



**PENGEMBANGAN SENSOR KOLORIMETRI BERBASIS
KERTAS (*PAPER MICROZONE PLATES*) UNTUK DETEKSI
PIROKSIKAM PADA JAMU PEGAL LINU**

SKRIPSI

Oleh

**Ramadhan Rizki Putranto
NIM 142210101093**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2018**



**PENGEMBANGAN SENSOR KOLORIMETRI BERBASIS
KERTAS (*PAPER MICROZONE PLATES*) UNTUK DETEKSI
PIROKSIKAM PADA JAMU PEGAL LINU**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan pendidikan di Fakultas Farmasi (SI) dan mencapai
gelar Sarjana Farmasi

Oleh
Ramadhan Rizki Putranto
NIM 142210101093

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2018

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda H. Neva Artasari dan Ayahanda Ir. H Sugianto yang telah merawat, menjaga dan membesarkan dengan penuh kasih sayang, tulus ikhlas dan kesabaran, serta doa-doa yang tiada putus beliau panjatkan sehingga saya tumbuh menjadi wanita sehat dan dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Adik-adikku Brilliant Givya Ariansari dan Kevin Pranowo Reinaldi yang telah memberikan kasih sayang, motivasi dan dukungan serta doa sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.
3. Bapak guru, Ibu guru, dan dosen yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya dengan baik dan sabar sejak dari TK Dharma 05, SD Negeri Dermo 1, SMP Negeri 1 Bangil, SMA Negeri 1 Bangil, dan Fakultas Farmasi Universitas Jember.
4. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.
5. Teman-teman Farmasi Angkatan 2014 (Pharmagen) yang selalu memotivasi dan memberikan semangat serta dukungan.

MOTTO

“La Tahzan Innallaha Ma’ana. Jangan Bersedih, Sesungguhnya Allah Bersama
Kita”

(Quran 9:40)

“Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan”

(QS. Al-Insyiraah 6)

“Berjuanglah sampai kata berjuang telah kehilangan maknanya.”

(Papila-2014)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ramadhan Rizki Putranto

NIM : 142210101093

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pengembangan Sensor kolorimetri berbasis kertas (*Paper Microzone Plates*) untuk deteksi piroksikam pada jamu pegal linu” adalah benar-benar hasil karya seniri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

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

Jember, 14 Desember 2018

Yang menyatakan,

Ramadhan Rizki Putranto

142210101093

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN SENSOR KOLORIMETRI BERBASIS
KERTAS (*PAPER MICROZONE PLATES*) UNTUK DETEKSI
PIROKSIKAM PADA JAMU PEGAL LINU**

Oleh

Ramadhan Rizki Putranto

14221010093

Pembimbing :

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

Dosen Pembimbing Anggota : Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengembangan Sensor Kolorimetri Berbasis Kertas (*Paper Microzone Plates*) untuk Deteksi Piroksikam pada Jamu Pegal Linu” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

Hari, tanggal : Jumat, 14 Desember 2018

Tempat : Ruang Kuliah 5 Fakultas Farmasi Universitas Jember

Ketua,

Anggota I,

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

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc.,PhD.

NIP. 198304282008122004

NIP. 196902011994031002

Anggota II,

Anggota III,

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

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

NIP. 198504282009121004

NIP. 198204062006042002

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember

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

NIP. 197604142002122001

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kolorimetri Berbasis Kertas (*Paper Microzone Plates*) untuk Deteksi Piroksikam pada Jamu Pegal Linu; Ramadhan Rizki Putranto, 142210101093; 2014; halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Jamu merupakan ramuan dari beberapa bahan yang berupa bahan tumbuhan, bahan hewan, bahan mineral, sediaan sarian (galenik), atau campuran dari bahan tersebut yang secara turun temurun telah digunakan untuk pengobatan. Jamu saat ini digunakan secara bebas oleh masyarakat. Efek samping jamu tradisional yang relatif lebih sedikit, dinilai oleh masyarakat lebih aman dari pada obat modern. Jenis jamu yang saat ini memiliki peminat tinggi dikalangan masyarakat yaitu jamu pegal linu, hal tersebut berdasarkan pada khasiat dari jamu pegal linu dalam mengurangi rasa lelah dan nyeri di beberapa bagian tubuh (otot dan sendi). Manfaat jamu pegal linu juga didukung oleh pernyataan dalam Pedoman Rasionalisasi Komposisi Obat Tradisional, bahwa senyawa penyusun jamu pegal linu bekerja seperti bahan analgesik, sehingga jamu pegal linu mampu menenangkan saat tidur dan menyegarkan badan kembali. Beberapa jamu yang sudah tersebar di kalangan masyarakat saat ini sudah tidak alami karena terdapat pemalsuan bahan, hingga terdapat kandungan bahan kimia obat (BKO) yang telah dilarang penggunaannya.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan sensor kolorimetri berbasis kertas (*Paper Microzone Plates*) untuk deteksi piroksikam pada jamu pegal linu. Jenis penelitian ini adalah penelitian yang bersifat *experimental laboratories*. Rancangan penelitian yang digunakan adalah teknik immobilisasi adsorpsi reagen ke dalam kertas sensor (*Paper Microzone Plates*). Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah berbagai macam jamu pegal linu yang beredar di pasaran, mempunyai nomor izin edar yang tercantum dalam kemasan dan sudah terdaftar di BPOM maupun yang tidak terdaftar di BPOM. Sampel jamu tersebut antara lain sampel jamu pegal linu A, B, C, D, dan E.

