



**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA OPTIK UNTUK DETEKSI
ASAM URAT BERBASIS MEMBRAN FERRIIN**

SKRIPSI

Asal :	Hadiah	Klass 41.3 PRI P
	Pembelian	
Terima Tgl :	02 MAR 2007	
No. Induk :		
Pengkatalog :		

Oleh :

Indah Ratnasari Prihatiningrum
NIM. 991810301112

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**



**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA OPTIK UNTUK DETEKSI
ASAM URAT BERBASIS MEMBRAN *FERRIIN***

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan S1 dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

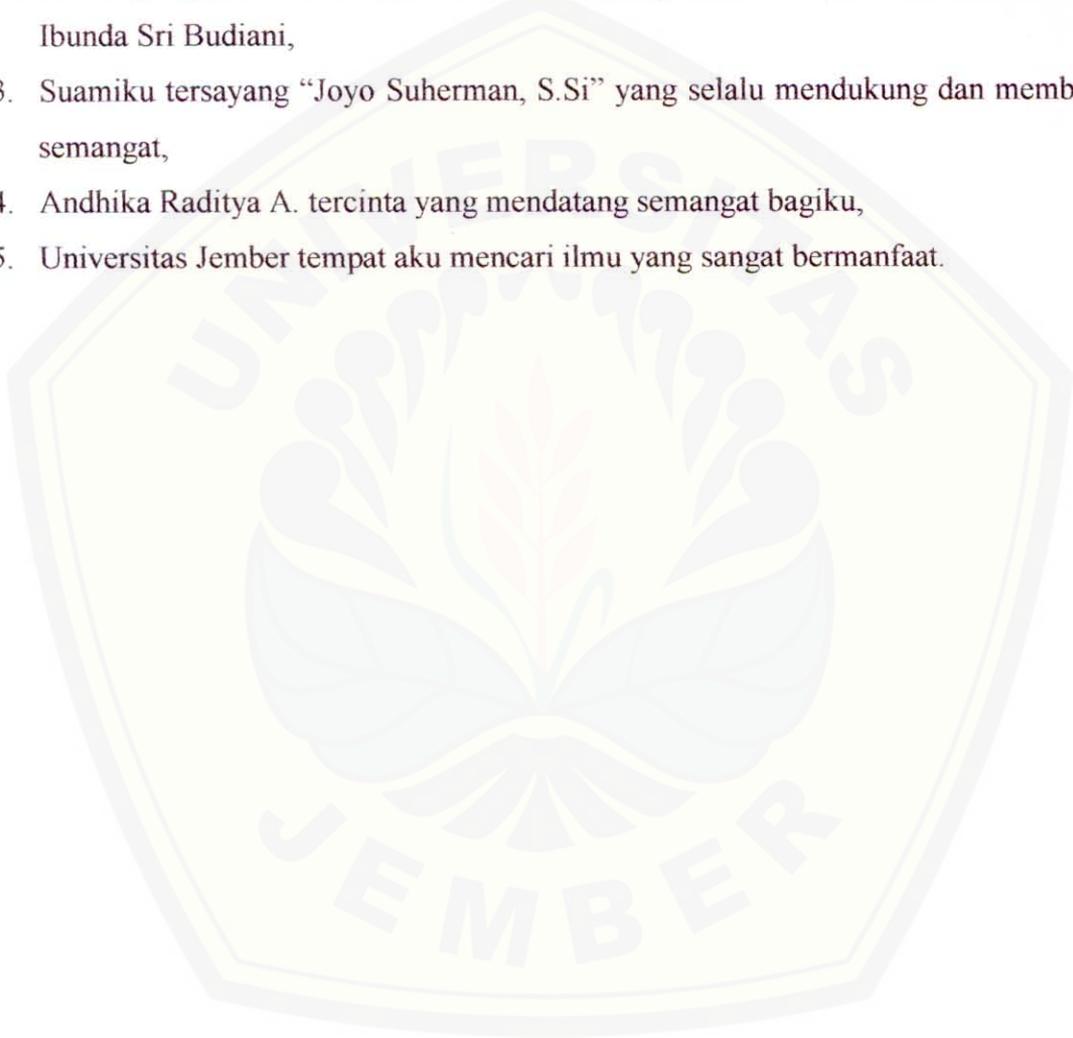
**Indah Ratnasari Prihatiningrum
NIM 991810301112**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2007**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Yang aku sembah “Allah SWT” dan Junjunganku Nabi Muhammad S.A.W.,
2. Beliau yang selalu aku hormati “Kedua Orang Tuaku”, Ayahanda Santoso dan Ibunda Sri Budiani,
3. Suamiku tersayang “Joyo Suherman, S.Si” yang selalu mendukung dan memberi semangat,
4. Andhika Raditya A. tercinta yang mendatang semangat bagiku,
5. Universitas Jember tempat aku mencari ilmu yang sangat bermanfaat.



MOTTO

Hasil yang kita dapatkan tak selamanya mendatangkan kebahagiaan,
tetapi kadang memberikan kesedihan.

Bangkitlah jika gagal, karena pasti ada
keberhasilan yang menunggu.



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Indah Ratnasari Prihatiningrum

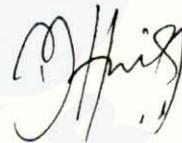
NIM : 991810301112

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul *Pengembangan Sensor Kimia Optik untuk Deteksi Asam Urat Berbasis Membran Ferriin* adalah benar-benar hasil pekerjaan sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi mana pun, serta bukan karya jiplakan.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 19 Januari 2007

Yang menyatakan,



Indah Ratnasari Prihatiningrum
NIM 991810301112

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA OPTIK UNTUK DETEKSI
ASAM URAT BERBASIS MEMBRAN *FERRIIN***

Oleh

**Indah Ratnasari Prihatiningrum
NIM 991810301112**

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Drs. Agus Abdul Gani, M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul *Pengembangan Sensor Kimia Optik untuk Deteksi Asam Urat Berbasis Membran Ferriin* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada;

hari : **SENIN**
tanggal : **19 FEB 2007**
tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

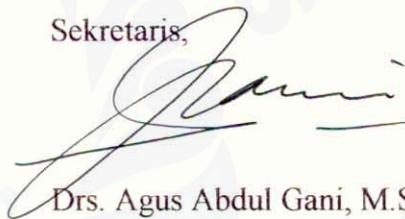
Tim Penguji

Ketua,



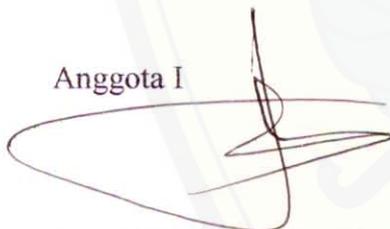
Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D.
NIP 132094129

Sekretaris,



Drs. Agus Abdul Gani, M.Si.
NIP 131412918

Anggota I



Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.
NIP 132056180

Anggota II



drh. Wuryanti Handayani, M.Si.
NIP 131459744

Mengesahkan

Dekan FMIPA UNEJ



Ir. Sumadi, M.S.
NIP 130368784

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kimia Optik Untuk Deteksi Asam Urat Berbasis Membran *Ferriin*; Indah Ratnasari Prihatiningrum, 991810301112; 61 halaman; Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

Nyeri sendi merupakan salah satu jenis penyakit yang banyak diderita oleh kaum lanjut usia. Penyakit nyeri sendi ini bisa disebabkan oleh berbagai macam hal, dan yang paling sering adalah karena meningkatnya kadar asam urat dalam plasma darah. Oleh karena itu, kadar asam urat dalam plasma darah perlu senantiasa dipantau. Berbagai tehnik analisis laboratorium telah dikembangkan untuk deteksi asam urat, seperti metode Uricase dan metode Kageyama, tetapi kedua metode tersebut masih relatif mahal dan kompleks. Sejalan dengan perkembangan teknologi sensor, perlu kiranya diupayakan suatu sensor kimia berbasis reagen kering untuk deteksi asam urat.

Penelitian mengenai pengembangan sensor kimia optik untuk deteksi asam urat berbasis membran *ferriin* dilakukan dengan dua tahap, yaitu tahap polimerisasi dan pencetakan membran. Pada tahap polimerisasi, poli(vinyl alkohol) *direfluk* pada suhu 50°C dengan menambahkan asam sulfat sehingga terbentuk poli(vinyl hidrogen sulfat) yang siap untuk dicetak menjadi membran, kemudian dicelupkan dalam Besi (III)-tris 1,10 phenantrolin. Optimasi mengenai uji kelayakan dilakukan melalui optimasi dan karakterisasi analitis. Kondisi optimum meliputi panjang gelombang maksimum, pH dan waktu respon. Sedangkan karakterisasi analitis meliputi limit deteksi, sensitivitas dan *linear range*.

Metode larutan memiliki kondisi optimum untuk panjang gelombang maksimum 512 nm, pH optimum 6, waktu respon 25 menit, persamaan kurva kalibrasi $Y = 8.10^{-5}x + 0,0469$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9858, limit

deteksi 72,987 ppm dan sensitifitas $8 \cdot 10^{-5}$ Abs/ppm. Sedangkan untuk metode membran panjang gelombang maksimum 514 nm, pH optimum 4, waktu respon 15 menit, persamaan kurva kalibrasi $Y = 6 \cdot 10^{-5}x + 0,047$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9852, limit deteksi 138,253 dan sensitifitas $6 \cdot 10^{-5}$ Abs/ppm. Kedua metode memiliki kesamaan yang ditandai dengan nilai t -hitung ($2,355$) < t -tabel ($2,447$). Vitamin C mampu mereduksi, dan urea hanya sedikit mempengaruhi.



PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas rahmat dan ridho-Nya sehingga Skripsi yang berjudul *Pengembangan Sensor Kimia Optik Untuk Deteksi Asam Urat Berbasis Membran Ferritin* dapat diselesaikan. Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S1) dari Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Dalam menyelesaikan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Dosen Pembimbing Utama, Dosen Pembimbing Anggota dan Dosen Penguji;
4. segenap dosen dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam khususnya jurusan kimia yang telah memberikan ilmu, bimbingan dan sarana yang diberikan;
5. semua pihak yang telah membantu demi kelancaran penelitian dan penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari dalam penulisan ini tentunya tidak lepas dari kekurangan, oleh karenanya penulis mengharapkan kritik dan saran yang dapat menyempurnakan skripsi ini.

Jember, Januari 2007

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	3
1.5 Batasan Masalah	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Asam Urat	4
2.2 Uji Kadar Asam Urat	6
2.2.1 Metode Uricase	6
2.2.2 Metode Kageyama	7
2.3 Membran Optode	8
2.4 Komplek Besi (III)-Tris(1,10-Phenantrolin).....	10

2.4.1 Besi (III).....	10
2.4.2 Tris(1,10-Phenantrolin).....	11
2.5 Poli(vinyl Hidrogen Sulfat).....	12
2.6 Tehnik Immobilisasi	13
2.6.1 Adsorpsi	13
a. Adsorpsi Larutan pada Permukaan Padat	14
b. Adsorpsi Non Spesifik (Penukar Kation)	16
2.6.2 <i>Entrapment</i>	16
2.6.3 <i>Mikroencapsulasi</i>	17
2.6.4 <i>Crosslinking</i>	17
2.6.5 Ikatan Kovalen.....	17
2.7 Mekanisme Sensor Kimia.....	17
2.8 Spektrofotometri UV-VIS.....	21
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	24
3.1 Tempat dan Waktu.....	24
3.1.1 Tempat	24
3.1.2 Waktu	24
3.2 Diagram Alir Penelitian	24
3.2.1 Fabrikasi Membran Optode	24
3.2.2 Prosedur Kerja	25
3.3 Bahan dan Alat Penelitian.....	25
3.3.1 Bahan	25
3.3.2 Alat	26
3.4 Pelaksanaan Penelitian.....	27

3.4.1 Persiapan Penelitian.....	27
a. Preparasi Larutan Buffer.....	27
b. Preparasi Larutan Standart.....	27
c. Preparasi Larutan Blanko.....	28
3.4.2 Fabrikasi Membran Optode (Membran <i>Ferriin</i>).....	28
3.4.3 Parameter yang Ditentukan.....	29
a. Penetapan Panjang Gelombang Maksimum.....	29
b. Studi Pengaruh pH.....	29
c. Studi Pengaruh Waktu Reduksi.....	29
d. Studi pengaruh vitamin C.....	30
e. Studi pengaruh urea.....	30
f. Kurva Kalibrasi Larutan Standart.....	31
g. Pengaruh pH terhadap Reduksi pada Membran.....	31
h. Pengaruh Waktu terhadap Reduksi pada Membran.....	31
i. Pengaruh vitamin C terhadap reduksi pada Membran....	31
j. Pengaruh urea terhadap reduksi pada membran.....	32
k. Kurva Kalibrasi Membran Optode (Membran <i>Ferriin</i>)..	32
3.4.4 Validasi Metode.....	32
a. Penentuan Limit Deteksi (LOD).....	32
b. Penentuan Sensitivitas.....	33
c. Penentuan <i>Linier Range</i>	33
d. Analisa Data.....	33
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
4.1 Karakteristik Metode Membran dan Metode Larutan dalam Analisa terhadap Kandungan Asam Urat.....	34
4.1.1 Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}).....	34
4.1.2 pH Optimum.....	36

