

**PENGEMBANGAN SENSOR ELEKTROKIMIA BERBASIS
GCE/Fe₃O₄-GRAFENA UNTUK DETEKSI MIRISTISIN
PADA EKSTRAK PALA YANG DIOPTIMASI
MENGUNAKAN *RESPONSE
SURFACE METHODOLOGY***

DEWI MURNIATI



**PROGRAM STUDI DOKTOR ILMU KIMIA
SEKOLAH PASCASARJANA
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2026**



@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



PERNYATAAN MENGENAI DISERTASI DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa disertasi dengan judul “Pengembangan Sensor Elektrokimia Berbasis GCE/Fe₃O₄-grafena untuk Deteksi Miristisin pada Ekstrak Pala yang Dioptimasi Menggunakan *Response Surface Methodology*” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka di bagian akhir disertasi ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari karya tulis saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, Agustus 2026

Dewi Murniati
G4601222008



RINGKASAN

DEWI MURNIATI. Pengembangan Sensor Elektrokimia Berbasis GCE/Fe₃O₄-grafena untuk Deteksi Miristisin pada Ekstrak Pala yang Dioptimasi Menggunakan *Response Surface Methodology*. Dibimbing oleh IRMANIDA BATUBARA, DEDEN SAPRUDIN, dan BUDI RIZA PUTRA.

Miristisin merupakan senyawa penciri utama tanaman pala (*Myristica fragrans* Houtt.), sehingga deteksinya penting untuk evaluasi kualitas pala. Penelitian ini bertujuan untuk memfabrikasi, mengoptimasi, dan memvalidasi sensor elektrokimia berbasis komposit Fe₃O₄-grafena sebagai metode alternatif yang efisien untuk mengkuantifikasi analit miristisin pada pala, dengan tingkat keandalan dan akurasi yang setara dengan instrumen standar Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM). Penelitian ini terdiri atas 2 (dua) tahap terdiri dari: tahap pertama yaitu pengembangan metode sensor miristisin dengan *Glassy Carbon Electrode* (GCE) termodifikasi Fe₃O₄-grafena dan tahap kedua optimasi ekstraksi miristisin dari pala menggunakan *Response Surface Methodology-Box-Behnken Design* (RSM-BBD). Ekstrak hasil optimasi digunakan sebagai sampel nyata untuk mevalidasi keandalan elektrode yang dikembangkan.

Penelitian tahap pertama diawali dari sintesis Fe₃O₄ menggunakan metode hidrotermal dan menggabungkan Fe₃O₄ hasil sintesis dengan grafena membentuk komposit Fe₃O₄-grafena. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Transmission Electron Microscopy* (TEM) dan XPS (*X-ray Photoelectron Spectroscopy*) untuk mengevaluasi struktur kristal, morfologi, komposisi unsur, serta karakteristik material pada skala nano. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa partikel kristal Fe₃O₄ terdistribusi secara homogen pada struktur grafena dua dimensi. Keberhasilan modifikasi fisik ini berbanding lurus dengan peningkatan performa elektrokimianya. Fe₃O₄ bersifat elektrokatalitik yang mempercepat transfer elektron setelah analit miristisin diadsorpsi oleh permukaan grafena yang luas. Komposit tersebut kemudian diaplikasikan untuk pengembangan sensor elektrokimia miristisin. Evaluasi perilaku elektrokimia telah dilakukan dengan penentuan pH optimum larutan uji yaitu pada pH 5 dalam *Britton-Robinson Buffer* (BRB) dan komposisi massa material pemodifikasi Fe₃O₄:grafena terbaik pada rasio 1:2 b/b. Selanjutnya, estimasi luas permukaan elektroaktif dihitung berdasarkan Persamaan *Randles-Sevcik* melalui variasi laju pemindaian 25 mV/s hingga 150 mV/s menggunakan larutan probe redoks K₃[Fe(CN)₆] 1 mM dalam KCl. Hasil perhitungan menunjukkan terjadinya perluasan area aktif yang masif, dari A=0,108 cm² pada GCE tanpa modifikasi meningkat 5 kali menjadi A=0,515 cm² setelah dimodifikasi. Fenomena peningkatan area serah-terima elektron ini didukung oleh data *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) pada kurva Nyquist, di mana nilai hambatan transfer muatan (R₂) menurun 7 kali dari 3770 Ω (GCE tanpa modifikasi) menjadi hanya 501,6 Ω pada elektrode GCE/Fe₃O₄-grafena yang menunjukkan peningkatan sifat konduktivitas sensor. Keandalan sensor dalam mendeteksi miristisin dilakukan evaluasi kinerja analitik. Kurva linearitas memberikan nilai sensitivitas yang tinggi sebesar 0,21509 μA/μM, dengan Batas Deteksi (*Limit of Detection, LOD*) mencapai 0,19 μM dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantitation, LOQ*) sebesar 0,58 μM. Tingkat selektivitas