Hasil analisis data menunjukkan pada sampel A, B, C dan E tidak terdapat adanya piroksikam pada sampel jamu pegal linu, sedangkan yang mengandung piroksikam terdapat pada sampel simulasi jamu D. Kadar piroksikam yang terdeteksi pada masing-masing jamu yakni -56,662 (sampel A), -48,864 (sampel B), -60,351 (sampel C), 621,090 (sampel D), dan -62,757 (sampel E). Dilakukan uji T-test untuk membandingkan hasil pada kertas sensor dengan hasil pada KLT-densitometri. Diperoleh nilai uji T-test sebesar 0,0445, yang dapat dikatakan jika nilai hasil uji $> 0,05$ berarti data hasil perbandingan suatu metode tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan.

Kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) dengan reagen FeCl_3 terbukti dapat bereaksi dengan bahan-bahan penyusun pada jamu seperti contohnya Tannin. Pada penelitian ini pengambilan sampel hanya bisa dalam massa yang kecil, sehingga masih belum bisa digunakan pada sampel nyata.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT karena atas segala nikmat, rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengembangan Sensor Kolorimetri Berbasis Kertas (*Paper Microzone Plates*) untuk Deteksi Piroksikam pada Jamu Pegal Linu”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (SI) di Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penyusunan dan terselesaikannya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak sehingga penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT atas curahan rahmat, nikmat dan barokah-Nya sehingga penulis diberi kemudahan serta kelancaran dalam penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Lestyo Wulandari, S.Si.,Apt.,M.Farm. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember.
3. Ibu Indah Purnama Sary, S.Farm., M.Farm., Apt dan Bapak Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc., Apt. selaku Dosen Pembimbing Skripsi yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatian beliau dalam penulisan skripsi ini.
4. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc.,PhD. dan Ibu Nia Kristiningrum, S.Farm., M.Farm., Apt. selaku Dosen Penguji yang banyak memberikan kritik, saran, dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini.
5. Kedua orang tuaku Ibunda H. Neva Artasari dan ayahanda Ir. H Sugianto yang telah mencurahkan segala kasih sayang, motivasi serta doa yang tiada putusya demi terselesaikannya karya tulis ini.
6. Adik-adikku Brilliant Givya Ariansari dan Kevin Pranowo Reinaldi yang selalu mendukung dan memberikan dukungannya dalam penyelesaian skripsi.

7. Mbak Nadya Lisfriana N. I. dan Mbak Mita Sofiani yang selalu memberikan semangat dan dukungan kepada saya.
8. Sahabat serta keluarga ku Mohammad Resa H. & Fajar Jamaluddin S. yang selalu membantu dan saling memberi bantuan dan motivasi dalam perjalanan bangku perkuliahan.
9. Sahabat-sahabatku Kencur yang juga menemaniku dalam perjalanan di masa perkuliahan dalam pelajaran maupun dalam organisasi.
10. Perkumpulan Lanangan Buncit pharmagen yang selalu memberikan waktu dan inspirasi dalam menghilangkan kesusahan dan beratnya masa perkuliahan.
11. Perkumpulan anak kelas atas yang telah memberikan semangat dan kebahagiaan yaitu Dilo, Ara, Izzati, Mutiara, Alvi dan Atul. Tak terlupakan juga untuk si cantik Sritanjung.
12. Laboran Laboratorium Kimia Bu Wayan dan Mbak Hani yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam penelitian ini.
13. Pembimbing Ketiga dan Keempatku Mas Hilmi dan Mbak Galen yang telah menyempatkan banyak waktunya untuk memberi arahan dan motivasi dalam penyelesaian penelitian ini.
14. Teman-teman Laboratorium Sensor Kimia yang telah merasakan jatuh bangun menyelesaikan skripsi ini yaitu Resa, Rafli, Sheila, Ary, Yanti, Arum, Lely, Putu, Zahra, Ain, Liya, Osi, dan yang lainnya

Semoga segala kebaikan yang diberikan kepada penulis mendapat balasan dari Tuhan Yang Maha Esa. Penulis mengucapkan terima kasih dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat

Jember, 14 Desember 2018

penulis

DAFTAR ISI

PERSEMBAHAN	iii
MOTTO	iv
PERNYATAAN	v
SKRIPSI	vi
PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Jamu Pegal Linu	5
2.2 Bahan kimia obat dalam Jamu Pegal Linu	5
2.3 Piroksikam	6
2.3.1 Reagen pendeteksi piroksikam.....	7
2.3.2 Metode Analisa.....	8
2.4 Sensor Kimia	9
2.4.1 Definisi Sensor Kimia.....	9
2.4.2 Mekanisme Sensor Kimia.....	10
2.4.3 Teknik Imobilisasi.....	10
2.5 Biosensor kertas	13
2.5.1 Teknik Sablon.....	14
2.5.2 Proses Cetak Sablon.....	14
2.6 Karakterisasi Sensor Kimia	15