4.1.3 Waktu Respon.....	37
4.1.4 Kurva Kalibrasi	39
4.1.5 Limit Deteksi	40
4.1.6 Sensitivitas.....	40
4.1.7 <i>Linier Range</i>	40
4.2 Pengaruh Vitamin C dan Urea pada Pengukuran.....	41
4.3 Analisis Regresi untuk Perbandingan Dua Metode dalam Pengukuran Asam Urat.....	43
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN-LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Jalur utama metabolisme dan transpor asam urat	5
Gambar 2.2	Reaksi peruraian Asam Urat dengan enzim uricase	7
Gambar 2.3	Reaksi H ₂ O ₂ dengan metanol	8
Gambar 2.4	Struktur <i>o</i> -phenantrolin.....	11
Gambar 2.5	Serapan cahaya oleh spesi kimia	22
Gambar 4.1	Kurva penentuan panjang gelombang maksimum dengan metode larutan	34
Gambar 4.2	Kurva penentuan panjang gelombang maksimum dengan metode membran	35
Gambar 4.3	Foto larutan dan membran awal (i), setelah direaksikan dengan Fe(III)-Phen (ii), dan setelah direaksikan dengan asam urat (iii).....	35
Gambar 4.4	Kurva penentuan pH Optimum dengan metode larutan	36
Gambar 4.5	Kurva penentuan pH Optimum dengan metode membran	37
Gambar 4.6	Kurva penentuan waktu respon menggunakan metode larutan dengan konsentrasi asam urat 100 ppm, 300 ppm, dan 500 ppm	38
Gambar 4.7	Kurva penentuan waktu respon menggunakan metode membran dengan konsentarsi asam urat 100 ppm, 300 ppm, dan 500 ppm	38
Gambar 4.8	Kurva kalibrasi dengan menggunakan metode larutan.....	39
Gambar 4.9	Kurva kalibrasi dengan menggunakan metode membran.....	39
Gambar 4.10	Pengaruh konsentrasi terhadap absorban. a) metode larutan b) metode membran.....	41
Gambar 4.11	Perbandingan kurva kalibrasi dengan metode larutan.....	42
Gambar 4.12	Perbandingan kurva kalibrasi dengan metode membran.....	42
Gambar 4.13	Kurva Perbandingan Dua Metode dengan Analisis Regresi	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-Phenantrolin dalam Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	48
Lampiran B.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan pH Optimum	52
Lampiran C.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi.....	53
Lampiran D.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Kurva Kalibrasi.....	55
Lampiran E.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dengan penambahan Vit C 0,5 mL.....	56
Lampiran F.	Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dengan penambahan Urea 0,5 mL.....	57
Lampiran G.	Perbandingan Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Kurva Kalibrasi.....	58
Lampiran H.	Perhitungan Limit Deteksi.....	59
Lampiran I.	Perhitungan uji t-berpasangan pada pengukuran absorban menggunakan metode larutan dan metode membran	61



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nyeri sendi merupakan salah satu jenis penyakit yang banyak diderita oleh kaum manusia usia lanjut. Penyakit nyeri sendi ini bisa disebabkan berbagai macam hal, dan yang paling sering adalah karena meningkatnya kadar asam urat dalam plasma darah. Oleh karena itu, kadar asam urat dalam plasma darah perlu senantiasa dipantau. Berbagai tehnik analisis laboratorium telah dikembangkan untuk deteksi asam urat, seperti metode Uricase dan metode Kageyama (Koestadi, 1989), tetapi masih relatif mahal dan kompleks. Sejalan dengan perkembangan teknologi sensor, perlu diupayakan suatu sensor kimia berbasis reagen kering untuk deteksi asam urat.

Sensor kimia merupakan suatu perangkat/alat (kecil) yang mampu mendeteksi atau menentukan konsentrasi zat kimia dalam cairan maupun gas secara kontinyu dan memasukkan atau memindahkan informasi ini menjadi sinyal optik maupun listrik (Kellner, *et al*, 1998). Sensor kimia yang dimaksud disini adalah alat yang terbuat dari reagen kimia tertentu yang diimmobilisasi dalam suatu matrik. Komplek yang terjadi antara reagen dengan analit akan mengalami reaksi kesetimbangan dan menghasilkan respon warna yang reversibel sehingga dapat diidentifikasi dan dideterminasi melalui spektrofotometer UV-VIS pada daerah panjang gelombang antara 400-700 nm. Seperti halnya untuk mendeteksi kadar asam urat dalam sampel, reagen yang dipakai harus selektif terhadap asam urat. Salah satu reagen yang selektif terhadap asam urat adalah kompleks besi (III)-tris (1,10-phenantrolin). Senyawa tersebut dapat diimmobilisasi dalam matrik poli(vinyl hidrogen sulfat) dan menghasilkan membran *ferrin*. Reagen yang terimmobilisasi dalam poli(vinyl hidrogen sulfat) tersebut (membran *ferrin*) akan memberikan perubahan warna apabila bereaksi dengan asam urat sebagai analit, karena asam urat tersebut bersifat

mereduksi kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin). Perubahan warna ini diharapkan dapat mendeteksi kadar asam urat dalam sampel dengan mudah dan murah. Membran poli(vinyl hidrogen sulfat) digunakan dalam penelitian ini karena daya regangnya tinggi, adhesif, fleksibel, dan resisten terhadap air (Othmer, 1968).

Berdasarkan hal tersebut di atas, perlu kiranya diteliti kemungkinan pengembangan suatu sensor kimia untuk deteksi kadar asam urat yang cepat dan praktis disamping menggunakan metode larutan yang sudah dikenal dan memiliki kekurangan. Perkembangan tersebut dapat dilakukan dari sisi pembuatan membran dan proses immobilisasi reagen dalam matrik sehingga menghasilkan sensor kimia dengan kondisi pengukuran yang sesuai.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang diungkap dalam penelitian adalah sebagai berikut;

- 1) bagaimanakah kondisi optimal operasional penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat) ?,
- 2) bagaimanakah karakteristik analitis kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat) untuk penentuan kadar asam urat ?,
- 3) bagaimanakah pengaruh Vitamin C dan urea dalam penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat)?.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai adalah;

- 1) mengetahui dan mempelajari kondisi optimal operasional penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat),
- 2) mengetahui karakteristik analitis kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat) untuk penentuan kadar asam urat,
- 3) mengetahui pengaruh Vitamin C dan urea dalam penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat).

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah;

- 1) pengembangan teknologi poli(vinyl hidrogen sulfat) sebagai reagen kering dalam sensor kadar asam urat untuk mendeteksi penderita asam urat dengan cepat,
- 2) pengujian deteksi awal penyakit asam urat secara cepat, praktis, dan ekonomis.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian adalah;

- 1) kondisi optimal operasional penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat) yang meliputi panjang gelombang maksimum, variasi pH, dan variasi waktu,
- 2) karakteristik analitis kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/ poli(vinyl hidrogen sulfat) untuk penentuan kadar asam urat yang meliputi limit deteksi, sensitivitas, dan *linear range*,
- 3) pengaruh senyawa lain dalam penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin)/poli(vinyl hidrogen sulfat) meliputi pengaruh vitamin C dan urea.



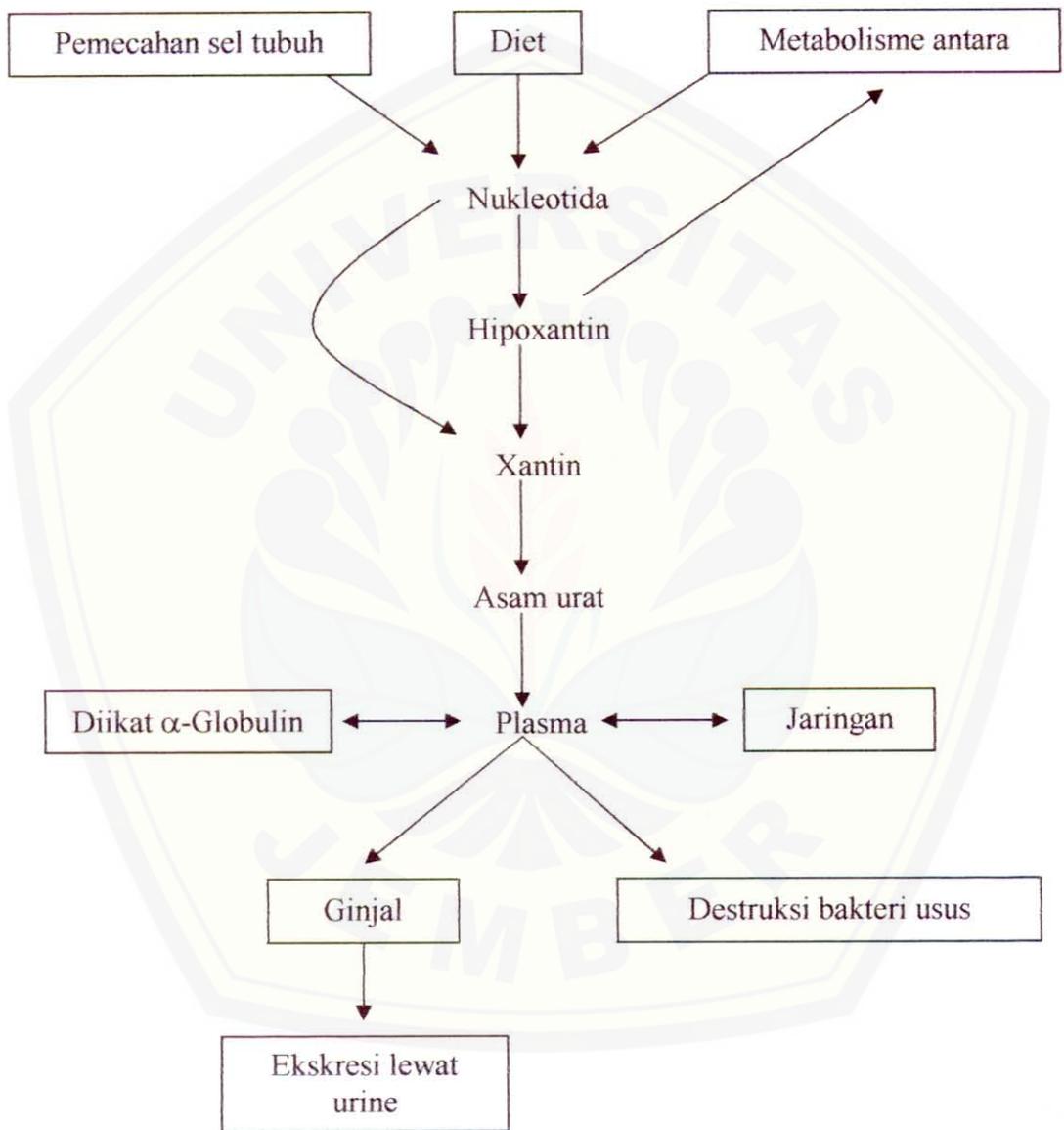
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Asam Urat

Asam urat merupakan asam organik lemah dengan rumus molekul $C_5H_4N_4O_3$, berbentuk hablur putih, tidak berbau, tidak berasa, terbentuk sebagai zat akhir hasil metabolisme nukleoprotein (Pringgodigdo, 1977). Asam urat merupakan molekul kompleks dengan dua sistem terkondensasi yang disebut nukleus purine. Asam urat dalam tubuh berasal dari asam urat endogen sebagai hasil dari perombakan nukleoprotein jaringan (perombakan purine); dan asam urat eksogen berasal dari makanan yang mengandung nukleoprotein antara lain daging, jeroan, udang, dan kepiting (Junadi,dkk, 1982). Berdasarkan hal tersebut, maka asam urat akan terdapat secara normal dalam plasma dan dalam urine (Dalimartha, 2002).

Urine adalah cairan yang dikeluarkan melalui saluran kencing dan merupakan hasil akhir dari tiga proses yang terjadi pada ginjal, yaitu *Filtrasi*, *Reabsorpsi*, dan *Sekresi*. Filtrasi adalah penyaringan bahan-bahan baik cairan maupun pelarutnya dari plasma ke filtrat ginjal (filtrat glomerulus), dimana komponen yang mempunyai berat molekul lebih kecil dari berat molekul albumin/globulin akan lolos (menjadi filtrat glomerulus, contoh glukosa) dan yang mempunyai berat molekul yang lebih besar akan tertahan (seperti protein dengan berat molekul besar dan sel-sel darah). Reabsorpsi adalah penyerapan kembali molekul-molekul dan ion-ion yang terjadi pada tubuh untuk dikembalikan ke plasma, contoh yang direabsorpsi adalah air, glukosa, elektrolit. Sekresi adalah penyaluran molekul-molekul dan ion-ion dari plasma ke filtrat ginjal karena bahan tersebut sudah tidak berguna, yang meliputi zat organik (urea, asam urat, kreatinin) (Japaries, 1995) dan zat anorganik (clorida, fosfat, ammonia, sulfat). Komposisi urine yang dikeluarkan oleh ginjal tergantung dari bahan-bahan yang dimakan, metabolisme tubuh, dan kemampuan ginjal dalam

melakukan fungsinya. Secara normal urine mempunyai pH antara 4,6 sampai 8, tapi secara umum mempunyai pH netral. Komposisi urine terdiri dari 96% air dan 4% bahan-bahan terlarut, yaitu bahan-bahan anorganik dan bahan-bahan organik. Bahan-bahan anorganik terdiri dari clorida, fosfat, ammonia, dan sulfat, sedangkan bahan-bahan organik terdiri dari urea, kreatinin, asam urat.