elektrode yang diuji terhadap senyawa interferen struktural (safrol) maupun interferen elektroaktif (asam askorbat, dopamin, dan tiamin) pada rasio konsentrasi 1:1 menunjukkan ketahanan sistem yang baik dengan nilai %RSD sebesar 3,45%. Selain itu, aspek durabilitas sensor terbukti andal berdasarkan uji stabilitas melalui 6 kali pengukuran berulang dengan %RSD sebesar 3,88% serta uji ketersalinan pada 6 elektrode berbeda yang menghasilkan nilai %RSD sebesar 4,29%. Meskipun fabrikasi sensor GCE/Fe₃O₄-grafena ini telah teruji keandalan analitiknya pada sistem standar murni miristisin, validasi aplikasi pada sampel nyata juga diujikan pada ekstrak pala, dalam penelitian ini menggunakan ekstrak biji pala.

Tahap kedua penelitian adalah strategi optimasi ekstraksi menggunakan pendekatan statistik RSM-BBD dengan teknik maserasi menggunakan serbuk biji pala dan full masing-masing 10 g untuk setiap percobaan. Percobaan maserasi menggunakan pelarut etanol dirancang dengan perangkat lunak *Design Expert* 13.0 dengan formulasi variabel bebas, terdiri dari 3 faktor, yaitu konsentrasi etanol (A), volume etanol (B), dan waktu maserasi (C) secara ringkas diambil 12 percobaan (*runs*). Berdasarkan hasil maserasi diperoleh ekstrak biji pala yang dilanjutkan dengan analisis KG-SM untuk ditentukan kadar miristisinnya yang akan digunakan sebagai respons pada rancangan percobaan RSM-BBD.

Hasil evaluasi statistik dari ANOVA *Design Expert* menunjukkan bahwa efisiensi ekstraksi paling optimum untuk kedua matriks tercapai pada penggunaan 50 mL pelarut etanol 90%. Kondisi volume etanol optimum pada 50 mL merupakan volume yang tepat agar tidak terjadi pengenceran ekstrak sedangkan konsentrasi etanol 90% disebabkan karakteristik miristisin yang bersifat semipolar hingga nonpolar. Perbedaan kinetika ekstraksi hanya terletak pada waktu maserasi: matriks biji pala (serbuk tepung) mampu mencapai kesetimbangan difusi dalam 2 jam, sedangkan matriks full (berserat) membutuhkan penetrasi pelarut selama 17 jam. Ekstrak dengan profil optimum inilah yang selanjutnya dipersiapkan sebagai matriks sampel nyata untuk divalidasi menggunakan sensor elektrokimia GCE/Fe₃O₄-grafena pada tahapan akhir.