2.6.1 Waktu Respon.....	15
2.6.2 Stabilitas.....	15
2.6.3 Linieritas	16
2.6.4 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)	16
2.6.5 Selektivitas.....	17
2.6.6 Presisi.....	17
2.6.7 Akurasi.....	17
2.7 Program <i>ImageJ</i>.....	18
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	21
3.1 Jenis Penelitian.....	21
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian.....	21
3.3 Alat-Alat dan Bahan	21
3.3.1 Alat.....	21
3.3.2 Bahan-Bahan Penelitian.....	21
3.4 Varibel Penelitian.....	21
3.4.1 Variabel Bebas	21
3.4.2 Variabel Terikat	22
3.4.3 Variabel Terkendali	22
3.5 Definisi Operasional.....	22
3.6 Prosedur Kerja Penelitian.....	23
3.6.1 Penyiapan Bahan.....	23
3.6.2 Fabrikasi Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>).....	24
3.6.3 Optimasi kondisi kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>).....	25
3.7 Karakterisasi Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>)	26
3.7.1 Waktu Respon.....	26
3.7.2 Uji Stabilitas	27
3.7.3 Linieritas	27
3.7.4 LOD dan LOQ	27
3.7.5 Selektivitas.....	28
3.7.6 Presisi.....	28
3.7.7 Akurasi.....	29

3.8 Analisis Piroksikam pada Jamu Pegal Linu dengan Metode KLT Densitometri.....	29
3.9 Perbandingan Penetapan Kadar pada Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>) dengan Metode KLT-Densitometri	30
BAB 4. PEMBAHASAN	31
4.1 Kondisi Optimum Fabrikasi Sensor Kertas (<i>Paper Microzone Plates</i>)	31
4.2 Kondisi Optimum Fabrikasi Sensor Kertas (<i>Paper Microzone Plates</i>)	32
4.2.1 Optimasi konsentrasi reagen	32
4.2.2 Optimasi Volume Reagen dan Sampel	34
4.2.3 Optimasi Konsentrasi Standar Piroksikam.....	37
4.2.4 Optimasi pH	39
4.2.5 Optimasi Pemilihan Warna <i>Red/Green/Blue/RGB</i>	40
4.3 Karakterisasi Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>)	41
4.3.1 Penentuan Waktu Respon Uji	41
4.3.2 Penentuan Stabilitas	42
4.3.3 Linieritas	44
4.2.4 Selektivitas.....	46
4.2.5 Presisi.....	53
4.2.6 Akurasi.....	54
4.3 Penetapan Kadar Piroksikam dalam Jamu Menggunakan Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>).....	55
4.4 Analisis Data Perbandingan Kertas Sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>) dengan KLT-Densitometri.....	56
BAB 5. PENUTUP	58
5.1 Kesimpulan.....	58
5.2 Saran	59
LAMPIRAN.....	64

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur piroksikam (Sumber: Sweetman, 2009)	6
Gambar 2.2 Reaksi piroksikam dengan $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (Sumber: Sabele, 2012).....	7
Gambar 2.3 Reaksi piroksikam dengan Fe^{3+} (Sumber: Azmi dan Iqbal, 2009).....	8
Gambar 2.4 Penggambaran kerja sensor kimia (Sumber: Kuswandi, 2010).....	10
Gambar 2.5 Sensor kimia berbasis reaksi <i>key-lock</i> (Sumber: Kuswandi, 2010).....	10
Gambar 2.6 Teknik adsorpsi (Sumber: Kuswandi, 2010)	11
Gambar 2.7 Teknik entrapmen (Sumber: Kuswandi, 2010)	12
Gambar 2.8 Teknik enkapsulasi (Sumber: Kuswandi, 2010)	12
Gambar 2.9 Teknik ikatan kovalen (Sumber: Kuswandi, 2010).....	13
Gambar 2.10 Teknik <i>Crosslinking</i> (Sumber: Kuswandi, 2010).....	13
Gambar 2.11 Desain kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>) (Sumber: Carrilho dkk.,2009).....	14
Gambar 2.12 Tampilan program <i>ImageJ</i>	19
Gambar 2.13 Langkah pengukuran nilai <i>mean</i> RGB dalam program <i>ImageJ</i> (Sumber : Reinking, 2007)	20
Gambar 3.1 Skema penelitian	23
Gambar 4.1 Desain kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>)	32
Gambar 4.2 Hasil uji pelat tetes	32
Gambar 4.3 Hasil uji reagen FeCl_3 pada kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>)	33
Gambar 4.4 Grafik hasil nilai Δ <i>mean green</i> dalam konsentrasi reagen FeCl_3 1%, 5%, dan 10%.....	34
Gambar 4.5 Hasil Penambahan reagen FeCl_3 10% dengan volume 2 μl , 4 μl , 6 μl , 8 μl , dan 10 μl pada kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>)	35
Gambar 4.6 Hasil penambahan standar piroksikam 1000 ppm pada reagen FeCl_3 10% dengan perbandingan 1:1	35
Gambar 4.7 Grafik hasil nilai Δ <i>mean green</i> penambahan standar piroksikam 1000 ppm pada reagen FeCl_3 10% dengan perbandingan 1:1	36

