



**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA BERBASIS STRIP TES
UNTUK DETEKSI LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA
SAMPEL PRODUK JAMU**

SKRIPSI

Oleh

Lelly Agil Safitri

NIM 142210101042

**BAGIAN KIMIA FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2018



**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA BERBASIS STRIP TES
UNTUK DETEKSI LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA
SAMPEL PRODUK JAMU**

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana Farmasi (S1) dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh

Lelly Agil Safitri

NIM 142210101042

**BAGIAN KIMIA FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

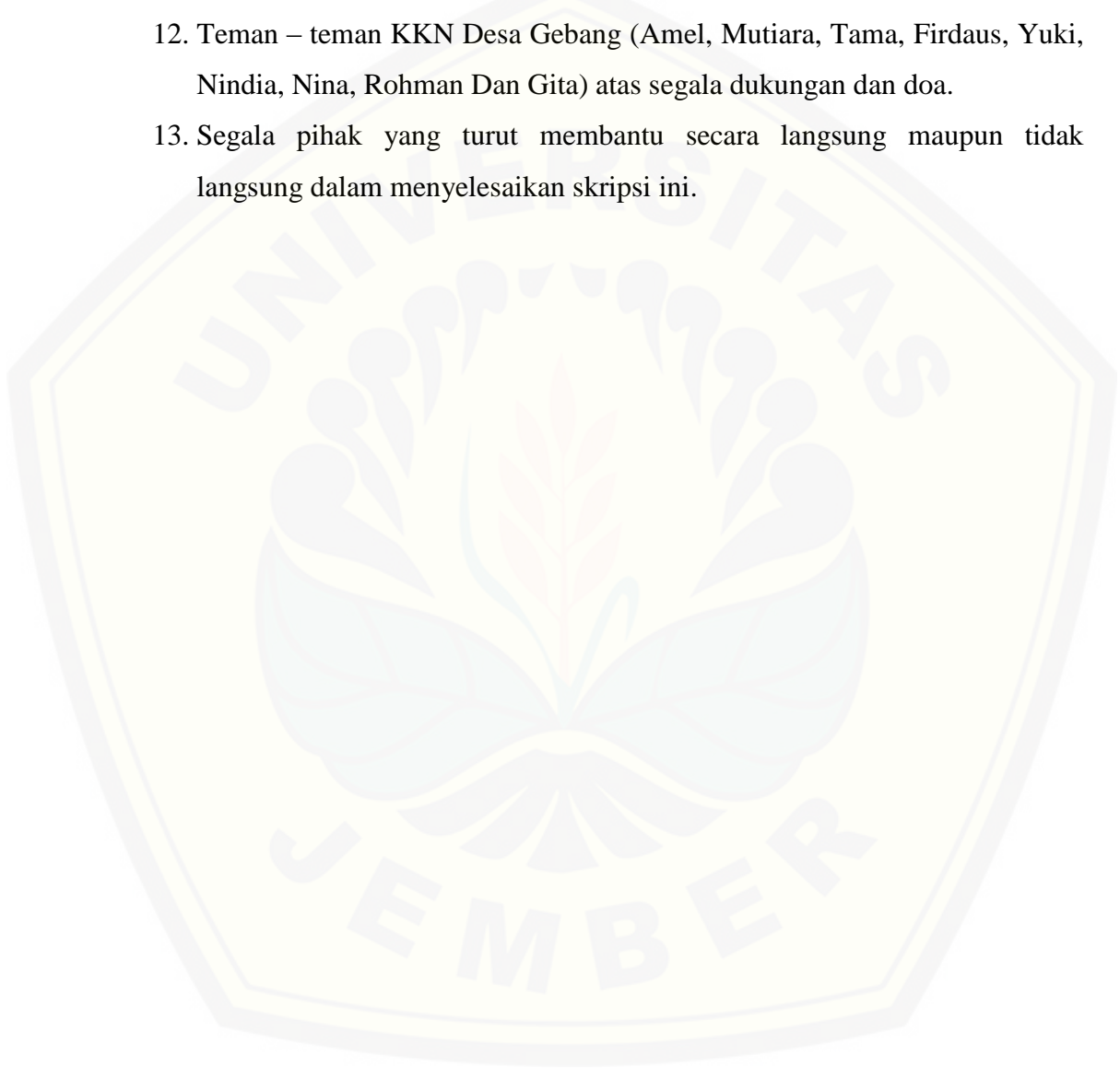
2018

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah atas rahmat dan ridho Allah SWT saya persembahkan skripsi ini untuk :

1. Allah yang senantiasa melimpahkan rahmat serta hidayahnya sehingga selalu dimudahkan dalam segala urusan.
2. Orangtua ku Ayah Ragil Priyanto dan Ibu Maryani, serta adek ku Nadya Diah Vitasari yang selalu menyemangati di kala suka maupun duka. Terimakasih telah membesarkanku dan selalu menyayangiku hingga saat ini. Kalian merupakan orang yang selalu menginspirasiku.
3. Guru-guru SDN Dampit 6 Malang, SMPN 1 Dampit-Malang, SMAN 1 Dampit-Malang dan segenap dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember, Terimakasih telah membimbingku dan memberikan ilmu yang berharga untuk ku.
4. Rizky Prihata Driantama, yang selalu sabar mendengar keluh kesah dan omelanku. Terimakasih untuk nasihat dan dukungannya setiah hari. Kau salah satu inspirasiku.
5. Patner gadis Logam Rakhma Diah Raras Arum, Terimakasih sudah tumbuh dan berjuang bersama dalam penelitian ini.
6. Intan, Tara dan Ayu yang selalu menjadi sahabat penyemangat, sahabat tumbuh dan berproses kalian luar biasa, Terimakasih telah mendukungku dan mendengarkan keluh kesahku. Semoga benar benar menjadi dewi-dewi surga.
7. Rumpik Squad (Nana, Liya, Dian dan Wiwit) yang selalu mendukung dan mendengarkan keluh kesahku.
8. Marisa, Cinta, Farlina, Getty, Dewi dan Atin terimakasih sudah menjadi teman bermain dan penghibur disaat penat.
9. Biochemosensor Group (Putu, Ary, Rafli, Yanti, Zahra, Sheila, Osy, Ninik, Rizky, Resa, Alfi, Ayu dan Ila).

10. Tentor yang selalu membantu dan memberikan saran, Mas Hilmi dan Mbah Diah Galen, Terimakasih telah memberikan arahan dan wejangan nya.
11. Teman-teman seperjuangan Pharmagen 2014 kalian luar biasa, Terimakasih untuk kebersamaan kita selama 4 tahun.
12. Teman – teman KKN Desa Gebang (Amel, Mutiara, Tama, Firdaus, Yuki, Nindia, Nina, Rohman Dan Gita) atas segala dukungan dan doa.
13. Segala pihak yang turut membantu secara langsung maupun tidak langsung dalam menyelesaikan skripsi ini.



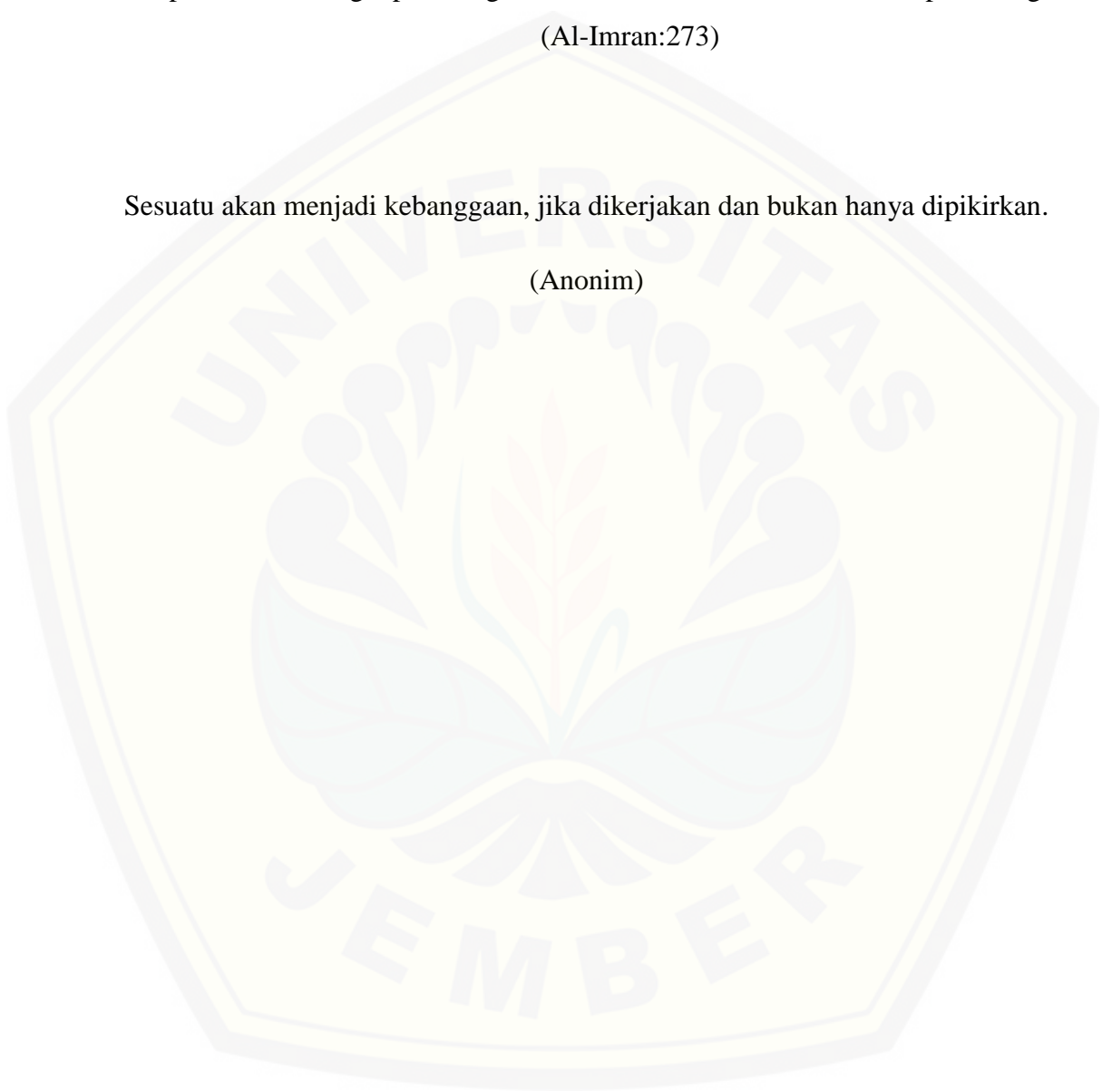
MOTTO

Cukuplah Allah sebagai penolong kami, dan Allah adalah sebaik-baik pelindung.

(Al-Imran:273)

Sesuatu akan menjadi kebanggaan, jika dikerjakan dan bukan hanya dipikirkan.

(Anonim)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Lelly Agil Safitri

Nim : 142210101042

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul Pengembangan sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi logam timbal (Pb) pada sampel produk jamu adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan oleh instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat sebenarnya, tanpa adanya ikatan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat aksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 19 Juli 2018

yang menyatakan,

Lelly Agil Safitri

Nim 142210101042

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN SENSOR KIMIA BERBASIS STRIP TES
UNTUK DETEKSI LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA
SAMPEL PRODUK JAMU**

Oleh

Lelly Agil Safitri

NIM 142210101042

Pembimbing :

Dosen Pembimbing Utama : Nia Kristiningrum, S. Farm., Apt, M.Farm

Dosen Pembimbing Anggota : Indah Purnama Sary., S,Si.,Apt., M. Farm

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul” Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Timbal (Pb) Pada Sampel Produk Jamu“ karya Lelly Agil Safitri telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada :

Hari, Tanggal :Kamis, 19 juli 2018

Tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Ketua,

Anggota I,

Nia Kristiningrum, S. Farm., Apt, M. Farm
NIP. 198204062006042001

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M. Sc., Ph.D
NIP. 196902011994031002

Anggota II

Anggota III

Indah Purnama Sary., S.Si.,Apt., M., Farm
NIP. 198304282008122004

Dwi Koko Pratoko, S. Farm., M.Sc., Apt
NIP. 198504282009121004

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

Lestyo Wulandari, S.,Si., Apt., M. Farm
NIP. 197604142002122001

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Timbal (Pb) Pada Sampel Produk Jamu; Lelly Agil Safitri, 142210101042, 2018: 63 halaman; Jurusan Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Jamu merupakan satu obat tradisional yang masih dikonsumsi hingga saat ini, Salah satu produk jamu yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat adalah jamu pegal linu. Pada bahan baku jamu, ditemukan adanya penambahan bahan kimia secara tidak sengaja atau kontaminasi bahan asing berupa logam berat pada proses produksi dan pengemasan yang melibatkan instrumen yang terbuat dari logam, misal logam timbal. Timbal merupakan bahan yang termasuk dalam klasifikasi B3 atau beracun dan berdampak merugikan bagi kesehatan. Efek yang ditimbulkan dari paparan dan keracunan timbal antara lain gangguan syaraf, gangguan saluran urin, gangguan peredaran darah, dan gangguan organ reproduksi. Menurut Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia telah mengatur persyaratan batas maksimum untuk kadar logam timbal yang diperbolehkan pada jamu adalah $\leq 10,0$ ppm.

Berdasarkan hal tersebut maka penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan sensor kimia untuk deteksi logam berat timbal (Pb) pada sampel produk jamu yaitu berupa strip tes. Indikator ini bekerja dengan perubahan warna dari abu-abu menjadi merah muda sampai merah dalam rentang pH 2-7. Dalam penelitian ini dilakukan optimasi meliputi konsentrasi reagen dan konsentrasi yang terpilih yaitu konsentrasi 500 ppm. Optimasi pH dan pH yang terpilih yaitu pH 7. Penelitian ini dilakukan pada sampel produk jamu yang beredar dipasaran dengan klaim pegal linu yang terdaftar di BPOM maupun yang tidak terdaftar di BPOM. Pengamatan perubahan warna sensor diamati menggunakan program *Image* dengan menggunakan nilai Δ mean RGB untuk mengetahui waktu respon yang dibutuhkan sensor untuk dapat bereaksi, dan waktu menunjukkan mulai *steady state* pada jam ke-18 dengan nilai Δ mean RGB. Penentuan waktu pakai sensor dilakukan dengan menyimpan sensor pada dua kondisi yaitu suhu freezer dan suhu ruang. Pengamatan dilakukan hingga sensor menunjukkan perubahan karakteristik. Perubahan karakteristik terjadi setelah 21 hari sensor yang disimpan pada suhu freezer dan pada suhu ruangan terjadi perubahan pada hari ke-10 dengan prosentase penurunan nilai Δ mean RGB $> 15\%$ sehingga sensor dapat disimpan hingga 21 hari pada suhu freezer dan 10 hari pada suhu ruang. Penentuan linieritas dengan membuat standar Pb dengan rentang konsentrasi 2-7 ppm, dan memberikan respon perubahan warna yang proporsional terhadap konsentrasi analit di dapatkan nilai $r = 0,996$, $V_{x0} = 4,520$ dan nilai $X_p = 1,403$ sehingga dapat dikatakan bahwa sensor Pb memenuhi kriteria linieritas, Penentuan selektivitas digunakan pengganggu yaitu logam Cd dan Hg diketahui bahwa logam

Cd dan Hg tidak memberikan interferensi yang berarti dengan ditunjukkan nilai interferensi yang kurang dari 5%, oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa sensor Pb tidak terganggu dengan adanya logam Hg dan Cd, Penentuan presisi dilakukan dengan metode simulasi yang memberikan nilai RSD < 7,3 % yaitu 2,533% sehingga metode ini dapat dikatakan memenuhi syarat presisi, Penentuan akurasi digunakan sampel plasebo yang didapatkan % recovery 81,129 %.

Berdasarkan hasil penelitian tersebut maka sensor kimia berbentuk strip tes dapat digunakan sebagai sensor untuk deteksi logam Pb pada sampel produk jamu karena mampu menunjukkan perubahan warna untuk menggambarkan adanya logam Pb pada sampel produk jamu.



PRAKATA

Puji syukur senantiasa tercurahkan kepada Allah SWT atas limpahan rahmat, hidayah serta petunjuk-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik, Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari segala rintangan dan tantangan, Segenap cerita dan lika liku dalam penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada :

1. Nia Kristiningrum, S. Farm., M.Farm., Apt., selaku Dosen pembimbing Utama, Indah Purnama Sary., S,Si., M.Farm., Apt selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah memberikan bimbingan, ide, serta masukan yang berperan besar dalam penelitian ini;
2. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji Utama dan Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M,Sc., Apt., selaku Dosen Penguji Anggota yang telah meluangkan waktu dalam proses pengujian skripsi ini;
3. Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M,Sc., Apt., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberi arahan dan bimbingan selama menjadi mahasiswa;

Penulis memohon maaf apabila skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan. Maka dari itu, penulis menerima segala kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Akhir kata besar harapan penulis agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dalam pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Jember, 19 Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
PERSEMBAHAN	iii
MOTTO	v
PERNYATAAN	vi
SKRIPSI	vii
PENGESAHAN	viii
RINGKASAN	ix
PRAKATA	xi
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR RUMUS	xvii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Batasan Masalah Penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Jamu	5
2.2 Logam Timbal (Pb)	7
2.2.1 Penelitian Logam Timbal di dalam Jamu	7
2.2.2 Keamanan Logam Timbal di dalam Obat Tradisional	7
2.3 Reagen Sensor Kimia Logam Timbal (Pb)	8
2.4 Sensor Kimia	9
2.4.1 Definisi dan Mekanisme Sensor Kimia	9
2.4.2 Aplikasi Sensor Kimia	10
2.4.3 Teknik Immobilisasi	10
2.4.4 Adsorpsi	10
2.5 Strip Tes Deteksi Logam Timbal	12
2.6 Karakteristik Sensor Kimia	12
2.6.1 Analisa Optik Menggunakan Program <i>ImageJ</i>	12
2.6.2 Waktu Respon dan Stabilitas	14
2.6.4 Batas Deteksi (LOQ) dan Batas Kuantitasi (LOQ)	15
2.6.5 Selektivitas (Interferensi)	15
2.6.6 Presisi	16
2.6.7 Akurasi	16
2.7 Inductively Coupled Plasma (ICP)	17
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	19
3.1 Jenis Penelitian	19
3.2 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.3 Alat dan Bahan Penelitian	19

