu ruang hampir mencapai 24 jam.
3. Nilai batas deteksi (LoD) dan batas kuantitasi (LoQ) urea yang dapat dideteksi oleh sensor sebesar 0,1232 mmol/L dan 0,4105 mmol/L.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Buhani, Suharsono, dan Sumadi. 2009. Production of Metal Ion Imprinted Polymer from Mercapto-Silica Through Sol-Gel Process as Selective Adsorbent of Cadmium, *Desalination*. 251: 83-89.
- Fatkhiyah, N. 2013. Analisa Pewarna Pada Minuman dengan Menggunakan Kamera Digital. Skripsi. Universitas Jember.
- Fauziyah, B. 2012. Optimasi Parameter Analitik Biosensor Urea Berbasis Immobilisasi Urease dalam Membran Polianilin. *Saintis*. Volume 1. Nomor 1: 65-76.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol.1. No.3, 117-135.
- Hidayati, E.N. 2013. Perbandingan Metode Destruksi pada Analisis Pb dalam Rambut dengan AAS. Skripsi. Universitas Negeri Semarang.
- Hulanicki, A. Stanislaw, G. dan Folke, I. 1991. Chemichal Sensor Definition and Classification. *Pure and Appl Cham*. Vol 63. No 9. Hal 1247-1250.
- Kuswandi, B. 2010. Sensor. Jember: Universitas Jember Press.

- Miles, B. 2003. The Urea Cycle. <https://www.tamu.edu/faculty/bmiles/lectures/urea.pdf>. diakses pada 20 Juni 2014.
- Rho, J. H. 1971. Direct Fluorometric Determination of Urea in Urine. *Clinical Chemistry*. Vol. 18. No. 5.
- Shanmugam, S; Kumar, Sathish, T, dan Selvam, Panneer, K. 2010. *Laboratory Handbook On Biochemistry*. New Delhi: PHI Learning Private Limited.
- Triyono, A. Purwanto., dan Budiyo. 2013. Efisiensi Penggunaan Pupuk –N untuk Pengurangan Kehilangan Nitrat pada Lahan Pertanian. ISBN.