Gambar 4.8 Perubahan warna FeCl_3 10% dengan beberapa konsentrasi piroksikam....	37
Gambar 4.9 Grafik hasil $\Delta mean\ green$ reagen FeCl_3 10% dengan konsentrasi standar piroksikam.....	38
Gambar 4.10 Kondisi optimum pH pada pembacaan $\Delta mean\ green$	39
Gambar 4.11 Pembacaan intensitas warna menggunakan <i>ImageJ</i>	40
Gambar 4.12 Grafik penentuan waktu respon uji.....	41
Gambar 4.13 Stabilitas kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>) pada suhu ruang.....	43
Gambar 4.14 Stabilitas kertas sensor (<i>Paper Microzone Plates</i>) pada suhu lemari es.....	43
Gambar 4.15 Grafik hubungan antara konsentrasi dengan nilai $\Delta mean\ green$	45

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kriteria penerimaan akurasi dan presisi (Huber, 2007).....	18
Tabel 4.1 Hasil uji linieritas	44
Tabel 4.2 Perbandingan penambahan BKO antalgin dan nilai % Interferensi	47
Tabel 4.3 Perbandingan penambahan BKO asam mefenamat dan nilai % Interferensi..	48
Tabel 4.4 Perbandingan penambahan BKO fenilbutazon dan nilai % Interferensi	49
Tabel 4.5 Perbandingan penambahan BKO Na-diklofenak dan nilai % Interferensi.....	49
Tabel 4.6 Perbandingan penambahan BKO parasetamol dan nilai % Interferensi	50
Tabel 4.7 Perbandingan penambahan jamu Pegal linu X dan nilai % Interferensi	51
Tabel 4.8 Perbandingan penambahan jamu pegal linu Y dan nilai % Interferensi	51
Tabel 4.9 Perbandingan penambahan jamu pegal linu Z dan nilai % Interferensi.....	51
Tabel 4.10 Hasil pembacaan <i>ImageJ</i> jamu pegal linu X pada kertas sensor (Paper Microzone Plates).....	52
Tabel 4.11 Hasil pembacaan <i>ImageJ</i> jamu pegal linu Y pada kertas sensor (Paper Microzone Plates).....	52
Tabel 4.12 Hasil pembacaan <i>ImageJ</i> jamu pegal linu Z pada kertas sensor (Paper Microzone Plates).....	52
Tabel 4.13 Nilai RSD pada tiga hari yang berbeda.....	54
Tabel 4.14 Hasil rata-rata % <i>recovery</i>	55
Tabel 4.15 Penetapan kadar sampel jamu pegal linu.....	56
Tabel 4.16 Perbandingan penetapan kadar menggunakan kertas sensor (Paper Microzone Plates) dan KLT-Densitometri.....	57

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Jamu merupakan ramuan dari beberapa bahan yang berupa bahan tumbuhan, bahan hewan, bahan mineral, sediaan sarian (galenik), atau campuran dari bahan tersebut yang secara turun temurun telah digunakan untuk pengobatan (BPOM, 2012). Jamu saat ini digunakan secara bebas oleh masyarakat. Efek samping jamu tradisional yang relatif lebih sedikit, dinilai oleh masyarakat lebih aman dari pada obat modern (Oktora dkk., 2006). Jenis jamu yang saat ini memiliki peminat tinggi di kalangan masyarakat yaitu jamu pegal linu, hal tersebut berdasarkan pada khasiat dari jamu pegal linu dalam mengurangi rasa lelah dan nyeri di beberapa bagian tubuh (otot dan sendi). Manfaat jamu pegal linu juga didukung oleh pernyataan dalam Pedoman Rasionalisasi Komposisi Obat Tradisional, bahwa senyawa penyusun jamu pegal linu bekerja seperti bahan analgesik, sehingga jamu pegal linu mampu menenangkan saat tidur dan menyegarkan badan kembali (Wahyuni dan Sujono, 2004). Beberapa jamu yang sudah tersebar di kalangan masyarakat saat ini sudah tidak alami karena terdapat pemalsuan bahan, hingga terdapat kandungan bahan kimia obat (BKO) yang telah dilarang penggunaannya (Wirastuti dkk., 2016).

BKO pada jamu tradisional dilarang dikonsumsi karena penggunaan dosis yang tidak diketahui. Pada tahun 2016, BPOM melaporkan bahwa di daerah Karawang, Jawa Barat, dilakukan pemusnahan jamu yang mengandung piroksikam dan fenilbutazon, disebabkan oleh efek sampingnya berupa *Stephen Jhonson Syndrome* dan tukak lambung (Manafe, 2016). BPOM, pada tahun 2017, mengeluarkan daftar obat tradisional pegal linu yang mengandung BKO dan terbukti telah tersebar di berbagai wilayah Indonesia. Terdapat beberapa BKO yang sering dicampurkan dalam jamu tradisional diantaranya yaitu piroksikam, fenilbutazon, parasetamol, sildenafil sitrat, dan natrium diklofenak (BPOM, 2017). Berdasarkan kasus-kasus yang telah terjadi, maka pengembangan suatu alat deteksi BKO dalam jamu sangat penting untuk dilakukan.