Sumber : Baron, 1995

Gambar 2.1 Jalur utama metabolisme dan transpor asam urat

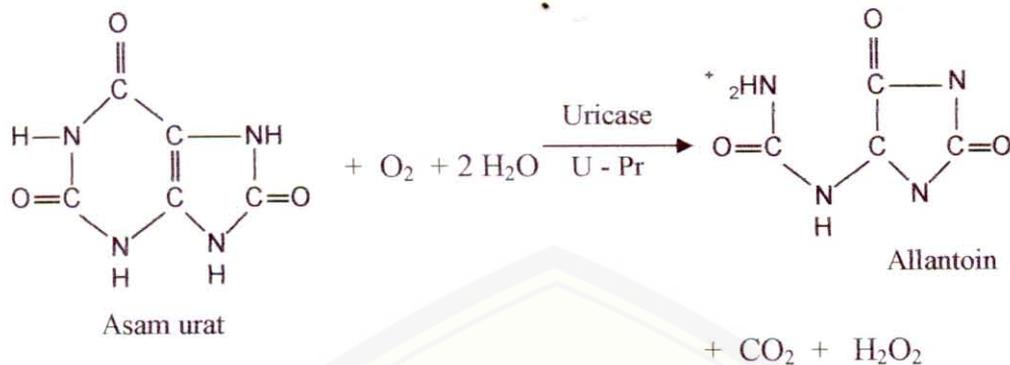
Kadar asam urat dalam plasma normal, pada laki-laki 20,17–70,61 mg/liter (ppm) dan pada wanita 15,13–60,52 mg/liter (ppm). Urine normal akan mengandung asam urat dalam jumlah yang kecil yaitu sekitar 168,11-504,34 mg/liter (ppm), dengan pH urine lebih bersifat asam (Baron, 1995). Kandungan asam urat dalam urine ini akan meningkat sejalan dengan peningkatan kandungan asam urat dalam plasma. Meningkatnya kadar asam urat dalam tubuh ini secara umum dipengaruhi oleh diet abnormal yang tinggi purin, cacat metabolik bawaan, dan pengurangan sekresi tubulus ginjal (Baron, 1995). Sebenarnya asam urat tidak menyebabkan rasa sakit, sedangkan yang menyebabkan rasa sakit tersebut adalah terbentuk dan mengendapnya mikrokristal monosodium urat monohidrat (Na-Urat) yang dipengaruhi oleh suhu dan tekanan (Junadi,dkk, 1982). Pemberian obat terutama ditujukan untuk menekan xantin oksidase sehingga sintesis asam urat terhambat. Peningkatan kadar asam urat dalam plasma dan urine dapat merupakan diagnosa pembantu untuk mendeteksi penyakit nyeri sendi (linu) dan batu ginjal (Baron, 1995). Dalam hal ini terdapat berbagai metode analisis untuk pemeriksaan asam urat pada plasma, diantaranya metode Phospor Asam Wolframat, metode Folin dan Brown, metode Uricase, dan metode Kageyama.

2.2 Uji Kadar Asam Urat

Beberapa metode analisis dapat digunakan untuk pemeriksaan kadar asam urat dalam plasma, tetapi yang paling sering digunakan adalah metode Uricase dan metode Kageyama.

2.2.1 Metode Uricase

Pada metode ini, asam urat dipecah oleh uricase dalam suasana basa (pH 8,5 – 9,4) pada 30 °C menjadi allantoin, H₂O₂, dan CO₂.



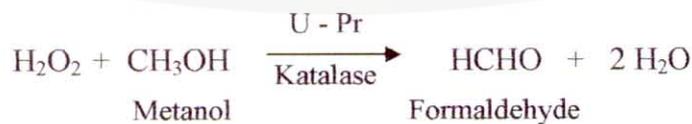
Gambar 2.2 Reaksi peruraian Asam Urat dengan enzim uricase

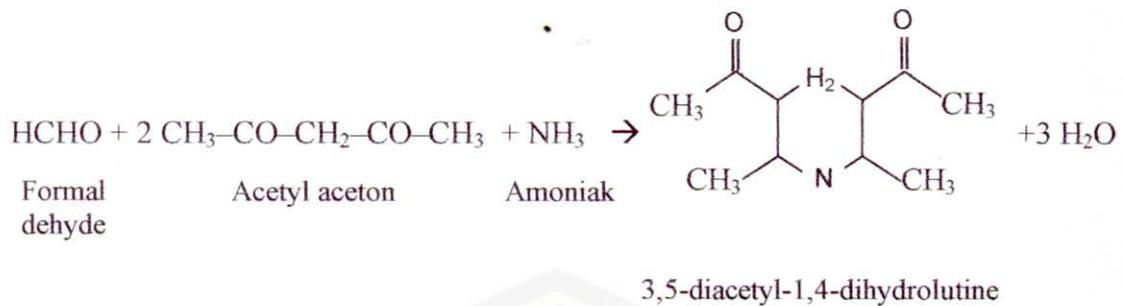
Asam urat dalam serum yang terurai, dapat ditentukan dengan cara membandingkan intensitas absorpsi sebelum dan sesudah proses pada panjang gelombang 293 nm, karena asam urat mengadsorpsi sinar pada panjang gelombang 293 nm, sedang allantoin, H₂O₂, dan CO₂ tidak mengadsorpsi (Koestadi, 1989).

2.2.2 Metode Kageyama

Pada metode Kageyama ini, ada tiga macam cara yang dapat dilakukan, yaitu mereaksikan H₂O₂ dengan metanol, etanol, atau 4-amino-antipyrino. H₂O₂ pada metode ini berasal dari peruraian asam urat oleh enzim uricase.

Pada cara yang pertama, H₂O₂ yang terbentuk direaksikan dengan enzim katalase dan metanol membentuk formaldehyde. Formaldehyde yang terbentuk ini selanjutnya direaksikan dengan acetyl acetone dan amoniak membentuk ikatan 3,5-diacetyl-1,4-dihydrolutine yang berwarna kuning dan diukur pada panjang gelombang 410 nm.



Gambar 2.3 Reaksi H₂O₂ dengan metanol

Pada cara yang kedua, H₂O₂ direaksikan dengan katalase dan etanol membentuk acetaldehyde, selanjutnya oleh enzim aldehyde dehydrogenase (ALDH) dan adenin dinukleotida fosfat (ADPH) yang sengaja ditambahkan, dioksidasi menjadi acetat dan nikotinamid adenin dinukleotida fosfat (NADPH). Meningkatnya kadar nikotinamid adenin dinukleotida fosfat (NADPH) yang terbentuk menunjukkan kadar asam urat dan diukur pada panjang gelombang 340 nm.

Pada cara yang ketiga, H₂O₂ direaksikan dengan 4-amino-antipyrino dan dechlorophenol sulphonate yang dengan adanya enzim peroksidase membentuk ikatan kompleks yang berwarna merah dan diukur pada panjang gelombang 500 nm sampai dengan 530 nm (Koestadi, 1989).

Metode-metode analisis di atas relatif mahal dan rumit, sehingga perlu kiranya dikembangkan suatu cara lain yang lebih mudah, murah, dan praktis untuk deteksi kadar asam urat, yang salah satunya adalah suatu sensor kimia optik (membran optode).

2.3 Membran Optode

Membran berasal dari bahasa latin “*membrana*” yang berarti potongan kain. Saat ini istilah membran didefinisikan suatu lapisan tipis yang digunakan dalam proses pemisahan campuran dua cairan yang berbeda atau penghalang selektif antara dua fasa yang homogen (Mulder, 1991). Sedangkan membran optode (optik dan

elektrode) disini sebagai sistem sensor kimia optik, artinya sebagai sensor yang bekerja selektif pada analit tertentu.

Kellner dkk (1998) menyatakan bahwa pengukuran konsentrasi analit dalam sampel berdasarkan sifat optiknya dapat dilakukan dengan mengukur perubahan warna yang terjadi antara analit dengan reagen. Reagen diimmobilisasi dalam suatu matrik yang berdasarkan pada adsorpsi resin penukar (ion), pengikatan pada polimer, ataupun dengan immobilisasi kovalen. Sensor seperti itu disebut optrode atau optode, yang dikembangkan untuk pengukuran pH, O₂, CO₂, NH₃, ion-ion logam berat dan beberapa spesies lain.

Supaya menghasilkan sensor yang reversibel, maka kesetimbangan kimia antara analit dalam larutan dan reagen yang diimmobilisasi ditetapkan melalui suatu perhitungan. Secara sederhana reaksi analit M dengan reagen Ind yang diimmobilisasi dapat diberikan sebagai berikut;



selanjutnya didapat persamaan konstanta kesetimbangan sebagai berikut;

$$K = \frac{[MInd]}{[M][Ind]} \dots\dots\dots (2.3.2)$$

dalam kasus pengukuran sifat optik MInd, signal diperoleh berdasarkan hubungan konsentrasi komponen-komponen dalam kesetimbangan;

$$[MInd] = K [M][Ind] \dots\dots\dots (2.3.3)$$

jika diasumsikan bahwa saat setimbang, konsentrasi analit sama dengan konsentrasi total analit pada larutan, $[M] = C_M$, dan konsentrasi reagen yang diimmobilisasi sama dengan selisih antara konsentrasi total reagen dan konsentrasi produk ($[Ind] = C_{Ind} - [MInd]$), persamaan 2.3.2 dapat ditulis kembali dalam hubungannya dengan konstanta kesetimbangan K;

$$[MInd] = \frac{K \cdot C_{Ind} \cdot C_M}{1 + K \cdot C_M} \dots\dots\dots (2.3.4)$$

Kurva kalibrasi (hubungan antara konsentrasi kompleks reagen $[MInd]$ dan konsentrasi analit (C_M)) akan linier hanya pada konsentrasi analit yang rendah (untuk $KC_M \ll 1$ atau $C_M \ll 1/K$). Pada konsentrasi analit yang tinggi, kurva mendekati hasil limit karena reagen jenuh oleh analit. Reagen yang digunakan untuk deteksi asam urat bermacam-macam, tapi yang paling sering digunakan adalah kompleks besi (III) tris(1,10-phenantrolin).

2.4 Komplek Besi (III)-Tris(1,10-Phenantrolin)

2.4.1 Besi (III)

Besi termasuk golongan VIII-B dengan konfigurasi elektron terluarnya adalah $3d^6 4s^2$, dengan konfigurasi tersebut menyebabkan besi memiliki beberapa tingkat oksidasi. Tingkat oksidasi tertinggi adalah VI dan jarang dijumpai (Cotton dan Wilkinson, 1989).

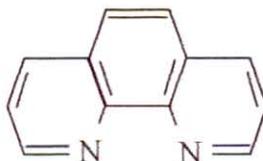
Tabel 2.1 Sifat-sifat besi (Fe)

Sifat-sifat	Nilai
Titik leleh ($^{\circ}C$)	1539
Titik didih ($^{\circ}C$)	2880
Struktur kristal	pengemasan rapat kubik (ccp)
Jari-jari ion (\AA) Fe^{2+}	0,76
Fe^{3+}	0,64
Potensial ionisasi (kcal/g atom) 1	171
2	360
Kerapatan, 20 $^{\circ}C$ (g/cm^3)	7,87

Sumber : Cotton dan Wilkinson 1989.

Logam besi mudah larut dalam asam mineral membentuk senyawa besi (II) yang mudah teroksidasi menjadi ion besi (III). Besi (III) mempunyai daya hantar yang lebih rendah dibandingkan dengan besi (II) dan larut dalam pelarut organik. Bila larutan besi (III) cukup kuat keasamannya, terjadi hidrolisis yang umumnya larutan menjadi kuning karena pembentukan spesies hidrokso yang mempunyai pita perpindahan muatan dalam daerah UV dan berakhir ke daerah VIS.

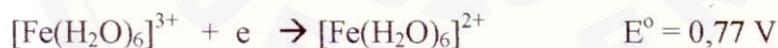
2.4.2 Tris(1,10-Phenantrolin)



Gambar 2.4 Struktur 1,10-phenantrolin

1,10-Phenantrolin atau 1,10-Phenantrolin, $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ memiliki berat molekul 198,22 dan 90,91% membentuk anhidrat dengan kandungan H_2O 9,09%. Untuk anhidrat terdiri dari 79,98% C; 4,48% H; dan 15,55% N (Stecher, 1960). Phenantrolin merupakan suatu senyawa poliaromatis dimana kedua nitrogennya didasarkan pada kandungannya terhadap phenantren. Bentuk orto pada indikator oksidasi-reduksi menentukan pembentukan warna biru redup (samar-samar) dalam keadaan teroksidasi (Parker, 1986). Wujud Phenantrolin berupa kristal bubuk, putih, melebur pada $117^\circ C$, larut dalam air, benzena, alkohol, dan aseton (Stecher, 1960).

Phenantrolin salah satu reagen yang selektif dan spesifik dengan memberikan warna merah membentuk senyawa kompleks dengan besi (II) sebagai indikator dalam sistem oksidasi-reduksi (Stecher, 1960). Cotton dan Wilkinson (1989) menyatakan bahwa ion besi (II) teroksidasi dalam larutan asam oleh udara menjadi besi (III). Dengan ligand-ligand selain air yang ada, perubahan nyata dalam potensialnya bisa terjadi.

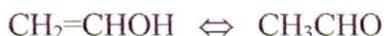


Selain reagen sensitif dan spesifik, Phenantrolin juga dikenal sebagai ligand bidentat yang menyumbangkan dua pasang elektron bebas untuk berikatan dengan logam besi (Parker, 1986).

Komplek besi (III)-tris (1,10-phenantrolin) di atas berfungsi sebagai reagen kering yang diimmobilisasi dalam suatu matrik yaitu poli(vinyl hidrogen sulfat).

2.5 Poli(vinyl Hidrogen Sulfat)

Poli(vinyl hidrogen sulfat) dibuat dari reaksi sulfonasi antara poli(vinyl alkohol) dengan asam sulfat pekat. Poli(vinyl alkohol) (PVA) dibangun oleh monomer vinil alkohol, $\text{CH}_2=\text{CHOH}$, yang sangat mudah membentuk asetaldehid, CH_3CHO .



Asetaldehid jika direaksikan dengan sejumlah basa sebagai katalis akan menghasilkan poli(vinyl alkohol) yang mempunyai rumus umum $\text{CH}_3\text{CHOH}(\text{CH}_2\text{CHOH})_n$, dimana n adalah jumlah monomer.

