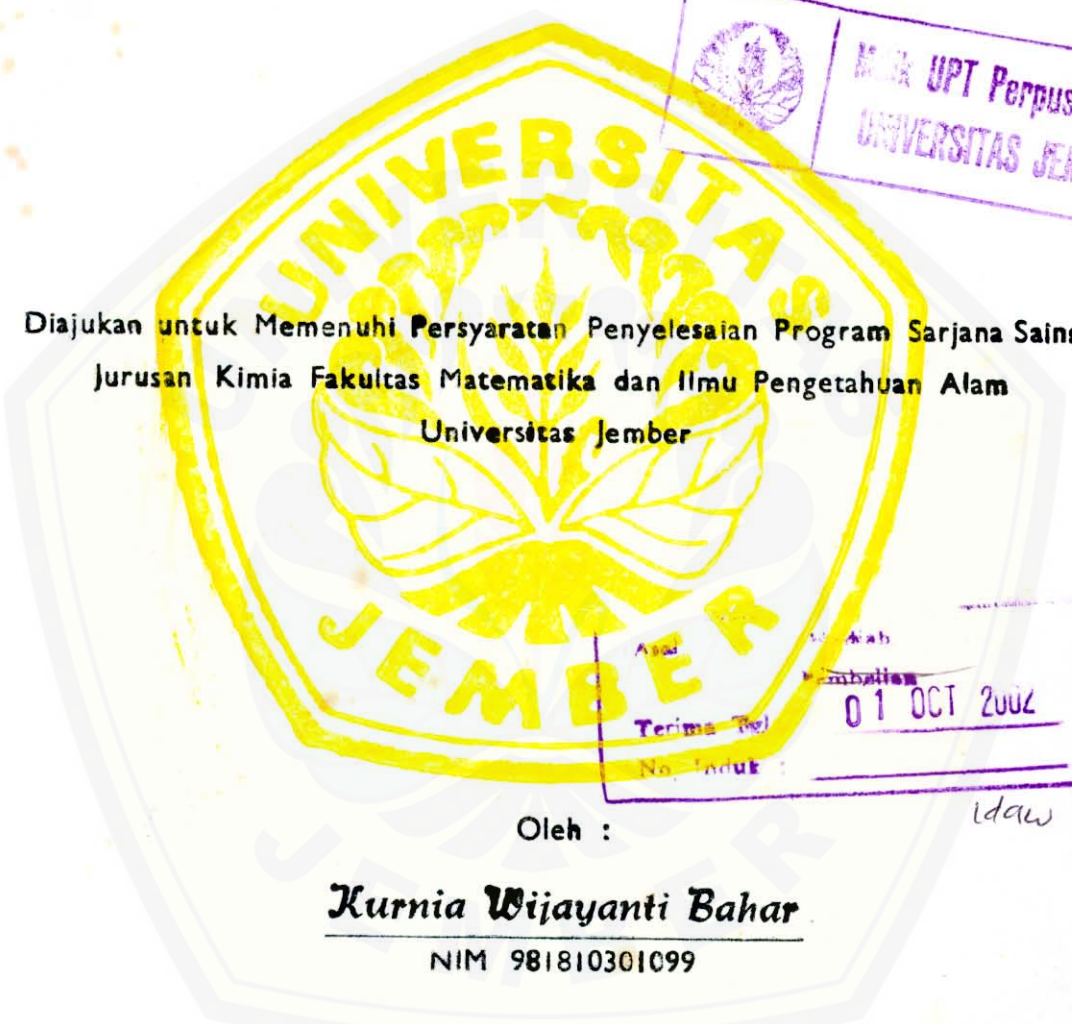


FABRIKASI SOL-GEL BENEDICT SEBAGAI SENSOR  
KIMIA UNTUK DETEKSI KADAR GULA DALAM URINE

**KARYA ILMIAH TERTULIS  
(SKRIPSI)**

Diajukan untuk Memenuhi Persyaratan Penyelesaian Program Sarjana Sains  
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Jember



Asal	Wah	Kelas
Perbaikan	01 OCT 2002	547
Terima Bel		BAH
No. Induk :		f

Oleh : *idaw e-1*

***Kurnia Wijayanti Bahar***

NIM 981810301099

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER

AGUSTUS, 2002



**MOTTO :**

*“ Dia-lah yang mengutus kepada kaum yang buta huruf seorang Rasul diantara mereka, yang membacakan ayat-ayat-Nya kepada mereka, mensucikan mereka dan mengajarkan kepada mereka Kitab dan Hikmah (AS Sunnah) dan sesungguhnya mereka sebelumnya benar-benar kesesatan yang nyata”*

[Qs. Al Jumaih (62):2]

*“ Tidak disembah (diibadahi) Allah dengan sesuatu yang lebih utama daripada kefahaman dalam agama dan ilmu pengetahuan. Dan sesungguhnya seorang yang ahli dalam agama dan ilmunya lebih berat bagi syaithan daripada seribu orang yang ahli ibadah”.*

[Ath-Thabarani & Al-Baihaqi dari Abu Hurairah]

*“Keberhasilan itu....*

Keberhasilan bukan impian,...

Keberhasilan adalah kenyataan

Yang harus diperjuangkan dengan keberanian

Keberhasilan bukan sulapan,...

Keberhasilan adalah proses panjang

Yang harus ditekuni dengan keuletan

Keberhasilan bukan hadiah,...

Keberhasilan adalah anugerah hidup

Yang harus direbut dengan keteguhan

**Karya Ilmiah Tertulis ini Aku persembahkan Untuk :**

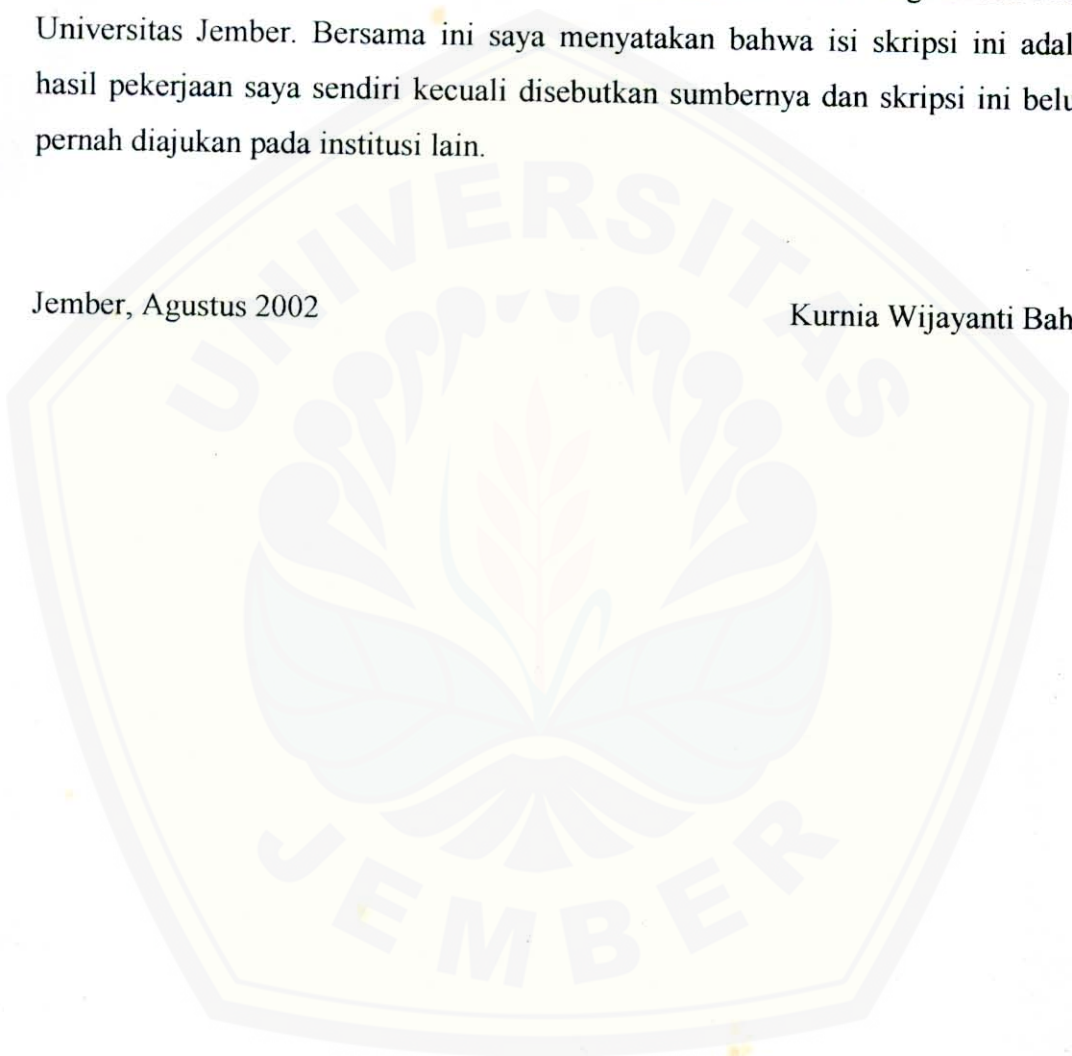
- ♣ **Yang aku sembah, Allah SWT atas berbagai karunia dan hidayah ilmu yang telah dilimpahkan-Nya**
- ♣ **Nabiku, Muhammad SAW, yang telah membimbingku ke jalan yang terang**
- ♣ **Beliau yang paling aku hormati, Romo Baharudin dan Ibunda Tjuk Sumarliyanah atas cinta kasih dan pengorbanannya yang tiada batas**
- ♣ **Yang kukagumi : Om Heru, Bulek Endang, Alm. Om Heri, Bulek Ifa, Om Ipung, Bulek Catur, atas segenap bantuan dan dorongannya.**
- ♣ **Yang kucintai, Mas Uut, terima kasihku yang tak terhingga karena kau telah menemaniku menempuh ujian dan segalanya sampai terselesaikannya tugas akhir ini.**
- ♣ **Adik-adik yang kusayangi : Dik Iin, Dik Ririn, Dik Heni, Dik Rama, Dik Indah, Dik Irfan, Dik Haris, Dik Nisar, kalian semua adalah penyemangat kesuksesanku.**
- ♣ **Sobat-sobatku angkatan '98 Jurusan Kimia (semoga tetap kompak dan bersatu)**
- ♣ **Almamater, tempat aku menuntut ilmu**