Piroksikam merupakan zat anti radang non-steroid (*non steroid's anti inflammatory drugs/ NSAIDs*) yang termasuk dalam golongan asam enolat turunan oksikam (Sweetman, 2009). Pada beberapa kasus, piroksikam sering ditambahkan pada jamu pegal linu. Dimana efek analgesik (anti nyeri) piroksikam bekerja dengan cara menghambat enzim siklooksigenase dan menghambat sintesis mediator inflamasi prostaglandin (Akhtar dkk., 2016). Piroksikam dapat dianalisa menggunakan berbagai metode, antara lain TLC (*Thin Layer Chromatography*), HPLC (*High-performance liquid Chromatography*) dan Spektrofotometri UV-Vis (USP, 2018). Metode-metode tersebut masih memiliki keterbatasan, antara lain mahalnya pengoperasian metode HPLC dan Spektrofotometri UV-Vis membutuhkan waktu preparasi dan analisis yang cukup lama. Tidak semua orang dapat melakukan analisa tersebut karena membutuhkan keahlian dan pengetahuan khusus dalam bidang instrumentasi. Metode TLC relatif lebih mudah dan murah jika dibandingkan dengan metode HPLC (Dirgantara dkk., 2014), tetapi dalam pengerjaannya dibutuhkan biaya yang mahal dalam membeli instrumen analisis dan membutuhkan keahlian dalam pengoperasiannya, Sehingga dibutuhkan metode analisis atau deteksi dengan pertimbangan selektif dan murah.

Metode alternatif yang dapat digunakan untuk mendeteksi piroksikam dalam obat tradisional yaitu metode sensor kimia. Sensor kimia adalah suatu metode analisis (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chymical reagent*) yang dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika/kimia yang selanjutnya dapat diubah menjadi sinyal elektrik yang menunjukkan konsentrasi dari analit tersebut (Kuswandi, 2010). Tahap pengembangan sensor kimia secara umum adalah pemilihan reagen spesifik, yang bereaksi dengan analit tertentu sehingga menghasilkan suatu sinyal (*transducer*) yang proporsional dengan konsentrasi analit (Cusano, 2013).

Pengembangan metode deteksi piroksikam dengan sensor kimia saat ini diperlukan agar memberikan hasil yang akurat, cepat, dan biaya yang lebih murah. Alternatif yang dapat digunakan yaitu metode sensor berbasis kertas (*Paper Microzone Plates*) yang dilakukan dengan cara imobilisasi reagen FeCl_3 ke dalam sensor berbasis kertas yang mampu mendeteksi piroksikam. Reagen tersebut

bereaksi melalui kompleks Fe^{3+} dengan piroksikam, yang kemudian memunculkan respon warna yang spesifik. FeCl_3 yang semula berwarna kuning menimbulkan respon warna menjadi merah muda setelah berikatan dengan piroksikam (Azmi dan Iqbal, 2009).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana kondisi optimum fabrikasi kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) berbasis reagen FeCl_3 dalam mendeteksi piroksikam meliputi konsentrasi reagen, volume reagen, dan pH pada sampel jamu jadi?
2. Bagaimanakah karakteristik analisis kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) berisi reagen FeCl_3 dalam pengembangan sensor kimia dalam mendeteksi piroksikam yang meliputi waktu respon, waktu pakai, linieritas, LOD dan LOQ, selektivitas, presisi, dan akurasi sensor dengan adanya perubahan warna?
3. Bagaimana aplikasi kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) berbasis reagen FeCl_3 dalam mendeteksi piroksikam pada sampel jamu di pasaran?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Menentukan kondisi optimum fabrikasi kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) berbasis reagen FeCl_3 dalam mendeteksi piroksikam meliputi volume reagen, konsentrasi reagen, konsentrasi analit, dan pH pada sampel jamu jadi
2. Menentukan karakteristik analisis reagen FeCl_3 dalam pengembangan sensor kimia dalam mendeteksi piroksikam yang meliputi waktu respon, waktu pakai, linieritas, LOD dan LOQ, selektivitas, presisi, serta akurasi sensor dengan perubahan warna.
3. Aplikasi *Paper Microzone Plates* berbasis reagen FeCl_3 dalam mendeteksi piroksikam pada sampel jamu jadi yang beredar dipasaran.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini untuk bidang ilmu pengetahuan yaitu untuk menghasilkan suatu produk sensor kimia berbasis kertas (*Paper Microzone Plates*)

dengan proses imobilisasi pada sampel jamu pegal linu yang terdapat kandungan piroksikam. Dalam bidang industri farmasi dapat digunakan sebagai metode alternatif (*secondary method*) dalam pengujian bahan baku jamu maupun produk antara dan produk jadi.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamu Pegal Linu

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 dibuat secara tradisional (BPOM RI, 2014). Jamu merupakan ramuan herbal yang sering digunakan oleh masyarakat Indonesia karena dipercaya lebih aman dan lebih alami daripada obat sintesis. Penjelasan pada Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.003/MENKES/PER/I/2010 tentang saintifikasi jamu dalam penelitian berbasis pelayanan kesehatan mengenai definisi obat tradisional adalah bahan atau ramuan bahan yang berasal dari tumbuhan, bahan hewan, bahan mineral, sediaan sarian (galenik), atau campuran dari bahan tersebut yang secara turun temurun telah digunakan untuk pengobatan (KEMENKES RI, 2010). Pada jamu yang beredar di pasaran, terdapat beberapa bahan yang sering ditambahkan, antara lain jahe (*Zingiber officinale*), mengkudu (*Morinda c.*), merica (*Piper nigrum*), kencur (*Kaempferia galanga*), serta tumbuhan dari genus *Curcuma*; temu ireng (*Curcuma aeruginosa*), temulawak (*Curcuma zanthorrhiza*), dan kunyit (*Curcuma longa*) (Sholikha dan Anggraini, 2012).