Analisis pada sampel nyata ekstrak biji pala menggunakan sensor elektrokimia GCE/Fe₃O₄-grafena untuk deteksi miristisin menggunakan metode adisi standar. Pengukuran dilakukan dengan teknik DPV pada konsentrasi 1-50 µM yang menunjukkan hubungan linier antara arus dan konsentrasi, dengan nilai R² sebesar 0,99824 pada konsentrasi 176,334 ± 16,250 µM. Nilai koefisien korelasi (R²) yang tinggi tersebut menunjukkan bahwa sensitivitas dan akurasi pada setiap konsentrasi melebihi 97%. Konsentrasi miristisin yang diperoleh menggunakan sensor elektrokimia GCE/Fe₃O₄-grafena sebanding dengan hasil pengukuran miristisin menggunakan KG-SM, yaitu sebesar 181,423 ± 16,171 µM. Komparasi menggunakan uji statistik ANOVA menunjukkan bahwa $p > 0,05$ membuktikan bahwa tidak terdapat perbedaan signifikan antara kedua metode tersebut. Secara keseluruhan, alur penelitian ini menunjukkan bahwa metode yang dikembangkan memiliki tingkat akurasi yang ekuivalen dengan metode standar untuk evaluasi mutu pala melalui deteksi miristisin sebagai senyawa penciri, sehingga metode ini dapat menjadi deteksi awal yang cepat dan akurat.

Kata Kunci: *Glassy Carbon Electrode; komposit Fe₃O₄-grafena; miristisin; Response Surface Methodology; sensor elektrokimia;*



SUMMARY

DEWI MURNIATI. Development of a GCE/Fe₃O₄-graphene-Based Electrochemical Sensor for the Detection of Myristicin in Nutmeg Extract Optimized Using Response Surface Methodology. Supervised by IRMANIDA BATUBARA, DEDEN SAPRUDIN, and BUDI RIZA PUTRA.

Myristicin is a key characteristic compound of nutmeg (*Myristica fragrans* Houtt.), making its detection crucial for evaluating nutmeg quality. This study aims to fabricate, optimize, and validate an electrochemical sensor based on a Fe₃O₄-grafena composite as an efficient alternative method for quantifying myristicin in nutmeg, with a level of reliability and accuracy comparable to standard Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) instruments. This study consisted of two stages: the first stage was the development of a myristicin sensor method using a Glassy Carbon Electrode (GCE) modified with Fe₃O₄-grafena, and the second stage was the optimization of myristicin extraction from nutmeg using Response Surface Methodology-Box-Behnken Design (RSM-BBD). The optimized extract was used as a real-world sample to validate the reliability of the developed electrode.

The first stage of the study began with the synthesis of Fe₃O₄ using the hydrothermal method and combined the synthesized Fe₃O₄ with grafena to form a Fe₃O₄-grafena composite. The synthesis results were characterized using XRD (X-Ray Diffraction), SEM-EDX (Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray), TEM (Transmission Electron Microscopy) and XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) to evaluate the crystal structure, morphology, elemental composition, and material characteristics at the nanoscale. The characterization results showed that Fe₃O₄ crystal particles had been distributed homogeneously over the two-dimensional structure of grafena. The success of this physical modification is directly proportional to the increase in its electrochemical performance. Fe₃O₄ exhibits electrocatalytic properties that accelerate electron transfer after myristicin analyte adsorbs onto the large graphene surface. The composite was then used to develop myristicin electrochemical sensors. The electrochemical behaviour has been evaluated by determining the optimum pH of the test solution at pH 5 in Britton-Robinson Buffer (BRB) and the optimum mass composition of Fe₃O₄:graphene modifying material at a 1:2 w/w ratio. Furthermore, the electroactive surface area was estimated using the Randles-Sevcik equation at scan rates ranging from 25 mV s⁻¹ to 150 mV s⁻¹, with a 1 mM K₃[Fe(CN)₆] redox probe solution in KCl. The calculation results showed a massive expansion of the active area, from A=0.108 cm² on the unmodified GCE to A=0.515 cm² after modification, an increase of 5 times. This phenomenon of increasing the electron transfer area is supported by Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) data on the Nyquist curve, where the charge transfer resistance (R₂) value decreased 7 times from 3770 Ω (unmodified GCE) to only 501.6 Ω on the GCE/Fe₃O₄-graphene electrode, indicating an increase in the sensor's conductivity properties. The sensor's reliability in detecting myristicin was evaluated based on analytical performance. The linearity curve provides a high sensitivity value of 0.21509 μA/μM, with a Limit of Detection (LOD) of 0.19 μM and a Limit of Quantitation (LOQ) of 0.58 μM. The electrode selectivity, tested against structural interfering compounds