Poli(vinyl alkohol) secara substansial mempunyai struktur head to tail, dan sifat-sifatnya sangat ditentukan oleh besar kecilnya berat molekul, semakin besar berat molekul maka meningkatkan sifat viskositas, dan resistensi terhadap air dan pelarut organik serta sifat adhesifnya akan semakin meningkat. Hal ini sejalan dengan kenaikan derajat hidrolisanya (Othmer, 1968).

Sulfonasi merupakan pergantian atom hidrogen pada rantai alkana, selain itu sulfonasi dapat diartikan sebagai pergantian atom hidrogen pada gugus hidroksil dalam alkohol atau fenol dengan gugus $-\text{OSO}_2\text{OH}$. Asam sulfat pekat digunakan untuk sulfonasi alkohol. Sulfonasi alkohol dapat dilakukan dengan SO_3 atau kompleks asam sulfat, oleum, asam klorosulfat atau asam amino sulfat (Othmer, 1968).

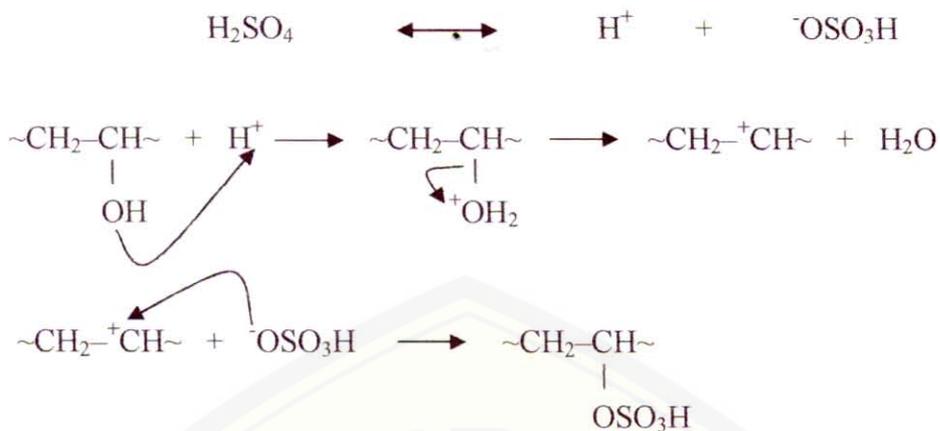
Sulfonasi pada PVA dengan asam sulfat pekat menghasilkan suatu resin penukar ion (Sounders, 1994).



Hidrogen pada gugus $-\text{OSO}_2\text{OH}$ poli(vinyl hidrogen sulfat) yang terbentuk mudah disubstitusi oleh ion logam.



Menurut Sukamto (2002) mekanisme reaksi sulfonasi Poli(vinyl Alkohol) dengan asam sulfat pekat melalui tahap ionisasi, protonasi, dan diakhiri dengan penggabungan karbokation dengan nukleofilik.



Sifat kimia PVA, bereaksi dengan sulfur trioksida menghasilkan poli(vinyl hidrogen sulfat), bereaksi dengan alkana arenasulfonil klorida, menghasilkan sulfonat dan asetal yang daya regangnya tinggi, adhesi, fleksibel, dan resistan terhadap air (Othmer, 1968).

Bila ada air yang mengandung garam netral dilewatkan melalui resin ini, ion hidrogen diganti oleh ion logam M^+ menjadi asam (H^+A^-). Resin penukar kation terbentuk kembali oleh asam kuat (Surdia dan Sinroku, 1999).

Matrik poli(vinyl hidrogen sulfat) ini akan memerangkap reagen kering (komplek besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) dengan proses absorpsi fisik yang merupakan salah satu tehnik immobilisasi.

2.6 Tehnik Immobilisasi

Tehnik immobilisasi adalah suatu tehnik memerangkap reagen dalam suatu matriks polimer dengan syarat aktivitas reagen tetap ada. Terdapat lima tehnik immobilisasi yang dikembangkan dalam sensor kimia yaitu : adsorpsi, *entrapment*, *mikroencapsulasi*, *crosslinking*, dan ikatan kovalen (Eggins and Brian, 1996).

2.6.1 Adsorpsi

Tehnik immobilisasi adsorpsi ini sangat sederhana. Namun proses immobilisasi reagen mungkin terikat sangat lemah dengan matrik polimer (Eggins and Brian, 1996). Adsorpsi merupakan suatu istilah yang diambil dari bahasa latin

“*sorbere*” dimana gas, uap, atau cair (adsorbat) diserap pada permukaan atau antar permukaan (adsorben) (Othmer, 1963). Adsorpsi adalah penarikan dan perlekatan molekul suatu benda ke permukaan benda lain tanpa terjadi perubahan kimiawi.

Proses adsorpsi secara umum dapat dibagi menjadi dua yaitu adsorpsi fisika (*physical adsorption : physiosorption*) dan adsorpsi kimia (*chemical adsorption : chemisorption*). Pada *physiosorption* terjadi ikatan yang sangat lemah melalui gaya Van Der Waals, dapat pula berupa ikatan Hidrogen dan gaya elektrostatis antara reagen dengan matriks polimer. *Chemisorption* memiliki ikatan yang lebih kuat, umumnya reagen dengan matriks polimer terikat secara ikatan kovalen (Eggins and Brian, 1996).

Energi yang dibutuhkan untuk adsorpsi fisika kurang lebih 15-20 kcal/molar (63-84 kJ/molar), dapat menempati pada semua permukaan, dan cukup pada temperatur rendah yaitu kira-kira setengah dari temperatur kritis adsorbat. Sedangkan untuk adsorpsi kimia dibutuhkan energi kurang lebih 20-30 kcal/molar (84-126 kJ/molar), dan terjadi pada temperatur di atas temperatur kritis dari adsorbat (Parker, 1989). Untuk adsorpsi fisika merupakan suatu proses reversibel dan pada adsorpsi kimia terbentuk persenyawaan pada permukaan. Namun hanya setebal satu molekul, sedang pada adsorpsi fisika tebalnya dapat beberapa molekul.

a. Adsorpsi Larutan pada Permukaan Padat

Adsorpsi larutan pada permukaan padat merupakan fenomena yang lebih kompleks dibandingkan adsorpsi gas atau uap pada permukaan padat. Adsorpsi gas atau uap pada permukaan padat mengikuti sistem satu komponen, sedangkan adsorpsi larutan pada permukaan padat mengikuti sistem tiga komponen.

Zat penyerap (adsorben) padat dapat diklasifikasikan menjadi dua yaitu polar dan non polar. Contoh adsorben polar adalah Alumina, Barium Sulfat, Kalsium Karbonat, Glass, Resin penukar ion, Silika Gel, Titanium dioksida, pasir, dan beberapa oksida logam. Sedangkan contoh adsorben non polar adalah karbon hitam, grafit, resin organik dan plastik, paraffin, bubuk arang, dan beberapa sulfida logam.

Adsorpsi polar dan non polar lebih menyukai fase yang sejenis. Tingkat adsorptivitas adsorben polar lebih besar dibandingkan adsorben non polar, hal ini disebabkan karena perbedaan potensial adsorpsi kedua adsorben tersebut. Potensial adsorpsi adsorben pada permukaan polar disebut hidrofilik sedangkan pada permukaan non polar disebut hidrofobik.

Untuk adsorpsi permukaan polar terbentuk lapisan hidrofobik (larutan pertama), pada konsentrasi zat terlarut yang paling tinggi akan terbentuk permukaan aktif ion yang berkebalikan dengan peristiwa di atas yaitu lapisan hidrofilik (lapisan kedua) dimana pada lapisan ini akan diserang oleh ion positif. Lapisan kedua mengikuti aturan Traube tapi untuk lapisan pertama tidak (Othmer, 1963).

Secara umum besar kecilnya peristiwa adsorpsi sangat dipengaruhi oleh jenis adsorben, jenis zat yang diadsorpsi, konsentrasi, luas permukaan, suhu dan tekanan. Untuk adsorben yang memiliki permukaan yang luas, maka adsorpsinya juga semakin besar. Sifat adsorpsi pada permukaan zat padat sangat aktif sangat selektif, artinya pada pencampuran zat hanya ada satu komponen yang diadsorpsi oleh zat tertentu. Makin besar konsentrasi, suhu, tekanan maka akan semakin besar pula adsorpsinya dan selanjutnya berhenti setelah seluruh bidang muka adsorben muka tertutup.

Hubungan antara jumlah materi teradsorpsi dengan konsentrasi larutannya dapat diekspresikan dengan persamaan adsorpsi Freundlich sebagai berikut;

$$x/m = k \cdot c^n \dots\dots\dots (2.6.1)$$

dimana : x = berat materi yang diadsorpsi m = berat adsorben

c = konsentrasi larutan n, k = konstanta-konstanta adsorpsi

Persamaan di atas dapat pula dinyatakan sebagai berikut;

$$\text{Log } (x/m) = \text{log } k + n \text{ log } c \dots\dots\dots (2.6.2)$$

Sesuai dengan persamaan di atas, plot $\text{log } (x/m)$ versus $\text{log } c$ secara teoritis merupakan sebuah garis lurus. Oleh karena itu maka dapat diketahui harga-harga konstanta n dan k dimana n adalah intersep dan k adalah slope. Persamaan Freundlich merupakan persamaan empiris hasil perbandingan dengan alam.

b. Adsorpsi Non Spesifik (Penukar Kation)

Membran penukar ion adalah resin penukar ion yang dibuat dalam bentuk membran, yang mempunyai tahanan listrik rendah dan sangat permeabel terhadap ion terseleksi, jadi membran penukar kation selektif terhadap kation. Reaksi pertukaran ion adalah reaksi stoikiometris yang bersifat reversibel (dapat balik). Koefisien distribusi atau koefisien selektifitas dihitung dari data. Pada pertukaran ion-ion dengan valensi sama, koefisien selektifitas tidak tergantung pada unit yang digunakan untuk konsentrasi logam dalam fase resin atau pada fase larutan. Tetapi pertukaran ion dengan tingkat valensi berbeda, gambarannya agak rumit. Dimana koefisien distribusi ditentukan oleh aktivitas spesies-spesies pada kedua fase tersebut.

Selektifitas penggantian jumlah kation ditentukan oleh valensi dan derajat hidrasi. Ion yang mempunyai valensi tinggi, kekuatan menggantinya lebih kuat. Ion H^+ suka akan ion polivalen dan lebih tinggi derajat hidrasinya. Adsorpsi penukar kation dapat digambarkan sebagai pembentukan kompleks *outer-sphere* dengan gugus fungsi permukaan adsorben secara elektrostatik.

2.6.2 Entrapment

Entrapment merupakan metode immobilisasi dimana reagen diperangkap dalam sel-sel membran. Reagen dicampurkan dengan larutan mono/polimer, yang selanjutnya membentuk gel dan menjerat reagen tersebut. Namun masih terdapat beberapa kekurangan di dalamnya;

- 1) hasil tersebut menimbulkan penghalangan sehingga menghambat difusi analit, yang menyebabkan reaksi menjadi lambat dan berpengaruh pada respon waktu,
- 2) komponen material kehilangan aktifitasnya melalui pori-pori gel.

Membran yang paling sering digunakan adalah bentuk gel poliacrilamida, starch gel, nylon, dan silastic gel.

2.6.3 Mikroencapsulasi

Digunakan membran inert untuk memerangkap reagen pada transduser. Membran dapat melindungi reagen sehingga menghasilkan sensor yang tahan terhadap perubahan pH, temperatur, *ionik strength* dan secara tidak langsung membran memiliki pori-pori dengan ukuran yang relatif kecil sehingga hanya dapat dilewati oleh molekul yang berukuran kecil.

2.6.4 Crosslinking

Pada metode ini reagen diikat secara kimia pada membran atau bahan pendukung padat lainnya. Senyawa dengan dua gugus fungsi ini (reagen difungsi) dapat mengikatkan reagen pada membran atau bahan pendukung lainnya. Kekurangan dari teknik *crosslinking* adalah kerusakan pada kespesifikasikan reagen dan hasil *crosslinking* merupakan senyawa yang sangat kaku (Eggins and Brian, 1996).

2.6.5 Ikatan Kovalen

Dalam ikatan kovalen, ikatan dirancang dengan memberikan gugus fungsi pada membran ataupun bahan pendukung lainnya, sehingga memungkinkan terjadinya ikatan antara reagen dengan gugus fungsi yang ditambahkan (Eggins and Brian, 1996). Reagen yang terimmobilisasi dalam matrik polimer akan membentuk suatu sensor kimia yang mempunyai mekanisme tertentu.

2.7 Mekanisme Sensor Kimia

Sensor kimia merupakan suatu perangkat/alat (kecil) yang mampu mendeteksi atau menentukan konsentrasi zat kimia dalam cairan maupun gas secara kontinyu dan memasukkan atau memindahkan informasi ini menjadi sinyal optik maupun listrik. Penggunaan sensor kimia sangat luas seiring dengan semakin meningkatnya kebutuhan analisa kimia, yaitu sebagai berikut (Kellner, *et al*, 1998);

a) Otomatisasi industri

Pengukuran parameter kimia diperlukan untuk memonitoring dan mengontrol proses industri melalui sensor kimia.

b) Monitoring lingkungan

Pengukuran pH air, kandungan logam berat, dan senyawa organik maupun gas kimia beracun dapat dilakukan menggunakan sensor kimia.

c) Monitoring in situ

Sensor kimia dapat digunakan untuk memonitoring hasil-hasil metabolisme tubuh, obat-obatan, dan perbandingan mineral dalam tubuh.