3.3.1	Alat-alat penelitian	19
3.3.2	Bahan-Bahan Penelitian	19
3.4	Definisi Operasional	20
3.5	Variabel Penelitian	20
3.5.1	Variabel Bebas	20
3.5.2	Variabel Terikat	20
3.5.3	Variabel Terkendali	20
3.6	Cara Kerja	20
3.6.1	Preparasi Reagen dan Sampel	20
3.7	Kondisi Optimum Fabrikasi Strip Tes	21
3.7.1	Pemilihan Bahan dan Desain Strip Tes	21
3.7.2	Optimasi keasaman (pH)	22
3.7.3	Optimasi Konsentrasi Analit	22
3.7.4	Optimasi Konsentrasi Reagen	23
3.8	Karakteristik Strip Tes	23
3.8.1	Waktu Respon	23
3.8.2	Waktu pakai	23
3.8.3	Linieritas	24
3.8.4	Batas Deteksi dan Kuantitasi	24
3.8.5	Selektivitas	24
3.8.6	Presisi	24
3.8.7	Akurasi	25
3.9	Penetapan Kadar Logam Timbal Menggunakan Metode ICP dalam Sampel Produk Jamu	26
3.10	Analisis Data Perbandingan Kadar Antara Metode ICP dan Strip Tes Pada Sampel Produk Jamu	26
3.11	Kerangka Konseptual Penelitian	27
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN		28
4.1	Preparasi Reagen dan Sampel	28
4.2	Fabrikasi Strip Tes	28
4.3	Optimasi Strip Tes	29
4.3.1	Konsentrasi Reagen	29
4.3.2	Optimasi pH	30
4.4	Karakteristik Strip Tes	30
4.4.1	Waktu Respon Strip Tes	30
4.4.2	Waktu pakai	32
4.4.3	Linieritas	33
4.4.4	Sensitivitas	35
4.4.5	Batas Deteksi (LOD-LOQ)	35
4.4.6	Selektivitas	36
4.4.7	Presisi	37
4.4.8	Akurasi	38
4.5	Aplikasi Strip Tes Pada Sampel Produk Jamu	39
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN		40
5.1	Kesimpulan	40
5.2	Saran	40

DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	43

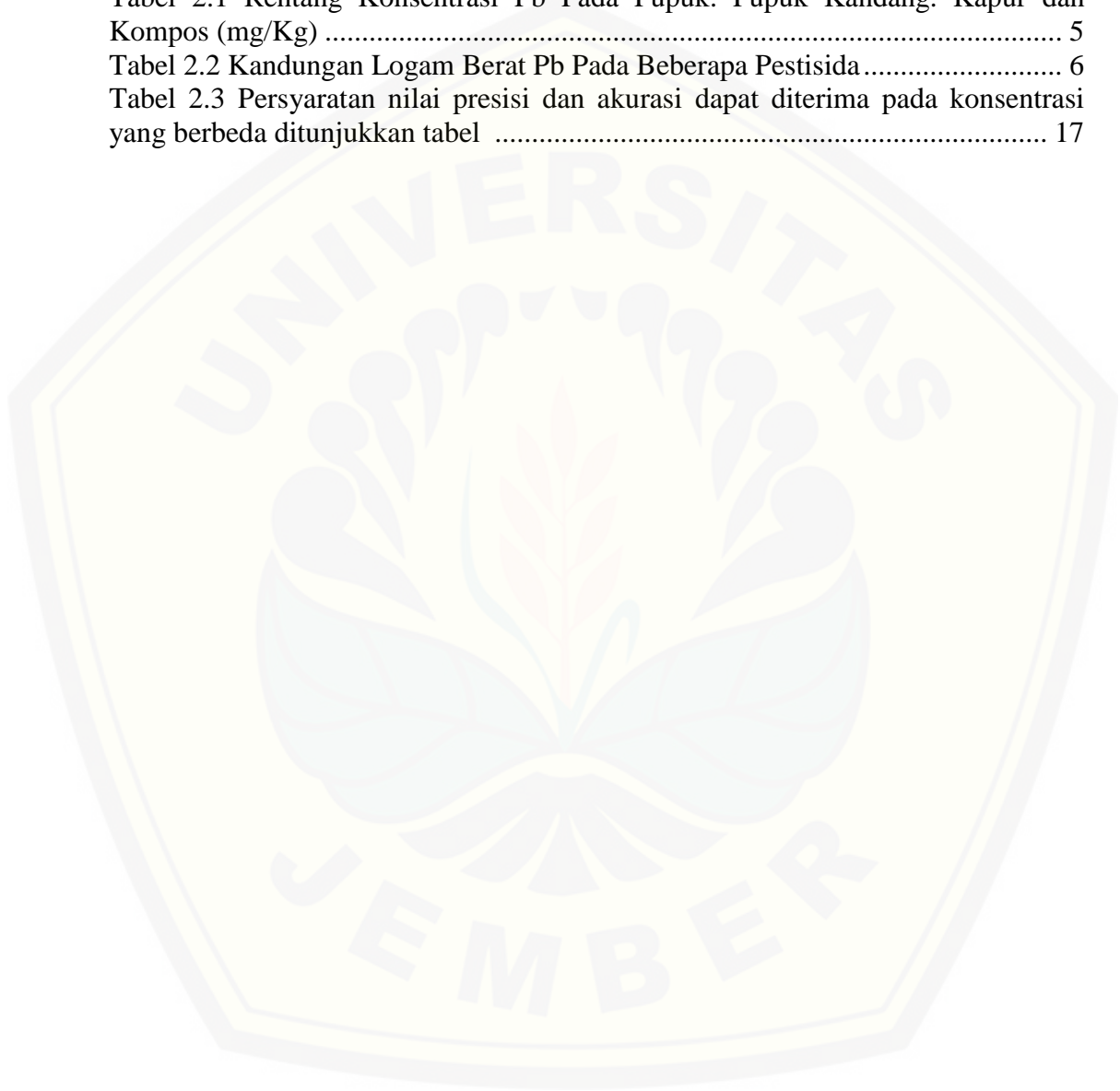


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Ditizon.....	8
Gambar 2.2 Reaksi Logam Pb dengan Ditizon	9
Gambar 2.3 Skema Sensor Kimia	9
Gambar 2.4 Teknik Adsorpsi	11
Gambar 2.5 Skema Teknik Immobilisasi Reagen Kimia Dengan Metode Represipitasi.....	12
Gambar 2.6 Program <i>imageJ</i>	13
Gambar 2.7 Perhitungan Nilai RGB Dengan Program <i>Imagej</i>	14
Gambar 2.8 Skema Kerja Alat ICP	18
Gambar 3.1 Desain Strip Tes	22
Gambar 3.2 Kerangka Konseptual Penelitian	27

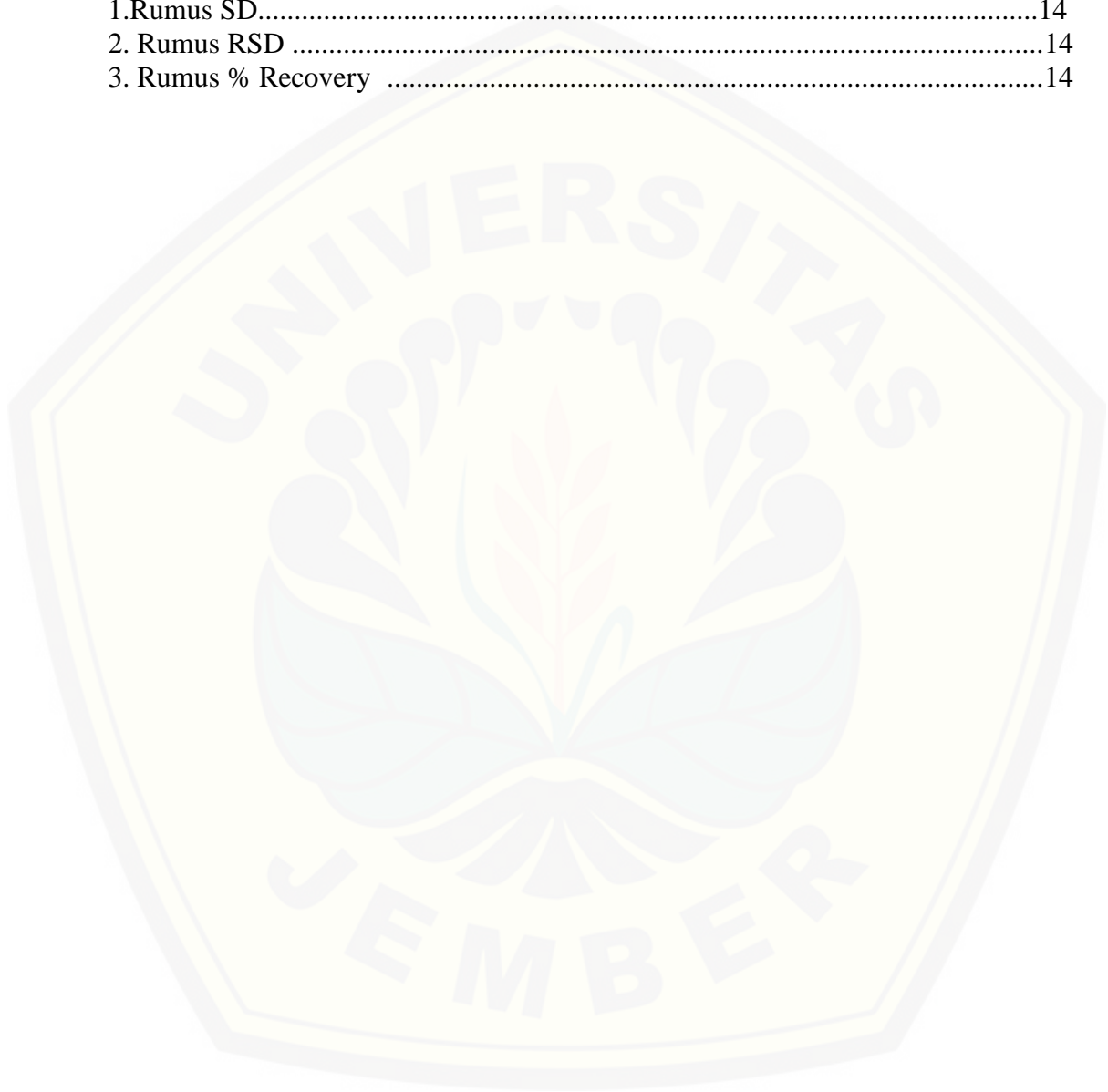
DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Rentang Konsentrasi Pb Pada Pupuk. Pupuk Kandang. Kapur dan Kompos (mg/Kg)	5
Tabel 2.2 Kandungan Logam Berat Pb Pada Beberapa Pestisida	6
Tabel 2.3 Persyaratan nilai presisi dan akurasi dapat diterima pada konsentrasi yang berbeda ditunjukkan tabel	17



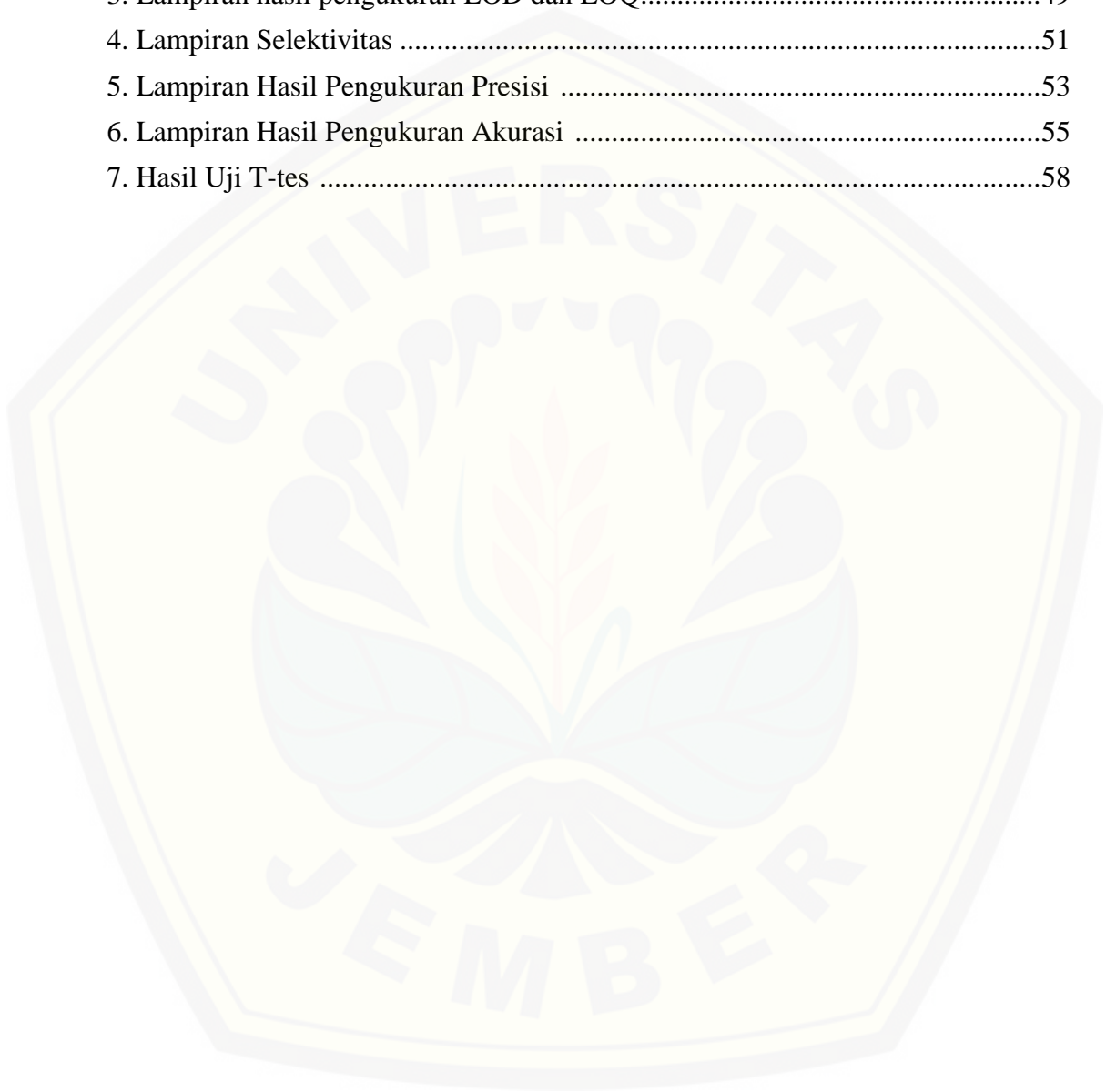
DAFTAR RUMUS

	Halaman
1. Rumus SD.....	14
2. Rumus RSD	14
3. Rumus % Recovery	14



DAFTAR LAMPIRAN

1. Lampiran Waktu Respon, Stabilitas dan Optimasi pH.....	41
2. Lampiran Linieritas	47
3. Lampiran hasil pengukuran LOD dan LOQ.....	49
4. Lampiran Selektivitas	51
5. Lampiran Hasil Pengukuran Presisi	53
6. Lampiran Hasil Pengukuran Akurasi	55
7. Hasil Uji T-tes	58



BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Jamu merupakan satu obat tradisional yang masih dikonsumsi hingga saat ini. Menurut WHO pada tahun 2003 kurang lebih 80% penduduk di beberapa negara di benua Asia, Afrika serta Eropa menggunakan obat tradisional untuk mengatasi masalah kesehatan yang dimiliki (Zhang, 2012). Hal ini didukung oleh data Kementerian Perindustrian Republik Indonesia pada tahun 2013 omset jamu dari beberapa perusahaan jamu tradisional dalam pasar domestik sudah mencapai empat belas triliun rupiah, serta terjadi peningkatan pada tahun selanjutnya sebesar 7,14% (Kemenperind RI, 2016). Salah satu produk jamu yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat adalah jamu pegal linu. Faktor yang mendorong masyarakat untuk mengonsumsi jamu pegal linu adalah efek samping yang ditimbulkan relatif kecil dan harga yang terjangkau (Dewoto, 2007). Jamu pegal linu digunakan oleh masyarakat untuk menghilangkan pegal linu, memperlancar peredaran darah, memperkuat daya tahan tubuh dan mengurangi rasa sakit di seluruh badan (Wahyuni dan Sujono, 2004). Bahan baku jamu pegal linu adalah temulawak, jahe, temu ireng, mengkudu, adas, kunyit, kencur, dan merica (Husna dkk, 2015). Pada bahan baku jamu, ditemukan adanya penambahan bahan kimia secara tidak sengaja atau kontaminasi bahan asing berupa logam berat pada proses produksi dan pengemasan yang melibatkan instrumen yang terbuat dari logam.

Pada beberapa penelitian ditemukan adanya kontaminasi bahan asing berupa logam berat pada proses produksi dan pengemasan yang melibatkan instrumen yang terbuat dari bahan logam, yang memberikan efek samping pada manusia. Logam berat yang sering mengkontaminasi sediaan jamu adalah timbal (Pb) (Husna dkk, 2015). Timbal merupakan bahan yang termasuk dalam klasifikasi B3 atau beracun dan berdampak merugikan bagi kesehatan. Efek yang ditimbulkan dari paparan dan keracunan timbal antara lain gangguan syaraf, gangguan saluran urin, gangguan peredaran darah, dan gangguan organ reproduksi (Mukono, 2012). Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik

Indonesia telah mengatur persyaratan batas maksimum untuk kadar logam timbal yang diperbolehkan pada jamu adalah $\leq 10,0$ ppm (BPOM RI, 2014).

Hasil penelitian Husna, dkk (2005) menunjukkan kadar logam timbal dalam produk jamu pegal linu di Kota Pekanbaru sebesar 0-34,94 mg/Kg. Penelitian Mousavi dan Ziarati (2012) menunjukkan kadar logam timbal pada produk jamu berbagai merk yang beredar di pasar Teheran berkisar 0,41-39,41 mg/Kg. Penelitian tentang kandungan logam timbal pada 5 merek jamu pegal linu yang beredar di kota Malang menunjukkan hasil untuk masing-masing merek mengandung logam timbal sebanyak 173,02; 142,69; 166,44; 181,57; 227,52 ppm (Amrulloh, 2017). Logam timbal pada produk jamu dapat berasal dari proses pengemasan dan produksi yang melibatkan instrumen yang terbuat dari logam. Logam timbal terdapat pada tanah dan pupuk fosfat yang dapat mencemari tanah dan tanaman (Alloway, 1990; Charlena, 2004; Hartanti, 2012).

Metode analisis yang sering digunakan untuk mendeteksi dan mengukur kandungan logam timbal pada produk jamu adalah Inductively Coupled Plasma. Kelebihan metode Inductively Coupled Plasma antara lain sensitivitasnya yang tinggi, akurasi yang baik, analisisnya teliti dapat menganalisa logam secara kualitatif dan kuantitatif serta cepat. Akan tetapi, Inductively Coupled Plasma memiliki beberapa kekurangan yaitu tidak dapat menganalisa sampel dengan kandungan logam lebih dari satu, dan pengukuran tidak dapat dilakukan secara bersamaan (simultan). Selain itu, proses menganalisa menggunakan instrumen membutuhkan biaya yang mahal, memerlukan keahlian khusus dan pengetahuan dalam bidang instrumen, sehingga diperlukan suatu pengembangan metode yang lebih sederhana, praktis, dan ekonomis dalam menganalisa logam timbal (Hardani, 2013).