Jenis jamu yang paling diminati dan dikonsumsi oleh masyarakat hingga saat ini adalah jamu pegal linu. Beberapa bahan penyusun jamu pegal linu seperti beras kencur, madu, jeruk nipis, pil gingseng, jahe wangi mampu bekerja secara efektif menyerupai zat analgesik, yaitu zat yang mampu mengurangi atau menghilangkan rasa nyeri otot dan tulang, memperlancar peredaran darah, dan memperkuat daya tahan tubuh (Kartika, 2016).

2.2 Bahan kimia obat dalam Jamu Pegal Linu

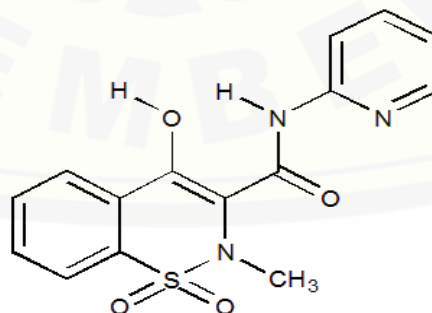
Jamu pegal linu merupakan suatu produk yang banyak beredar di Indonesia dan cukup populer dikalangan dewasa dan lansia. Dengan banyaknya pengguna dari jamu pegal linu, maka cara pembuatan mulai dari bahan baku sampai

pengemasan harus sesuai dengan pedoman sehingga produk yang dihasilkan sesuai dengan mutu dan persyaratan serta sesuai dengan tujuan penggunaannya. Terjadinya kecurangan dalam jamu dipasaran saat ini disebabkan oleh perkembangan tingkat konsumsi jamu yang tinggi dan khasiat jamu yang diinginkan agar setara dengan obat sintetis. Hal tersebut memicu banyaknya sediaan jamu yang di dalamnya ditambahkan dengan bahan kimia obat dengan tujuan mempercepat khasiat dari jamu yang dikonsumsi (BPOM RI, 2014).

Berdasarkan *Public Warning* No B-IN.05.03.1.43.12.17.5966 tanggal 11 Desember 2017 Tentang Obat Tradisional Mengandung Bahan Kimia Obat, telah ditemukan jamu yang mengandung BKO antara lain piroksikam, fenilbutazon, parasetamol, sildenafil sitrat, dan natrium diklofenak. Penambahan BKO tersebut dapat berdampak negatif terhadap kesehatan (BPOM RI, 2017).

2.3 Piroksikam

Piroksikam ($C_{15}H_{13}N_3O_4S$) adalah suatu anti radang non steroid (*non steroid anti inflammatory drugs*, NSAIDs) yang termasuk dalam golongan asam enolat turunan oksikam, berwarna putih hingga kuning muda, dan bersifat bubuk tidak berbau. Piroksikam membentuk monohidrat yang berwarna kuning, yang sangat sedikit larut dalam air, dalam asam encer, dan sebagian besar pelarut organik, sedikit larut dalam alkohol dan dalam larutan alkali berair (Sweetman, 2009). Visualisasi struktur kimia piroksikam ditunjukkan pada Gambar 2.1 berikut ini.



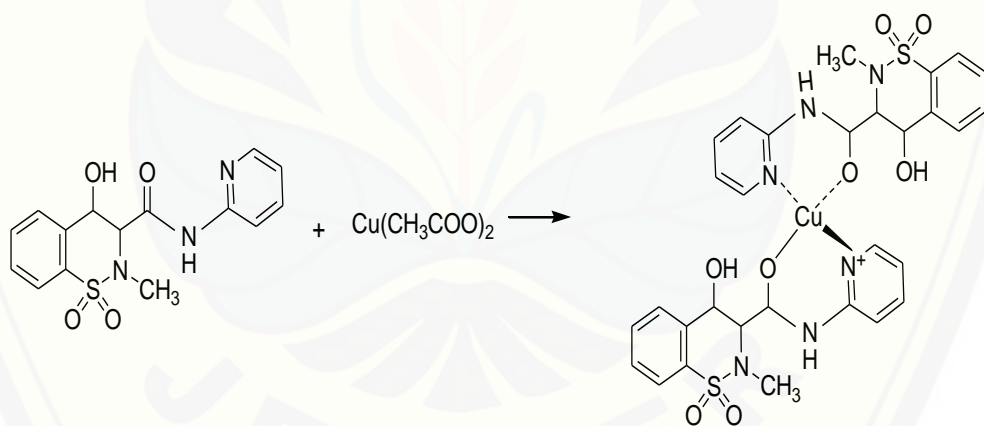
Gambar 2.1 Struktur piroksikam (Sumber: Sweetman, 2009)