(safrole) and electroactive interfering compounds (ascorbic acid, dopamine, and thiamine) at a 1:1 concentration ratio, demonstrated good system robustness with a %RSD of 3.45%. Furthermore, the sensor's durability was proven reliable through stability tests comprising six repeated measurements with a %RSD of 3.88%, as well as a copyability test using six different electrodes, which yielded a %RSD of 4.29%. Although the analytical reliability of the GCE/Fe₃O₄-grafena sensor fabrication has been tested with a pure myristicin standard system, validation of its application to real samples was also tested with nutmeg extract in this study.

The second stage of the research was an extraction optimization strategy using the RSM-BBD statistical approach, using a maceration technique using 10 g of nutmeg seed powder and mace for each experiment. The maceration experiment using ethanol solvent was designed in Design-Expert 13.0, with three independent variables: ethanol concentration (A), ethanol volume (B), and maceration time (C). A summary of 12 runs was taken. Based on the maceration results, nutmeg seed extract was obtained, which was then analyzed using GC-MS to determine the myristicin content, which will be used as a response in the RSM-BBD experimental design.

The Design-Expert ANOVA results showed that the optimum extraction efficiency for both matrices was achieved with 50 mL of 90% ethanol solvent. The optimum ethanol volume of 50 mL was sufficient to prevent extract dilution, while the 90% ethanol concentration was due to myristicin's semipolar to nonpolar properties. The only difference in extraction kinetics was the maceration time: the nutmeg seed matrix (powder) reached diffusion equilibrium in 2 hours, whereas the mace matrix (fibrous) required 17 hours for solvent penetration. The extract with the optimum profile was then prepared as a real sample matrix for validation using the GCE/Fe₃O₄-grafena electrochemical sensor in the final stage.

Analysis of real nutmeg seed extract samples using the GCE/Fe₃O₄-grafena electrochemical sensor for myristicin detection using the standard addition method. Measurements were performed using the DPV technique over 1-50 μ M, demonstrating a linear relationship between current and concentration ($R^2 = 0.99824$ at $176.334 \pm 16.250 \mu$ M). This high correlation coefficient (R^2) indicates sensitivity and accuracy of 97% or higher at each concentration. The myristicin concentration obtained with the GCE/Fe₃O₄-graphene electrochemical sensor was comparable to the GC-MS measurement ($181.423 \pm 16.171 \mu$ M). A comparison using the ANOVA statistical test showed $p > 0.05$, indicating no significant difference between the two methods. Overall, the developed method has accuracy equivalent to the standard method for evaluating nutmeg quality by detecting myristicin as a marker compound, making it a fast, accurate initial detection method.

Keywords: *Glassy Carbon Electrode; Fe₃O₄-grafena composite; myristicin; Response Surface Methodology; electrochemical sensor;*



Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

© Hak Cipta milik IPB, tahun 2026
Hak Cipta dilindungi Undang-Undang

Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan atau menyebutkan sumbernya. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik, atau tinjauan suatu masalah, dan pengutipan tersebut tidak merugikan kepentingan IPB.

Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apa pun tanpa izin IPB.