Salah salah metode alternatif yang banyak dikembangkan untuk mendeteksi logam timbal pada produk jamu adalah sensor kimia. Sensor kimia adalah suatu alat analisis (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chemical material/reagent*) yang dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika kimia yang dapat menjadi sinyal elektrik yang proposional dengan konsentrasi dari analit tersebut (Kuswandi,

2010). Salah satu contoh metode sensor kimia yang digunakan untuk mendeteksi logam timbal adalah *fluorescent sensor*. Metode tersebut memiliki beberapa kelemahan antara lain memerlukan reagen *fluorescein chromopor* khusus dan alat sensor yang harus dihubungkan dengan alat voltameter serta alat elektrokimia yang relatif mahal (He dkk, 2006; Jothimuthu dkk, 2011; Krystofova dkk, 2010).

Berdasarkan uraian di atas, perlu dilakukan pengembangan suatu sensor kimia yang ekonomis, mudah, praktis, sensitif dan selektif berupa strip tes untuk mendeteksi kontaminasi logam timbal pada produk jamu yang dilakukan dengan cara immobilisasi dengan teknik represitasi dari reagen ditizon untuk logam timbal, dalam strip tes berbahan membran ester selulose. Reagen ditizon dipilih karena merupakan zat pengkelat yang mempunyai sensitivitas yang baik terhadap logam timbal yang dapat membentuk kompleks antara ion logam timbal dengan ditizon yang memunculkan perubahan warna dari logam timbal yang berwarna hijau keabuan menjadi pink sampai merah (Marczenko, 1986).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang penelitian ini didapatkan rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimanakah kondisi optimum fabrikasi strip tes berbasis reagen ditizon dalam mendeteksi logam timbal dalam jamu jadi, meliputi konsentrasi reagen, volume reagen, dan pH ?
2. Bagaimanakah karakteristik sensor berbasis ditizon, meliputi stabilitas, linieritas, batas deteksi dan kuantifikasi, selektivitas, presisi, akurasi, dan waktu respon ?
3. Bagaimanakah reliabilitas aplikasi strip tes berbasis reagen ditizon dalam mendeteksi logam timbal pada produk jamu?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

1. Menentukan kondisi optimum fabrikasi strip tes berbasis reagen ditizon dalam mendeteksi logam timbal meliputi konsentrasi reagen, volume reagen, dan pH
2. Menentukan karakteristik sensor berbasis ditizon, meliputi stabilitas, linieritas, batas deteksi dan kuantifikasi, selektivitas, presisi, akurasi, dan waktu respon
3. Mengetahui reliabilitas aplikasi strip tes berbasis reagen ditizon dalam mendeteksi logam timbal pada produk jamu

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan memberi manfaat untuk pengembangan metode analisa khususnya logam timbal, pengembangan sensor kimia dan produk dalam skala pilot hingga dapat dipasarkan, memberikan informasi pada masyarakat tentang teknologi sensor kimia bentuk strip tes analit logam berat. Dapat digunakan sebagai metode alternatif pada industri farmasi untuk pengujian bahan baku jamu atau material jamu.

1.5 Batasan Masalah Penelitian

Sampel yang digunakan sebagai model pada penelitian yaitu jamu dalam kemasan baik dalam bentuk sediaan cair maupun serbuk.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamu

Jamu (*empirical based herbal medicine*) atau yang disebut juga sebagai obat tradisional Indonesia adalah obat bahan alam yang disediakan secara tradisional, misalnya dalam bentuk serbuk seduhan, pil, dan cairan yang berisi seluruh bahan tanaman yang menjadi penyusun jamu tersebut dan digunakan secara tradisional (Muchid, 2006). Salah satu jamu yang terkenal dan banyak dikonsumsi di Indonesia yaitu jamu pegal linu. Jamu pegal linu digunakan untuk menghilangkan pegal linu, melancarkan peredaran darah, memperkuat daya tahan tubuh dan mengurangi rasa sakit di seluruh badan. Selain itu, sediaan jamu terdiri dari 3 bentuk yaitu serbuk, kapsul, dan cair. Sediaan jamu yang paling banyak digunakan untuk jamu pegal linu yaitu serbuk (Wahyuni dan Tanti, 2004). Jamu sebagai obat tradisional harus aman dan sesuai dengan persyaratan. Persyaratan keamanan jamu antara lain adalah batas cemaran mikroba, aflatoksin dan batas logam berat termasuk logam timbal (Sparringa, 2014).

Sumber pencemaran logam berat pada jamu antara lain :

1. Kondisi budidaya

Kondisi penanaman menjadi faktor masuknya logam berat pada tanaman bahan baku jamu. Penelitian terkait adanya kontaminasi logam Cd, Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn pada tanah yang tercemar logam berat, pada herba pegagan (*Centella asiatica*) diperoleh bahwa akumulasi logam pada akar, tangkai daun dan daun (C K Yap dkk, 2010). Soudek, dkk (2009) melakukan penelitian dan terbukti jika terdapat pencemaran pada air di sekitar daerah budidaya, maka tanaman tersebut akan ikut tercemar. Hal ini dibuktikan dengan analisa akumulasi logam Cd, Co, Cu, Ni, Pb, dan Zn pada beberapa spesies *Allium* pada media hidroponik yang diberikan sejumlah tertentu logam berat menunjukkan bahwa akumulasi logam paling banyak di akar, sedangkan pada umbi dan daun lebih rendah.

2. Pupuk dan Pestisida

Komposisi jamu yang berasal dari rimpang mudah terserang hama dan penyakit, sehingga diperlukan penggunaan pupuk dan pestisida pada tanaman (Kosalec dkk, 2009). Konsentrasi pupuk yang mengandung logam timbal yang digunakan diantaranya dapat dilihat pada tabel 2.1. Kandungan Pb pada pestisida dapat dilihat pada tabel 2.2.

Tabel 2.1 Rentang Konsentrasi Pb Pada Pupuk, Pupuk Kandang, Kapur Dan Kompos (mg/Kg) (Alloway, 1995)

Logam Berat	Pupuk Fosfat	Pupuk Nitrat	Pupuk Kandang	Kapur	Kompos
Pb	7 – 225	2 – 27	1,1 – 27	20 – 1250	1,3 – 2240

Tabel 2.2 Kandungan Logam Berat Pb Pada Beberapa Pestisida (Hartini, 2011)

Nama pestisida	Bahan aktif dalam pestisid.	Kandungan logam berat Pb dalam pestisida (ppm)
Antracol 70 WP	Propineb 70%	12,48
Dithane M45 80 WP	Mankozeb 20%	19,37
Buldog 25 EC	Propineb 25 g/L	2,45

3. Proses Produksi

Selain disebabkan karena kondisi budaya dan penggunaan pupuk dan pestisida, sumber pencemaran dan kontamasi juga dapat disebabkan karena proses produksi dan pengemasan. Pelepasan logam dari peralatan produksi karena adanya pengerosan atau pengkaratan, memungkinkan logam berat bercampur dengan jamu (Hartanti, 2012).

2.2 Logam Timbal (Pb)

Timbal merupakan logam berat yang terdapat secara alami didalam kerak bumi salah satunya adalah tanah, akan tetapi dapat berasal dari kegiatan manusia seperti pertambangan, peleburan bahan bakar, dan ledakan, yang jumlahnya mencapai 300 kali lebih banyak (Widowati dkk, 2008). Timbal ini mudah ditempa, dipotong, dan dibentuk. Selain itu, juga tahan terhadap korosi atau karat (Darmono, 1996). Logam timbal adalah satu unsur yang memiliki lambang Pb dalam tabel periodik dan merupakan logam lunak, berwarna abu-abu, berkilau, dengan permukaan lembek. Timbal organik berwarna putih kebiruan sampai abu-abu, memiliki bobot atom 207,19 g/mol, bobot jenis 11,29 g/cm³, titik leleh 327 °C, titik didih 1620 °C, dan nomor atom 82. Batas cemaran logam timbal pada jamu adalah $\leq 10,0$ ppm (BPOM RI, 2014; Sugiyarto dkk, 2010).

2.2.1 Penelitian Logam Timbal di dalam Jamu

Penelitian tentang pencemaran logam berat pada jamu telah dilakukan oleh beberapa peneliti, diantaranya adalah penelitian Amrulloh (2017) tentang kandungan logam berat Pb pada 5 merek jamu pegal linu yang beredar di kota Malang menunjukkan hasil untuk masing-masing merek mengandung logam tersebut sebanyak 173,02; 142,69; 166,44; 181,57; 227,52 ppm. Penelitian Husna (2015) terhadap cemaran logam berat Pb, Cd, dan Hg dengan metode ICP terhadap 6 merek jamu pegal linu yang beredar di kota Pekanbaru diperoleh hasil bahwa 3 dari 6 merek yang dianalisa mengandung masing-masing logam berat secara berturut-turut adalah 34,94; 14,20; dan 20,40 ppm. Penelitian Husna, dkk (2005) menunjukkan kadar logam timbal dalam produk jamu pegal linu di Kota Pekanbaru sebesar 0-34,94 mg/Kg. Penelitian Mousavi dan Ziarati (2012) menunjukkan kadar logam timbal pada produk jamu berbagai merk yang beredar di pasar Teheran berkisar 0,41-39,41 mg/Kg.

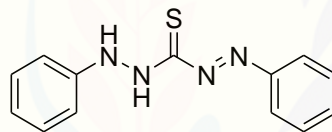
2.2.2 Keamanan Logam Timbal di dalam Obat Tradisional

Logam timbal dapat masuk kedalam tubuh melalui pernapasan dan makanan. Konsumsi timbal dalam jumlah banyak secara langsung akan mengakibatkan kerusakan pada jaringan, termasuk jaringan mukosal. Selain itu,

logam timbal dapat merusak sistem saraf, menimbulkan efek mual, muntah, kehilangan nafsu makan, menurunnya kesadaran, nyeri pada lengan, tremor, gangguan pada kinerja ginjal, dan koma (Wexler dkk, 2014).

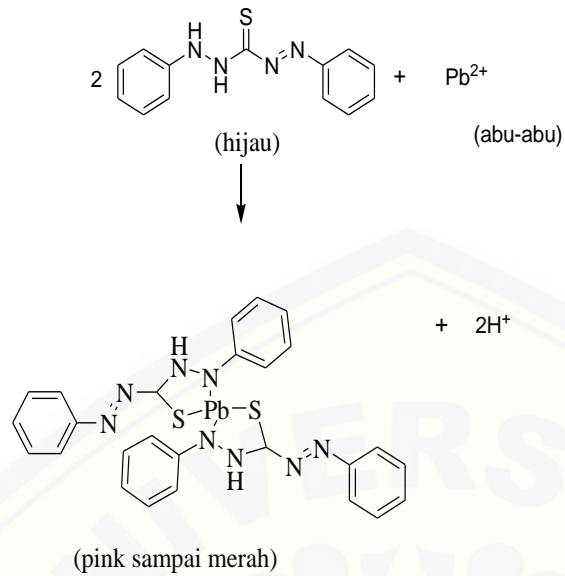
2.3 Reagen Sensor Kimia Logam Timbal (Pb)

Ditizon merupakan senyawa asam lemah yang digunakan sebagai zat kromogenik dalam penetapan logam berat dengan ekstraksi analit di medium organik (Di Nezio, 2005). Reagen ini merupakan donor pengikat atom Sulfur (S) dan Nitrogen (N) yang mampu bereaksi dengan kation lunak seperti timbal (Agustiningtyas, 2012). Ditizon berwarna hitam violet, yang dapat larut dalam ammonia encer, kloroform, dan karbon tetraklorida dengan menghasilkan larutan berwarna hijau, memiliki titik didih $900,69^{\circ}\text{K}$, berat molekul $256,33\text{ g/mol}$, dan rentang pH 7–10 (pada media alkali lemah untuk logam timbal). Struktur molekul ditizon dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur Kimia Ditizon

Ditizon dikenal sebagai salah satu zat pengkhelat yang menunjukkan sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap timbal dengan mekanisme reaksi pembentukan kompleks pada gambar 2.2. Pembentukan kompleks antara ion logam timbal dengan ditizon yang memunculkan perubahan warna dari logam timbal yang berwarna hijau keabuan menjadi pink sampai merah (Marczenko, 1986).

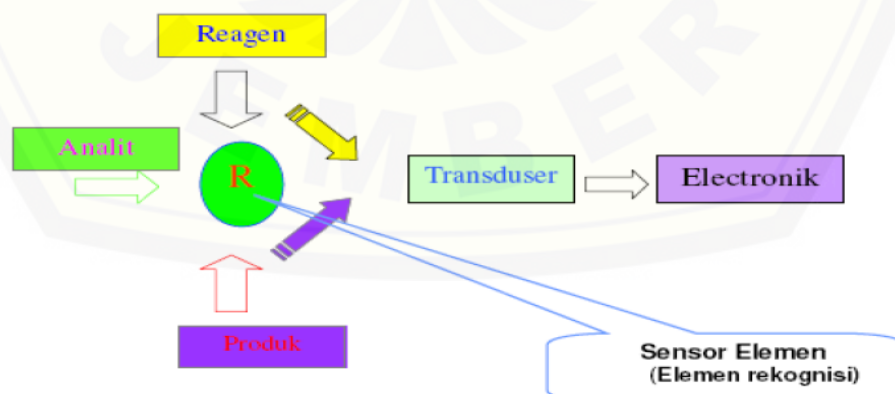


Gambar 2.2 Reaksi Logam Pb dengan Ditizon

2.4 Sensor Kimia

2.4.1 Definisi dan Mekanisme Sensor Kimia

Sensor kimia merupakan alat analisis (*analytical device*) berisi reagen kimia yang mampu bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas, sehingga menghasilkan perubahan secara fisika-kimia, dan dapat diubah menjadi sinyal elektrik yang proporsional dengan konsentrasi analit tersebut (Kuswandi, 2010). Prinsip kerja alat dari sensor kimia Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Prinsip Kerja alat Sensor Kimia (Kuswandi, 2010)

2.4.2 Aplikasi Sensor Kimia

Teknologi sensor kimia merupakan bidang ilmu multidisiplin yang dapat melakukan proses sensor analit di banyak sampel. Oleh sebab itu, sensor dapat diaplikasikan pada berbagai bidang. Salah satu aplikasi sensor kimia dalam bidang kefarmasian, baik pendidikan maupun industri farmasi yaitu mendeteksi adanya pemakaian obat-obatan yang menyimpang, pencemaran yang berbahaya seperti adanya kandungan logam berat dalam air, dan komposisi obat maupun produk jamu tradisional. Salah satu sensor kimia di laboratorium yang sering digunakan adalah sensor pH, yang dapat berupa pH meter maupun kertas lakmus. Sensor tersebut digunakan dalam penentuan asam-basa dalam larutan, pada pH meter, respon elektrik yang berupa tegangan / voltase harus diubah menjadi respon yang mudah diamati yaitu berupa display digital (Hardani, 2013; Kuswandi, 2010).

2.4.3 Teknik Immobilisasi

Immobilisasi reagen adalah proses pengikatan molekul reagen pada fasa padat atau bahan pendukung secara merata dan homogen yang memungkinkan terjadinya pertukaran dengan larutan sampel yang terdapat analit untuk dideteksi. Pada sensor kimia, untuk mempermudah pengendalian reagen maka diubah menjadi padatan (reagen kering) atau diimmobilisasi terlebih dahulu (Kuswandi, 2010).

Secara umum tidak ada satupun metode immobilisasi yang dapat digunakan untuk semua jenis reagen. Sehingga, teknik pemilihan immobilisasi didasarkan pada kesesuaiannya dengan sifat reagen. Metode immobilisasi terbagi menjadi 2 jenis, yaitu secara fisika dan kimia. Metode immobilisasi secara fisika yaitu pemerangkapan (*entrapment*), interaksi elektrostatik, pengkapsulan (enkapsulasi) dan penyerapan (adsorpsi). Sedangkan secara kimia meliputi *crosslinking* dan *covalent linkage* (Kuswandi, 2010).

2.4.4 Adsorpsi

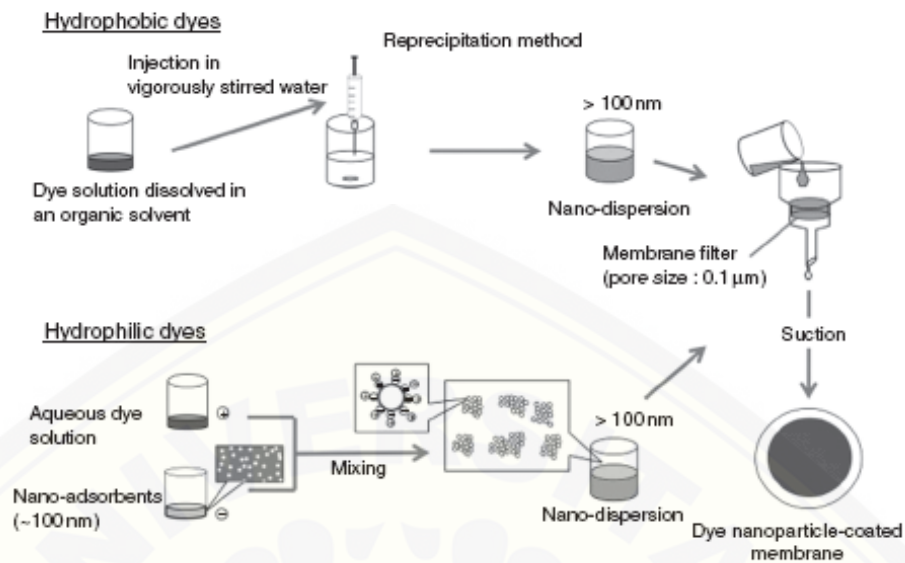
Proses immobilisasi yang melibatkan ikatan hidrogen atau gaya-gaya *Van der waals* dalam pengikatan molekul reagen dalam fase pendukung disebut

sebagai adsorpsi atau penyerapan. Immobilisasi menggunakan metode adsorpsi dilakukan dengan menyerap molekul pada fase padat atau fasa pendukung (Kuswandi, 2010). Immobilisasi reagen dengan metode adsorpsi pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Metode adsorpsi (Kuswandi, 2010)

Beberapa jenis metode immobilisasi dengan cara adsorpsi diantaranya adalah adsorpsi sederhana dan khusus. Teknik immobilisasi dengan adsorpsi sederhana dilakukan dengan cara mendispersikan secara langsung reagen kimia pada fase pendukung baik dengan cara perendaman pada waktu tertentu atau dengan dispersi pada volume tertentu. Adsorpsi khusus salah satunya dilakukan dengan metode reprecipitasi dengan mencampurkan reagen kimia yang larut dalam pelarut pelarutnya dan air menggunakan bantuan stirrer, dengan waktu tertentu sesuai dengan pembentukan yang diinginkan. Selanjutnya reagen kimia disaring menggunakan membran filter, sehingga pada bagian permukaan membran akan terbentuk lapisan reagen kimia yang diinginkan. Suatu bahan penjerap dalam ukuran mikro atau nano digunakan pada reagen kimia yang larut dalam air selanjutnya, dilakukan pencampuran sehingga membentuk suatu campuran larutan yang homogen dan disaring (Kartika, 2016). Metode reprecipitasi pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Prinsip immobilisasi dengan metode reprecipitasi (Takahashi, 2014)

2.5 Strip Tes Deteksi Logam Timbal

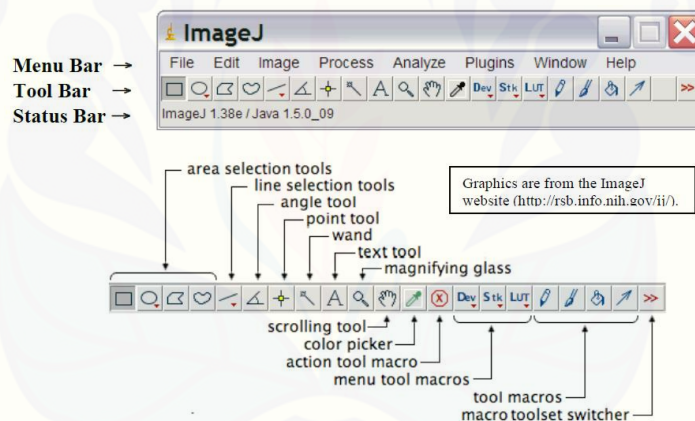
Strip tes merupakan suatu bentuk miniaturisasi dari metode analisis yang disebut juga laboratorium berjalan. Metode ini dapat digunakan untuk mendeteksi secara semikuantitatif adanya ion-ion dan senyawa organik maupun anorganik, secara cepat pada suatu bahan atau analit pada sampel dan digunakan sebagai metode alternatif untuk membuat analisis yang praktis dan ekonomis. Pengontrolan kualitas analit pada sampel dapat dilakukan dengan mudah dan praktis karena seluruh proses dapat terdeteksi dengan satu alat, misalnya separasi reaksi kimia, proses pengambilan sampel, deteksi analit, *pretreatment* sampel dan analisis data dapat dilakukan dalam satu alat analisis (Kuswandi, 2010).