## DEKLARASI

Skripsi ini hasil kerja/penelitian mulai bulan Maret 2002 sampai dengan Juli 2002 di laboratorium Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Bersama ini saya menyatakan bahwa isi skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri kecuali disebutkan sumbernya dan skripsi ini belum pernah diajukan pada institusi lain.

Jember, Agustus 2002

Kurnia Wijayanti Bahar



## ABSTRAK

Kurnia Wijayanti Bahar (981810301099), Juli 2002, **Fabrikasi Sol-Gel Benedict Sebagai Sensor Kimia Untuk Deteksi Kadar Gula Dalam Urine**, Skripsi Jurusan kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember, Dosen Pembimbing Utama: Drs. Bambang Kuswandi, MSc, PhD dan Dosen Pembimbing Anggota : drh. Wuryanti Handayani, M.Si

Telah dilakukan penelitian Fabrikasi sol-gel benedict sebagai sensor kimia untuk deteksi kadar gula dalam urine, dimana sol-gel merupakan hasil reaksi hidrolisis yang disertai kondensasi alkohol dan kondensasi air, sehingga membentuk senyawaan sol-gel yang memerangkap reagent benedict ( $\text{Cu}^{2+}$ ) diantara ikatan-ikatan siloksana yang membentuk jaring-jaring atau rongga. Dilakukan Optimasi waktu reaksi dan optimasi perbandingan volume TEOS: Benedict dengan perbandingan 1:1, 1:1,5, 1:2, 1: 3 v/v.

Optimasi yang dilakukan adalah respon waktu yang digunakan oleh Sol-gel benedict untuk melakukan reaksi, dan seberapa bagus perbedaan warna yang ditunjukkan oleh masing-masing perbandingan volume TEOS: Benedict, Sehingga dapat menentukan daerah kerja sol-gel benedict terhadap perbedaan konsentrasi dari sampel urine.

Hasil optimasi menunjukkan bahwa serbuk dengan perbandingan volume 1:2 menunjukkan waktu reaksi yang sangat cepat dan perbedaan warna yang mencolok, sehingga bisa digunakan untuk menentukan konsentrasi dari sampel. warna biru muda berarti konsentrasi glukosa 1000 ppm dan mengidentifikasi bahwa kadar gula dalam urine normal, warna hijau muda menunjukkan konsentrasi glukosa 2000 ppm dan ini mengidentifikasi sebagai ambang batas normal, dan perlu periksa lebih lanjut ke dokter, juga warna kuning berarti konsentrasi glukosa 3000 ppm dan mengidentifikasi bahwa pemakai mempunyai kadar glukosa berlebih dalam urinenya.

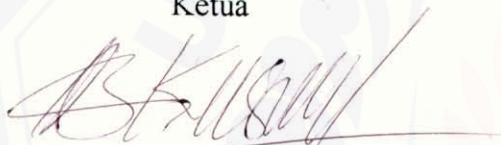
**Kata kunci :** Sol-gel benedict, sensor kimia, kadar gula, urine

Skripsi ini diterima oleh Fakultas\* Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember Pada :

Hari : Selasa  
Tanggal : 01 OCT 2002  
Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji


Ketua



Drs. Bambang Kuswandi, MSc, Ph.D

NIP. 132 094 129

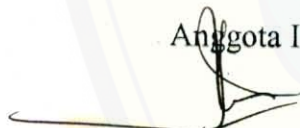
Sekretaris



drh. Wuryanti Handayani, MSi

NIP. 131 459 744

Anggota I



Ir. Neran, MKes

NIP. 130 521 900

Anggota II




Bambang Piluharto, SSi, MSi

NIP. 132 164 055

Mengesahkan

Dekan F.MIPA UNEJ



  
Ir. Sumadi, MS

NIP. 130 368 784

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat-Nya, sehingga Tugas Akhir ini dapat diselesaikan. Tugas akhir ini sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh derajat S1 dari Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Dosen pembimbing Bapak Drs. Bambang Kuswandi, Msc,PhD selaku Pembimbing Utama atas bimbingan serta saran yang diberikan selama awal, proses maupun akhir penelitian ini.
2. Ibu drh. Wuryanti .H, Msi, sebagai Pembimbing Anggota sekaligus Ketua Jurusan Kimia atas bimbingan serta saran yang diberikan selama awal, proses maupun akhir penelitian ini.
3. Pimpinan dan Karyawan Lab. Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Jember atas segala fasilitas dan bantuan yang telah diberikan kepada penulis.
4. Segenap Dosen-dosen Fakultas MIPA Umumnya dan Dosen – dosen F-MIPA Jurusan Kimia Khususnya yang telah membimbing selama proses pencapaian gelar S 1 Universitas Jember

Penulis sangat menyadari bahwa dalam tulisan ini masih terdapat kekurangan dan dengan senang hati penulis akan menerima kritik dan saran demi penyempurnaan tugas akhir ini.

Jember, 31 Agustus 2002

Penulis

DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN DEKLARASI</b> .....	iv
<b>HALAMAN ABSTRAK</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>HALAMAN PENGANTAR</b> .....	vii
<b>HALAMAN DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	
I.1. Latar Belakang Penelitian .....	1
I.2. Rumusan Masalah .....	2
I.3. Tujuan Penelitian .....	2
I.4. Manfaat penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Kadar Gula.....	4
2.2. Uji Kadar Gula .....	5
2.3. Teknik Immobilisasi .....	6
2.3.1 Absorpsi .....	6
2.3.2 Entrapment .....	13
2.3.3 Crosslinking .....	13
2.3.4 Ikatan Kovalen .....	13
2.4. Mekanisme sensor kimia .....	13
2.5 Sol Gel. ....	16



**BAB III. METODOLOGI PENELITIAN.**

3.1. Tempat Penelitian .....	20
3.2. Bahan dan alat .....	20
3.3. Pelaksanaan Penelitian .....	20
3.3.1 Persiapan Penelitian .....	20
3.3.2 Pembuatan sol-gel Benedict .....	21
3.3.3 Penentuan sol gel Benedict untuk Diabetes Mellitus....	22
3.3.4 Optimasi Sol-gel Benedict .....	22
3.3.5 Karakteristik sol gel Benedict .....	22

**BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1. Proses pembentukan sol-gel benedict.....	24
4.2. Reaktifitas sol-gel benedict.....	28
4.3 Optimasi waktu reaksi sol-gel benedict.....	30
4.4 Optimasi Sol-gel benedict pada perbandingan volume TEOS:Benedict.....	32
4.5 Penentuan Konsentrasi Glukosa dari perubahan warna....	34
4.6 Cara penyimpanan.....	49
4.7 Cara penggunaan Sol-gel Benedict secara Praktis.....	40

**BAB V . KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan.....	42
5.2 Saran.....	42

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	xiii
-----------------------------	------

**Lampiran**

**DAFTAR TABEL**

Tabel 1. Data Reaktivitas Sol-Gel Benedict.....	28
Tabel 2. Data perbedaan waktu respon sol-gel benedict terhadap Perbandingan volum dan perbedaan bentuk.....	30
Tabel 3. Perbandingan Volume TEOS:Benedict.....	32
Tabel 4. Data pengamatan optimasi sol-gel benedict terhadap perbandingan Volume TEOS : Benedict serta perbedaan bentuk.....	33
Tabel 5. Data perubahan warna sol-gel benedict terhadap perbandingan volume TEOS dan benedict.....	35
Tabel 6. Data Reaktivitas Sol-Gel Benedict.....	40
Tabel 7. Uji semikuantitatif kadar gula dalam urine.....	41