Sensor kimia ada bermacam-macam diantaranya sensor elektrokimia, biosensor, dan sensor optik. Pada sensor elektrokimia terjadi interaksi antara analit dan reagen maka perubahan yang terjadi dapat dideteksi melalui arus dan tegangan yang terjadi. Sedangkan pada biosensor reaksi antara analit dengan reagen sangat dipengaruhi oleh kerja enzim yang sebagian besar berfungsi sebagai katalis. Sensor optik secara umum terdiri atas dua macam yaitu *spectroscopic* atau *plain-fibre* sensor dan transduser kimiawi. Pada jenis pertama, serat optik berfungsi sebagai pengarah sinar (*light-guide*), yang mengirimkan sinar dari sumbernya ke daerah pensensoran dan mengirimkan kembali ke detektor. Dalam sampel, sinar berinteraksi dengan spesies kimia yang dimonitor. Pada jenis kedua transduser kimia dipasangkan dengan serat optik. Analit berinteraksi dengan transduser, dengan modulasi optik yang dihasilkan dimonitor melalui serat optik. Sensor ini lebih memfungsikan optik dalam sistem sensornya, sehingga lebih banyak dikembangkan orang, disamping itu banyak spesies analit yang tak berwarna dan non-luminisensi sehingga sensor jenis ini lebih mudah dan cocok untuk diterapkan.

Pada sensor optik terjadi interaksi antara analit dengan reagen (ligan) yang menyebabkan kesetimbangan dan hasilnya respon warna yang reversible pada reagen immobilisasi. Jika reagen sebagai indikator langsung (Ind) bereaksi dengan ion logam analit (M) secara reversible maka akan membentuk kompleks MInd, yang akan menghasilkan perubahan warna;



Reaksi di atas mempunyai konstanta keseimbangan K;

$$K = \frac{[\text{MInd}]}{[\text{M}] [\text{Ind}]} \quad \dots \dots \dots (2.7.2)$$

dalam keadaan setimbang, parameter dapat diukur melalui salah satu komponen kesetimbangan yaitu dari jumlah $[\text{MInd}]$ atau jumlah $[\text{Ind}]_{\text{total}}$ yang merupakan total reagen atau total konsentrasi indikator maka;

$$[\text{Ind}]_{\text{total}} = [\text{MInd}] + [\text{Ind}] \quad \dots \dots \dots (2.7.3)$$

kemudian dapat dirumuskan sebagai berikut;

$$\frac{[\text{MInd}]}{[\text{Ind}]_{\text{total}}} = \frac{[\text{M}] K}{(1 + [\text{M}] K)} \quad \dots \dots \dots (2.7.4)$$

$$\frac{[\text{Ind}]}{[\text{Ind}]_{\text{total}}} = \frac{1}{(1 + [\text{M}] K)} \quad \dots \dots \dots (2.7.5)$$

Respon titik kritis bergantung pada konstanta kesetimbangan, yang secara kasar diperluas dari $K/10$ ke $K \cdot 10$ atau $(pK + 1)$ ke $pK - 1$. Jadi, sensor reversibel dengan indikator secara langsung membutuhkan konstanta kesetimbangan yang tepat untuk *range* konsentrasi yang diinginkan. Konstanta kesetimbangan yaitu kesalahan potensial dan hasil deviasi dari respon teori.

Sebagai contoh, variasi kekuatan ionik mempengaruhi K beberapa reaksi ion. Sehingga perkembangan sensor kimia untuk ion logam difokuskan pada perbaikan pK dari reagen yang digunakan, salah satunya dengan reaksi pendukung polimer yang sesuai untuk digunakan dalam immobilisasi reagen atau dengan mensintesis senyawa baru sebagai reagen. Dalam situasi yang praktis, rasio $[\text{MInd}]$ ke $[\text{Ind}]$ diukur. Selanjutnya respon sensor tidak tergantung pada total jumlah reagen, namun tergantung pada konstanta kesetimbangan.

$$[\text{M}] = \frac{[\text{MInd}]}{([\text{Ind}] K)} \quad \dots \dots \dots (2.7.6)$$

Pada saat konsentrasi logam tidak tergantung pada jumlah total reagen $[\text{Ind}]_{\text{total}}$, sensor kimia ini tidak sensitif pada berkurangnya reagen secara perlahan, namun sensitif terhadap fluktuasi instrumen. Limitasi pendekatan rasio antara $[\text{MInd}]$ dan $[\text{Ind}]$ harus memberikan jumlah dan presisi yang cukup. Akibatnya, *range* dinamik akan menjadi limit.

Respon waktu pada sistem sensor ini utamanya dilakukan dengan proses difusi dalam fasa padat dan diikuti oleh bentuk kompleks antara ion logam dan ligan. Ketika metode aliran diaplikasikan dalam sistem sensor ini, respon waktu (R_t) pada titik x dan waktu t ($M(x,t)$) dapat mengikuti hukum Ficks ke-2 dari difusi yaitu sebagai berikut;

$$R_t = \left(D \frac{\delta^2 M}{\delta x^2} - V \frac{\delta c}{\delta x} \right) \dots \dots \dots (2.7.7)$$

dimana D adalah koefisien difusi dari M yang melewati fasa padat, V adalah velositas aliran pada daerah sekitar fasa padat, dan δ adalah reaksi yang dikontrol oleh difusi ($\delta = 4\pi r D_m[M]$).

Sensor kimia memiliki banyak kelebihan antara lain;

- 1) sensor optik bersifat pasif secara elektris. Hal ini memungkinkan sensor optik tersebut tidak terganggu oleh medan listrik dan medan magnet, sehingga secara intrinsik relatif aman dan dapat dioperasikan pada daerah yang mudah meledak,
- 2) dapat diminiaturasi dengan mudah. Jika membuat sensor yang relatif kecil maka sampel yang dibutuhkan juga sedikit ,
- 3) konstruksinya cukup kuat (tidak mudah pecah seperti pada elektroda gelas),

Disamping kelebihan yang dimiliki oleh sensor kimia, ada juga kelemahannya yang harus diperhatikan, yaitu;

- 1) waktu respon yang relatif lama. Hal ini dimungkinkan karena terjadi transfer massa antara analit dan membran yang mengandung reagen terimmobilisasi dalam bentuk fasa yang berbeda sehingga memerlukan waktu respon yang relatif lama,

- 2) terjadi photodekomposisi, photobleaching,
- 3) fluktuasi sumber sinar,
- 4) hilangnya signal optik (Kuswandi.B,2001).

Dari mekanisme sensor kimia di atas terlihat bahwa kompleks antara reagen yang terimmobilisasi dalam matrik dengan analit menghasilkan suatu respon kimia yang berupa pembentukan warna sehingga dapat diukur dengan menggunakan spektrofotometri UV-VIS.

2.8 Spektrofotometri UV-VIS

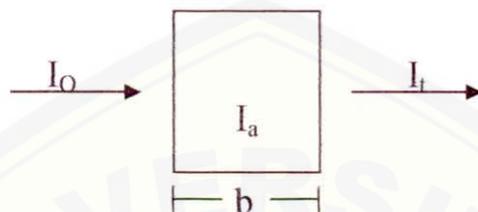
Jika energi elektromagnetik dilewatkan melalui spesi kimia, maka sebagian ada yang diserap dan sebagian ada yang ditransmisikan. Dengan demikian intensitas energi setelah keluar dari spesi akan berkurang. Energi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sesuai akan terserap dan ditransfer ke atom atau molekul yang menyebabkan elektron dari atom atau molekul tersebut tereksitasi dari tingkat dasar ke tingkat yang lebih tinggi. Elektron yang tereksitasi dapat melepaskan energi dengan proses radiasi panas dan kembali ke tingkat dasar.

Frekuensi spesies yang terabsorpsi dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menganalisa spesies kimia tersebut, yaitu melalui spektrum absorpsi yang diperoleh dari hubungan antara absorban dengan panjang gelombang yang diukur. Setiap senyawa mempunyai tingkat energi yang spesifik sehingga frekuensi yang diserap juga spesifik. Spektrum absorpsi yang dihasilkan oleh spesies pengabsorpsi tergantung pada keadaan fisik maupun lingkungan, serta faktor dari dalam spesies kimia itu sendiri misalnya kehomogenan larutan.

Dalam mempelajari serapan secara kuantitatif, berkas radiasi dikenakan pada cuplikan dan intensitas radiasi yang ditransmisikan diukur. Radiasi yang diserap oleh cuplikan ditentukan dengan membandingkan intensitas absorban dari berkas radiasi yang ditransmisikan bila spesies penyerap tidak ada dengan intensitas absorban yang ditransmisikan bila gelombang elektromagnetik dilewatkan pada spesies.

Hubungan antara besarnya intensitas cahaya yang diserap oleh medium dirumuskan oleh Lambert (Bouguer) dan Beer, yang sering disebut sebagai hukum Lambert-Beer, yang secara matematis dapat dituliskan $I_0 = I_a + I_t$.

I_0 adalah sinar yang datang sedangkan I_a adalah sinar yang diabsorb dan I_t adalah sinar yang ditransmisikan. Hukum Lambert-Beer dapat diilustrasikan sebagai berikut;



Gambar 2.5 Serapan cahaya oleh spesi kimia

Kuantitas energi gelombang elektromagnetik yang diserap berbanding lurus dengan jumlah spesies yang dilewati oleh gelombang elektromagnetik. Jumlah spesies berbanding lurus dengan ketebalan medium (b). Hubungan antara ketebalan medium b dengan besarnya penyerapan energi elektromagnetik dinyatakan Lambert sebagai;

$$\log \frac{I_0}{I_t} = kb$$

Sedangkan hubungan antara konsentrasi spesies c dengan besarnya penyerapannya dinyatakan Beer sebagai;

$$\log \frac{I_0}{I_t} = kc$$

dimana k menyatakan tetapan. Gabungan keduanya menghasilkan persamaan;

$$\log \frac{I_0}{I_t} = k.b.c$$

Istilah $\log I_0/I_t$ dikenal sebagai absorban yang dinyatakan dengan A , sedangkan c menyatakan konsentrasi spesies terlarut yang menyerap cahaya dan dinyatakan sebagai mol/L atau g/L. Jika yang digunakan adalah c yang dinyatakan dengan g/L maka K disebut sebagai absorbtivitas dengan simbol a , sedangkan jika yang

digunakan mol/L maka K disebut • absorbtivitas molar dengan simbol ϵ (Sastrohanidjojo, 1991).

Pengukuran cahaya yang diserap secara langsung cukup sulit, sehingga cahaya yang diserap diukur berdasarkan cahaya yang diteruskan oleh spesies kimia, dengan demikian yang diukur adalah transmittan (T). Hubungan antara transmittan dengan absorban adalah;

$$A = \log \frac{1}{T} \text{ atau } A = -\log T$$

Hukum Lambert-Beer berlaku dengan asumsi;

- 1) radiasi yang masuk adalah monokromatis,
- 2) spesies penyerap berkelakuan tidak tergantung satu terhadap lainnya dalam proses penyerapan,
- 3) penyerapan terjadi pada volume yang mempunyai luas penampang yang sama,
- 4) dengan radiasi tenaga adalah cepat (tidak terjadi fluoresensi),
- 5) indek bias tidak tergantung pada konsentrasi (tidak berlaku pada konsentrasi yang tinggi) (Sastrohanidjojo, 1991).

Besaran transmittan tersebut sering diukur sebagai persen transmittan sehingga,

$$\%T = I_t/I_0 \times 100$$

Penerapan Hukum Lambert-Beer sering kali mengalami penyimpangan, sehingga perlu diperhatikan dan diusahakan mengurangi terjadinya penyimpangan tersebut.



BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu

3.1.1 Tempat

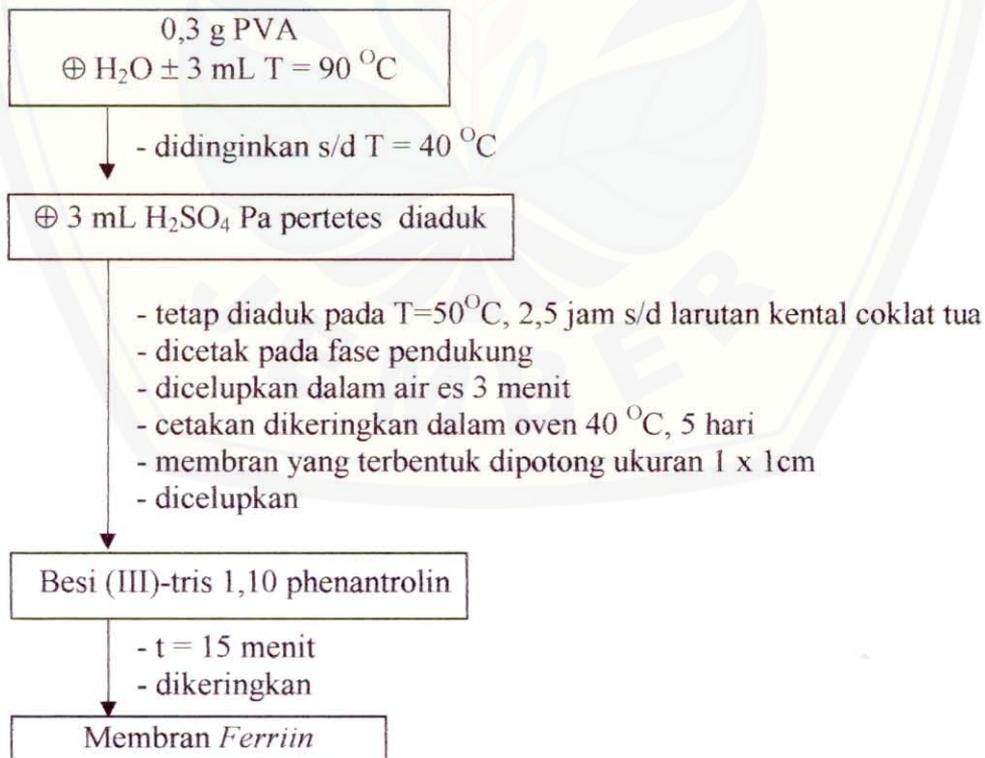
Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.