Piroksikam memiliki struktur kimia (4-hidroksi 2-metil-N (2-piridil-2H-1,2-benzotiazin-3-karboksamida 1,1-dioksida). Piroksikam didefinisikan berbentuk

padat, memiliki berat molekul 331,346 g/mol, titik lebur 198-200° C, dan pKa 6,3 (Kormosh dkk., 2011). Bahan kimia obat ini memiliki berbagai efek samping yang merugikan bagi tubuh, antara lain nefropati akut, gagal ginjal akut, uremia dengan hiperkalemia, dan nefritis interstitial. Efek samping piroksikam juga dapat ditemukan pada kulit, seperti muncul ruam, nekrolisis epidermis toksik, pemphigus vulgaris, eritema multiforme, dan *Stevens-Johnson syndrome* (Sweetman, 2009).

2.3.1 Reagen pendeteksi piroksikam

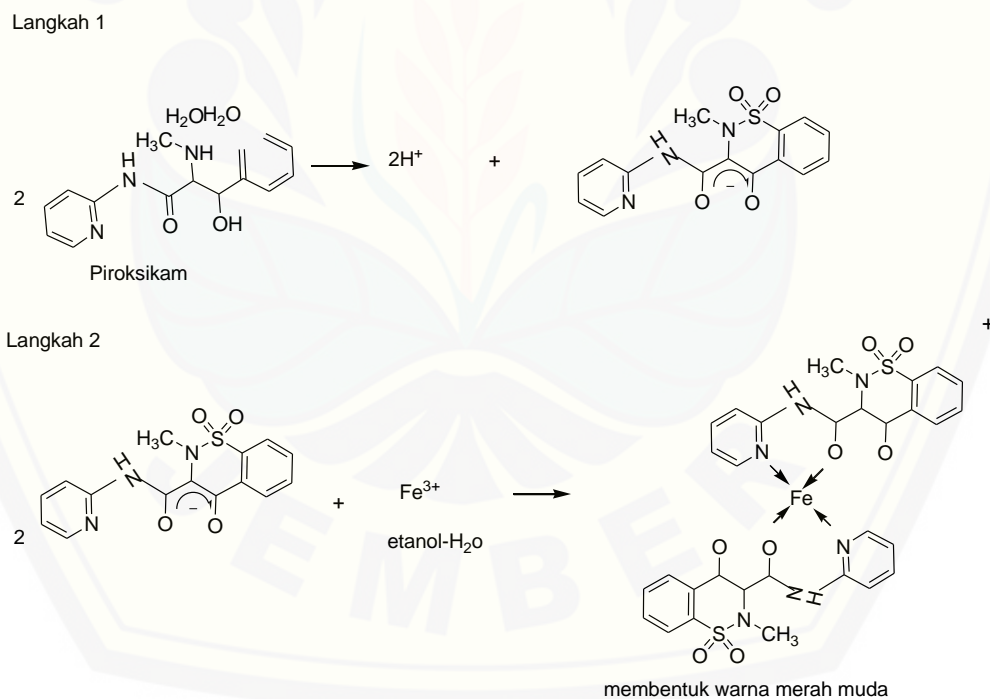
Kandidat reagen yang dapat digunakan untuk mendeteksi piroksikam adalah FeCl_3 dan $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, reagen $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dapat digunakan untuk mendeteksi piroksikam, hal ini dikarenakan piroksikam dapat membentuk kompleks yang spesifik dengan $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Mekanisme yang terjadi antara $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dengan piroksikam terjadi seperti Gambar 2.2 di bawah ini.



Gambar 2.2 Reaksi piroksikam dengan $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ (Sumber: Sabele, 2012)

Reaksi yang terjadi yaitu reaksi kompleks terdiri dari atom pusat dan ligan dimana atom pusat berfungsi sebagai asam karena menerima pasangan elektron dari ligan sedangkan yang berfungsi sebagai ligan yaitu piroksikam merupakan basa karena memberikan pasangan elektronnya kepada atom pusat dimana memunculkan perubahan warna dari warna biru menjadi warna hijau toska (Sabele, 2012).

Kandidat reagen lain yang digunakan dalam deteksi piroksikam yaitu FeCl_3 , dimana reaksi yang terjadi yaitu reaksi pembentukan kompleks dimana piroksikam bereaksi dengan 1 mol Fe (III). Logam yang dihasilkan khelat tetap stabil selama 24 jam, sehingga menjadikan rasio molar antara piroksikam dan Fe (III) adalah 2:1. Reaksi *khelating* piroksikam dengan ion-ion logam diharapkan dari tiga lokasi koordinasi seperti -OH, -CONH dan gugus fungsional >N . Berdasar pada spektrum IR dari piroksikam Fe (III) menunjukkan adanya getaran pada Fe-N (582 cm^{-1}) dan Fe-O (440 cm^{-1}) yang menunjukkan reaksi Pembentukan khelat dan memunculkan perubahan warna dari warna kuning menjadi warna merah muda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Azmi dan Iqbal, 2009). Dari kedua kandidat reagen dipilih reagen FeCl_3 , karena perubahan warna yang dihasilkan lebih kontras dan baik merata sehingga dapat dilihat secara jelas.