**DAFTAR GAMBAR**

Gambar	
1. Proses homogenasi pembuatan sol-gel benedict.....	24
2. Skema terjadinya Entrapment $\text{Cu}^{2+}$ pada sol-gel benedict.....	27
3. Serbuk sol-gel dengan perbandingan volume TEOS: Benedict.....	28
4. Perubahan warna pada sol-gel benedict.....	29
5. Perubahan warna pada sol-gel benedict dengan sampel urine buatan...	29
6. Skema reaksi sol-gel benedict dengan glukosa.....	30
7. Pengaruh komposisi TEOS dengan larutan benedict terhadap waktu reaksi terjadinya perubahan warna pertama kali.....	31
8. Sol-gel benedict 1: 1v/v, 1x1cm.....	37
9. Sol-gel benedict 1: 1v/v, 1x1,5cm.....	37
10. Sol-gel benedict 1: 1v/v, serbuk.....	37
11. Sol-gel benedict 1: 1,5v/v, 1x1cm.....	37
12. Sol-gel benedict 1: 1,5v/v, 1x1,5cm.....	37
13. Sol-gel benedict 1: 1,5v/v, serbuk.....	37
14. Sol-gel benedict 1: 2v/v, 1x1cm.....	38
15. Sol-gel benedict 1: 2v/v, 1x1,5cm.....	38
16. Sol-gel benedict 1: 2v/v, serbuk.....	38
17. Sol-gel benedict 1: 3v/v, 1x1cm.....	38
18. Sol-gel benedict 1: 3v/v, 1x1,5cm.....	38
19. Sol-gel benedict 1: 3v/v, serbuk.....	38
20. tes DM pada sol-gel benedict 1:2 v/v, serbuk.....	38
21. Reaksi sol-gel benedict dengan glukosa.....	40

**DAFTAR LAMPIRAN**

Sol-gel benedict bentuk serbuk dalam kapsul dan plate..... 43





## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi yang semakin maju, berdampak terhadap gaya hidup manusia, yang ditandai dengan tuntutan akan efektifitas dan efisiensi. Mulai dari cara perolehan informasi sampai pada masalah kesehatan dan pemenuhan kebutuhan pribadi lainnya, semuanya harus terpenuhi secara cepat, mudah, praktis dan ekonomis. Dalam bidang kesehatan, misalnya banyak analisa klinis yang memerlukan waktu analisa beberapa jam atau beberapa hari untuk memperoleh hasilnya. Sebagai contoh adalah diabetes mellitus.

Terdapat 30 juta orang penderita diabetes di dunia ini, 17 juta orang telah terdiagnosa dan diperkirakan 13 juta lainnya tidak menyadari bahwa mereka menderita penyakit tersebut. Diabetes terus melaju tanpa dapat dihalangi, seiring dengan makin kompleksnya pemenuhan kebutuhan yang dapat dirasakan oleh manusia. Penderita Diabetes Mellitus meningkat dua kali lipat setiap 15 tahun dan sampai saat ini belum ditemukan penyembuhannya. Penyakit ini ditakuti oleh banyak orang karena penyembuhannya sukar dan umumnya diperlukan kesabaran yang tinggi untuk mengurangi kadar gula yang di konsumsinya. (Hans Diehl, 1995)

Dilhami oleh hal tersebut, maka penelitian ini mencoba untuk mengembangkan suatu bentuk teknologi deteksi kadar gula pada urine yang siap pakai setiap saat, tanpa memakan waktu yang lama dan mudah penggunaannya serta murah.

Teknologi yang digunakan adalah sensor kimia berbasis reagen kering yang dapat dilakukan secara kuantitatif dengan penglihatan mata biasa. Hal ini biasa disebut sebagai sensor optik. Sensor kimia yang dimaksud adalah adanya suatu reagen kimia tertentu yang diimmobilisasi dalam suatu matriks. Jika reagen immobilisasi bereaksi dengan analit, kompleks ion logam dengan kromofor (ligan) akan menyebabkan perubahan warna, sehingga akan menyebabkan perubahan spektrum absorpsi. Keduanya menyebabkan kesetimbangan, dan hasilnya respon warna yang reversible pada reagen immobilisasi. Seperti halnya

pada deteksi kadar gula dalam urine, reagen yang dipakai harus selektif terhadap analit gula. Dalam penelitian ini yang digunakan adalah reagen Benedict yang sensitif dan selektif terhadap gula pereduksi, khususnya dalam sampel urine. Reagen yang diimmobilisasi dalam sol-gel tersebut akan memberikan perubahan warna apabila reagen tersebut bereaksi dengan gula sebagai analit, karena bersifat mengoksidasi gula pereduksi yang ada dalam urine, sehingga dari perubahan warna ini diharapkan dapat mendeteksi kadar gula yang dimiliki oleh seseorang dengan mudah dan cepat.

## 1.2 Rumusan Masalah

Dari uraian diatas permasalahan yang timbul dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimanakah immobilisasi benedict dalam proses pembuatan sol-gel benedict?
2. Bagaimanakah optimasi penentuan kadar gula dalam urine dengan sol gel benedict yang meliputi bentuk dan ukuran, respon waktu dan variasi volume campuran benedict ?
3. Bagaimanakah karakteristik sol-gel benedict untuk penentuan kadar gula dalam urine yang meliputi daerah kerja, dan lama penyimpanan ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui immobilisasi benedict dalam proses pembuatan sol-gel benedict.
2. Mempelajari dan mengetahui keadaan optimum benedict dalam sol-gel yang meliputi respon waktu dan variasi volum campuran benedict.
3. Mengetahui karakteristik sol-gel benedict untuk penentuan kadar gula dalam urine yang meliputi daerah kerja, respon waktu dan lama penyimpanan.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

1. Pengembangan teknologi sol-gel sebagai reagen kering dalam sensor kadar gula dalam urine untuk deteksi awal penderita diabetes mellitus secara cepat dan murah.
2. Pengujian gejala awal penyakit Diabetes Mellitus secara cepat, praktis dan ekonomis





## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kadar Gula

Semua jaringan tubuh membutuhkan energi yang biasanya dipenuhi dari metabolisme glukosa. Masuknya glukosa dari darah ke dalam sel pada banyak jaringan digiatkan oleh adanya insulin. Diabetes Mellitus merupakan suatu bentuk kelainan pada manusia yang terjadi, bila metabolisme tubuh tidak dapat menangani dan merubah kadar glukosa dalam darah sehingga kadarnya dalam darah dapat mencapai tingkat yang membahayakan, tetapi tidak banyak didalam sel-selnya dan ikut dikeluarkan melalui urine, (Hans Diehl, 1995). Penyakit ini juga merupakan gangguan pertukaran glukosa menjadi glikogen, sehingga glukosa tinggal dalam darah dan menyebabkan kadar zat ini meninggi (hiperglikemia). Hiperglikemia ini juga menyebabkan glukosuria yaitu, adanya glukosa dalam urine. Makin tinggi kadar glukosa dalam urine, makin banyak air yang melarutkannya dan ikut keluar sebagai urine, karena itu glukosuria selalu disertai poliuria (banyak kencing) dan ini menyebabkan banyak air keluar dari tubuh yang berakibat polydipsia (banyak minum) (Pringgodigdo.A.G, 1977).

Penyebab Diabetes Mellitus dikaitkan dengan adanya gangguan kerja insulin yang dihasilkan dari kelenjar pankreas. Kelenjar ini tidak mampu menghasilkan insulin yang cukup untuk mengubah gula dalam darah menjadi energi. Sehingga gula yang berlebih dialirkan melalui sel-sel ginjal yang memiliki ambang kadar gula tertentu. Karena kebanyakan glukosa dalam ginjal melampaui ambang batas normal dalam ginjal akan disalurkan melalui urine. (Hans Diehl,1995)

Dalam mekanismenya, faktor yang mempengaruhi toleransi glukosa dan penyebab Diabetes Mellitus adalah faktor pankreas, darah perifer dan virus. Ketiga faktor pertama mempengaruhi kerja dari insulin dan faktor terakhir akibat dari lingkungan. Kemampuan mengatasi beban glukosa dapat ditentukan dengan uji toleransi glukosa. Kadar glukosa darah dipantau selama waktu tertentu setelah pemberian 50 atau 100 g glukosa (40 g glukosa/m<sup>2</sup> luas permukaan tubuh). Bila oleh suatu sebab kadar glukosa darah melampaui 8,9 – 10 mmol/L (160 –180



mg/dl), maka tidak seluruh gula dalam filtrat glomeruli dapat diabsorpsi. Ambang ginjal terlampaui dan ini mengakibatkan glukosuria. (Cokro Prawiro, 1988)