3.1.2 Waktu

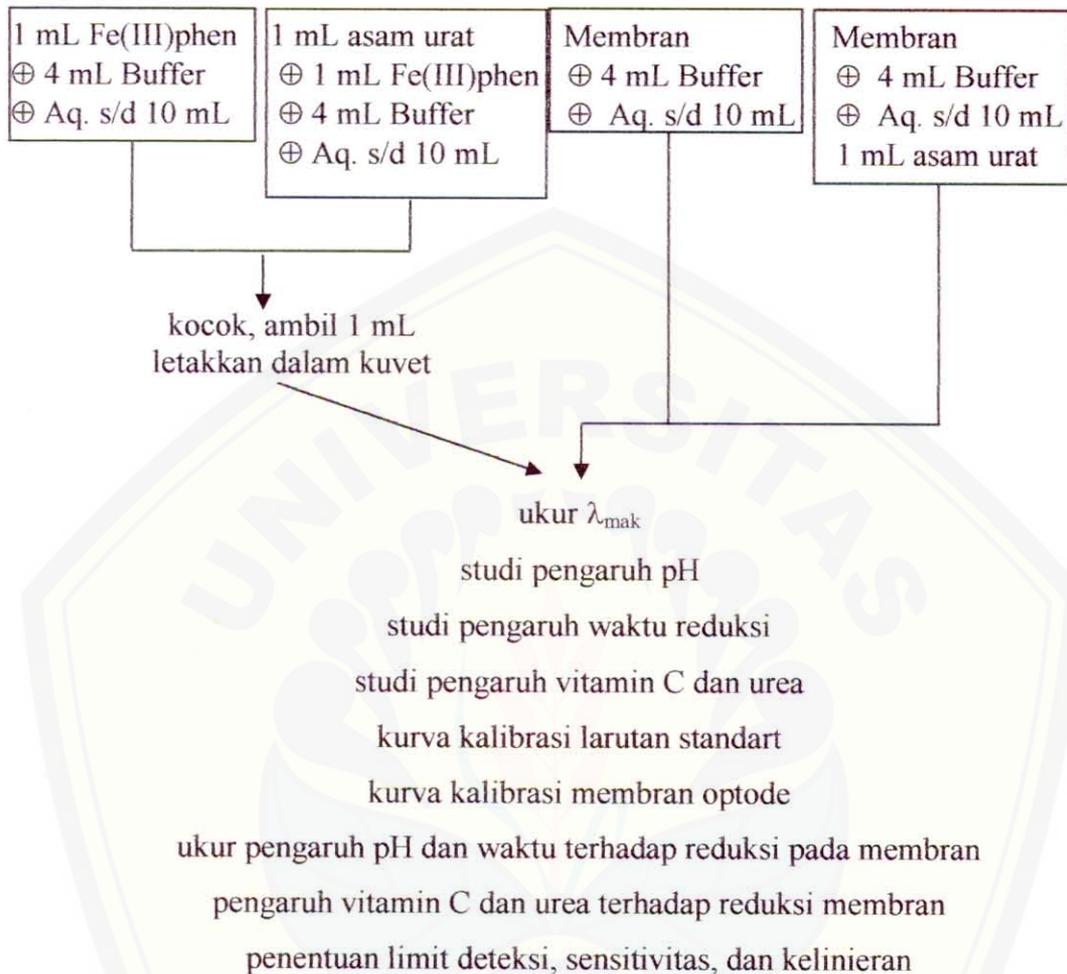
Penelitian dilaksanakan mulai bulan Februari 2004 sampai Maret 2005.

3.2 Diagram Alir Penelitian

3.2.1 Fabrikasi Membran Optode



3.2.2 Prosedur Kerja



3.3 Bahan dan Alat Penelitian

3.3.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

- 1) Poli(vinyl alkohol) pekat
- 2) H_2SO_4 pekat 98 %
- 3) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a
- 4) Tris(1,10-phenantrolin) p.a
- 5) H_3BO_3 p.a
- 6) NaCl p.a

- 7) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ p.a
- 8) NaOH p.a
- 9) Larutan standart asam urat p.a
- 10) Na_2CO_3
- 11) Aquades p.a

3.3.2 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah :

- 1) Neraca analitik
- 2) Labu leher tiga, merck Iwaki Pirex
- 3) Termometer
- 4) Pipet volum 5 mL, merck Iwaki Pirex
- 5) Bola pipet
- 6) Gelas ukur, merck Iwaki Pirex
- 7) Pipet tetes
- 8) Batang pengaduk
- 9) Pipet mohr 1 mL, merck Iwaki Pirex
- 10) Pipet mohr 5 mL, merck Iwaki Pirex
- 11) Labu ukur 10 mL, merck Iwaki Pirex
- 12) Labu ukur 100 mL, merck Iwaki Pirex
- 13) Botol semprot
- 14) Spektrofotometer spectronic 21D
- 15) Kuvet
- 16) Tissue
- 17) Beaker glass, merck Iwaki Pirex
- 18) Magnet stirrer
- 19) Anak stirrer
- 20) Pinset
- 21) Mistar

- 22) pH meter
- 23) Spatula
- 24) Stopwatch

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Persiapan Penelitian

Persiapan penelitian meliputi preparasi larutan buffer, larutan standart, larutan blanko, dan larutan sampel.

a. Preparasi Larutan Buffer

Larutan buffer dengan *range* pH 3-6 dipreparasi dari larutan natrium asetat dan asam asetat dengan konsentrasi masing-masing 0,1 M; sedangkan untuk *range* pH 7-8 digunakan 0,2 M asam borat; 0,05 M natrium klorida; 0,05 M natrium tetra borat (Odo and Hirotaka, 1998).

b. Preparasi Larutan Standart

Larutan-larutan standart yang diperlukan dalam penelitian ini adalah;

1). Larutan asam urat

Larutan asam urat dengan konsentrasi 100-600 ppm diperoleh dari larutan induk asam urat 1000 ppm yang dibuat dengan melarutkan 150 mg asam urat ditambah 150 mg Na_2CO_3 dan ditambah aquades sampai dengan 150 ml. Selanjutnya dari larutan standart asam urat 1000 ppm ini dibuat larutan asam urat dengan konsentrasi 100-600 ppm sebanyak 50 ml.

2). Besi (III)

Larutan besi (III) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 1,208 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditambah 0,625ml H_2SO_4 0,005 M lalu ditambah dengan aquades sampai dengan 250 ml.

a). Tris(1,10 phenantrolin) •

Larutan tris(1,10 phenantrolin) 1000 ppm dibuat dengan melarukan 0,273 g phenantrolin.H₂O kedalam aquades sampai dengan 250 ml sambil dipanaskan.

b). Komplek Besi (III)-tris(1,10 phenantrolin)

Dicampur larutan besi (III) dengan tris(1,10 phenantrolin) dengan perbandingan 1:3.

c. Preparasi Larutan Blanko

Larutan blanko disiapkan dengan prosedur yang sama dengan larutan standart (3.4.1.2) kecuali tanpa penambahan larutan asam urat dan menggantinya dengan aquades.

3.4.2 Fabrikasi Membran Optode (Membran *Ferriin*)

0,3 gram poli(vinyl alkohol) dilarutkan dengan aquades panas $\pm 90^{\circ}\text{C}$ sebanyak ± 3 mL pada labu leher tiga, lalu didinginkan. Setelah suhu larutan 40°C ditambahkan 3 mL H₂SO₄ pekat tetes demi tetes, dilakukan pengadukan, dan temperatur dijaga 50°C . Larutan polimer diaduk pada suhu 50°C selama 2,5 jam sampai terbentuk larutan kental berwarna coklat tua.

Larutan kental polimer dicetak pada plastik transparan tak berwarna (bening) kemudian dicelupkan dalam aquades dingin selama 3 menit. Cetakan membran dikeringkan dalam oven dengan suhu 40°C selama 5 hari. Membran yang terbentuk kemudian dipotong dengan ukuran 1 x 1 cm. Selanjutnya dicelupkan dalam larutan kompleks besi(III)-tris(1,10- phen) dan dikeringkan, sehingga menghasilkan membran *ferriin*.

3.4.3 Parameter yang Ditentukan

a. Penetapan panjang gelombang maksimum

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH 5 kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat 300 ppm ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH 5 kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Dilakukan pengukuran absorban dari larutan blanko (untuk mengetahui background) dan larutan standart pada panjang gelombang VIS (400-700 nm) dengan interval 10 nm. Pengukuran dilanjutkan dengan interval 2 nm pada panjang gelombang yang mendekati serapan maksimum.

b. Studi pengaruh pH

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH 2 kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat 300 ppm ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH 2 kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan kompleks yang terbentuk diukur absorbannya pada panjang gelombang maksimum. Diulangi dengan cara yang sama pada buffer pH 3 sampai pH 8.

c. Studi pengaruh waktu reduksi

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Dilakukan pengukuran absorban pada panjang gelombang maksimum dan dibuat variasi waktu 5 – 30 menit dengan interval 5 menit untuk tiap konsentrasi larutan standart asam urat (100, 300, dan 500 ppm). Dibuat kurva kalibrasi absorban terhadap waktu.

d. Studi pengaruh vitamin C

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 0,5 mL vitamin C dan 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Kemudian diukur absorban pada panjang gelombang maksimum dan diulangi untuk konsentrasi asam urat 0-600 ppm dengan interval 100 ppm.

e. Studi pengaruh urea

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 0,5 mL urea dan 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Kemudian diukur absorban pada panjang gelombang maksimum dan diulangi untuk konsentrasi asam urat 0-600 ppm dengan interval 100 ppm.

f. Kurva kalibrasi larutan standart.

Larutan blanko digunakan 1 mL larutan kompleks besi (III)-tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Larutan standart digunakan 1 mL larutan asam urat ditambah 1 mL larutan kompleks besi (III)- tris(1,10-phenantrolin) 1000 ppm ditambah 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian ditambah aquades sampai menjadi 10 mL.

Kemudian diukur absorbannya pada panjang gelombang maksimum untuk konsentrasi asam urat 0-600 ppm dengan interval 100 ppm. Dibuat kurva konsentrasi terhadap absorban.

g. Pengaruh pH terhadap reduksi pada membran

Digunakan 1 mL larutan asam urat 300 ppm dan 4 mL larutan buffer pH 2, lalu dimasukkan kuvet dan ditambahkan membran *ferrin*. Setelah 30 menit membran tersebut diukur absorbannya pada panjang gelombang maksimum. Diulangi dengan cara yang sama untuk larutan buffer pH 3 sampai pH 8.

h. Pengaruh waktu terhadap reduksi pada membran

Digunakan 1 mL larutan asam urat dan 4 mL larutan buffer pH optimum, lalu dimasukkan kuvet dan ditambahkan membran *ferrin*. Dilakukan pengukuran absorban pada panjang gelombang maksimum dan dibuat variasi waktu 0-30 menit dengan interval 5 menit untuk tiap konsentrasi asam urat (100 ppm, 300 ppm, dan 500 ppm). Dibuat kurva kalibrasi absorban terhadap waktu.

i. Pengaruh vitamin C terhadap reduksi pada membran

Digunakan 1 mL larutan asam urat 600 ppm ditambah 0,5 mL vitamin C dan 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian dimasukkan dalam kuvet dan ditambah membran *ferrin*.

Kemudian diukur absorban pada panjang gelombang maksimum dan diulangi untuk konsentrasi asam urat 0-600 ppm dengan interval 100 ppm.

j. Pengaruh urea terhadap reduksi pada membran

Digunakan 1 mL larutan asam urat 600 ppm ditambah 0,5 mL urea dan 4 mL larutan buffer pH optimum kemudian dimasukkan dalam kuvet dan ditambah membran *ferrin*.

Kemudian diukur absorban pada panjang gelombang maksimum dan diulangi untuk konsentrasi asam urat 0-600 ppm dengan interval 100 ppm.

k. Kurva kalibrasi membran optode (membran *ferrin*)

Pembuatan kurva kalibrasi membran optode (membran *ferrin*) dilakukan dengan prosedur yang sama dengan kurva kalibrasi metode larutan, tetapi tanpa penambahan reagen-reagen pendukung lain. Larutan standart asam urat (0-600 ppm dengan interval 100 ppm) dimasukkan dalam kuvet yang telah berisi/dilapisi membran optode (Membran *Ferrin*). Kemudian diukur absorbannya pada panjang gelombang maksimum dan dibuat kurva konsentrasi terhadap absorban.

3.4.4 Validasi Metode

a. Penentuan limit deteksi (LOD)

Menurut Miller (1993), limit deteksi merupakan konsentrasi terkecil atau jumlah terendah suatu analit yang dapat ditentukan. Limit deteksi diperoleh melalui rumus;

$$Y_{LOD} = Y_{blanko} + 3 S.D_{blanko}$$

$$\text{Limit deteksi } (X_{LOD}) = \frac{Y_{LOD} - a}{slope}$$

Y_{LOD} adalah serapan/intensitas limit deteksi, Y_{blanko} adalah serapan/intensitas blanko, $S.D_{blanko}$ adalah standard deviasi blanko, a adalah intersep persamaan kurva kalibrasi, dan $slope$ adalah gradien kurva kalibrasi.



BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

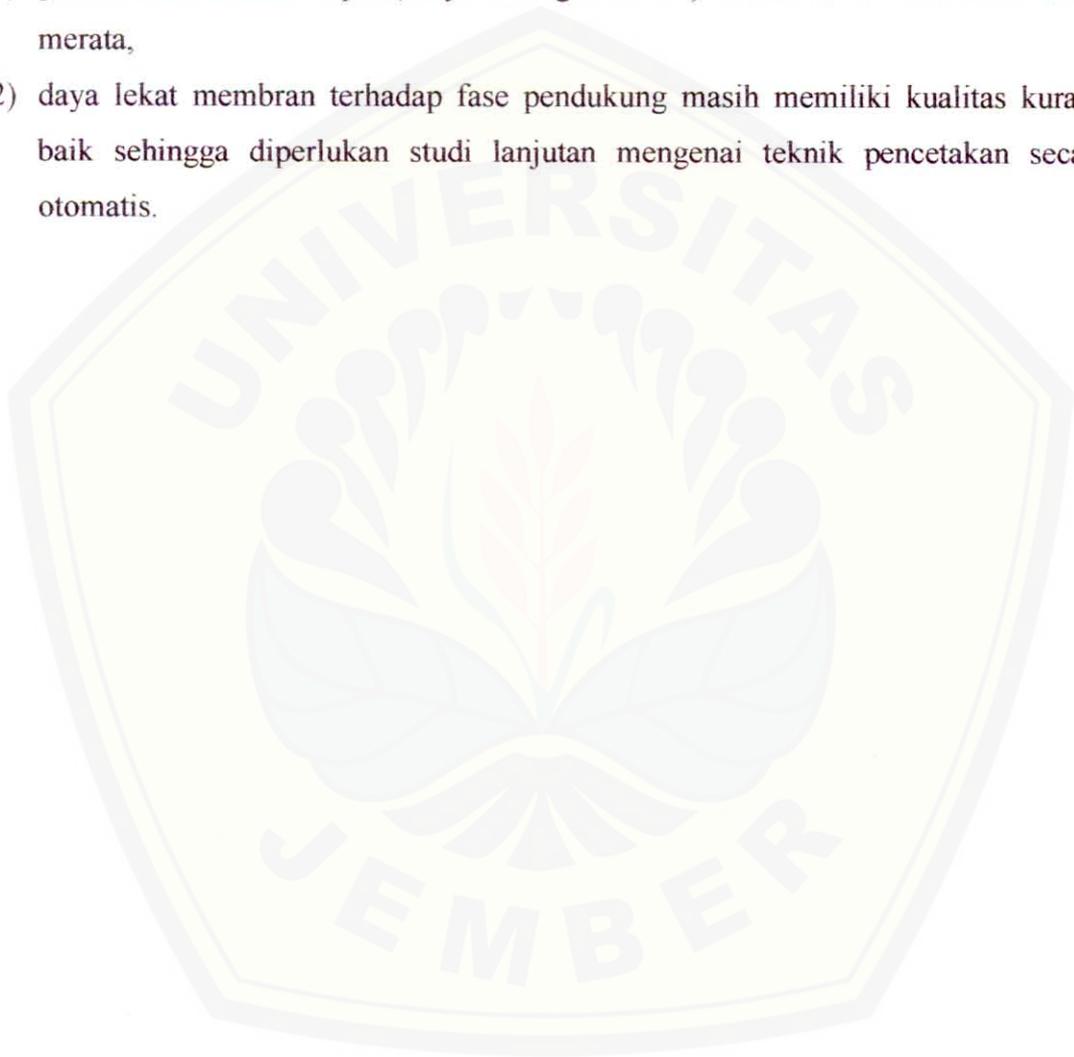
Penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut;

- 1) kondisi optimal operasional penentuan kadar asam urat dengan kompleks besi (III)-tris(1-10 phenantrolin) meliputi;
 - a) panjang gelombang maksimum metode larutan sebesar 512 nm dan metode membran sebesar 514 nm,
 - b) pH optimum metode larutan terletak pada pH 6 dan metode membran pada pH 4,
 - c) waktu respon metode larutan 25 menit dan metode membran 15 menit,
- 2) karakteristik analitik kompleks besi (III)-tris(1-10 phenantrolin) untuk penentuan kadar asam urat adalah;
 - a) limit deteksi untuk metode larutan sebesar 72,987 ppm dan metode membran sebesar 138,253 ppm,
 - b) sensitifitas metode larutan sebesar 8.10^{-5} Abs/ppm dan metode membran sebesar 6.10^{-5} Abs/ppm,
 - c) koefisien korelasi (r) metode larutan sebesar 0,9858 dan metode membran sebesar 0,9852,
 - d) hasil analisis menggunakan metode larutan menunjukkan hasil yang berkesesuaian metode membran,
- 3) vitamin C berpengaruh pada absorban dan urea sedikit mempengaruhi absorban.

5.2 Saran

Pengembangan sensor kimia optik untuk deteksi asam urat berbasis membran *ferrin* masih memerlukan penelitian lebih lanjut mengenai beberapa hal berikut;

- 1) pencetakan membran poli(vinyl hidrogen sulfat) secara manual masih kurang merata,
- 2) daya lekat membran terhadap fase pendukung masih memiliki kualitas kurang baik sehingga diperlukan studi lanjutan mengenai teknik pencetakan secara otomatis.



DAFTAR PUSTAKA

- Baron, D.N., 1995, **Kapita Selekt Patologi Klinik**, Edisi 4, EGC Penerbit Buku Kedokteran.
- Cotton, F.A. dan G. Wilkinson., 1989, **Kimia Anorganik Dasar**, Terjemahan Saharti Suharto dari Inorganic Chemistry (1989), Jakarta: UI-Press.
- Dalimartha, S., 2002, **Resep tumbuhan Obat untuk Asam Urat**, Penebar Swadaya.
- Eggin and R. Brian., 1996, **Biosensor and Introduction**, John Willey and Sons.
- Japaries, W., 1995, **Penyakit Ginjal**, Penerbit Arcan.
- Junadi, Purnawan, Atiek S. Soemasto, Nusna Awelz., 1982, **Kapita Selekt Kedokteran**, Edisi 2, Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta.
- Kellner, R. Mermet, J.M. Otto, M.Widmer, H.M., 1998, **Analytical Chemistry**, Willey-VCN, New York.
- Koestadi., 1989, **Kimia Klinis Teori dan Praktek Darah**, Diktat Bakti Husada.
- Kuswandi, B., 2001, **Sensor Kimia Serat Optik: Konsep, Desain, dan instrumentasi**, Universitas Jember, Jember.
- Miller, J.C., and J.N. Miller., 1991, **Statistic for Analytical Shemistry**, England : Ellis Horwood. Trebtice.Hall
- Mulder, M., 1991, **Basic Principles of Membrans Technology**, London : Kluwer Academic Publisher.
- Odo, Junichi and Hirotako Hashimoto., 1998, **Analytical Science**, Volume 14, The Japan Society for Analitical Chemistry.
- Othmer, K., 1963, **Encyclopdia of Chemical Technology**, 2nd editon Volume 1, New York : John Willey and Sons. Inc.
- Othmer, K., 1968, **Encyclopdia of Chemical Technology**, 2nd editon Volume 21, New York : John Willey and Sons. Inc.
- Parker, S.P., 1986, **Dictionary of Chemical Terms**, Singapore, McGraw-Hill Book Company.
- Parker, S.P., 1989, **Concise Encyclopdia of Science and Technology**, 2nd edition.

- Pringgodigdo, A.G., Prof., 1977, **Ensiklopedia Umum**, Penerbit Yayasan Kanisius, Jakarta.
- Sastrohanidjojo, H., 1991, **Spektroskopi**, Yogyakarta, liberti.
- Souder, K.J., 1994, **Organik Polymer Chemistry**, 2nd edition, London: Blachle Academic and Professional Chapman and Hall.
- Stecher, Paul, G., O.H. Sigmund, M.J. Finket, M.D., B.M. Szafranski., 1960, **Merk Index of Chemicals and Reagen**, New Jersey, USA : Merk and Co. Inc.
- Sukamto., 2002, **Studi Sifat Membran Poli(vinyl Alkohol) Tersulfonasi dalam Mengadsorpsi Logam Bermuatan +1, +2, dan +3**, dalam Tugas Akhir, Fakultas MIPA, Universitas Jember
- Surdia, T. dan S. Sinroku., 1999, **Pengetahuan Bahan Tehnik**, Jakarta: Pradya Paramita.



Lampiran A

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-Phenantrolin dalam Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.

1. Metode Larutan

1.1 Pengukuran dengan interval 10 nm pada panjang gelombang 400-600 nm.

λ (nm)	Absorban Fe-Phen (A)			Rata- Rata	Absorban Fe-Phen Asam Urat (B)			Rata- Rata	Selisih (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
400	0.023	0.022	0.022	0.022	0.087	0.090	0.089	0.089	0.066
410	0.021	0.021	0.020	0.021	0.090	0.091	0.092	0.091	0.071
420	0.020	0.021	0.020	0.021	0.092	0.094	0.093	0.093	0.073
430	0.020	0.020	0.020	0.020	0.093	0.095	0.095	0.094	0.074
440	0.018	0.019	0.019	0.019	0.094	0.096	0.097	0.096	0.077
450	0.017	0.018	0.019	0.019	0.097	0.097	0.099	0.098	0.079
460	0.016	0.016	0.017	0.017	0.100	0.101	0.102	0.101	0.085
470	0.016	0.015	0.017	0.016	0.100	0.104	0.103	0.102	0.086
480	0.015	0.014	0.015	0.015	0.104	0.106	0.105	0.105	0.091
490	0.014	0.014	0.015	0.015	0.108	0.109	0.108	0.108	0.094
500	0.014	0.014	0.014	0.014	0.120	0.124	0.122	0.122	0.108
510	0.013	0.014	0.013	0.014	0.123	0.125	0.124	0.124	0.111
520	0.013	0.012	0.011	0.012	0.097	0.100	0.098	0.098	0.087
530	0.012	0.010	0.010	0.010	0.090	0.087	0.088	0.088	0.078
540	0.006	0.008	0.009	0.009	0.069	0.070	0.072	0.070	0.062
550	0.002	0.001	0.002	0.002	0.045	0.048	0.046	0.046	0.045
560	0.001	0.000	0.001	0.001	0.032	0.035	0.031	0.033	0.032
570	0.000	0.000	0.000	0.000	0.024	0.027	0.026	0.026	0.026
580	0.000	0.000	0.000	0.000	0.024	0.025	0.024	0.024	0.024
590	0.000	0.000	0.000	0.000	0.023	0.024	0.022	0.023	0.023
600	0.000	0.000	0.000	0.000	0.020	0.021	0.020	0.020	0.020

1.2 Pengukuran dengan interval 2 nm pada panjang gelombang 500-520 nm

λ (nm)	Absorban Fe-Phen (A)			Rata-Rata	Absorban Fe-Phen Asam Urat (B)			Rata-Rata	Selisih (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
500	0.018	0.018	0.019	0.018	0.098	0.098	0.100	0.099	0.080
502	0.018	0.017	0.018	0.018	0.098	0.100	0.100	0.099	0.082
504	0.017	0.016	0.018	0.017	0.100	0.100	0.102	0.101	0.084
506	0.016	0.015	0.017	0.016	0.103	0.104	0.104	0.104	0.088
508	0.015	0.015	0.016	0.015	0.104	0.106	0.105	0.105	0.090
510	0.015	0.015	0.016	0.015	0.106	0.107	0.106	0.106	0.091
512	0.014	0.014	0.015	0.014	0.109	0.110	0.110	0.110	0.095
514	0.014	0.014	0.015	0.014	0.103	0.103	0.104	0.103	0.089
516	0.012	0.013	0.014	0.013	0.101	0.102	0.102	0.102	0.089
518	0.012	0.012	0.013	0.012	0.097	0.098	0.098	0.098	0.085
520	0.011	0.012	0.013	0.012	0.097	0.097	0.096	0.097	0.085

2. Metode Larutan

2.1 Pengukuran dengan interval 10 nm pada panjang gelombang 400-650 nm.

λ (nm)	Absorban Fe-Phen (A)			Rata-Rata	Absorban Fe-Phen Asam Urat (B)			Rata-Rata	selisih (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
400	0.107	0.108	0.110	0.108	0.026	0.024	0.027	0.025	-0.083
410	0.082	0.085	0.084	0.083	0.031	0.028	0.029	0.030	-0.054
420	0.065	0.064	0.064	0.064	0.036	0.038	0.041	0.038	-0.026
430	0.050	0.050	0.053	0.051	0.041	0.040	0.042	0.041	-0.010
440	0.038	0.040	0.041	0.040	0.044	0.041	0.043	0.043	0.003
450	0.030	0.032	0.030	0.030	0.047	0.048	0.049	0.048	0.018
460	0.024	0.022	0.025	0.023	0.051	0.050	0.054	0.052	0.028
470	0.018	0.019	0.016	0.018	0.055	0.059	0.058	0.057	0.040
480	0.015	0.019	0.016	0.016	0.060	0.060	0.060	0.060	0.044
490	0.011	0.012	0.014	0.012	0.061	0.062	0.065	0.063	0.050
500	0.010	0.011	0.011	0.011	0.062	0.064	0.065	0.064	0.053
510	0.008	0.010	0.010	0.009	0.063	0.066	0.065	0.065	0.055
520	0.007	0.007	0.008	0.008	0.057	0.055	0.058	0.057	0.049
530	0.006	0.006	0.007	0.006	0.047	0.052	0.050	0.049	0.043
540	0.005	0.005	0.006	0.005	0.034	0.038	0.037	0.036	0.031
550	0.004	0.004	0.005	0.004	0.021	0.018	0.019	0.019	0.015
560	0.004	0.004	0.005	0.004	0.013	0.011	0.016	0.014	0.009
570	0.004	0.003	0.004	0.004	0.008	0.010	0.009	0.009	0.005
580	0.003	0.003	0.004	0.003	0.005	0.008	0.006	0.007	0.004
590	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.005	0.006	0.005	0.002
600	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.005	0.005	0.004	0.002
610	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.004	0.005	0.003	0.001
620	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.003	0.003	0.003	0.001
630	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001
640	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.000
650	0.001	0.000	0.001	0.001	0.001	0.001	0.000	0.000	0.000