**PENGEMBANGAN SENSOR ELEKTROKIMIA BERBASIS
GCE/Fe₃O₄-GRAFENA UNTUK DETEKSI MIRISTISIN
PADA EKSTRAK PALA YANG DIOPTIMASI
MENGUNAKAN *RESPONSE
SURFACE METHODOLOGY***

DEWI MURNIATI

Disertasi
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Doktor pada
Program Studi Ilmu Kimia

**PROGRAM STUDI DOKTOR ILMU KIMIA
SEKOLAH PASCASARJANA
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2026**



Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

Penguji Luar Komisi Pembimbing pada Ujian Tertutup Disertasi:

- 1 Dr. Wulan Tri Wahyuni, S.Si., M.Si.
- 2 Prof. Dr. Sarifah Nurjanah, M.App.Sc. IPM

Promotor Luar Komisi Pembimbing pada Sidang Promosi Terbuka Disertasi:

- 1 Dr. Wulan Tri Wahyuni, S.Si., M.Si.
- 2 Prof. Dr. Sarifah Nurjanah, M.App.Sc. IPM



Nama
NIM

Judul Disertasi : Pengembangan Sensor Elektrokimia GCE/ Fe_3O_4 -grafena untuk
Deteksi Miristisin pada Ekstrak Pala yang Dioptimasi
menggunakan *Response Surface Methodology*
Nama : Dewi Murniati
NIM : G4601220008

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Prof. Dr. Irmanida Batubara, S.Si, M.Si.



[Signature]

Pembimbing 2:
Dr. Deden Saprudin, S.Si, M.Si.



[Signature]

Pembimbing 3:
Budi Riza Putra, S.Si., M.Si., Ph.D.



[Signature]

Diketahui oleh

Ketua Program Studi:
Prof. Dr. Irmanida Batubara, S.Si, M.Si
NIP 197508072005012001



[Signature]

Dekan FMIPA IPB :
Dr. Berry Juliandi, M.Si
NIP 197807232007011001



[Signature]

Tanggal Ujian Tertutup: 9 Juli 2026
Tanggal Sidang Promosi Terbuka: 30 Juli 2026

Tanggal Lulus:

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

@Hak cipta milik IPB University



PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah Subhanahu Wata'ala atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak bulan April 2024 sampai bulan Oktober 2025 ini adalah sensor elektrokimia dengan judul “Pengembangan Sensor Elektrokimia Berbasis GCE/Fe₃O₄-grafena untuk Deteksi Miristisin pada Ekstrak Pala yang Dioptimasi menggunakan *Response Surface Methodology*”.

Terima kasih penulis ucapkan kepada para pembimbing, Prof. Dr. Irmanida Batubara, S.Si., M.Si., Dr. Deden Saprudin, S.Si., M.Si., dan Budi Riza Putra, S.Si., M.Si., Ph.D., yang telah membimbing serta banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada moderator seminar, para perwakilan program studi dan fakultas, serta penguji luar komisi pembimbing, yaitu Dr. Wulan Tri Wahyuni, S.Si., M.Si. dan Prof. Dr. Sarifah Nurjanah, M.App.Sc. IPM atas kritik, saran dan masukan yang konstruktif. Penulis mengapresiasi Ketua Departemen Kimia FMIPA IPB Prof. Dr. Dra. Dyah Iswantini, M.Sc.Agr. dan jajarannya yang telah memberikan dukungan bagi studi dan penelitian. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Dr. Utami Dyah Syafitri, S.Si., M.Si. yang telah berkontribusi dalam penulisan publikasi ilmiah dan Dr. Wulan Tri Wahyuni, S.Si., M.Si. atas bantuan instrumen penelitian serta Ulfiatun Nisa, M.Si. bersama rekan-rekan WTW *Research Group* yang mewadahi diskusi sensor elektrokimia. Penulis juga menyampaikan ucapan terima kasih kepada Ibu Nunung Nuryanti, Bapak Kosasih, Ibu Laela Wulansari, M.Si., dan Ibu Rindy Herdika, A.Md., atas layanan laboratorium dan akademik. Ucapan terimakasih juga penulis sampaikan kepada Ibu Irena Listianawati, SST., S.E., M.Si. atas bantuan penyediaan sampel pala. Penulis juga berterima kasih kepada Bapak Dr. Deden Saprudin, S.Si., M.Si. atas pendanaan penelitian melalui Kemenristekdikti, Dirjen Dikti, dalam skema Penelitian Fundamental Reguler (PFR) Tahun 2025 Nomor 006/C3/DT.05.00/PL/2025.