Uji tes Diabetes Mellitus biasa dilakukan dengan mengambil sampel darah dan urine. Biasanya sampel darah lebih akurat dibandingkan tes dengan urine. Namun kadar gula dalam urine sebagai akibat banyaknya konsumsi gula dalam darah tidak jauh berbeda jumlahnya. Kadar gula dalam urine dikatakan masih batas normal ~ 10 mmol/liter atau ~ 1900 ppm. (Panitia Simposium, 1980)

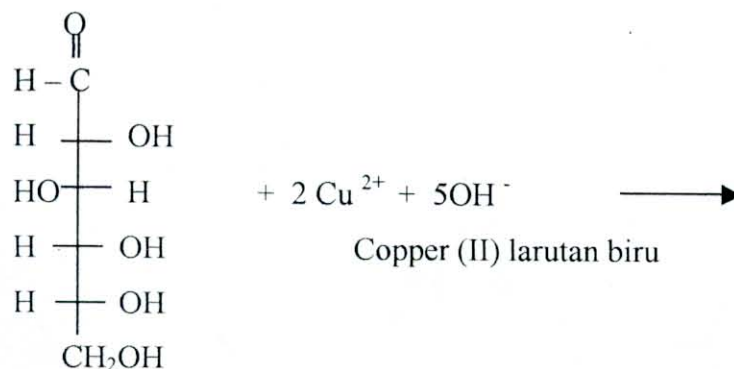
## 2.2 Uji Kadar Gula

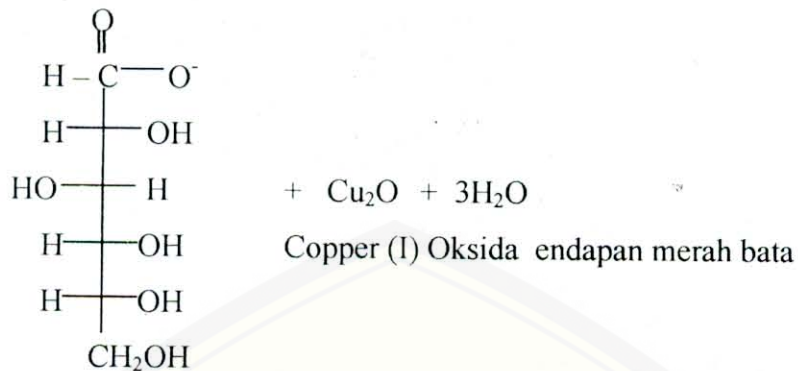
Indikator gejala awal diabetes dapat dilihat dari adanya glukosa dalam darah dan urine yang over dosis. Glukosa sebagai monosakarida paling sederhana kebanyakan bertindak sebagai gula pereduksi, yang mampu mereduksi senyawa pengoksidasi. Senyawa pengoksidasi yang selalu direduksi oleh monosakarida adalah  $\text{Fe}(\text{CN})_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$  atau ion kupri ( $\text{Cu}^{2+}$ ). Gula akan dioksidasi pada gugus karbonilnya (Lehningert, 1997).

### *Uji Benedict*

Penambahan reagen Benedict yang mengandung ion  $\text{Cu}^{2+}$  dan jika bereaksi dengan gula pereduksi akan menjadi  $\text{Cu}^+$  dan membentuk endapan warna merah bata.

Metode yang sering digunakan dalam analisa kadar gula suatu sample, biasanya menggunakan reagen benedict. Reagen benedict mengandung ion  $\text{Cu}^{2+}$  yang akan direduksi oleh gula menjadi ion  $\text{Cu}^+$  melalui proses pemanasan sehingga menghasilkan endapan warna coklat atau merah bata. (David, J.Halme, 1998).





Selain itu digunakan metode pengukuran modern secara teknis dengan elektrode glukosa. Dalam teknik ini digunakan enzim glukosa oksidase yang diimmobilisasikan ke dalam membran. Membran yang sering digunakan adalah glukosa asetat dan polikarbonat (Strobel, Heineman, 1989)

Pengembangan teknik analisa secara modern ini memungkinkan pengukuran yang lebih cepat, praktis dan akurat. Pada awalnya teknik ini berkembang dengan semakin meluasnya polimer alami dan sintetik dengan metode immobilisasi, namun metode ini relatif mahal dan membutuhkan peralatan instrumentasi yang tidak sederhana. (Strober, Heineman, 1989)

### 2.3 Teknik Immobilisasi

Teknik immobilisasi adalah suatu cara bagaimana mengikat reagen dalam suatu matriks polimer dengan syarat aktivitas reagen tetap ada. Terdapat lima teknik immobilisasi yang dikembangkan dalam sensor kimia yaitu: adsorpsi, microencapsulasi, entrapment, crosslinking, dan ikatan kovalen (Egin dan Brian, 1996)

#### 2.3.1 Adsorpsi

Teknik immobilisasi adsorpsi ini sangat sederhana dengan persiapan yang sangat sederhana. Namun proses terimmobilisasi reagen mungkin terikat sangat lemah dengan matriks polimer (Egins dan Brian, 1996).

### a. Pengertian Adsorpsi

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 pelekatan molekul suatu benda ke permukaan benda lain tanpa terjadi perubahan kimiawi. Atom atau molekul zat tersebut terkonsentrasikan pada bidang pemisah. Dapat dibedakan lima macam bidang pemisah yaitu: gas-padat, cair-padat, gas-cair, cair-cair dan padat-padat. Semua proses adsorpsi disertai penurunan energi bebas Gibbs dan entropi, sehingga proses tersebut bersifat eksotermis. Kebalikannya yaitu desorpsi bersifat endotermis (Soewandi dkk, 1977). Adsorpsi didasarkan pada sifat termodinamika inter permukaan yang dihasilkan dari gaya intermolekul dan interatomik (Parker, 1989).

Kalau ditinjau satu molekul, maka molekul ini akan dikelilingi molekul lain yang tidak mempunyai daya tarik seimbang, karena pada salah satu arah tidak ada molekul lain yang menarik, sebagai akibatnya pada permukaan itu akan mempunyai gaya tarik yang akan menarik molekul lain sekitarnya (Handoko, 1996).

### b. Macam Adsorpsi

Proses adsorpsi secara umum dapat kita bagi menjadi dua kelas yaitu adsorpsi secara fisika (physical adsorption: physisorption) dan kimia (chemical adsorption: chemisorption), dalam physisorption 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 (Egins dan Brian, 1996).

Energi yang dibutuhkan adsorpsi secara fisika kurang lebih 15-20 kcal/mol (63-84 kJ/mol), sedangkan untuk adsorpsi secara kimia dibutuhkan energi kurang lebih 20-30kcal/mol (84-126 kJ/mol) (Parker, 1989). Untuk adsorpsi fisika merupakan suatu proses reversible dan pada adsorpsi kimia terbentuk

persenyawaan pada permukaan. Namun hanya setebal satu molekul, sedang pada adsorpsi fisika tebalnya dapat beberapa molekul (Handoko, 1996).

Terdapat tiga kemungkinan mengenai apa yang terjadi pada peristiwa adsorpsi larutan adsorben padat yaitu :

1. Adsorpsi positif
2. Adsorpsi negatif
3. Adsorpsi yang tidak mengubah konsentrasi larutan.

Adsorpsi positif adalah jika komponen larut yang teradsorpsi lebih banyak dibandingkan dengan komponen pelarut yang teradsorpsi. Sedangkan adsorpsi negatif bila komponen pelarut relatif lebih banyak teradsorpsi daripada komponen zat terlarut. yang terakhir, adsorpsi yang tidak mengubah konsentrasi larutan terjadi jika komponen zat terlarut dan komponen pelarut yang teradsorpsi oleh adsorben mempunyai perbandingan tertentu sehingga konsentrasi larutan tetap besar pada keadaan yang konstan dari waktu ke waktu. Dari ketiga kemungkinan diatas, maka adsorpsi positiflah yang paling sering terjadi (Handoko, 1996).

### **c. 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 nonpolar. Contoh adsorben polar adalah alumina, barium sulfat,, kalsium karbonat, glass, resin penukar ion, silica gel, titanium dioksida, pasir dan beberapa oksida logam. Sedangkan contoh adsorben nonpolar adalah karbon hitam, grafit, resin organic dan plastik, paraffin, bubuk, arang dan beberapa sulfida logam.

Adsorpsi polar dan nonpolar lebih menyukai fase yang sejenis. Tingkat adsorptivitas adsorben polar lebih besar dibandingkan adsorben nonpolar, hal ini disebabkan oleh perbedaan potensial adsorpsi kedua adsorben tersebut. Dimana potensial adsorpsi adsorben pada permukaan polar yang disebut hidrofilik

sedangkan pada permukaan nonpolar air sulit untuk diadsorpsi yang disebut hidrofobik.

Permukaan adsorben yang terdiri dari molekul polar dan nonpolar akan menyerap larutan dimana fase polar akan terserap oleh molekul polar sedangkan fase nonpolar akan terserap oleh molekul nonpolar, molekul sejenis ini disebut sebagai agen permukaan aktif.