2.6 Karakteristik Sensor Kimia

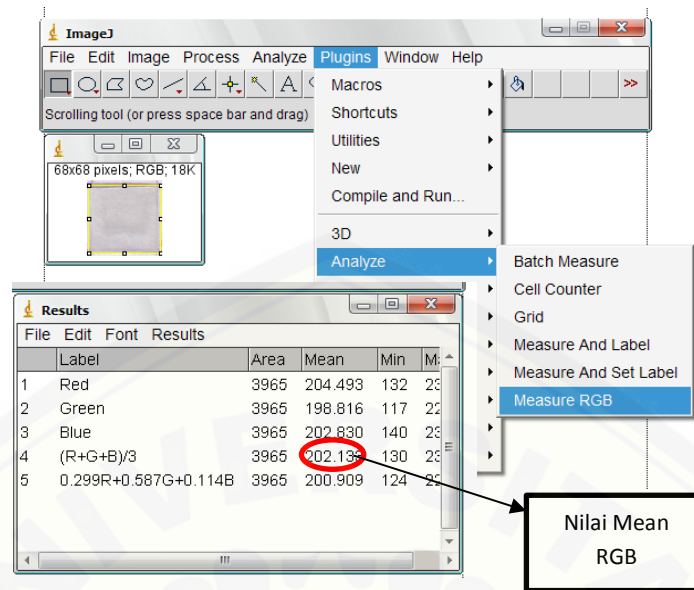
2.6.1 Analisa Optik Menggunakan Program *ImageJ*

Program *ImageJ* yang dibuat oleh *National Institutes of Health* berisi menu-menu *bar*, *tool bar*, dan *status bar* yang merupakan program analisis untuk optik dan perhitungan nilai RGB yang dapat dilihat pada gambar 2.6 dan 2.7. Nilai koordinat dan koordinat akan muncul ketika kursor berada di atas gambar,

dan akan diukur dalam pixel/detik. Titik tunggal pada elemen terkecil atau pencitraan dari gambar digital disebut pixel (Reinking, 2007). Program *ImageJ* digunakan untuk penentuan nilai RGB dengan didasarkan pada hasil perhitungan nilai yang mewakili dari tiga warna primer yaitu merah, hijau dan biru. Pemilihan warna merah, hijau dan biru karena merupakan warna cahaya yang dapat menghasilkan spektrum. Selain itu, ketiga warna tersebut dapat bergabung secara bersama dan membentuk banyak warna. Cahaya putih diperoleh ketika intensitas tertinggi dari setiap warna digabungkan secara bersama. Sedangkan cahaya hitam akan terbentuk ketika setiap warna digabungkan secara bersama pada intensitas yang sama dengan nol (Ferreira dan Rasband, 2010).



Gambar 2.6 Analisa Optik Menggunakan Program *imageJ* (Reinking, 2007)



Gambar 2.7 Perhitungan nilai RGB menggunakan program *imageJ*

2.6.2 Waktu Respon dan Stabilitas

Waktu antara pertama kali sensor direaksikan dengan analit dan respon sensor menghasilkan sinyal yang stabil (*steady-state*) disebut sebagai waktu respon sensor kimia (piranti analisis). Stabilitas merupakan waktu ketika sensor kimia dibuat dan disimpan dalam kurun waktu tertentu hingga tidak memberikan respon sensor saat digunakan pada analit (Kuswandi, 2010).

2.6.3 Linieritas

Linieritas adalah suatu kemampuan metode analisis yang memberikan respon dengan bantuan transformasi matematik yang baik secara langsung, dan proporsional pada konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit (Harmita, 2004). Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisiensi korelasi r pada analisis

regresi linier $Y = a + bx$. Hubungan Linier yang ideal dicapai jika nilai $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis (Harmita, 2004).

2.6.4 Batas Deteksi (LOQ) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Jumlah terkecil pada analit dalam sampel yang bisa dideteksi dan memberikan respon secara signifikan dibandingkan dengan blanko disebut sebagai batas deteksi. Sedangkan jumlah terkecil dari analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria presisi dan akurasi adalah batas kuantitasi. Metode penentuan batas deteksi berbeda-beda tergantung pada instrumen yang digunakan pada metode analisis itu digunakan atau tidak. Untuk pengukuran batas deteksi dapat menggunakan respon blanko dan respon simpangan baku pada blanko. Terlihat pada rumus 2.1 (Harmita, 2004).

$$Q = \frac{k \times S_b}{s_l} \dots\dots\dots (2.1)$$

$Q = LOD$ (batas deteksi) atau LOQ (batas kuantitasi)

$k = 3$ untuk LOD atau 10 untuk LOQ

$S_b =$ simpangan baku respon analitik dari blanko

$s_l =$ arah garis linier dari kurva antara respon terhadap konsentrasi = slope

Simpangan baku respon (S_b) dapat dihitung dengan persamaan 2.2 berikut :

$$S_b = \sqrt{\frac{\sum(y - y_i)^2}{n - 2}} \dots\dots\dots (2.2)$$

dengan $y_i = a + bx$

2.6.5 Selektivitas (Interferensi)

Suatu kemampuan metode yang mengukur zat tertentu secara seksama dan cermat dengan adanya kemungkinan komponen lain dalam matriks sampel dinyatakan sebagai selektivitas. Derajat penyimpangan (*degree of bias*) dapat dinyatakan sebagai selektivitas yakni digunakan pada sampel yang terkontaminasi cemaran senyawa asing kemudian dibandingkan dengan hasil analisis bahan yang tidak terkontaminasi (Harmita, 2004).

2.6.6 Presisi

Kedekatan pada hasil respon sensor terhadap hasil respon lain yang terdapat pada satu analit disebut sebagai presisi. Sedangkan, kesesuaian dalam pengulangan pengukuran dikatakan sebagai presisi pada respon sensor analit (Kuswandi, 2010). Kriteria penerimaan presisi tergantung konsentrasi analit yang diperiksa, kondisi laboratorium, dan jumlah sampel. Sehingga jika nilai RSD meningkat, maka akan terjadi penurunan pada kadar analit yang telah dianalisa, sehingga nilai RSD dapat dihitung menggunakan rumus 2.3 dan 2.4 (Harmita, 2004). Persyaratan nilai presisi dapat diterima pada konsentrasi yang berbeda ditunjukkan tabel 2.3.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_1 - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2.3)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2.4)$$

2.6.7 Akurasi

Kedekatan atau kesesuaian respon antara rata-rata respon pada sensor terhadap nilai yang sebenarnya disebut sebagai akurasi (Kuswandi, 2010). Menurut Harmita (2004) definisi dari akurasi adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan dibandingkan kadar analit yang sebenarnya. Persen perolehan kembali (% Recovery), disebut juga akurasi. Pada kriteria penenerimaan % recovery ditunjukkan pada tabel 2.3. Penambahan sejumlah sampel pada analit yang telah diketahui kadarnya dilakukan untuk menghitung persen perolehan kembali. Metode yang dapat digunakan untuk menentukan akurasi antara lain : (Harmita, 2004)

a. Metode simulasi (*spike-placebo recovery*)

Pengukuran pada penambahan sejumlah bahan analit murni pada bahan pembawa campuran sediaan farmasi (plasebo), kemudian dilakukan perbandingan pada kadar analit sebenarnya. Digunakan tiga macam konsentrasi antara 80-120% dari kadar analit untuk menentukan persen perolehan kembali.

b. Metode penambahan standar atau pembanding (*standard addition method*)

Sejumlah analit tertentu ditambahkan pada sampel yang telah dianalisis yang kemudian dianalisis kembali. Digunakan konsentrasi 30-60% untuk penambahan sejumlah analit.

Perhitungan % recovery ditentukan dengan rumus 2.5.

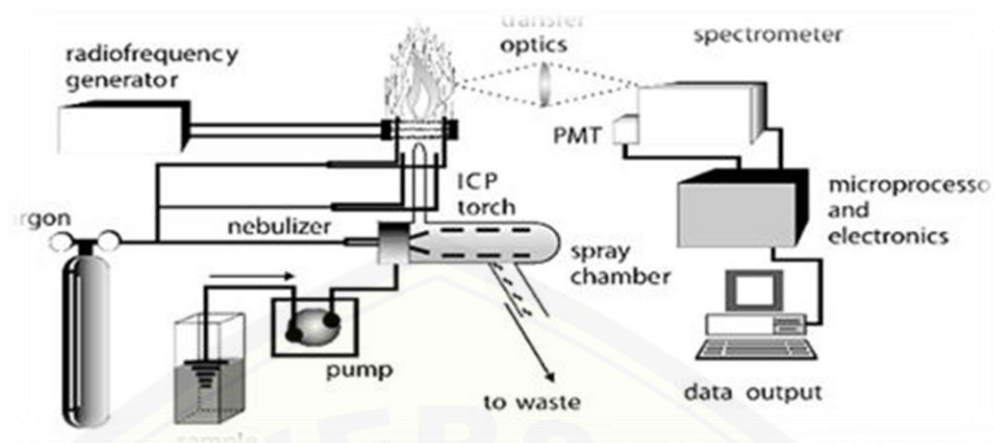
$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi hasil analisa}}{\text{konsentrasi teoritis}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.5)$$

Tabel 2.3 Persyaratan nilai presisi dan akurasi dapat diterima pada konsentrasi yang berbeda ditunjukkan tabel (Huber, 2007)

Konsentrasi analit (%)	Unit	Akurasi (% Recovery)	Presisi(RSD, %)
100	100%	98-102	1,3
≥ 10	10%	98-102	2,7
≥ 1	1%	97-103	2,8
≥ 0,1	0,1%	95-105	3,7
0,01	100 ppm	90-107	5,3
0,001	10ppm	80-110	7,3
0,0001	1ppm	80-110	11
0,00001	100ppb	80-110	15
0,000001	10ppb	60-115	21
0,0000001	1ppb	40-120	30

2.7 Inductively Coupled Plasma (ICP)

Inductively Coupled Plasma adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk deteksi dari trace metals dalam sampel lingkungan. Prinsip utama ICP dalam penentuan elemen adalah pengatomisasian elemen sehingga memancarkan cahaya panjang gelombang tertentu yang kemudian dapat diukur. Prinsip kerja alat ICP ditunjukkan pada gambar 2.8.



Gambar 2.8 Prinsip Kerja Alat ICP (Yuan dkk, 2011)

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini adalah penelitian yang bersifat *experimental laboratories* yaitu mengembangkan sensor kimia berbasis strip tes untuk mendeteksi logam timbal pada produk jamu.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan Februari 2018 sampai selesai di Laboratorium *Chemo and Biosensor Group*, Laboratorium kimia farmasi, di Fakultas Farmasi, Universitas Jember (UNEJ) jalan kalimantan 1 No 2 sumber sari, Jember Jawa Timur, Indonesia.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat-alat penelitian

Beberapa alat-alat yang digunakan pada penelitian antara lain: *ball pipet*, set alat gelas, *aluminium foil*, *yellow tip*, *ultrasonic*, *stirrer* dan *hot plate*, pipet volume (pyrex[®]), neraca analitik (Sartorius[®]) *scanner* (*Scanoscan_cannon*[®]), pipet mikro (Gilson[®]), komputer dan ICP- Shimadzu[®] type 9800) .

3.3.2 Bahan-Bahan Penelitian

Bahan baku kimia pada penelitian yaitu: standar logam Pb asetat (Merck[®]), Membran ester selulosa (Merck[®] – Millipore, Ireland), ditizon (Sigma Aldrich[®]), *aqua bidestilata/pro injectio* (Otsuka/Widatra), KCl (Merck[®]), KH₂PO₄ p.a (Merck[®]), Na asetat (Merck[®]), KOH p.a (Merck[®]), aseton p.a (Merck[®]), sampel jamu pegal linu.

3.4 Definisi Operasional

Definisi operasional dalam penelitian ini adalah:

- a. RGB adalah program *ImageJ* yang digunakan untuk melihat respon warna yang terjadi saat analit bereaksi dengan reagen.
- b. $\Delta mean RGB$ yang digunakan selama proses analisis untuk memperoleh variabel terikat pada penelitian ini dari larutan uji
- c. *Scanner* digunakan untuk pengambilan gambar perubahan warna pada area deteksi.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian adalah konsentrasi reagen ditizon dan logam timbal yang digunakan pada analisis.

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah perubahan warna pada reagen terhadap logam timbal, waktu respon, stabilitas, linieritas, dan performa strip tes (LOD dan LOQ), selektivitas, presisi dan akurasi.

3.5.3 Variabel Terkendali

Beberapa variabel yang harus dikendalikan sehingga tidak memberikan efek pada penelitian ini meliputi operator, prosedur kerja, peralatan pengujian, dan kondisi ruangan penelitian.

3.6 Cara Kerja

3.6.1 Preparasi Reagen dan Sampel

a. Reagen Ditizon

Reagen ditizon dibuat dengan melarutkan 10 mg ditizon ke dalam 10 ml aseton p.a. Selanjutnya dilakukan pengenceran reagen menjadi 1000 ppm, 500 ppm, dan 50 ppm menggunakan aseton p.a, dan simpan ke dalam lemari es.

b. Pembuatan Larutan Standar Logam Timbal (Pb)

Larutan standar logam timbal 500 ppm di buat dengan melarutkan 9,115 mg Pb asetat yang setara dengan 5 mg Pb mg dalam 10 ml *aqua bidestilata*, kemudian diencerkan dengan *aqua bidestilata* menjadi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm, dan 50 ppm.

c. Pembuatan Seri Larutan Dapar

Strip tes di aplikasikan ke dalam larutan timbal dengan pH 2 – 8 dibuat dengan cara mencampur sejumlah tertentu larutan KCl dan Na asetat, diukur menggunakan pH meter digital.

3.6.2 Persiapan Sampel

a. Jenis Sampel

Sampel yang digunakan adalah produk jamu di pasaran, mempunyai nomor izin edar yang tercantum dalam kemasan, klaim untuk jamu pegal linu dan sudah terdaftar di BPOM maupun yang tidak terdaftar di BPOM.

b. Preparasi sampel

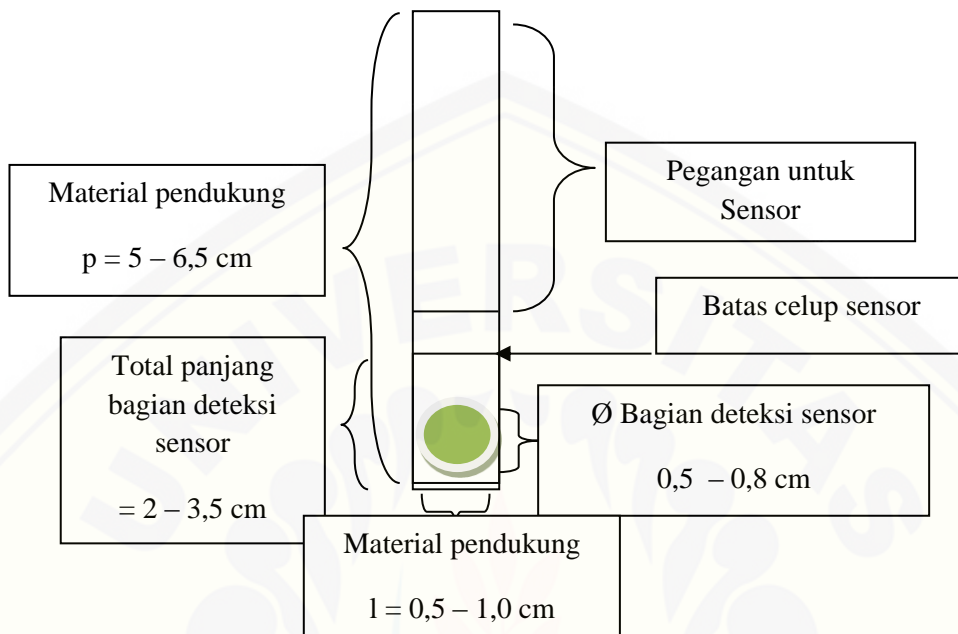
ICS Unindo tahun 2008, digunakan sebagai acuan untuk preparasi sampel jamu dengan modifikasi. Sampel jamu ditimbang sebanyak 0,1 g, selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan 0,5 ml aseton p.a ke dalam sampel, di diamkan \pm 15 menit. Kemudian, aseton p.a ditambahkan sampai tanda batas, kocok dan diamkan \pm 30 menit. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring, tampung filtrat dalam vial coklat.

3.7 Kondisi Optimum Fabrikasi Strip Tes

3.7.1 Pemilihan Bahan dan Desain Strip Tes

Strip tes yang digunakan untuk mendeteksi logam timbal memiliki bagian pegangan dan bagian untuk mendeteksi ditunjukkan oleh gambar 3.2. Bagian pegangan strip tes digunakan bahan yang tahan terhadap cairan dengan ukuran 6,5 cm x 0,4 cm yang terbuat dari mika plastik. Bagian deteksi untuk logam digunakan bahan yang terbuat dari membran ester selulosa berbentuk lingkaran

dengan diameter 0,5 – 0,8 cm. Bagian deteksi direkatkan menggunakan *doubletape* pada pegangan yang menutupi seluruh permukaan sisi belakang bagian deteksi.