Ucapan terima kasih juga ditujukan kepada Rektor Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Prof. Asep Saepudin Jahar, M.A., Ph.D., atas bantuan biaya pendidikan periode 2024–2025 di Program Studi Doktor Ilmu Kimia, Wakil Dekan I Bidang Akademik Fakultas Ilmu Tarbiyah dan Keguruan Dr. Yanti Herlanti, M.Pd., Kaprodi Tadris Kimia Bapak Tonih Feronika, M.Pd., serta rekan-rekan dosen UIN Syarif Hidayatullah Jakarta atas dukungan selama kuliah.

Penulis juga menyampaikan terima kasih yang mendalam kepada keluarga tercinta: suami dan anak-anak, orang tua tersayang, serta adik-adik, dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa, serta kasih sayang.

Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan serta bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Agustus 2026

Dewi Murniati



DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	15
DAFTAR GAMBAR	15
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Manfaat Penelitian	4
1.4 Ruang Lingkup	4
1.5 Kebaruan (<i>novelty</i>)	4
1.6 Hipotesis	4
II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tanaman Pala	5
2.1.1 Tinjauan botani	5
2.1.2 Nilai ekonomis pala	6
2.1.3 Profil fitokimia pala	6
2.2 Miristisin	6
2.2.1 Struktur dan sifat fisikokimia miristisin	6
2.2.2 Urgensi analisis miristisin	7
2.2.3 Tinjauan metode deteksi berbasis instrumentasi	8
2.3 Analisis Sensor Elektrokimia	8
2.3.1 Reaksi elektrokimia	8
2.3.2 <i>Glassy Carbon Electrode</i> (GCE)	10
2.4 Material Komposit Pemodifikasi Elektrode	11
2.4.1 Fe_3O_4 (magnetit): Sifat elektrokatalitik dan mediator redoks	11
2.4.2 Grafena: Struktur atomik dan karakteristik fisikokimia	12
2.4.3 Sinergi komposit Fe_3O_4 -grafena	12
2.4.4 Posisi Penelitian	13
2.5 Pendekatan Teoretis Metode Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4	13
2.5.1 Metode Kopresipitasi (<i>Co-precipitation</i>)	14
2.5.2 Metode Sol-gel	14
2.5.3 Metode Hidrotermal / Solvothermal	14
2.6 Karakterisasi Sifat Fisikokimia dan Morfologi Komposit	15
2.6.1 Analisis struktur kristal dan fasa (XRD)	15
2.6.2 Evaluasi topografi permukaan dan pemetaan elemen (SEM-EDX)	15
2.6.3 Resolusi struktural tingkat nanometer (TEM)	16
2.6.4 Analisis keadaan oksidasi dan ikatan kimia (XPS)	16
2.7 Evaluasi Perilaku Elektrokimia	16
2.7.1 Rasio komposisi material pemodifikasi	16
2.7.2 Pengaruh pH larutan elektrolit terhadap respons arus elektrokimia	17
2.7.3 Penentuan luas permukaan elektroaktif	17
2.7.4 <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i> (EIS)	18
2.8 Evaluasi Kinerja Elektroanalitik	19
2.8.1 Linearitas	19
2.8.2 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantifikasi (LOQ)	19