Molekul nonpolar mempunyai rantai hidrokarbon alifatik, dimana sifat nonpolar akan meningkat dengan meningkatnya panjang rantai. Traube menyelidiki bahwa ketegangan permukaan akan menurun apabila panjang rantai meningkat setiap satu rantai hidrokarbon  $-CH_2-$ . Menurunnya ketegangan permukaan digunakan untuk mengukur secara kuantitas zat terlarut yang diadsorpsi.

Adsorben permukaan nonpolar kurang dapat menyerap molekul zat terlarut disebabkan oleh kekuatan elektrostatis dan kekuatan dispersi yang kurang, sehingga aturan Traube di atas tidak dapat digunakan. Misalnya pada agen permukaan aktif kation, bahwa ion positif akan menyerang pada permukaan aktif kation yaitu diadsorpsi oleh permukaan polar seperti gelas atau pasir. 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 akan semakin besar. Sifat adsorpsi pada permukaan zat padat sangat aktif sangat selektif, artinya pada pencampuran zat hanya satu komponen yang diadsorpsi oleh zat padat tertentu. Makin besar konsentrasi, suhu, tekanan maka akan semakin besar pula adsorpsinya dan selanjutnya berhenti setelah seluruh bidang muka adsorben tertutup.

Sebaliknya, bila suhu dinaikkan maka kecepatan adsorpsi dapat ditunjukkan dengan persamaan isoterm adsorpsi Gibss :

$$T = -c/RT \times d\gamma/dc \dots\dots\dots (2.9)$$

Dimana : c = konsentrasi zat diadsorpsi

$\gamma$  = tegangan muka.

T = kecepatan adsorpsi

R = tetapan gas umum.

$d\gamma/dc$  = laju perubahan tegangan muka dengan konsentrasi.

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

$$X/m = k. c^n \dots\dots\dots ( 2.10).$$

Dimana : x = berat materi yang diadsorpsi

m = berat adsorben

c = konsentrasi larutan

n,k = konstanta-konstanta adsorpsi.

Persamaan diatas dapat pula dinyatakan sebagai berikut :

$$\text{Log } (x/m) = \text{log } k + n. \text{ log } c \dots\dots\dots( 2.11)$$

Sesuai dengan persamaan diatas, plot log ( x/m ) versus 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 slope. Persamaan Freundlich merupakan persamaan empiris hasil perbandingan dengan alam.

Persamaan adsorpsi yang lain adalah isoterm Langmuir yang didasarkan atas peninjauan teoritis proses adsorpsi yang dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$E/x/m = 1/\alpha + (\beta/\alpha). C \dots\dots\dots( 2.12).$$

Dimana  $\alpha$  dan  $\beta$  adalah konstanta,  $c$  adalah konsentrasi larutan,  $x$  adalah berat materi yang teradsorpsi

Dengan membuat grafik  $E/(x/m)$  versus  $c$  yang merupakan sebuah garis lurus, maka akan didapatkan intersep  $\beta/\alpha$  dan slope  $1/\alpha$  sehingga harga  $\alpha$  dan  $\beta$  dapat dihitung. Dari besar kecilnya konstanta ini dapat menunjukkan besar kecilnya adsorpsi dari suatu adsorben.

Persamaan Freundlich menunjukkan bahwa jumlah yang teradsorpsi akan naik terus apabila konsentrasi atau tekanan terus naik. Hal ini berbeda dengan persamaan Langmuir yang memberikan suatu harga batas yang finite jika konsentrasinya terus dinaikkan. Oleh karena itulah Persamaan Freundlich tidak terlalu memuaskan untuk pencakupan yang luas (Handoko, 1996).

Adsorpsi membran terhadap ion logam dapat terjadi dengan mekanisme sebagai berikut:

1. Penukar kation ( adsorpsi non spesifik ).

Selektivitas pergantian 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 group fungsi permukaan adsorben secara elektrostatik.

2. Adsorpsi spesifik

Adsorpsi spesifik termasuk penukar kation logam berat dan kebanyakan terjadi pada anion dengan ligand permukaan untuk membentuk ikatan kovalen dengan ion kisi. Adsorpsi spesifik tergantung dari kekuatan pH dan berhubungan dengan hidroksi dengan hidrolisis logam berat. Logam paling mungkin membentuk kompleks hidroksi dengan adsorpsi secara khusus. Adsorpsi spesifik naik dengan turunnya nilai pK, tetapi nilai pK dari Cu dan Pb sama, dengan ukuran ion lebih besar maka lebih kuat teradsorpsi.

3. Kompleksasi organik

Kompleksasi organik mengadsorpsi logam membentuk kompleks kelat. Ligan organik dengan berat molekul rendah, dapat membentuk kompleks terlarut dengan logam dan menghalang dari adsorpsi atau pengendapan, seperti

hidroksil, phenoksil dan karboksil pada humus membentuk kompleks koordinasi dengan ion logam (Alloway, 1995).

#### **d. Adsorpsi Dyes.**

Pengaruh dari permukaan yang heterogen diperkecil dengan menggunakan adsorben berukuran molekul besar. Keadaan ini didasarkan pada kebenaran adsorpsi dyes sebagai teknik untuk menentukan daerah permukaan yang spesifik pada adsorben padat.

Isoterm adsorpsi ditentukan pada range konsentrasi yang pelarutan dimana zat pelarut mengalami persaingan adsorpsi yang tidak signifikan; seperti frekuensi isoterm memperlihatkan penjumlahan yang stabil pada kesetimbangan konsentrasi yang tinggi dari dye bebas. Sheppard dan kawan-kawan, menyelidiki adsorpsi dari cyanine dye pada perak halida yang dihubungkan dengan studi optikal yang peka terhadap emulsi fotografik, akhirnya bahwa penjumlahan stabil diamati dalam isoterm adsorpsi ketika cyanine diadsorpsi oleh mikrokristal perak bromida yang disesuaikan dengan bentuk monolayer padat dari kation planar yang penting (Othmer, 1963).

#### **f. Mikroencapsuli**

Mikroencapsulasi merupakan metode immobilisasi dimana reagen material diperangkap kedalam membran inert yang selanjutnya dilekatkan pada transducer. 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 gas dan ion.

Keuntungan dari metode ini adalah reagen yang terperangkap dalam membran berada dalam keadaan terkontak langsung dengan transducer; mudah dipreparasi; sangat reliable, mudah dirawat, stabil, dan tidak mudah terdegradasi sangat mudah dikembangkan. Beberapa jenis membran yang sering digunakan adalah selulosa asetat, polycarbonat, kolagen, polytetrafluorethylene (Teflon), nafion, dan polyuerthan (Egins dan Brian, 1996).



### **2.3.2 Entrapment**

Pada metode ini reagent terperangkap didalam sel-sel membran, sehingga proses preparasi membutuhkan teknik yang sangat spesifik. Membran yang paling sering digunakan adalah bentuk gel poliacrilamida, starch gel, nylon, dan silastic gel. Kelemahan dari metode ini adalah kesulitan analit untuk berdifusi kedalam membran untuk bereaksi dengan reagen sehingga respon time dan recovery sensor cukup panjang. (Egins dan Brian, 1996).

### **2.3.3 Crosslinking.**

Dalam metode ini reagen diikat secara kimia dengan membran atau bahan pendukung padat lainnya. Senyawa dengan dua gugus fungsi (bifunctional reagent) dapat mengikat reagent dan membran atau bahan pendukung lainnya. Kekurangan dari teknik cross linking merupakan kerusakan pada kespesifikasian reagen dan hasil ikatan merupakan senyawa yang sangat rigid (Egins dan Brian, 1996).

### **2.3.4 Ikatan Kovalen.**

Dalam ikatan kovalen, ikatan dirancang dengan memberikan gugus fungsi terhadap membran ataupun bahan support lainnya, sehingga memungkinkan terjadinya ikatan antara reagen dengan gugus fungsi yang ditambahkan (Egins dan Brian, (1996).

## **2.4 Mekanisme Sensor Kimia.**

Sensor kimia adalah suatu istilah penggambaran sistem yang sensitif dan selektif terhadap analit menggunakan teknik imobilisasi reagen yang sesuai dengan analit tertentu. Sensor kimia ada bermacam-macam diantaranya sensor elektrokimia, sensor potensiometri, sensor optik dan biosensor. Sensor kimia ini dikembangkan karena adanya kebutuhan akuisisi data beragam komposisi kimia secara cepat dalam sample di industri, monitoring lingkungan, kesehatan, dan domestik, bioteknologi, biomedis, yang dapat dianalisis diluar laboratorium dan ditempat dimana monitoring ditentukan. Metode ini diharapkan dilakukan dalam

sekali jalan (on-site) sehingga analisis tersebut otomatis dengan sedikit perlakuan, minimal dalam perawatan, murah, mudah dan berumur panjang, serta dapat diregenerasi. Oleh karena itulah dikembangkan suatu sensor kimia untuk mengatasi permasalahan tersebut.