Gambar 3.1 Desain Strip Tes

Immobilisasi reagen menggunakan metode reprecipitasi dengan membuat dispersi partikel reagen pada area deteksi.

3.7.2 Optimasi keasaman (pH)

Proses optimasi pH dilakukan untuk memperoleh pH kerja optimum, ketika reagen dan logam dapat bereaksi dengan baik. Proses ini dilakukan pada larutan timbal dengan menggunakan variasi pH antara 2 – 8 (2; 3; 4; 5; 6; 7; 8) dengan cara mengaplikasikan sensor ditizon yang telah dibuat pada larutan logam timbal. Dilakukan pengukuran dengan dipilih kondisi pH optimum dengan konsentrasi standar logam timbal yang terpilih yang memberikan perubahan intensitas warna yang relatif konstan.

3.7.3 Optimasi Konsentrasi Analit

Optimasi konsentrasi pada analit dilakukan untuk mendapatkan konsentrasi yang sesuai. Persyaratan konsentrasi analit mengacu pada batas logam timbal pada produk jamu yaitu 10 ppm (BPOM RI, 2014).

3.7.4 Optimasi Konsentrasi Reagen

Respon warna yang optimal pada reagen dan logam berat ketika bereaksi digunakan untuk menentukan konsentrasi reagen. Proses ini dilakukan dengan pembuatan larutan ditizon dengan seri konsentrasi 1000 ppm, 500 ppm, 250 ppm dan 50 ppm dan diimmobilisasi dengan repesipitasi yaitu menambahkan reagen kimia sesuai dengan pelarutnya kemudian didispersikan dalam air selanjutnya di stirrer dengan kecepatan 1000 rpm, selanjutnya dilakukan penyaringan dengan membran ester selulosa yang ukuran pori antara $0,1 \mu\text{m} - 0,45 \mu\text{m}$, dan dikeringkan.

3.8 Karakteristik Strip Tes

3.8.1 Waktu Respon

Pengukuran waktu yang dibutuhkan standar Pb untuk dapat bereaksi dengan sensor hingga memberikan respon perubahan warna ($\Delta\text{mean RGB}$) yang relatif konstan, disebut sebagai penentuan waktu respon. Mengaplikasikan strip tes yang telah diimmobilisasi ke dalam standar logam berat digunakan untuk memperoleh waktu respon, selanjutnya dilakukan pengukuran waktu respon dengan menggunakan stopwatch setiap menit, dan dilakukan perhitungan nilai $\Delta\text{mean RGB}$ dari respon perubahan warna yang terjadi.

3.8.2 Waktu pakai

Penentuan stabilitas dilakukan dengan cara membungkus strip tes dengan aluminium foil dan disimpan dalam plastik berpekat (*plastic clip*) yang di dalamnya terdapat penyerap kelembaban berupa silica gel. Strip tes tersebut disimpan pada dua kondisi berbeda, yaitu suhu $(27 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dan suhu chiller $(2-8 ^\circ\text{C})$. Stabilitas ditentukan dengan mengukur perubahan warna strip tes ketika dicelupkan ke dalam standar logam berat timbal, pada konsentrasi terpilih setiap hari, kemudian dibandingkan nilai $\Delta\text{mean RGB}$ hingga mengalami penurunan lebih dari 15% dari respon sensor awal (pengukuran pada hari ke-0).

3.8.3 Linieritas

Rentang konsentrasi uji 25 – 200% yang di gunakan dengan mengaplikasikan strip tes pada seri standar logam timbal dari konsentrasi pengujian yang digunakan, yaitu 10 ppm. Batas maksimum aman dari produk jamu yang mengandung logam timbal digunakan sebagai konsentrasi uji. Program *ImageJ* digunakan untuk mengukur perubahan warna yang terjadi dengan menentukan nilai Δ mean RGB yang linier. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier $y = a + bx$. Hubungan linier ideal bila mendekati harga $r = +1$ atau 1 dan nilai $Vx0 < 5\%$.

3.8.4 Batas Deteksi dan Kuantitasi

Pembuatan konsentrasi larutan standar logam timbal di batas konsentrasi terkecil dari rentang pengujian linieritas untuk penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi. Program *Validation method of Analysis* digunakan untuk menganalisis data, yang dihitung dari persamaan regresi. Nilai batas kuantitasi dapat dihitung dengan rumus 2.1.

3.8.5 Selektivitas

Konsentrasi pengujian logam timbal yang diberi pengganggu seperti logam berat kadmium dan merkuri digunakan untuk menentukan selektivitas. Pengukuran nilai Δ mean RGB untuk menentukan selektivitas, Selanjutnya dilakukan perbandingan antara nilai Δ mean RGB standar logam berat yang telah diberi komponen pengganggu dengan tanpa pengganggu. Teknik ini dinyatakan selektif jika memberikan hasil % interferensi kurang dari 5%. Perhitungan selektifitas dapat menggunakan rumus 3.1.

$$\% \text{ Interferensi} = \frac{(\Delta \text{mean RGB uji} - \Delta \text{mean RGB standar})}{\Delta \text{mean RGB standar}} \times 100 \% \dots \dots \dots (3.1)$$

3.8.6 Presisi

Standar deviasi relatif (RSD) dapat digunakan untuk menentukan presisi (seperti ditunjukkan pada rumus 2.3 dan 2.4) pada setiap pengukuran digunakan strip tes yang berbeda, dari 6 kali pengukuran yang dilakukan. Sampel dipreparasi seperti pada sub bab 3.6.2 dan ditimbang sebanyak enam kali replikasi dilakukan

untuk penentuan presisi. Strip tes kemudian diaplikasikan ke dalam masing-masing sampel. Program *ImageJ* digunakan untuk mengukur perubahan warna yang terjadi pada strip tes, sehingga dihasilkan nilai $\Delta mean RGB$. Persyaratan presisi dapat diterima untuk konsentrasi yang berbeda ditunjukkan pada table 2.1.

3.8.7 Akurasi

Metode simulasi (*plasebo*) digunakan untuk penentuan akurasi yakni dihitung % recovery dari tiga kali penambahan analit sebesar 80%, 100% dan 120% dari sampel hasil pengukuran konsentrasi presisi. Penentuan presisi dilakukan dengan menimbang 0,1 gr sampel larutkan dalam 9 ml air kemudian ditambahkan 1 ml standar simulasi. Selanjutnya campuran sampel dan standar adisi dipreparasi seperti pada sub bab 3.6.2. Kemudian strip tes diaplikasikan pada campuran larutan tersebut dan perubahan warna yang terjadi diamati. Nilai $\Delta mean RGB$ hasil pengukuran kemudian dimasukkan ke dalam persamaan regresi sehingga diperoleh konsentrasi logam timbal dalam sampel. Dari konsentrasi logam timbal yang diperoleh akan dapat ditentukan massa logam timbal yang terdapat dalam sampel. Massa logam berat hasil pengukuran tersebut dibandingkan dengan massa logam berat secara teoritis, sehingga dapat ditentukan harga % recovery. Nilai % recovery dihitung berdasarkan rumus 2.5. Persyaratan % recovery dapat diterima untuk konsentrasi yang berbeda ditunjukkan pada tabel 2.1.

3.9 Penetapan Kadar Logam Timbal Menggunakan Metode ICP dalam Sampel Produk Jamu

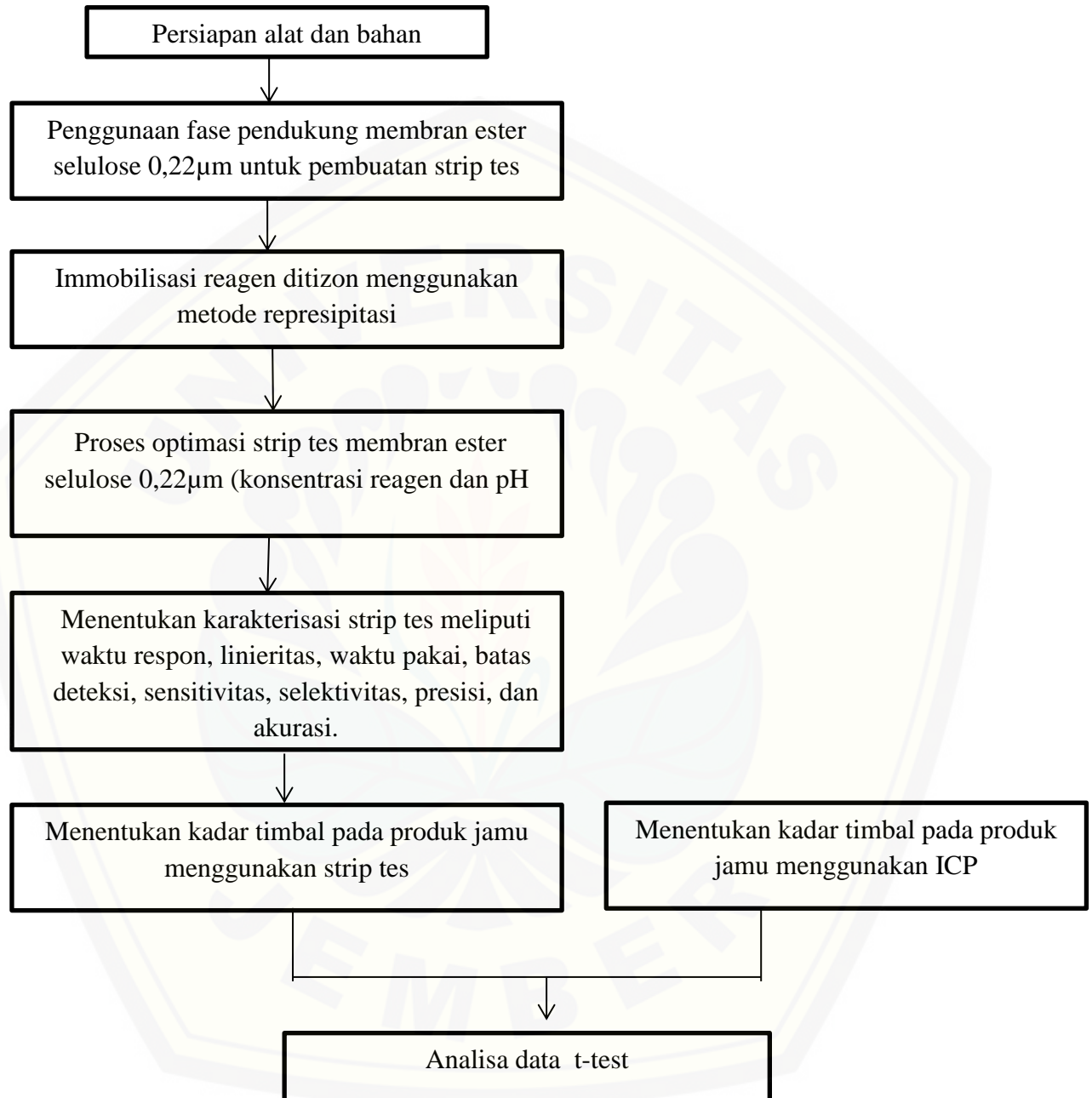
Inductively Coupled Plasma digunakan sebagai pembanding dalam pengembangan sensor kimia untuk analisis. Pada uji menggunakan teknik ICP untuk preparasi sampel, ditimbang 1 g sampel jamu dimasukkan erlemeyer. Kemudian ditambahkan 20 ml HNO_3 dan HClO_4 dengan perbandingan (2:1) dilakukan destuksi diplate pemanas hingga jernih, tambah 10 ml air suling. Kemudian saring dilabu 25 ml, dan tambah air suling hingga tanda, lanjutkan dengan pembacaan menggunakan ICP.

3.10 Analisis Data Perbandingan Kadar Antara Metode ICP dan Strip Tes Pada Sampel Produk Jamu

Sampel yang digunakan pada penelitian merupakan sampel nyata yakni produk jamu, dengan klaim pegal linu, terdaftar di BPOM. Analisis data pada hasil pengujian sampel pada strip tes dibandingkan dengan hasil analisis dari ICP, kemudian hasil pengukuran dari kedua metode, dibandingkan dengan metode uji t-test.

3.11 Kerangka Konseptual Penelitian

Kerangka konseptual penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Kerangka Konseptual Penelitian

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang dilakukan diperoleh beberapa kesimpulan berikut :

1. Fabrikasi sensor Pb berbasis reagen ditizon dilakukan dengan mengimobilisasi reagen pada membran ester selulosa berbentuk lingkaran dengan diameter 0,5 – 0,8 cm yang terdiri dari bagian deteksi dan bagian pegangan dengan ukuran 6,5 cm x 0,4 cm menghasilkan desain dengan kualitas baik.
2. Kondisi optimal sensor Pb berbasis reagen strip tes memberikan warna yang optimal pada konsentrasi 500 ppm, pH optimal yang terpilih yaitu pH 7.
3. Karakterisasi perubahan sensor Pb untuk memberikan respon yang dibutuhkan sensor Pb untuk bereaksi dengan standar dan sampel adalah 18 menit. Sensor Pb stabil dalam penyimpanan pada suhu 2-8 °C (chiller) selama 21 hari. Linieritas sensor Pb terhadap standar Pb berada pada rentang 2-7 ppm, dengan nilai koefisien korelasi (r) 0,996 dan persamaan regresi yang diperoleh adalah $2,8081x + 0,0587$ sensitivitas ditunjukkan dengan peningkatan Δ mean RGB sebesar 2,8081 per ppm. Batas deteksi (LOD) sensor Pb sebesar 1,110 ppm sedangkan batas kuantitasi (LOQ) sensor adalah 3,331 ppm. Adanya kontaminasi logam lain yaitu Hg dan Cd pada sensor Pb tidak memberikan gangguan yang berarti dengan ditunjukkan nilai interferensi yang kurang dari 5%. Parameter presisi sensor Pb memenuhi yaitu 2,5%. Sensor Pb memenuhi parameter akurasi dengan % recovery rata-rata sebesar 81,497%. Sensor Pb dapat diaplikasikan pada produk atau tanaman herbal yang beredar di pasaran.

5.2 Saran

Masih diperlukan studi lebih lanjut mengenai stabilitas (waktu pakai) serta waktu respon sensor Pb. Penelitian selanjutnya diharapkan dapat menghasilkan

sensor Pb dengan waktu respon yang lebih cepat dan stabilitas yang lebih baik pada suhu ruang maupun lemari es.



DAFTAR PUSTAKA

- Agustiningtyas, Z. 2012. Optimisasi adsorpsi ion Pb(II) menggunakan zeolit alam termodifikasi ditizon, Institut Pertanian Bogor.
- Ahuja, S. 2004. *Modern Instrumental Analysis*, 1st ed, Kidlington UK: Elsevier B,V, 4-10 p.
- Alloway, B, J, 1995. *Heavy metals in soils, 2nd Edition*, Alloway BJ, editor, New York: Blackie Academic and Professional-Chapman and Hall.
- Alwakeel, S, S. 2008. Microbial and heavy metal contamination of herbal medicines. *Research Journal of microbiology*. 3 (12): 683-691.
- Amrulloh, AF. 2017. Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dalam jamu pegal linu menggunakan variasi zat pengoksidasi secara spektroskopi serapan atom (SSA). Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Badan Standarisasi Nasional. 2004. Cara uji timbal (Pb) dengan spektrofotometri serapan atom (SSA)nyala, Diunduh dari <http://sisni.bsn.go.id>.
- Barthwal, J., Nair, S., Kakka,r P. 2008. Heavy metal accumulation in medicinal plants collected from environmentally different sites. *Biomed Environ Sci*, 21(4):319–24.
- Bassett, S, H., Keutmann, E, H., and van Hyde, Z, H. 1939. Metabolism in idiopathic steatorrhea: I, The influence of dietary and factors on lipid and mineral balance. *J. Clin Invert*. 18. 101-120.
- BPOM RI. 2014. Kriteria dan tata laksana pendaftaran obat tradisional, obat herbal terstandar dan fitofarmaka, HK.00.05.41.1384 Indonesia: Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. P. 1–14.
- BPOM RI. 2014. Peraturan kepala badan pengawas obat dan makanan republik indonesia nomor 12 tahun 2014 tentang persyaratan mutu obat tradisional, 12/2014 Indonesia: Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia. p. 1–25.
- BPOM RI. 2017. Statistik Semua Produk BPOM [Internet]. [cited 2017 jan 22].
- Carso, GD. 2012. Heavy metal toxicity in plants. *Plants and heavy metal*. 1–3.

- Chowdury, MA., Walji N, Mahmud A. 2017. Macdonald BD. Paper-Based Microfluidic Device with a Gold Nanosensor to Detect Arsenic Contamination of Groundwater in Bangladesh, *Microfluidics*, 8(71):1–15.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Mahluk Hidup*, Jakarta : UI Press.
- Dewoto, H, R. 2007. Pengembangan Obat Tradisional Indonesia menjadi Fitofarmaka. *Majalah Kedokteran Indonesia*, 57 (7) : 205-211
- Eggins, BR. 1996. *Biosensor an introduction*, New York: John Wiley and Sons Inc
- Ermer, J., Miller, JH. 2005. Performance parameters, calculation and tes, In: *Method validation in pharmaceutical analysis a guide to best practice*. Weinheim: Willey - VCH Verlag GmbH & Co,KgaA, p, 21–96.
- Ferreira, TA., Rasband, W. 2010. *The imageJ user guide*.
- Hardani, PT. 2013. Pengembangan sensor logam berbasis reagen ditizon pada chip kertas untuk deteksi timbal pada jahe (*zingiber officinale*). Universitas Jember.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya, *Maj Ilmu Kefarmasian*. 1(3):127.
- Hartanti, D. 2012. Kontaminasi pada obat herbal. *J Pharm*. 9(3):42–55.
- Hartini, E. 2011. Kadar plumbum (Pb) dalam umbi bawang merahdi kecamatan Kersana kabupaten Brebes, *J Visikes [Internet]*. [cited 2018 jan 3];10(1):69–75.
- Hieftje, GM. 2007. *Introduction-a forward-locking prespective: inductively coupled plasma spectrometry and its applications*. Playmounth- UK: Blackwell Publishing Lad, 1-12 p.
- Higson, SPJ. 2004. *Analytical chemistry*, 1st Editio, New York: Oxford University Press Inc. 179-206 p.
- Hill, SJ., Fisher, A., Foulkes, M. 2007. *Basic consepts and instrumentation for plasma spectrometry; inductively coupled plasma spectrometry and its applications*. Playmounth- UK: Blackwell Publishing Lad, 12-80 p.
- Huber, L. 2007. *Validation and qualification in analitycal laboratories*, 2nd

Edition. New York: Informa Healthcare USA, Inc.

Husna, OL, Hanifah, A, Kartika, GF. 2015. Analisa kandungan logam berat timbal, kadmium, dan merkuri dalam produk jamu pegal linu yang beredar di kota pekanbaru. *JOM FMIPA*, 2(1):130–5.