2.8.3	Selektivitas dan koefisien interferensi matriks	20
2.8.4	Stabilitas	20
2.8.5	Ketersalinan	20
2.9	Ekstraksi Miristisin dan Optimasi Ekstraksi	20
2.9.1	Metode maserasi	20
2.9.2	<i>Response Surface Methodology</i> (RSM)	21
2.9.3	<i>Box-Behnken Design</i> (BBD)	22
2.10	Analisis Sampel Nyata	22
2.11	Uji ANOVA: Uji Signifikansi Statistika	23
III	METODE	24
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	24
3.2	Alat dan Bahan	25
3.3	Prosedur Kerja	25
3.3.1	Persiapan material pemodifikasi Fe_3O_4 (magnetit) dan komposit Fe_3O_4 -grafena	25
3.3.2	Evaluasi perilaku elektrokimia GCE dengan pemodifikasi Fe_3O_4 , grafena, dan komposit Fe_3O_4 -grafena	26
3.3.3	Evaluasi kinerja analitik GCE/ Fe_3O_4 -grafena	26
3.3.4	Optimasi ekstraksi miristisin menggunakan desain percobaan <i>Response Surface Methodology</i> -Box Behnken Design (RSM-BBD)	29
3.3.5	Analisis Sampel Nyata	30
3.4	Validasi Metode	31
IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1	Material Pemodifikasi Elektrode GCE	32
4.1.1	Sintesis Fe_3O_4 dan karakterisasi fisikokimia material pemodifikasi	32
4.2	Pengembangan Elektrode GCE Termodifikasi Fe_3O_4 -grafena	38
4.2.1	Evaluasi perilaku elektrokimia	38
4.3	Evaluasi Kinerja Analitik GCE/ Fe_3O_4 -Grafena	43
4.3.1	Linearitas	43
4.3.2	Batas deteksi dan batas kuantifikasi	44
4.3.3	Selektivitas	45
4.3.4	Stabilitas	46
4.3.5	Ketersalinan	47
4.4	Optimasi Ekstraksi Miristisin pada Pala Menggunakan RSM-BBD	47
4.4.1	Rendemen ekstrak biji dan fuli pala	48
4.4.2	Konsentrasi miristisin pada ekstrak pala	48
4.4.3	Model dan analisis varians (ANOVA) pada <i>Design Expert</i>	50
4.5	Analisis Sampel Nyata Ekstrak Biji Pala	56
V	SIMPULAN DAN SARAN	58
5.1	Simpulan	58
5.2	Saran	58
	DAFTAR PUSTAKA	59
	RIWAYAT HIDUP	64

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.

2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

DAFTAR TABEL

3.1 Desain eksperimen RSM-BBD	29
4.1 Analisis perbandingan kinerja sensor yang dikembangkan dengan sensor elektrokimia lain yang dilaporkan dalam literatur	44
4.2 Respons dari desain eksperimen dan respons variabel dependen terhadap kondisi ekstraksi pada biji pala dan fuli	48
4.3 Data ANOVA kondisi ekstraksi dengan model linier untuk respons konsentrasi miristisin pada biji pala	50
4.4 Data ANOVA kondisi ekstraksi dengan model linier untuk respons konsentrasi miristisin pada fuli	50
4.5 Persamaan linear untuk konsentrasi miristisin dalam biji pala dan fuli	52
4.6 Perolehan konsentrasi miristisin dan perolehan kembali dari ekstrak pala	57