Ketika reagen immobilisasi tidak terlindungi oleh analit, kompleks ion logam dengan kromofor ( ligan ) menyebabkan perubahan warna, dimana hal tersebut akan menyebabkan perubahan spektrum adsorpsi. Keduanya menyebabkan kesetimbangan dan hasilnya respon yang reversible pada reagen immobilisasi. Jika kromofor bereaksi sebagai indikator reversible pada reagen immobilisasi. Jika kromofor bereaksi sebagai indikator langsung ( Ind ) dengan ion logam analit ( M ) secara reversible maka akan membentuk kompleks Mind, dengan perbedaan ciri optik akan menghasilkan perubahan warna :



Reaksi diatas mempunyai konstanta kesetimbangan ke :

$$Ke = \frac{[Mind]}{[m][Ind]} \dots\dots\dots ( 2.14 )$$

Dalam keadaan kesetimbangan, diukur salah satu parameter dari jumlah [Mind] atau jumlah [Ind]<sub>total</sub> merupakan total kromofor atau total konsentrasi indikator maka:

$$[Ind]_{total} = [Mind] + [Ind] \dots\dots\dots(2.15)$$

Kemudian dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\frac{[Mind]}{[Ind]_{total}} = \frac{[M] Ke}{(1 + [M]Ke)} \dots\dots\dots(2.16)$$

$$\frac{[Ind]}{[Ind]_{total}} = \frac{1}{(1 + [M] Ke)} \dots\dots\dots(2.17)$$

Respon titik kritik bergantung pada konstanta kesetimbangan, yang secara kasar diperluas dari  $K_c/10$  ke  $K_c \cdot 10$  atau  $(pK_c + 1, K_c - pK_c - 1)$ . Jadi, sensor reversible 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  $K_c$  beberapa reaksi yang mengikuti ion. Sehingga perkembangan optode untuk ion logam difokuskan pada memperbaiki  $pK_c$  dari indikator yang digunakan, salah satunya dengan seleksi pendukung polimer yang sesuai untuk digunakan dalam immobilisasi indikator atau dengan mensintesis senyawa baru sebagai indikator. Tentunya, beberapa contoh diatas merupakan perbaikan proses transduksi dengan elektronik dan spektroskopi, namun perbaikan dapat juga dilakukan pada optode-nya sendiri. Dalam situasi yang praktis, kondisi istimewa lebih disukai oleh kotak dimana rasio  $[M_{ind}]$  ke  $[Ind]$  diukur. Selanjutnya respon sensor tidak bergantung pada total jumlah indikator, namun bergantung pada konstanta kesetimbangan.

$$[M] = \frac{[M_{ind}]}{([Ind] K_c)} \dots\dots\dots(2.18)$$

Pada saat konsentrasi logam tidak bergantung pada total jumlah indikator  $[Ind]_{total}$ , sensor tidak sensitif pada hilangnya indikator atau kromofor secara perlahan, namun sensitif terhadap fluktuasi instrumen. (Kuswandi, 1999)

Sensor optik kimia memiliki banyak kelebihan atas peralatan konvensional dalam berbagai bidang kehidupan seperti bidang industri, lingkungan, dan kesehatan. Kelebihan dari sensor optik kimia tersebut antara lain:

1. Sensor optik pasif secara elektrik sehingga tidak terganggu oleh medan listrik dan medan magnet. Sehingga dengan sifat demikian, maka sensor optik ini secara instrinsik relatif aman dan dapat dioperasikan pada daerah yang mudah meledak.

2. Dapat diminiaturasi dengan mudah. Jika membuat sensor dengan yang relatif kecil maka sample yang dibutuhkan juga sedikit sehingga mengganggu sample yang dianalisa.
3. Tidak mahal.
4. Konstruksinya cukup kuat (tidak mudah pecah seperti pada elektrode gelas).
5. Tahan korosi.
6. Dapat digunakan secara insitu (pemonitoran secara langsung).

Di samping kelebihan yang dimiliki oleh sensor optik kimia, ada juga kelemahannya yang harus diperhatikan, yaitu:

1. Waktu respon yang relatif lama. Hal ini dimungkinkan karena terjadi tranfer massa antara analit dan sensor yang mengandung immobilisasi reagen sensitif berada dalam bentuk fase yang berbeda sehingga menghasilkan waktu respon yang relatif lama.
2. Terjadi photodekomposisi, photobleaching.
3. Fluktuasi sumber sinar.
4. Hilangnya signal optik (Kuswandi. B, 2001).

## 2.5 Sol-Gel

Sol-gel biasa disebut sebagai larutan serbaguna karena fungsinya yang banyak, misal sebagai bahan dasar keramik, gelas, fiber atau campuran organik dan anorganik. Secara umum sol-gel termasuk dalam sistem larutan transisi dari cairan "sol" (lebih mendekati koloid) menjadi padatan "gel". Dalam penggunaannya sangat mungkin untuk difabrikasi menjadi bahan yang lebih baik, berguna, dan beraneka ragam bentuk. Seperti: film lapis tipis, fiber, bahan berpori atau material padat.

Sol-Gel pertama kali ditemukan pada akhir tahun 1800 dan secara ekstensif dipelajari sejak awal tahun 1930. (Hench, L.L; West, J. K, 1990) Pembaharuan yang menarik untuk permukaan muncul pada tahun 1970, ketika monolitik gel anorganik dapat diproses pada temperatur rendah, tidak seperti proses pembuatan glass secara konvensional yang dilakukan pada temperatur tinggi, material homogen oksida anorganik yang dihasilkan memiliki kelebihan seperti : dapat

menentukan sifat kekerasannya, transparansi (oleh cahaya), tahan lama secara kimia, porositasnya dapat disesuaikan dengan panas yang resisten, dan yang terpenting dapat dibuat pada temperatur kamar. Hal ini berlawanan dengan produksi glass secara konvensional yang banyak diperoleh pada temperatur peleburan yang lebih tinggi. (Brinker and Scherer, 1990) Penggunaan khusus sol-gel dalam produksi gelas dan keramik adalah turunan dari variasi permukaan material yang dihasilkan dalam keadaan gel, misalnya: monolit, film, fiber dan serbuk monosized. Banyak aplikasi khusus seperti pada optika, pelindung film dan material berpori, lapisan optik, isolator jendela, lapisan dielektrik dan elektronika, superkonduktor temperatur tinggi, fiber yang diperkuat, bahan pengisi dan katalis. (Keefe, 1990)

Proses pembuatan sol-gel meliputi evolusi jaringan anorganik melalui pembentukan suspensi koloidal (sol) dan gelatinisasi sol untuk membentuk fase cair secara berkesinambungan (gel). Prekursor untuk sintesis koloid ini terdiri atas logam atau metalloid yang dikelilingi oleh bermacam ligan reaktif. Logam alkoxi adalah logam paling populer yang digunakan sebagai bahan dasar sol-gel, karena logam alkoxi tersebut bereaksi langsung dengan air. Logam yang paling banyak digunakan adalah alkoxisilan, seperti tetrametoksisilan (TMOS) dan tetraetoksisilan (TEOS). Namun alkoxi lain seperti aluminat, titanat dan borat biasa juga digunakan dalam proses yang dicampurkan dengan TEOS.

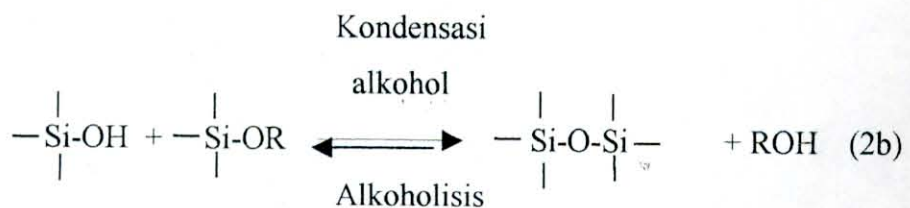
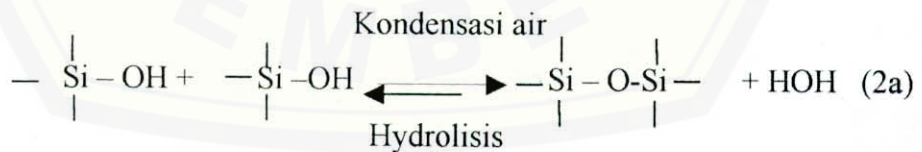
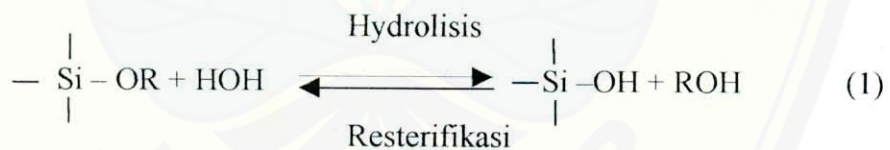
Umumnya ada tiga reaksi yang digunakan untuk menggambarkan proses sol-gel, yaitu: hidrolisis, kondensasi alkohol, kondensasi air. Namun karakteristik dan sifat khusus sol-gel jaringan anorganik dihubungkan dengan sejumlah faktor yang mempengaruhi kecepatan hidrolisis dan reaksi kondensasi, seperti pH, temperatur dan waktu reaksi konsentrasi reagen, katalis alam dan konsentrasinya, rasio molar  $H_2O/Si$  (R), penuaan (aging) temperatur dan waktu pengeringan. (Prassas and Hench, 1984). Dari faktor-faktor yang tersebut diatas, pH, katalis alam dan konsentrasinya, rasio molar (R)  $H_2O/Si$ , dan temperatur yang diidentifikasi adalah sangat penting. Maka faktor-faktor ini adalah mungkin untuk mengubah struktur dan sifat dari turunan sol-gel jaringan anorganik, sebagai contoh, Sakka dkk mengamati bahwa hidrolisis TEOS menggunakan nilai R 1-2 dan 0,01 M HCl

sebagai katalis menghasilkan larutan kental dan dapat dipintal (spinnable solution), ini diperlihatkan lebih lanjut, dimana larutan ini berkonsentrasi tinggi bergantung pada reduksi viskositas pada berat molekul rata-rata :

$$[\eta] = K (Mn)^a \quad (2.20)$$

Nilai berkisar antara 0,5 – 1,0 yang memberikan petunjuk apakah molekul berantai keras atau bercabang.