Kartika, AS. 2016. Pengembangan sensor kolorimetri untuk deteksi deksametason pada jamu pegal linu di pasaran. Universitas Jember.

KEMENKES RI. 2010. Peraturan menteri kesehatan republik indonesia nomor : 003/MENKES/PER/I/2010 [Internet]. Kementerian Kesehatan Republik Indo, 003/MENKES/PER/I/2010 Kementerian Kesehatan Republik Indonesia. p. 15.

Kemenlh. 2001. Penjelasan peraturan pemerintah Republik Indonesia no. 74 tahun 2001 tentang pengelolaan bahan berbahaya dan beracun. Indonesia. P. 274–82.

Kementerian Perindustrian (Kemenperind RI). 2016. Kosmetika dan jamu tergerus Impor. In: Kosmetika dan jamu tergerus impor, Jakarta: INSANOKE Kementerian Perindustrian RI.

Khan. 2006. A Sociolinguistic Study of Birmingham English:

Kosalec, I, Cvek, J, Tomić, S. 2009. Contaminants of medicinal herbs and herbal products, *Arh Hig Rada Toksikol* [Internet], [cited 2017 Jun 3];60:485–501.

Kuswandi, B. 2010. Sensor kimia: teori, praktek dan aplikasi, Jember: Jember University Press.

Marczenko, Z. 1986. Separation and Spectrophotometric determination of elements, 2th Editio, Chalmers R., Mary M, Miller J., editors, West Sussex: Ellis Horwood Limited.

Miller, James, N., dan Miller, J., C. 2010. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry, Technometrics* (Sixth, Vol, 46). England: Pearson Education Limited. <https://doi.org/10.1198/tech,2004.s248>

Mousavi, Z., Parisa, Z., Mahdih, E., and Mahnaz, Q. 2014. Heavy Metal (Lead and Cadmium) in Some Medical Herbal Product In Iranian Market. *Iranian Journal Of Toxicology*. 8(24) : 1004-1010

Muchid, A., Umar, F., Chusun., Masru,l, Wurjati, R., Purnama, NR., et al. 2006.

- Pharmaceutical care untuk penyakit hipertensi. Jakarta: DITJEN Bina Farmasi Komunitas dan Klinik-Departemen Kesehatan. 11-40 p.
- Reinking, L, ImageJ basics [Internet]. Millersville, PA: Millersville University; 2007. Language Variation and Change in a Multi-Ethnic British Community, Unpublished PhD thesis, Lancaster University.
- Risby, TH. 2006. Atomic spectroscopy modern instrumental analysis Volume 47. In: Ahuja S. Jespersen N, editors, Modern Instrumental Analysis. Kidlington UK: Elsevier B.V. p, 226–45.
- Robinson, JW. 1996. Atomic spectroscopy. 2nd Edition. New York: Marcell Dekker. Inc.
- Setiawan, B., M. 2012. Proses Produksi jamu Sediaan Serbuk dan Pil di PT. Putro Kinasih. Tugas Akhir. Fakultas Pertanian Universitas Sebelas Maret
- Soudek, P., Kotyza, J., Lenikusová, I., Petrová, Š., Benešová, D., Vaněk, T. 2009. Accumulation of heavy metals in hydroponically cultivated garlic (*Allium sativum* L), onion (*Allium cepa* L.), leek (*Allium porrum* L.) and chive (*Allium schoenoprasum* L.), J Food, Agric Environ. 7(3–4):761–9.
- Takahashi, Y. 2006. Dye Nanoparticle-Coated Tes Strips for Detection of ppb-Level Ions in Water, In: Nanotechnology Applications for Clean Water [Internet]. Second Edition, Niigata: Elsevier Inc.; 2014. p. 63–72.
- Todoli, JL., Mermet. 2005. Liquid sampel introduction in ICP spectrofotometry: a practical guide. 2–11.
- Wahyuni, SA., Sujono, TA. 2004. Studi aktivitas daya analgetik jamu pegel linu, J Penelit Sains dan Teknol. 5(1):21–32.
- Wexler, P., Abdollahi, M., Peyster, A, De., Gad, SC., Greim, H., Harper, S, et al. 2014. Encyclopedia of toxicology. Third. Wexler P. Editor. New York: Elsevier Ltd.
- Widowati, W., Sastiono, A., Jusuf, R. 2008. Efek toksik logam, Yogyakarta: Andi Yogyakarta. 1-410 p.
- YAP, CK., Fitri, MRM., Mazyhar, Y., Tan, SG, 2010, Effects of Metal-contaminated Soils on the Accumulation of Heavy Metals in Different Parts of *Centella asiatica* : A Laboratory Study, Food Chem Toxicol, 39(3):347-52.

Yuan, X., Chapman, L., Wu, Z, 2011, Analytical methods for heavy metals in herbal medicines, *Phytochem Anal* :189–98.

Zhang, J., Wider, B., Shang, H., Li, X., Ernst, E, 2012, Quality of herbal medicines challenges and solutions, *Complement Ther Med* (20):100-6.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Preparasi Bahan

1. Pembuatan larutan ditizon

Membuat ditizon konsentrasi 1000 ppm, timbang 10 mg ditizon ad 10 ml pelarut aseton p.a ke dalam labu ukur. Dilakukan pengenceran menjadi 500 ppm (dalam 1 ml) pipet 500 µl ditizon dari larutan induk 1000 ppm, ditambahkan 500 µl pelarut aseton p.a.

2. Penimbangan logam Pb²⁺ dari USP

$$\text{Mr Pb}(\text{HNO}_3)_2 = 331,2 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Pb}^{2+} = 207,19 \text{ g/mol}$$

Penimbangan Pb(HNO₃)₂ = 0,1598 g setara dengan 159,8 mg

$$\frac{207,19 \text{ g/mol} \times 159,8 \text{ mg}}{331,20 \text{ g/mol}}$$

$$0,626 \times 159,8 \text{ mg} = 99,967 \text{ mg} = 10 \text{ mg Kandungan Pb}$$

$$0,626 \times 159,8 \text{ mg} = 99,967 \text{ mg} = 10 \text{ mg Kandungan Pb}$$

Karena Pb(HNO₃)₂ tidak tersedia sehingga digunakan



Penimbangan larutan standart Pb 10 ppm dalam 10 ml

$$\text{Mr Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 379,34 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Pb}^{2+} = 207,19 \text{ g/mol}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

L

$$10 \text{ ppm} = \frac{w}{\text{L}}$$

$$0,01 \text{ L}$$

$$w \text{ Pb} = 1 \text{ mg}$$

$$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 379,34 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Pb} = 207,19 \text{ g/mol}$$

$$\frac{\text{g}}{\text{Mr}} = \frac{\text{g}}{\text{Ar}}$$

$$\frac{\text{g}}{379,34 \text{ g/mol}} = \frac{1 \text{ mg}}{207,19 \text{ g/mol}}$$

$$\text{g} = \frac{379,34 \text{ g/mol}}{207,19 \text{ g/mol}} = 0,0183 \text{ g} = 18,31 \text{ mg yang ditimbang}$$

Sehingga jika dikembalikan ke persamaan 18.31 mg setara dengan 10 mg Pb^{2+}

$$\frac{207,19 \text{ g/mol} \times 18,31 \text{ mg}}{379,34 \text{ g/mol}} = 10 \text{ mg}$$

3. Perhitungan Presisi

Timbang 18,31 mg setara dengan 10 mg Pb^{2+}

ad 10 ml labu ukur = 1000 ppm

kemudian pipet 5 ml (1000 ppm) masukkan labu 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml

$$\frac{5 \text{ ml} \times 1000 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 500 \text{ ppm}$$

Kemudian di encerkan menjadi 50 ppm dari induk 500 ppm, pipet 1 ml (500 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml

$$\frac{1 \text{ ml} \times 500 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 50 \text{ ppm}$$

Selanjutnya di encerkan menjadi 5 ppm dari induk 50 ppm, pipet 1 ml (50 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml.

$$\frac{1 \text{ ml} \times 50 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 5 \text{ ppm}$$

10 ml

4. Perhitungan Akurasi

Hasil konsentrasi rata-rata presisi = 4,665 ppm

4,665 ppm ($\mu\text{g/ml}$) dalam 10 ml = 46,65 μg

Simulasi 80%

$$80\% \times 4,665 \mu\text{g} = 3,732 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 3,732 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 37,32 \mu\text{g}$$

Larutan standart 37 ppm diambil 1 ml.

Simulasi 100%

$$100\% \times 4,665 \mu\text{g} = 4,665 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 4,665 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 46,65 \mu\text{g} = 47 \mu\text{g}$$

Larutan standart 47 ppm diambil 1 ml

Simulasi 120 %

$$120\% \times 4,665 \mu\text{g} = 5,598 \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 5,598 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 55,98 \mu\text{g} = 56 \mu\text{g}$$

Larutan standart 56 ppm diambil 1 ml

5. Penimbangan bahan untuk selektivitas %interferensi

Timbang 0,1369 g logam Cd masukkan dalam labu ukur 10 ml = 2000 ppm

Kemudian diencerkan menjadi 200 ppm pipet 1 ml (2000 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml

$$\frac{1 \text{ ml} \times 2000 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 200 \text{ ppm}$$

10 ml

Selanjutnya diencerkan menjadi 20 ppm pipet 1 ml (200 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarutnya ad 10 ml.

$$\frac{1 \text{ ml} \times 200 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 20 \text{ ppm}$$

10 ml

Timbang 0,03416 g logam Hg masukkan dalam labu ukur 10 ml = 2000 ppm

Kemudian diencerkan menjadi 200 ppm pipet 1 ml (2000 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml

$$\frac{1 \text{ ml} \times 2000 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 200 \text{ ppm}$$

10 ml

Selanjutnya diencerkan menjadi 20 ppm pipet 1 ml (200 ppm) masukkan labu ukur 10 ml tambahkan pelarut ad 10 ml.

$$\frac{1 \text{ ml} \times 200 \text{ ppm}}{10 \text{ ml}} = 20 \text{ ppm}$$

10 ml

6. Pembuatan larutan dapar

Dapar KCl 100 ml pH 1

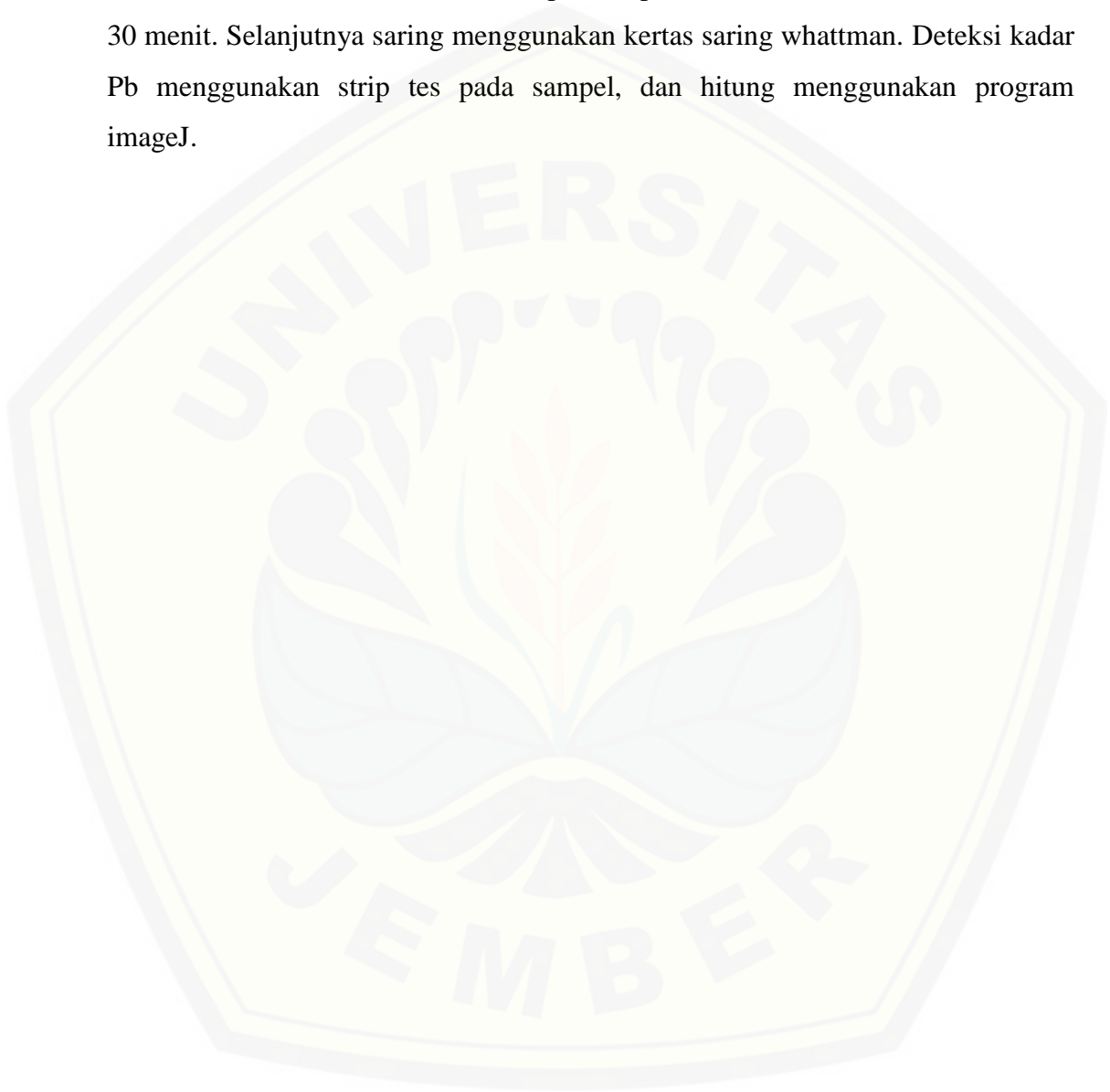
25 ml HCl 0,2 M + 48,5 ml KCl 0,2 M + ad air suling 100 ml

Dapar Na asetat pH 4,5

0,135 g Na asetat dalam 50 ml air + 50 ml asam asetat

7. Preparasi sampel Jamu

Timbang 0,1 g sampel jamu, selanjutnya masukkan dalam labu ukur 10 ml dan tambahkan 0,5 ml aseton p.a ke dalam sampel untuk membasahi, di diamkan 15 menit. Kemudian tambahkan aseton p.a sampai tanda batas, kocok dan diamkan 30 menit. Selanjutnya saring menggunakan kertas saring whattman. Deteksi kadar Pb menggunakan strip tes pada sampel, dan hitung menggunakan program imageJ.



Lampiran 2.

1. Waktu Respon

Waktu (menit)	Gambar	Mean RGB			Mean RGB	Rata SD	RSD
		Rep 1	Rep 2	Rep 3			
1		123,561	125,486	130,375	29,869	3,513	2,8%
2		124,668	127,558	132,429	30,773	3,922	3,1%
3		122,17	127,504	131,822	28,714	4,835	3,9%
4		121,51	127,071	131,525	29,763	5,017	4,0%
5		126,609	121,722	131,326	28,937	4,802	3,8%
6		126,609	118,913	131,705	28,109	6,440	5,1%
7		126,97	124,961	132,042	29,609	3,649	2,9%
8		125,421	125,68	125,359	27,079	0,515	0,4%

Digital Repository Universitas Jember

9		126,673	121,89	132,009	28,249	5,062	4,0%
10		126,769	123,211	132,011	27,928	4,427	3,5%
12		128,456	122,23	130,811	26,521	4,434	3,5%
14		126,431	128,311	130,321	27,72	1,945	1,5%
16		122,418	127,377	128,432	28,812	3,211	2,5%
18		130,121	127,432	133,119	29,206	2,845	2,2%
20		121,847	129,327	128,456	29,217	4,090	3,1%
25		132,000	130,896	133,876	29,228	1,490	1,1%
30		128,907	131,431	133,961	29,235	2,527	1,9%

2. Stabilitas sensor pada suhu chiller

Hari ke	Rep 1	Rep 2	Rep 3	rata-rata±sd	%Stabilitas	RSD
0	187,953	186,08	185,03	186,354±1,481		0,795
1	185,797	186,158	185,414	185,790±0,372	0,303	0,2
2	185,37	184,703	186,933	185,669±1,145	0,368	0,616
3	184,657	185,365	186,863	185,628±1,126	0,389	0,607
4	185,044	184,936	185,698	185,226±0,412	0,605	0,223
5	184,51	182,507	187,611	184,876±2,572	0,793	1,391
6	185,039	184,067	184,553	184,553±0,486	0,966	0,263
7	185,085	183,614	183,422	184,040±0,910	1,242	0,494
8	182,779	185,065	183,391	183,745±1,183	1,400	0,644
9	182,388	183,212	185,051	183,550±1,363	1,504	0,743
10	182,281	184,336	183,562	183,393±1,038	1,589	0,566
11	183,786	182,881	183,12	183,262±0,469	1,659	0,256
12	181,399	182,627	183,288	182,438±0,959	2,101	0,525
13	184,765	180,442	181,736	182,314±2,219	2,168	1,217
14	180,304	183,785	182,577	182,222±1,767	2,217	0,97
15	183,154	183,154	180,305	182,204±1,645	2,227	0,903
16	183,362	180,69	182,232	182,095±1,341	2,286	0,737
17	181,908	179,354	184,169	181,810±2,409	2,438	1,325
18	180,101	182,966	181,106	181,391±1,454	2,663	0,801
19	181,209	181,551	179,19	180,650±1,276	3,061	0,706
20	181,84	180,055	178,451	180,102±1,695	3,348	0,941
21	177,959	180,549	181,797	180,102±1,958	3,355	1,087
22	164,972	164,558	164,797	164,776±0,208	11,579	0,126
23	163,236	163,181	163,274	163,274±0,047	12,408	0,029
24	162,317	162,017	162,630	162,321±0,307	12,896	7,945
25	160,510	160,412	160,542	160,488±0,068	13,880	8,649

Stabilitas sensor pada suhu ruang

Hari ke-	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rata-rata± Sd	% Stabilitas	RSD
0	187,953	186,08	185,03	186,354±1,481		0,795
1	178,345	177,543	181,825	179,238±2,276	3,819	1,270
2	180,209	180,551	178,19	179,650±1,276	3,597	0,710
3	176,898	176,806	177,422	177,042±0,332	4,997	0,188
4	178,492	178,056	176,331	177,626±1,143	4,683	0,643
5	177,588	175,526	174,3	175,805±5,661	5,661	0,945
6	173,877	172,375	172,118	172,790±7,279	7,279	0,55
7	176,645	169,043	170,887	172,192±7,600	7,600	2,303
8	171,796	169,066	171,911	170,924±8,280	8,280	0,942
9	168,634	168,44	168,454	168,509±9,576	9,576	0,064
10	162,866	166,063	166,822	165,250±11,325	11,325	1,27
11	163,216	163,95	162,725	163,297±12,373	12,373	0,378
12	158,484	157,707	158,565	158,252±15,080	15,08	0,299