DAFTAR GAMBAR

2.1 (A) Tanaman pala; (B) biji pala (<i>PakTanidigital.com</i>)	5
2.2 Struktur miristisin	6
2.3 Prinsip analisis elektrokimia	9
2.4 Usulan reaksi dari interaksi miristisin dengan GCE/Fe ₃ O ₄ -grafena	13
3.1 Diagram alir penelitian secara ringkas	24
4.1 (A) Fe ₃ O ₄ hasil sintesis tertarik ke magnet; (B) Pola difraksi XRD dari Fe ₃ O ₄ , grafena, dan komposit Fe ₃ O ₄ -grafena (1:2, b/b)	32
4.2 Citra SEM dari: (A) Fe ₃ O ₄ dan (B) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena	33
4.3 Citra SEM dari: (A) Fe ₃ O ₄ dan (B) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena	34
4.4 Spektrum EDX dan komposisi unsur pada (A) Fe ₃ O ₄ dan (B) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena.	34
4.5 (A) Citra TEM Fe ₃ O ₄ ; (B) distribusi ukuran partikel Fe ₃ O ₄ ; (C) Citra TEM grafena; (D) Citra TEM komposit Fe ₃ O ₄ -grafena	35
4.6 Citra HRTEM (A) Fe ₃ O ₄ dan (B) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena; pola SAED (C) Fe ₃ O ₄ dan (D) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena	36
4.7 Analisis XPS yang diperoleh dari (A) komposit Fe ₃ O ₄ -grafena; spektrum dekonvolusi yang diperoleh dari (B) C1s, (C) O1s, dan (D) Fe2p.	37
4.8 DPV yang diperoleh pada laju pemindaian 100 mV/detik dari 2,7 x 10 ⁻⁴ M dalam 0,1 M miristisin BRB pH 7 diukur dengan (A) GCE/Fe ₃ O ₄ dalam komposisi berbeda (0,5; 1; 2; 3 mg/mL), (B) GCE/grafena dalam komposisi berbeda (0,5; 1; 2; 3 mg/mL), (C) GCE/Fe ₃ O ₄ -grafena dalam rasio berbeda (1:1; 1:2; 1:3 w/w), dan (D) Grafik batang pada rasio komposisi berbeda	38
4.9 (A) Voltamogram 2,7 x 10 ⁻⁴ M miristisin dalam 0,1 M BRB dalam rentang pH berbeda dari 4-8 yang diukur dengan GCE/Fe ₃ O ₄ -grafena (1:2), (B) Hubungan antara pH dan respons potensial dan arus pada GCE/Fe ₃ O ₄ -grafena (1:2)	39



4.10	Voltamogram 1 mM $K_3[Fe(CN)_6]$ dalam 0,1 M BRB pH 5 pada laju pemindaian 150 mV/detik yang diukur dengan: (A) GCE tanpa modifikasi, (B) GCE/ Fe_3O_4 , (C) GCE/grafena, dan (D) GCE/ Fe_3O_4 -grafena	41
4.11	Plot Nyquist yang diperoleh dari empat jenis elektrode berbeda untuk pengukuran $K_3[Fe(CN)_6]$ 5 mM dalam KCl 0,1 M (Sisipan: rangkaian ekuivalen Randles)	43
4.12	Voltamogram pada laju pemindaian 100 mV/s untuk mendeteksi konsentrasi miristisin dalam kisaran 1-100 μM dalam 0,1 M BRB pH 5, diukur dengan elektrode GCE/ Fe_3O_4 -grafena	43
4.13	Selektivitas elektrode yang diusulkan untuk pengukuran miristisin dengan adanya spesies pengganggu dalam rasio konsentrasi 1:1	46
4.14	Stabilitas pengukuran miristisin pada $2,7 \times 10^{-4} M$ dalam 0,1 M BRB pada pH 5 selama enam pengukuran berturut-turut	46
4.15	Pengulangan pengukuran miristisin pada konsentrasi $2,7 \times 10^{-4} M$ dalam 0,1 M BRB pada pH 5 menggunakan 6 jenis GCE	47
4.16	(A) Kromatogram ekstrak biji pala; (B) Kromatogram ekstrak fuli; (C) Spektrum SM ekstrak biji pala	49
4.17	Grafik plot overlay konsentrasi optimum miristisin: (A) 2 jam untuk biji pala, (B) 17 jam untuk fuli (warna kuning= area waktu optimum maserasi)	53
4.18	Plot kontur 3D kandungan miristisin dalam ekstrak sebagai fungsi variabel independen (konsentrasi etanol dan volume etanol) 2 jam-13 jam-24 jam untuk A biji pala (A,B,C) dan 2 jam-13jam-24 jam untuk fuli (D, E,F); ( =dari biru ke merah terjadi peningkatan konsentrasi miristisin)	54
4.19	Plot <i>desirability</i> dan konsentrasi miristisin: pada biji pala (A dan B); pada fuli (C dan D); ( = dari biru ke merah terjadi peningkatan konsentrasi miristisin)	56
4.20	Voltamogram yang diperoleh dari pengukuran miristisin dalam ekstrak pala menggunakan metode penambahan standar dengan menambahkan miristisin dalam rentang konsentrasi 10 hingga 50 μM	57