Hal yang bertentangan ketika nilai R lebih besar dari dua dan jika digunakan katalis basa. Larutan yang dibuat tak bisa dipintal (spinnable) pada viskositas yang sama (Sakka, 1984). Nilai pada equivalen 1 dengan range 0,1 – 0,5 menunjukkan partikel berbentuk bulat atau cakram. Hasil ini bersesuaian dengan struktur yang timbul dibawah kondisi yang dipakai pada proses strober 20, untuk menyiapkan serbuk SiO<sub>2</sub> ini. Ditunjukkan lebih lanjut bahwa hidrolisis yang berlangsung dibawah kondisi dasar dari nilai R berkisar antara 7-25 monodispers partikel spheres di produksi :



Pembahasan secara umum, reaksi hidrolisis (pers.2) melalui penambahan air, mengganti gugus alkoksi (OR) dengan gugus hidroksil (OH). Reaksi kondensasi berikutnya meliputi gugus silanol (Si-OH) dihasilkan ikatan siloksana dan produk tambahan berupa air atau alkohol. Dibawah kondisi yang paling rendah, kondensasi dimulai sebelum hidrolisis berlangsung sempurna. Namun kondisi seperti pH, rasio molar (R)  $H_2O/Si$  dan katalis dapat membuat hidrolisis berlangsung sempurna sebelum kondensasi dimulai (K.D.Keefe, 1990). Tambahan pula, karena air dan alkoksida tidak dapat bercampur dan akhirnya pelarut yang dapat bercampur seperti alkohol yang digunakan. Dengan adanya agen seperti alkohol, hidrolisis dapat berlangsung dengan alkoksida dan air, ketika jumlah ikatan siloksana meningkat, molekul tunggal bertemu dan bergabung membentuk kumpulan dalam sol. Ketika partikel sol teregregasi atau saling bersambung dalam jaringan gel terbentuk pada saat pengeringan, uap yang terperangkap (air, alkohol) keluar dan jaringan menyusut sehingga kondensasi lebih lanjut dapat terjadi. Namun hal itu seharusnya ditekan, karena penambahan pelarut dan kondisi reaksi yang tertentu dapat meningkatkan reaksi esterifikasi dan depolimerisasi yang mengacu pada reaksi kebalikan persamaan diatas. (Brinker, 1990)



## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tempat penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember

### 3.2 Bahan dan Alat Penelitian

#### a. Bahan

Bahan yang digunakan antara lain: Larutan Benedict, Larutan gula induk 10000 ppm, TEOS, HCl 0,1M, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, Kapsul, Aquades, Kertas saring, Silika gel dalam kemasan.

#### b. Alat

Pipet tetes, Beaker glass, Pipet volum, Stirer magnetic, Cawan petri, Labu ukur, Korek api, Sendok the, Tissue, Stop watch, Pinset, Gunting, Penggaris.

### 3.3 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.3.1 Persiapan Penelitian

Persiapan penelitian meliputi preparasi larutan benedict, preparasi larutan glukosa standard.

##### a. *Preparasi larutan/ reagent benedict*

Preparasi reagen benedict dilakukan dengan cara melarutkan 50 g Natrium sitrat dan 86,5 g natrium karbonat dalam air hangat sebanyak 300 ml, ditempat terpisah 8.65 g cuprum sulfat dilarutkan dalam 150 ml aquades. Kedua larutan tersebut dicampur dalam labu ukur 500 ml, ditambah aquades sampai mencapai batas 500 ml dalam labu ukur. (David, 1971)

##### b. *Preparasi larutan gula standard*

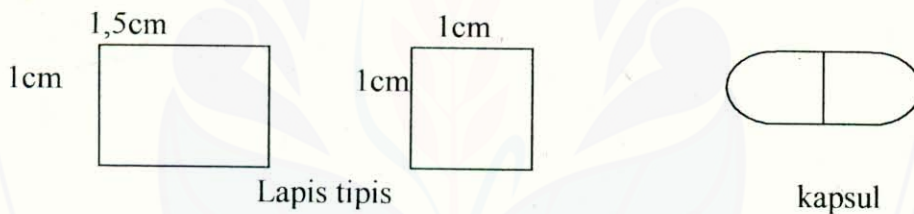
Preparasi larutan gula standard sebesar 10000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan 5 g glukosa dalam 500 mL aquades dalam labu ukur. (David, 1971)



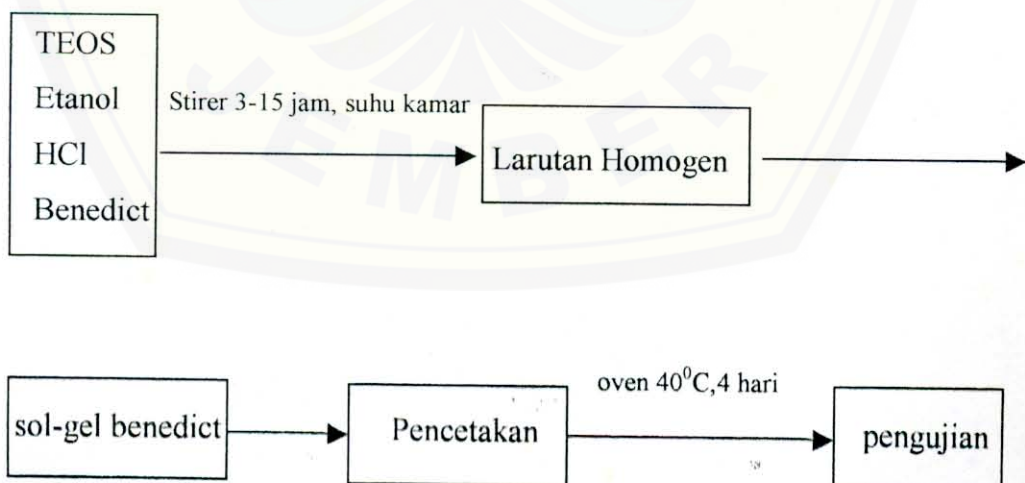
### 3.3.2 Pembuatan sol-gel Benedict

Campuran TEOS 0.5 % dan etanol absolut sebanyak 0.5 % , HCl 0.1 M sebanyak 0,1 % , reagent Benedict 0.48 % (perbandingan volum TEOS:Benedict, 1:1 v/v) (Kuswandi, 2002) dicampur menjadi satu dalam beaker glass 50 mL, kemudian distirer selama  $\pm 5$  jam pada suhu kamar hingga diperoleh larutan yang homogen berupa larutan koloid biru tua dan diatasnya ada larutan tidak berwarna. Setelah selesai, sebagian sol-gel tersebut dituang pada cawan petri yang telah terlebih dahulu diberi kertas saring dan sebagian yang lain dibiarkan dalam beaker glass 50 mL, keduanya kemudian di oven selama 4 hari dengan suhu  $40^{\circ}\text{C}$ . Setelah kering sol-gel pada kertas saring dipotong - potong dengan ukuran 1x1cm dan 1x1,5 cm, sedangkan hasil sol-gel kering yang terdapat dalam beaker glass, digerus dan dimasukkan dalam kapsul sebanyak 0,1 g.

Gambar:



Proses yang terjadi dengan skema:



### 3.3.3 Penentuan sol-gel benedict untuk kadar gula

Sebentuk sol-gel benedict yang sudah jadi (plate 1x1cm, 1:1 v/v) diletakkan dalam sendok teh dan ditetesi larutan glukosa pada konsentrasi 1000 ppm sebanyak 20 tetes kemudian dipanaskan selama waktu yang dibutuhkan. Diamkan sebentar dan amati perubahan warna yang terjadi, juga dengan sampel buatan (10 tetes glukosa standar 2000 ppm dan 10 tetes urine normal).