Perhitungan % stabilitas

$$\frac{\text{Rata'' hari ke-1} - \text{Rata'' hari ke-0}}{\text{Rata'' hari 0}} \times 100\%$$

Rata'' hari 0

$$= \frac{179,238 - 186,354}{186,354} \times 100\% = 3,819\%$$

186,354

3. Hasil Optimasi pH

Hasil optimasi hari ke-1

Sampel	Mean	rata RGB	Δmean	SD	%RSD
Blanko	154,544	154,544			
pH=2	133,916	135,912	18,632	1,769	1,30%
pH=2	136,534				
pH=2	137,287				
Blanko	151,663	151,663			
pH=3	133,534	135,110	16,553	1,421	1,05%
pH=3	135,503				
pH=3	136,294				
Blanko	152,924	152,924			
pH=4	133,744	133,256	19,668	0,459	0,34%
pH=4	133,191				
pH=4	132,834				
Blanko	149,435	149,435			
pH=5	134,688	134,839	14,596	0,695	0,52%
pH=5	135,597				
pH=5	134,231				
Blanko	149,587	149,587			
pH=6	136,797	139,068	10,519	2,072	1,49%
pH=6	140,856				
pH=6	139,55				
Blanko	157,637	157,637	24,869	13,985	8,87%
pH=7	133,887	132,7677			
pH=7	132,969				
pH=7	131,447				
Blanko	147,677	147,677	6,277	3,615	2,45%
pH= 8	144,221	141,400			
pH= 8	140,449				
pH= 8	139,530				

Hasil Optimasi pH

Hasil optimasi hari ke-2

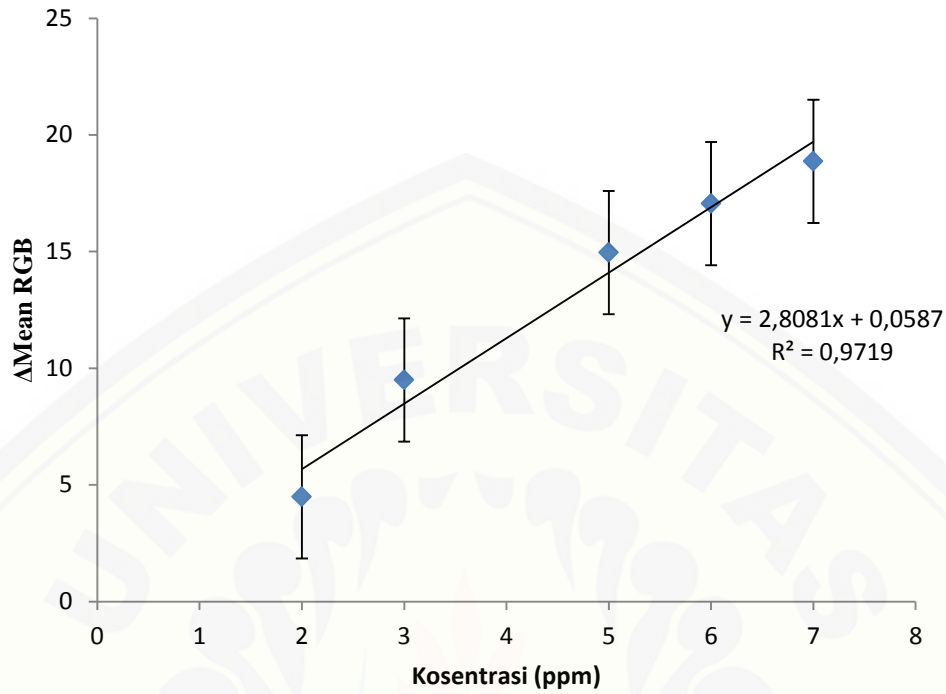
Sampel	Mean	rata RGB	Δmean	SD	%RSD
Blanko	128,755	128,755	12,055	0,540	0,463%
pH=2	117,321	116,700			
pH=2	116,346				
pH=2	116,432				
Blanko	125,024	120,2275	4,462	0,767	0,662%
pH=3	115,431	115,766			
pH=3	116,643				
pH=3	115,223				
Blanko	133,452	125,553	9,010	1,059	0,909%
pH=4	117,653	116,543			
pH=4	116,432				
pH=4	115,543				
Blanko	139,243	139,243	2,702	0,442	0,323%
pH=5	136,342	136,541			
pH=5	137,047				
pH=5	136,234				
BLanko	126,495	117,670	8,281	0,568	0,519%
pH=6	108,845	109,389			
pH=6	109,345				
pH=6	109,978				
Blanko	133,496	133,496	14,141	0,427	0,358%
pH=7	119,342	119,355			
pH=7	118,935				
pH=7	119,789				
Blanko	132,318	132,318	10,780	0,488	0,402%
pH=8	121,874	121,538			
pH=8	120,978				
pH=8	121,763				

Lampiran 3.

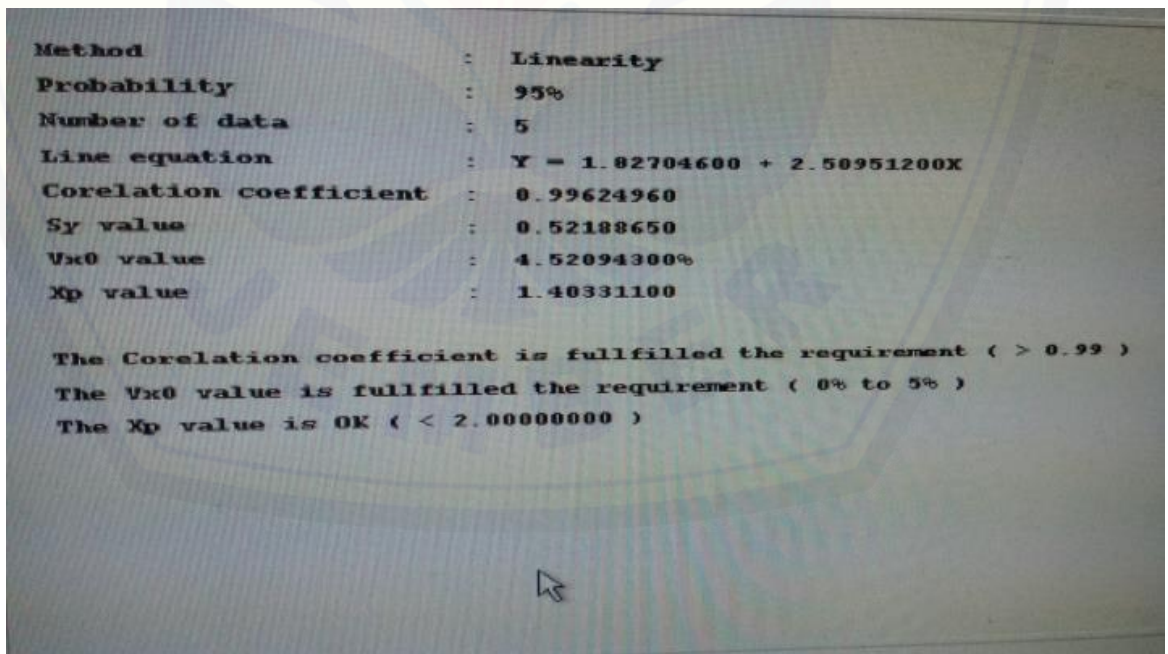
1. Tabel Konsentrasi linieritas

Sampel	Mean	rata RGB	Δmean RGB	SD	%RSD
1 rep 1	158,171	150,518	4,488	9,584	6,367%
1 rep 2	139,769				
1 rep 3	153,614				
2 rep 1	170,415	159,643	6,463	13,036	8,165%
2 rep 2	145,152				
2 rep 3	163,361				
3 rep 1	155,133	145,510	9,496	9,644	6,628%
3 rep 2	145,551				
3 rep 3	135,845				
4 rep 1	169,503	128,489	26,517	45,489	35,403%
4 rep 2	136,402				
4 rep 3	79,563				
5 rep 1	150,256	140,043	14,963	10,574	7,550%
5 rep 2	140,731				
5 rep 3	129,142				
6 rep 1	135,579	137,945	17,061	2,359	1,710%
6 rep 2	140,297				
6 rep 3	137,959				
7 rep 1	155,883	136,135	18,871	21,870	16,065%
7 rep 2	139,892				
7 rep 3	112,630				
8 rep 1	162,339	122,714	32,292	48,495	39,518%
8 rep 2	137,168				
8 rep 3	68,636				
9 rep 1	148,820	133,680	21,326	15,910	11,902%
9 rep 2	135,123				
9 rep 3	117,098				
10 rep 1	143,136	137,947	17,059	4,582	3,322%
10 rep 2	136,250				
10 rep 3	134,456				
12 rep 1	155,165	145,879	9,127	8,110	5,559%
12 rep 2	142,282				
12 rep 3	140,190				
14 rep 1	162,380	150,744	4,262	10,078	6,685%
14 rep 2	144,870				
14 rep 3	144,981				
Blanko	155,006	155,006	0	0,000	0,000%

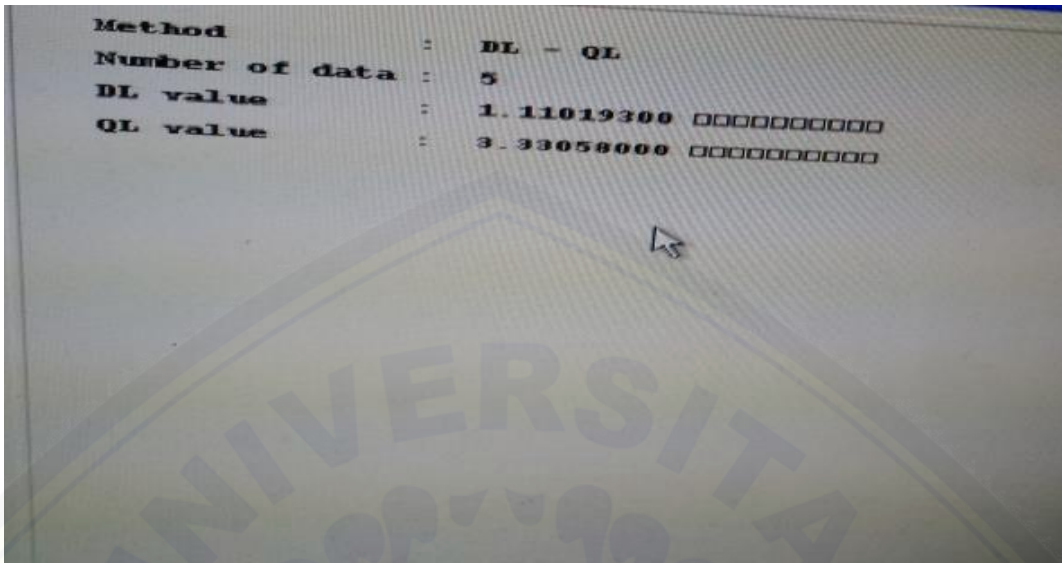
2. Kurva kalibrasi hasil linieritas



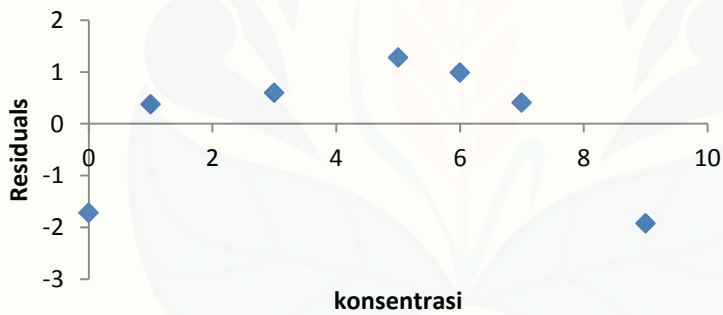
3. Hasil perhitungan dengan Validation of Method Analysis



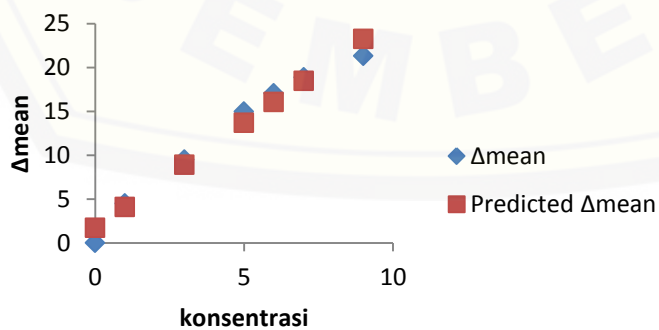
4. Hasil LOD dan LOQ



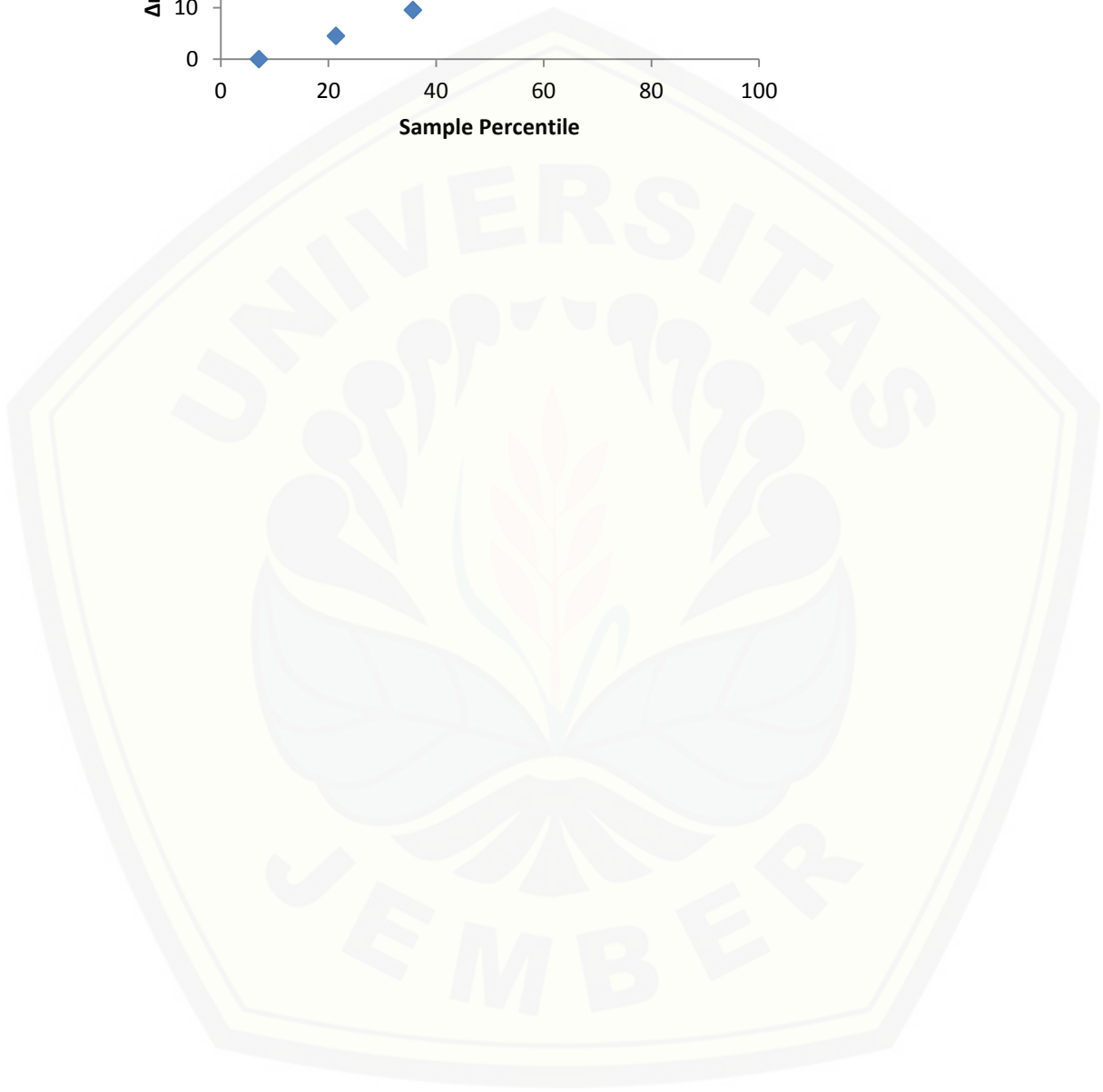
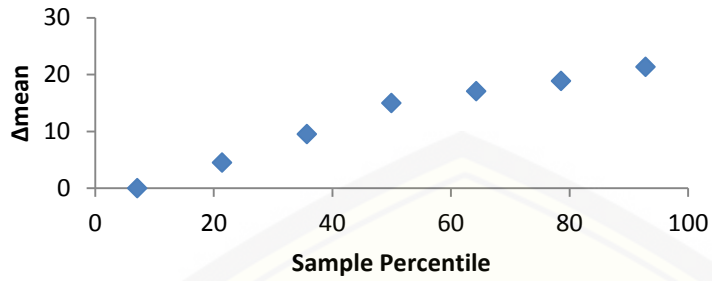
konsentrasi Residual Plot



konsentrasi Line Fit Plot



Normal Probability Plot



Lampiran 4.