2.2 Pengukuran dengan interval 2 nm pada panjang gelombang 490-520 nm

λ (nm)	Absorban Fe-Phen (A)			Rata-Rata	Absorban Fe-Phen Asam Urat (B)			Rata-Rata	Selisih (B-A)
	U1	U2	U3		U1	U2	U3		
490	0.012	0.013	0.013	0.013	0.057	0.058	0.058	0.057	0.045
492	0.011	0.010	0.011	0.011	0.057	0.058	0.058	0.057	0.047
494	0.010	0.010	0.011	0.010	0.057	0.059	0.058	0.058	0.048
496	0.010	0.010	0.010	0.010	0.057	0.059	0.059	0.059	0.049
498	0.009	0.009	0.010	0.009	0.058	0.059	0.061	0.059	0.050
500	0.009	0.009	0.009	0.009	0.058	0.062	0.061	0.060	0.051
502	0.009	0.008	0.009	0.009	0.058	0.062	0.063	0.061	0.053
504	0.008	0.008	0.009	0.009	0.059	0.062	0.063	0.061	0.053
506	0.008	0.008	0.008	0.008	0.059	0.062	0.065	0.062	0.054
508	0.008	0.007	0.008	0.008	0.060	0.063	0.065	0.062	0.055
510	0.007	0.007	0.008	0.007	0.060	0.064	0.066	0.063	0.056
512	0.007	0.007	0.007	0.007	0.064	0.066	0.066	0.065	0.058
514	0.007	0.007	0.007	0.007	0.068	0.066	0.066	0.067	0.060
516	0.007	0.007	0.006	0.006	0.060	0.058	0.057	0.058	0.052
518	0.006	0.005	0.006	0.006	0.060	0.057	0.055	0.057	0.051
520	0.006	0.005	0.005	0.005	0.058	0.057	0.055	0.057	0.051

Lampiran B

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan pH Optimum

1. Metode Larutan

pH	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
3	0.035	0.037	0.041	0.037	0.003
4	0.046	0.047	0.045	0.046	0.001
5	0.063	0.062	0.061	0.062	0.001
6	0.095	0.097	0.099	0.097	0.002
7	0.058	0.058	0.057	0.058	0.001
8	0.021	0.024	0.027	0.024	0.003

2. Metode Membran

pH	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
3	0.032	0.033	0.030	0.032	0.002
4	0.050	0.051	0.051	0.051	0.001
5	0.032	0.033	0.035	0.033	0.002
6	0.029	0.028	0.030	0.029	0.001
7	0.011	0.012	0.011	0.011	0.001
8	0.001	0.002	0.003	0.002	0.001

Lampiran C

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi

1. Metode Larutan

1.1 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 100 ppm

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.044	0.044	0.045	0.044	0.001
10	0.052	0.048	0.051	0.050	0.002
15	0.055	0.052	0.052	0.053	0.002
20	0.056	0.052	0.055	0.054	0.002
25	0.058	0.057	0.057	0.057	0.001
30	0.058	0.057	0.057	0.057	0.001

1.2 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 300 ppm

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.064	0.061	0.062	0.062	0.002
10	0.069	0.068	0.068	0.068	0.001
15	0.072	0.070	0.072	0.071	0.001
20	0.078	0.079	0.080	0.079	0.001
25	0.078	0.079	0.080	0.079	0.001
30	0.078	0.079	0.080	0.079	0.001

1.3 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 500 ppm

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.074	0.075	0.072	0.074	0.002
10	0.083	0.084	0.081	0.083	0.002
15	0.087	0.088	0.086	0.087	0.001
20	0.087	0.089	0.088	0.088	0.001
25	0.087	0.089	0.088	0.088	0.001
30	0.087	0.089	0.088	0.088	0.001

2. Metode Membran

2.1 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 100 ppm.

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.032	0.033	0.032	0.032	0.001
10	0.041	0.040	0.043	0.041	0.002
15	0.044	0.045	0.046	0.045	0.001
20	0.044	0.045	0.046	0.045	0.001
25	0.044	0.045	0.046	0.045	0.001
30	0.044	0.045	0.046	0.045	0.001

2.2 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 300 ppm.

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.048	0.047	0.047	0.047	0.001
10	0.052	0.052	0.051	0.052	0.001
15	0.054	0.053	0.055	0.054	0.001
20	0.054	0.053	0.055	0.054	0.001
25	0.054	0.053	0.055	0.054	0.001
30	0.054	0.053	0.055	0.054	0.001

2.3 Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Waktu Reduksi Optimum dengan konsentrasi asam urat 300 ppm.

Waktu (menit)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
5	0.052	0.053	0.050	0.052	0.002
10	0.065	0.067	0.068	0.067	0.002
15	0.071	0.072	0.071	0.071	0.001
20	0.071	0.072	0.071	0.071	0.001
25	0.071	0.072	0.071	0.071	0.001
30	0.071	0.072	0.071	0.071	0.001

Lampiran D

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Kurva Kalibrasi

1. Metode Larutan

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.042	0.043	0.042	0.042	0.001
100	0.058	0.058	0.056	0.057	0.001
200	0.064	0.065	0.063	0.064	0.001
300	0.072	0.070	0.073	0.072	0.002
400	0.078	0.076	0.079	0.078	0.002
500	0.084	0.082	0.086	0.084	0.002
600	0.089	0.091	0.089	0.090	0.001

2. Metode Membran

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.046	0.046	0.045	0.046	0.001
100	0.051	0.052	0.051	0.051	0.001
200	0.061	0.059	0.062	0.061	0.002
300	0.068	0.068	0.067	0.068	0.001
400	0.076	0.075	0.076	0.076	0.001
500	0.079	0.079	0.078	0.079	0.001
600	0.082	0.083	0.082	0.082	0.001

Lampiran E

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dengan Penambahan Vitamin C 0,5 mL

1. Metode Larutan

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.042	0.043	0.042	0.042	0.001
100	0.118	0.120	0.120	0.119	0.001
200	0.163	0.164	0.167	0.165	0.002
300	0.181	0.179	0.180	0.180	0.001
400	0.198	0.202	0.200	0.200	0.002
500	0.231	0.231	0.232	0.231	0.001
600	0.251	0.253	0.254	0.253	0.002

2. Metode Membran

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.046	0.046	0.045	0.046	0.001
100	0.101	0.102	0.102	0.102	0.001
200	0.111	0.112	0.109	0.111	0.002
300	0.138	0.141	0.142	0.140	0.002
400	0.168	0.171	0.169	0.169	0.002
500	0.189	0.191	0.189	0.190	0.001
600	0.232	0.233	0.235	0.233	0.002

Lampiran F

Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dengan Penambahan Urea 0,5 mL

1. Metode Larutan

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.042	0.043	0.042	0.042	0.001
100	0.065	0.067	0.068	0.067	0.002
200	0.073	0.073	0.076	0.074	0.002
300	0.084	0.081	0.082	0.082	0.002
400	0.090	0.093	0.090	0.091	0.002
500	0.097	0.098	0.098	0.097	0.001
600	0.108	0.110	0.111	0.110	0.002

2. Metode Membran

Asam Urat (ppm)	Absorban			Rata-Rata	STDV
	U1	U2	U3		
0	0.046	0.046	0.045	0.046	0.001
100	0.066	0.068	0.066	0.067	0.001
200	0.079	0.081	0.081	0.080	0.001
300	0.085	0.087	0.088	0.087	0.002
400	0.094	0.097	0.095	0.095	0.002
500	0.101	0.103	0.101	0.102	0.001
600	0.106	0.109	0.107	0.107	0.002

Lampiran G

Perbandingan Data Absorban Reduksi Besi (III) 1,10-phenantrolin dalam Penentuan Kurva Kalibrasi

1. Metode Larutan

Asam Urat (ppm)	Absorban Rata-Rata		
	Asam Urat	Asam Urat + Vit. C	Asam Urat + Urea
0	0.042	0.042	0.042
100	0.057	0.119	0.067
200	0.064	0.165	0.074
300	0.072	0.180	0.082
400	0.078	0.200	0.091
500	0.084	0.231	0.097
600	0.090	0.253	0.110

2. Metode Membran

Asam Urat (ppm)	Absorban		
	Asam Urat	Asam Urat + Vit. C	Asam Urat + Urea
0	0.046	0.046	0.046
100	0.051	0.102	0.067
200	0.061	0.111	0.080
300	0.068	0.140	0.087
400	0.076	0.169	0.095
500	0.079	0.190	0.102
600	0.082	0.233	0.107

Lampiran H

Perhitungan Limit Deteksi

1. Metode Larutan

x_i	y_i	\hat{y}_i	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$
0	0.042	0.0469	-0.0049000	$2,4 \cdot 10^{-5}$
100	0.057	0.0549	0.0021000	$4,41 \cdot 10^{-6}$
200	0.064	0.0629	0.0011000	$1,21 \cdot 10^{-6}$
300	0.072	0.0709	0.0011000	$1,21 \cdot 10^{-6}$
400	0.078	0.0789	-0.0009000	$0,81 \cdot 10^{-6}$
500	0.084	0.0869	-0.0029000	$8,41 \cdot 10^{-6}$
600	0.090	0.0949	-0.0049000	$2,401 \cdot 10^{-5}$
Jumlah				$6,407 \cdot 10^{-5}$

$$S.D_{\text{blanko}} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{6,407 \cdot 10^{-5}}{7-2}} = 0,358 \cdot 10^{-2}$$

$$Y_{\text{blanko}} = 0,0469 \text{ (intersep persamaan kurva kalibrasi)}$$

$$\begin{aligned} Y_{(\text{LOD})} &= Y_b + 3 \cdot SD_b \\ &= 0,042 + 3 \cdot 0,358 \cdot 10^{-2} \\ &= 5,274 \cdot 10^{-2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka Limit Deteksi } (X_{\text{LOD}}) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - \text{intersep}}{\text{slope}} \\ &= \frac{5,274 \cdot 10^{-2} - 0.0469}{0,00008} \\ &= 72,987 \end{aligned}$$

Jadi limit deteksi pada daerah konsentrasi 0 ppm – 600 ppm adalah sebesar 72,987 ppm.

2. Metode Membran

x_i	y_i	\hat{y}_i	$(y_i - \hat{y}_i)$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$
0	0.046	0.0470	-0.0010000	$1 \cdot 10^{-6}$
100	0.051	0.0530	-0.0020000	$4 \cdot 10^{-6}$
200	0.061	0.0590	0.0020000	$4 \cdot 10^{-6}$
300	0.068	0.0650	0.0030000	$9 \cdot 10^{-6}$
400	0.076	0.0710	0.0050000	$2,5 \cdot 10^{-5}$
500	0.079	0.0770	0.0020000	$4 \cdot 10^{-6}$
600	0.082	0.0830	-0.0010000	$1 \cdot 10^{-6}$
Jumlah				$4,8 \cdot 10^{-5}$

$$S.D_{\text{blanko}} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{4,8 \cdot 10^{-5}}{7-2}} = 3,098 \cdot 10^{-3}$$

$$Y_{\text{blanko}} = 0,047 \text{ (intersep persamaan kurva kalibrasi)}$$

$$\begin{aligned} Y_{(\text{LOD})} &= Y_b + 3 \cdot SD_b \\ &= 0,046 + 3 \cdot 3,098 \cdot 10^{-3} \\ &= 5,30 \cdot 10^{-2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Maka Limit Deteksi } (X_{\text{LOD}}) &= \frac{Y_{\text{LOD}} - \text{intersep}}{\text{slope}} \\ &= \frac{5,30 \cdot 10^{-2} - 0.047}{0.00006} \\ &= 138,253 \end{aligned}$$

Jadi limit deteksi pada daerah konsentrasi 0 ppm – 600 ppm adalah sebesar 138,253 ppm

Lampiran I

Perhitungan Uji t-berpasangan pada Pengukuran Absorban Menggunakan Metode Larutan dan Metode Membran

No	Konsentrasi (ppm)	Metode Larutan	Metode Membran	Xd	$(xd - \overline{xd})$	$(xd - \overline{xd})^2$
1	0	0.042	0.046	-0.004	-0.007	$4,9 \cdot 10^{-5}$
2	100	0.057	0.051	0.006	0.003	$9 \cdot 10^{-6}$
3	200	0.064	0.061	0.003	0.000	0.000
4	300	0.072	0.068	0.004	0.001	$1 \cdot 10^{-6}$
5	400	0.078	0.076	0.002	-0.001	$1 \cdot 10^{-6}$
6	500	0.084	0.079	0.005	0.002	$4 \cdot 10^{-6}$
7	600	0.090	0.082	0.008	0.005	$2,5 \cdot 10^{-6}$
Xd rata-rata = 0,003						$8,9 \cdot 10^{-5}$

$$Sd^2 = \frac{8,9 \cdot 10^{-5}}{7-1}$$

$$Sd = \sqrt{1,483 \cdot 10^{-5}} = 0,385 \cdot 10^{-2}$$

$$t = \frac{\overline{xd} \sqrt{n}}{Sd} = \frac{0,003 \sqrt{7}}{0,385 \cdot 10^{-2}} = 2,355$$

$$db = 7 - 1 = 6, \text{ selang kepercayaan } 95\%, t - \text{ tabel pada } \alpha_{0,025} = 2,447$$

Nilai t hitung < t tabel : Ho diterima, yang menunjukkan bahwa dua metode pengukuran memiliki kesesuaian.