### 3.3.4 Optimasi Sol-Gel Benedict

#### a. Penentuan respon waktu sol-gel benedict

Prosedur yang digunakan sama dengan 3.3.3 dan diukur waktu pemanasan dari mulai pemanasan sampai terjadi awal perubahan warna, dan diukur dengan stopwatch.

#### b. Optimasi volum campuran benedict

Campuran benedict pada sol-gel divariasikan dengan perbandingan TEOS : Benedict adalah 1:1, 1:1,5, 1:2, 1:3, dengan pengamatan dilihat dari perubahan warna, dimana yang menunjukkan perubahan warna yang signifikan.

### 3.3.5. Karakterisasi sol-gel benedict

#### a. Penentuan Konsentrasi glukosa dari perubahan warna

Dibuat larutan glukosa dari larutan gula standard 10000 ppm dibuat konsentrasi 2000 ppm, 4000 ppm, 6000 ppm, 8000 ppm dan 10000 ppm kedalam labu ukur 250 mL.

Selanjutnya dibuat range kerja sol-gel benedict dengan larutan standar. Sebentuk sol-gel benedict yang sudah jadi diletakkan diatas sendok teh dan ditetesi larutan glukosa pada konsentrasi tertentu secukupnya kemudian dipanaskan selama waktu yang dibutuhkan. Diamkan sebentar dan amati perubahan warna yang terjadi. Dan buat range warna pada masing-masing konsentrasi. Diuji juga dengan penggunaan untuk urine dengan dicampurkan 10 tetes urine normal ditambah glukosa standar yang telah ditentukan diatas, dan diamati perubahan warna pada setiap konsentrasi, untuk mengetahui pengaruhnya terhadap penggunaan urine secara nyata.

*b. Penentuan lama penyimpanan*

Penentuan cara penyimpanan dilakukan dengan menyimpan sol-gel benedict dalam plastik berperekat dan diberi penyerap udara dari silica gel dalam kemasan. Lamanya penyimpanan ditentukan dari pertama kali sol-gel disimpan dengan kondisi seperti diatas, sampai diketahui sol-gel benedict sudah tidak layak digunakan lagi, Dalam artian sudah tidak dapat bereaksi lagi dengan sampel.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian tentang fabrikasi sol-gel benedict sebagai sensor kimia untuk deteksi kadar gula dalam urine, dapat diambil kesimpulan :

1. Tehnik immobilisasi sol-gel benedict adalah tehnik entrapment dimana benedict ( $\text{Cu}^{2+}$ ) terperangkap dalam rangka antar ikatan siloksana yang terbentuk
2. Optimasi penentuan kadar gula dalam urine sol-gel benedict menghasilkan perbandingan volume TEOS : Benedict yang terbaik adalah perbandingan TEOS : Benedict 1: 2 v/v, dengan menunjukkan warna yang mencolok antara urine dengan kandungan glukosa 2000 ppm dan 3000 ppm dengan optimasi waktu yang dibutuhkan sol-gel benedict untuk bereaksi dengan sampel urine adalah  $\pm 30$  detik
3. Karakteristik sol-gel benedict untuk penentuan kadar gula dalam urine dapat bekerja pada range konsentrasi gula dalam urine dari 1000-5000 ppm dengan lama penyimpanan  $\pm 3$  bulan.

#### 5.2 Saran

Mengacu pada penelitian tentang fabrikasi sol-gel benedict sebagai sensor kimia untuk deteksi awal kadar gula dalam urine, maka perlu adanya penelitian lebih lanjut terhadap sol-gel benedict yang lain dengan optimalisasi pada perbandingan volume dan tehnik sol-gel yang lain atau penggunaan bahan dasar sol-gel yang lain.



DAFTAR PUSTAKA

- Alloway, B.J. 1995, *Heavy Metal In Soil*. 2<sup>nd</sup> edition, New York : Blackie Academic and Profesional.
- Binkley, Roger W, 1988, *Modern Carbohydrate Chemistry*, Marcel Dekker, Inc, New York.
- Boedi Santosa, R, A., 1987, *Diabetes Mellitus Tipe Sistosis Hepatis*, UI Press, Jakarta.
- Brinker. C.J and G.W. Scherer, 1990, *Sol-Gel Science: The physic and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, Inc. New York.
- Cokro Prawiro. A., 1988, *Diabetes Mellitus dan macam-macam Diet Diabetes B, B1, B&B1, puasa, B2, B3 dan Be*, Edisi XI, Universitas Airlangga Press, Surabaya.
- David, J, Halme, Peck, Helena, 1998, *Analytical Biochemistry*, Third edition, Logman, New York.
- Egins and R. Brian, 1996, *Biosensor and Introduction*, John Wiley and Sons
- Furnis B.S., A.J. Hannaford. P.W.G, Smith. AR Tatchells, 1989, *Vogel, Textbook Practical Organik Chemistry*, fifth edition, Logman U.S.
- Handoko, D.S.P. 1996, Mempelajari Secara Kuantitatif Sifat Karbon Aktif sebagai Adsorben. Dalam *Makalah Seminar Hasil Penelitian*. Jember, Fakultas Ilmu Pendidikan Fisika UNEJ.
- Hans Diehl, 1995, *Waspada!, Diabetes mellitus, Kolesterol, Hipertensi*, Indasia Publishing House, Bandung.
- Hench, L.L; West, J.K. *Chemistry Reverensi*. 1990, 90, 35-45
- Keefer, K.D, 1990, *Silicon Based Polymer Science: A Cmprehensive Resources*; eds. J.M Zeigler and F.W.G.Fearon, ACS Advances in Chemistry Ser. No 224, *American Chemical Society: Washington.D.C.*
- Kellner. R, Mermet, Otto, et all, 1998, *Analytical Chemistry*, Willey-VCH, New York.
- Kuswandi B, *Komunikasi Personal*, 2002

- Kuswandi, B, 2001, *Prospek Pengembangan sensor Kimia dan Biosensor Berbasis serat Optik di Indonesia*, universitas Jember, Jember.
- Kuswandi, B, 2001, *Sensor Kimia serat optik: Konsep, Desain, dan Instrumentasi*, Universitas Jember, Jember.
- Kuswandi. B, Naraynaswamy. R, 1999 “ A Distributed Optode for In-Situ Monitoring of total Heavy Metal Concentration “*Australian International Symposium on Analytical Science* . Melbourne.
- Kuswandi, B and R. Narayanaswamy, 1999, Solid- State Reagent Based on Immobilised Thiazolylazo Dyes for Optical toxic Metal Ions Sensing in Flow System. Dalam *Eurosensor XIII*. P. 227-230
- Lehninger, 1997, *Dasar-dasar Biokimia*, Jilid I, terjemahan Aloysius, Erlangga, Jakarta.
- Matta, Wilbraham Staley, 1996, *Introduction to general Organic and Biological Chemistry*, DC Health and Company Lexington Massachusetts Toronto.
- Mantgomery, Conway, Spector, 1993, *Biokimia Berorientasi pada kasus klinik*, Jilid 1, edisi 5, Binarupa Akasara, Jakarta.
- Othmer, K. 1963. *Encyclopedia of chemical Technology*, 2<sup>nd</sup> Edition Vol.1 America : John Wiley and Sons Inc.
- Prassas, M and L.L. Hench, 1984, *Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses and Composites*; eds. L.L Hench and D.R Ulrich, John Wiley & Sons: New York.
- Pringgodigdo. A.G, 1977, *Ensiklopedia umum*, Penerbit Yayasan Kanisius
- Panitia Simposium, 1980, *Simposium pengobatan dan perawatan diabetes Mellitus*, edisi II, Lembaga Penerbitan Universitas Airlangga, Surabaya.
- Parker, S.P., 1989, *Conscice Encyclopedia of science and technology* 2<sup>nd</sup>
- Perry, C. Carole, 1996, *Sol-Gel Technology “ The Way Forward For tommorow’s Material*, Nottingham-Trent University.
- Sakka, S, 1984, dalam *Better Ceramic Through Chemistry*, edisi C.J. Briker, D.E. Clark, and D.R. Ullrich, New York.
- Strobel. H.A, Heineman, W.R, 1989, *Chemical Instrumentation A Systematic Approach*, third edition, John Wiley and Sons, New York.

Sudjadi, Drs, 1986, *Metode Pemisahan*, Fakultas Farmasi UGM Yogyakarta  
Kanisius, Yogyakarta.

Tjokro Parwiro, Askandar, 1988, *Diabetes Mellitus dan Macam-macam Diet  
Diabetes*, edisi XI, Airlangga University Pres, Surabaya.

William O Foye, 1996, *Prinsip-prinsip Kimia Medisinal Jilid II*, edisi kedua,  
UGM press, Yogyakarta.



Lampiran : sol-gel benedict bentuk serbuk dan plate dan serbuk dalam kapsul

Serbuk

serbuk dalam kapsul

plate