1. Perhitungan Selektivitas

Bahan	Mean RGB			Rata-rata±sd	%interferensi	RSD
	Rep 1	Rep 2	Rep 3			
Pb 10 ppm	146,472	146,563	145,974	146,336±0,317		0,2%
Pb 10 ppm + Hg 10 ppm	146,347	146,978	146,943	146,756±0,355	0,29%	0,2%
Pb 10 ppm + Cd 10 ppm	146,73	146,963	145,962	146,552±0,524	0,15%	0,4%
Pb 10 ppm + Hg 100 ppm	148,653	149,906	149,672	149,410±0,666	2,10%	0,4%
Pb 10 ppm + Cd 100 ppm	147,925	147,863	148,832	148,207±0,542	1,28%	0,4%
Pb 10 ppm + Hg 1000 ppm	152,761	153,862	152,962	153,195±0,586	4,69%	0,4%
Pb 10 ppm + Cd 1000 ppm	150,237	149,572	150,328	150,046±0,413	2,53%	0,3%

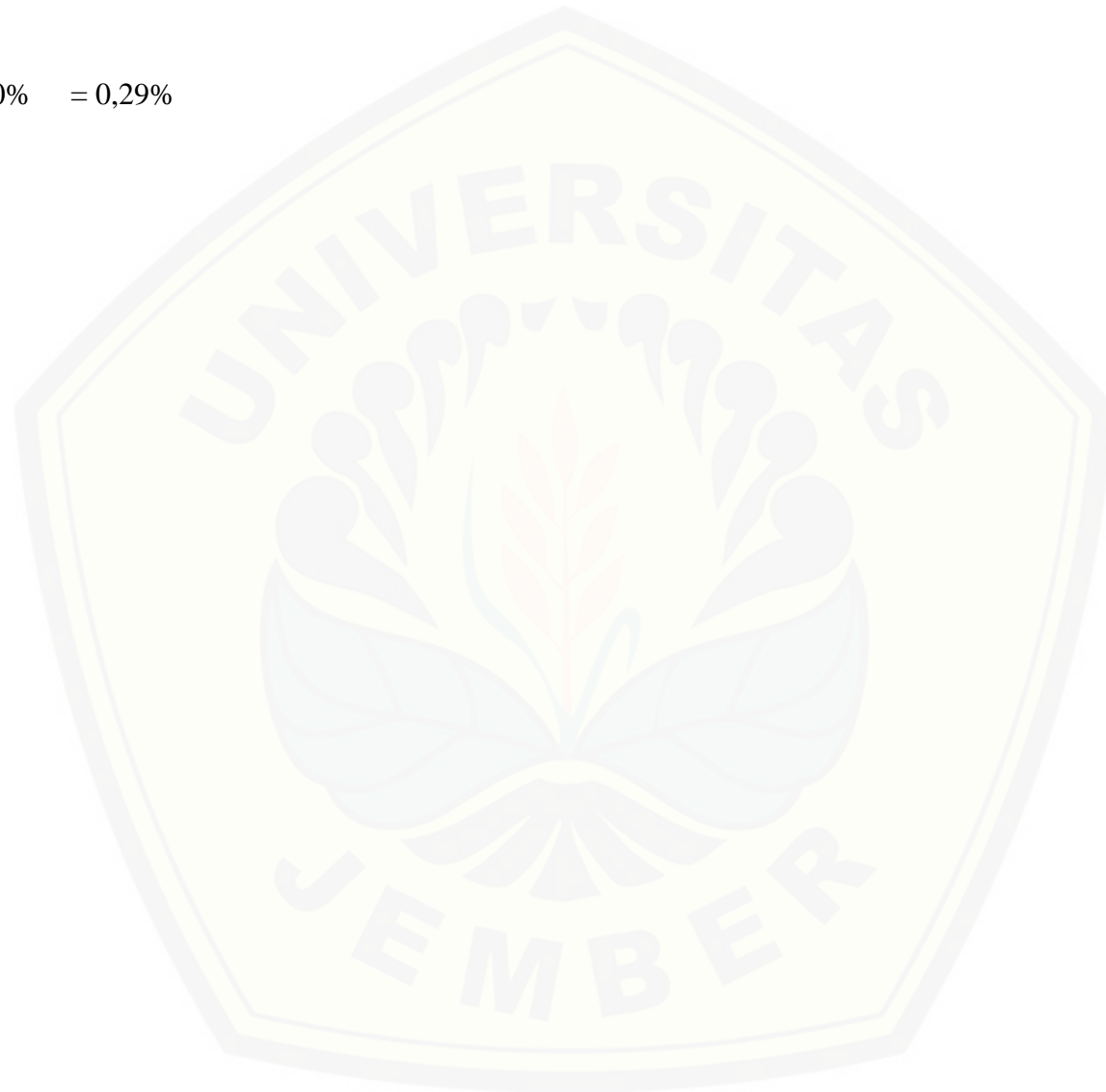
Contoh cara perhitungan % interferensi

% interferensi standart Pb + Hg Perbandingan 1:1

$$= \frac{(\text{mean RGB rata'' standart Pb 10ppm} + \text{standart Hg 10ppm} - \text{mean RGB rata'' standart Pb 10 ppm}) \times 100\%}{\text{mean RGB rata'' standart Pb 10 ppm}}$$

$$= \frac{146,756 - 146,336}{146,336} \times 100\% = 0,29\%$$

146,336



Lampiran 5.

1. Hasil Pengukuran Presisi

Presisi hari ke-1

Sampel	Mean	Δ mean	kadar Pb (ppm)
blanko	91,231	0	
rep 1	78,951	12,280	4,116
rep 2	78,757	12,474	4,195
rep 3	77,908	13,323	4,542
rep 4	78,807	12,424	4,175
rep 5	77,622	13,609	4,659
rep 6	78,892	12,339	4,140
Rata-rata kadar Pb			4,304
SD			0,572
%RSD			4,661%

Presisi hari ke-2

Sampel	Mean	Δ mean	kadar Pb (ppm)
blanko	132,030	0	
rep 1	118,487	13,543	4,632
rep 2	117,912	14,118	4,867
rep 3	117,670	14,360	4,965
rep 4	118,460	13,570	4,643
rep 5	117,874	14,156	4,882
rep 6	118,291	13,739	4,712
Rata-rata Kadar Pb			4,783
SD			0,342
%RSD			2,527%

Presisi hari ke-3

Sampel	Mean	Δ mean	Kadar Pb (ppm)
Blanko	150,188	0	
rep 1	135,876	14,312	4,946
rep2	135,793	14,395	4,980
rep 3	135,876	14,312	4,946
rep 4	135,921	14,267	4,927
rep 5	135,875	14,313	4,946
rep 6	135,753	14,435	4,996
Rata-rata kadar Pb			4,910
SD			0,063
%RSD			0,438%

Hasil Presisi

	Konsentrasi (ppm)	%RSD
presisi 1	4,304	4,661
presisi 2	4,783	2,520
presisi 3	4,956	0,438
rata rata	4,665	2,542

Perhitungan presisi hari ke-3

Rata – rata konsentrasi timbal = $\frac{\Sigma \text{konsentrasi timbal}}{n}$

$$= \frac{4,946 + 4,980 + 4,946 + 4,927 + 4,946 + 4,996}{6}$$

$$= 4,956$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{0,063}{4,956} \times 100\%$$

$$= 0,438 \%$$

Lampiran 6.

1. Hasil Pengukuran Akurasi

Sampel	Mean	rata RGB
Blanko	167,030	167,030
Blanko	166,710	
Blanko	167,350	
80%	145,989	145,989
80%	144,989	
80%	146,989	
100%	144,040	144,040
100%	145,931	
100%	142,150	
120%	142,987	142,987
120%	143,206	
120%	142,769	

Sampel	Mean RGB	Δ mean RGB	Pengukuran (μ g)	Simulasi	Teoritis (Ca*)	%Recovery
Blanko	167,030	-	-	-	-	-
Nyata (Ca)	-	-	4,040	-	-	-
Simulasi (Cf) 80%	145,989	21,041	7,695	3,655	3,732	98,784
Simulasi (Cf) 100%	144,04	23,423	8,491	4,451	4,665	75,495
Simulasi (Cf) 120%	142,987	24,043	8,921	4,881	5,598	70,214
Rata-rata % Recovery						81,497

- a. Konsentrasi sampel rata-rata berdasarkan hasil pengukuran presisi = 4,665 ppm

$$\text{Dalam 10 ml} = 4,665 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 46,65 \mu\text{g}$$

- b. Perhitungan Simulasi

$$\text{Simulasi 80\%} = 80\% \times 4,665 \mu\text{g} = 3,732 \mu\text{g}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 10 \times 3,732 \mu\text{g} = 37,32 \mu\text{g}$$

Cara penambahan = larutan standart 37 ppm diambil 1 ml

$$\text{Simulasi 100\%} = 100\% \times 4,665 \mu\text{g} = 4,665 \mu\text{g}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 10 \times 4,665 \mu\text{g} = 46,65 \mu\text{g} = 47 \mu\text{g}$$

Cara penambahan = larutan standart 47 ppm diambil 1 ml

$$\text{Simulasi 120\%} = 120\% \times 4,665 \mu\text{g} = 5,598 \mu\text{g}$$

$$\text{Dalam 10 ml} = 10 \times 5,598 \mu\text{g} = 55,98 \mu\text{g} = 56 \mu\text{g}$$

- c. Kadar sampel Uji

$$y = 2,8081x + 0,0587$$

$$\text{Simulasi 80\%, } \Delta\text{mean RGB (y)} = 2,8081x + 0,0587$$

$$23,423 = 2,8081x + 0,0587$$

$$X = 8,320$$

$$\text{Kadar dalam 10 ml} = 8,320 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 83,20 \mu\text{g}$$

$$\text{Simulasi 100\%, } \Delta\text{mean RGB (y)} = 2,8081x + 0,0587$$

$$22,99 = 2,8081x + 0,0587$$

$$X = 8,166$$

$$\text{Kadar dalam 10 ml} = 8,166 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 81,66 \mu\text{g}$$

$$\text{Simulasi 120\%, } \Delta\text{mean RGB (y)} = 2,8081x + 0,0587$$

$$24,043 = 2,8081x + 0,0587$$

$$X = 8,541$$

$$\text{Kadar dalam 10 ml} = 8,541 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml} = 85,41 \mu\text{g}$$

% Recovery

$$\text{Simulasi 80\%} = \frac{C_f - C_a}{C_a} \times 100\% = \frac{83,20 - 46,65}{46,65} \times 100\%$$

Ca*

37

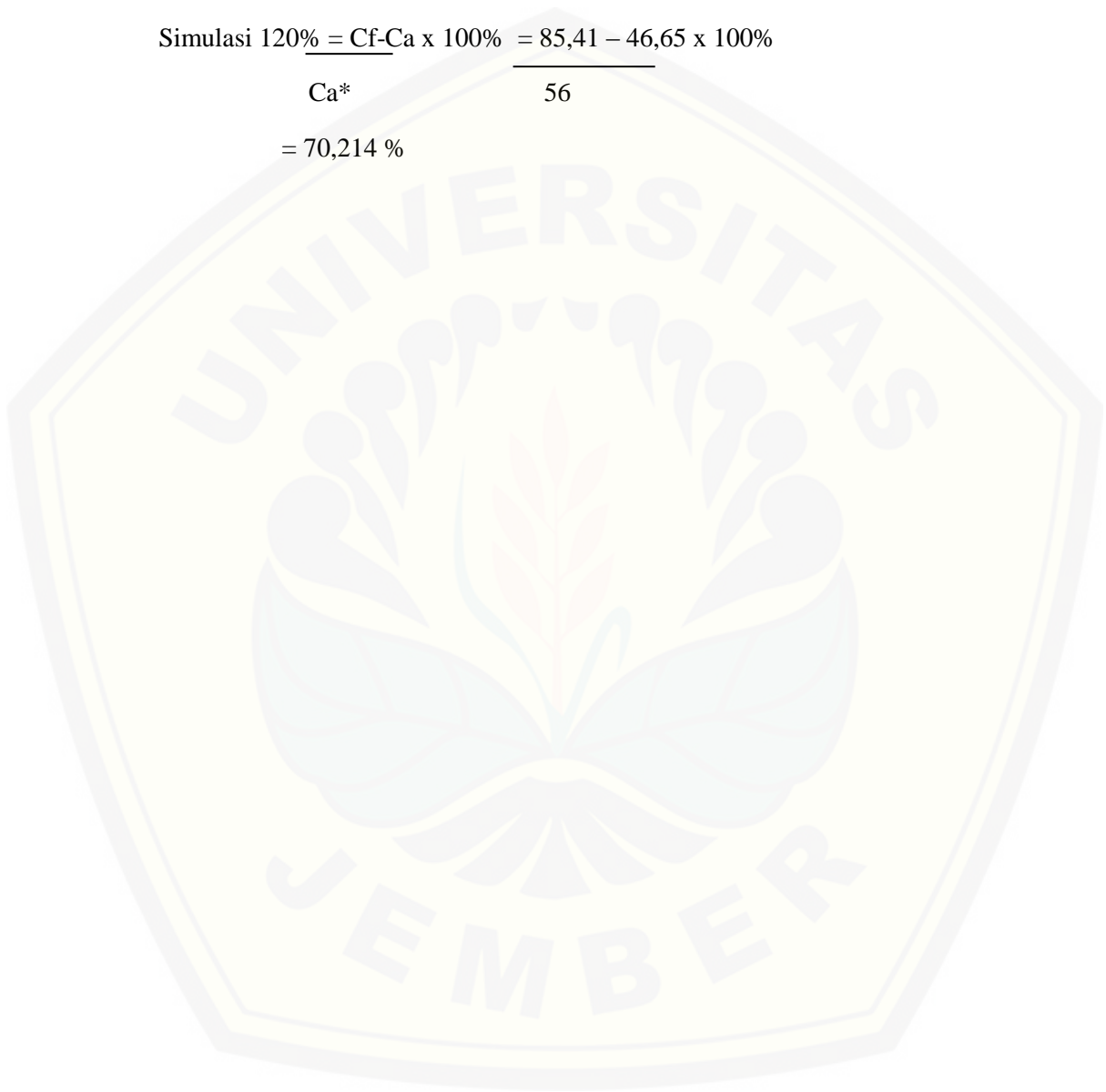
$$= 98,784 \%$$

$$\text{Simulasi } 100 \% = \frac{\text{Cf-Ca}}{\text{Ca}^*} \times 100\% = \frac{81,66 - 46,65}{47} \times 100\%$$

$$= 75,495 \%$$

$$\text{Simulasi } 120\% = \frac{\text{Cf-Ca}}{\text{Ca}^*} \times 100\% = \frac{85,41 - 46,65}{56} \times 100\%$$

$$= 70,214 \%$$



Lampiran 7.

1. Hasil Uji T-tes

Sampel	ICP	SENSOR
YST	12,26	7,311
SMBT	4,799	7,257
NRL	0,096	-1,259
IPL	9,470	7,174

t-Test: Paired Two Sample for Means

	ICP	SENSOR
Mean	6,65625	5,12075
Variance	28,60182	18,0926
Observations	4	4
Pearson Correlation	0,819642	
Hypothesized Mean Difference	0	
Df	3	
t Stat	1,001455	
P(T<=t) one-tail	0,1952	
t Critical one-tail	2,353363	
P(T<=t) two-tail	0,3904	
t Critical two-tail	3,182446	


UNIVERSITAS GADJAH MADA
LABORATORIUM PENELITIAN DAN PENGUJIAN TERPADU

RDP/5.10.01/LPPT
Rev. 1
Halaman 1 dari 1

LAPORAN HASIL UJI

No. Sertifikat : 011118.01/VII/UN1/LPPT/2018
No. Pengujian : 18050101118

Informasi Customer

Nama : Lelly Agil Safitri, Rakhma Dyah Raras Arum Tanggal Penerimaan : 31 Mei 2018
Alamat : Fakultas Farmasi Universitas Jember Tanggal Pengujian : 25 Juni 2018

Hasil Pengujian

1. Produk Jamu (IPL)

No	Parameter Uji	Hasil	Satuan	Metode
1.	Pb (Timbal)	9,47	mg/kg	ICP
2.	Cd (Kadmium)	<0,01	mg/kg	ICP
3.	Hg (Merkuri)	48,30	µg/Kg	Mercury analyzer

2. Produk Jamu (NRL)

No	Parameter Uji	Hasil	Satuan	Metode
1.	Pb (Timbal)	<0,096	mg/kg	ICP
2.	Cd (Kadmium)	<0,01	mg/kg	ICP
3.	Hg (Merkuri)	17,13	µg/Kg	Mercury analyzer

3. Produk Jamu (SBI)

No	Parameter Uji	Hasil	Satuan	Metode
1.	Pb (Timbal)	4,80	mg/kg	ICP
2.	Cd (Kadmium)	<0,01	mg/kg	ICP
3.	Hg (Merkuri)	24,89	µg/Kg	Mercury analyzer

4. Produk Jamu (YST)

No	Parameter Uji	Hasil	Satuan	Metode
1.	Pb (Timbal)	12,26	mg/kg	ICP
2.	Cd (Kadmium)	<0,01	mg/kg	ICP
3.	Hg (Merkuri)	15,27	µg/Kg	Mercury analyzer

Batas deteksi (LoD) =
Pb : 0,096 mg/Kg; Cd : 0,01 mg/kg

Yogyakarta, 13 Juli 2018
Pejabat Penandatangan Sertifikat,

Anom Irawan, ST.

Perhatian :

- LHU ini berlaku hanya pada sampel yang diujikan.
- LHU ini dibuat semata-mata untuk penggunaan penelitian yang disebutkan dalam LHU ini.
- LPPT tidak bertanggung jawab atas setiap kerugian, kerusakan atau tanggung jawab hukum yang ditimbulkan oleh pihak ketiga sebagai akibat dari kapabilitas terbatas atau penggunaan laporan ini.
- Tidak dipungkiri mengabdikan LHU ini kepada masyarakat luas. Email: lppt@mail.ugm.ac.id - Website: www.lppt.ugm.ac.id

Act
Go

Sampel	Mean	Δmean	Kadar Pb	SD	%RSD
Blanko	135,421				
YST	115,321	20,100	7,311	2,414	12,0%
	115,272				
	115,701				
SMBT	115,453	19,968	7,257	0,556	2,8%
	114,432				
	115,325				
Blanko	152,358				
NRL	153,234	-0,876	-1,259	8,557	-976,9%
	152,067				
	136,125				
Blanko	150,188				
Iboe	130,421	19,767	7,174	3,042	15,4%
	130,911				
	130,437				

Lampiran 8.

Dokumentasi

1. Alat Penelitian :



A



B



C



D



E



F

Keterangan :

A = Scaner

B = Hot Plate

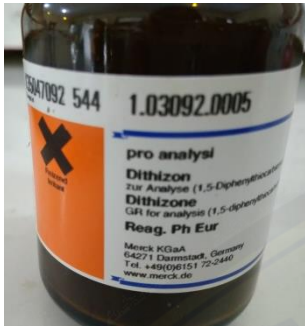
C= Ultrasonik

D =*Beaker glass*

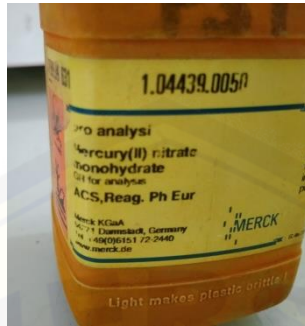
E = Gelas Ukur

F= Mikro pipet

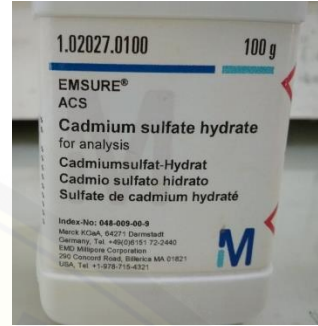
2. Bahan Penelitian :



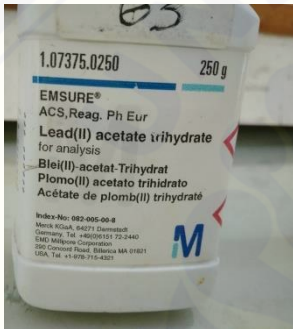
A



B



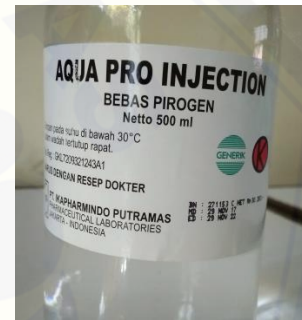
C



D



E



F



G



H



I



J



K

Keterangan :

A= Ditizon

B = Merkuri

C= kadmium

D= timbal

E= membran selulosa

F= aquabidest

G= aseton

H= sampel neurymacyl

I = sampel jamu iboe

J= sampel jamu yaostin

K = sampel jamu simbantren