Gambar 2.3 Reaksi piroksikam dengan Fe^{3+} (Sumber: Azmi dan Iqbal, 2009)

2.3.2 Metode Analisa

Analisa piroksikam dapat dilakukan dengan beberapa metode, antara lain metode UV-Vis, KLT-densitometri, dan HPLC. Dari beberapa metode yang dapat mendeteksi piroksikam diketahui metode Uv-vis hanya mampu mendeteksi

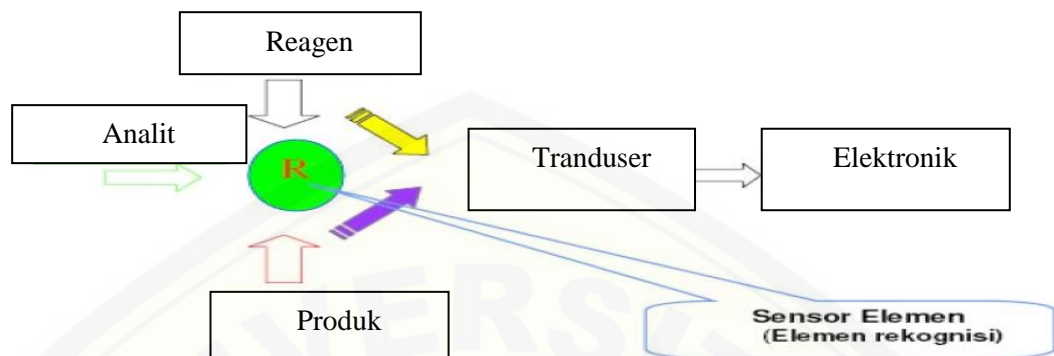
kuantitas atau jumlah suatu substansi tertentu, namun tidak mampu memisahkan maupun mendeteksi beberapa substansi tersebut (Sabrina dkk., 2011). KLT-densitometri dan HPLC merupakan metode yang dapat digunakan untuk memisahkan dan mendeteksi suatu substansi dalam sampel, namun metode HPLC lebih mahal, cenderung dibatasi oleh waktu, dan sering mengalami kesulitan dalam mengidentifikasi dengan tepat seluruh puncak kromatogram pada pemisahan sehingga memungkinkan kesalahan identifikasi molekul (Hirjani dkk., 2018). Sehingga KLT-densitometri, dengan spesifitas yang tinggi, menjadi metode yang paling efektif dan dipilih pada uji pembandingan penelitian ini. Kelebihan lain metode KLT-densitometri antara lain biaya proses yang relatif murah, mudah, cepat, dan sifat polarnya yang dapat diubah dalam waktu singkat, fleksibel, tidak terbatas waktu, dan memiliki berbagai macam teknik, sehingga dapat memisahkan sampel secara serentak serta mampu mendeteksi seluruh substansi dalam sampel yang diperiksa (Lesty, 2013).

2.4 Sensor Kimia

2.4.1 Definisi Sensor Kimia

Sensor kimia adalah miniatur dari alat analisis yang dapat memeriksa secara langsung dengan menggunakan sifat spesifik dari senyawa atau kompleks ion pada sampel (Baldini dkk., 2006). Sensor merupakan suatu sistem rangkaian perangkat yang menghasilkan informasi analisis kualitatif dan kuantitatif secara spesifik dengan pengenalan yang memanfaatkan elemen biologis (seperti reseptor biologis, enzim, hormon, antigen, antibodi, mikroba) atau kimia (reagen kimia) yang mengalami kontak dengan analit (Kress-Rogers, 1998). Sensor kimia juga dapat didefinisikan sebagai suatu alat analisa (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chemical material/reagent*) dan dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika-kimiawi yang dapat diubah (*physicochemical transducer*) menjadi sinyal elektrik proporsional dengan konsentrasi dari analit tersebut. Sensor kimia biasanya banyak diaplikasikan untuk mendeteksi entitas kimiawi dengan menggunakan reaksi kimia dari reagen kimia yang sesuai. Entitas kimiawi yang dideteksi

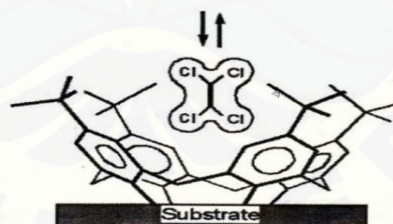
tersebut biasanya disebut analit (Kuswandi, 2010). Secara garis besar sensor kimia secara skematis dapat digambarkan seperti Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Penggambaran kerja sensor kimia (Sumber: Kuswandi, 2010)

2.4.2 Mekanisme Sensor Kimia

Mekanisme dari suatu sensor kimia dapat dirancang atau didesain sesuai dengan karakteristik analit yang ingin di deteksi. Gambar 2.5 merupakan salah satu contoh reaksi yang dapat dirancang dalam mengembangkan sebuah sensor kimia berbasis reaksi kunci- anak kunci (*key-lock*). Sensor kimia jenis ini biasanya didesain dengan suatu reaksi yang sangat spesifik, misalnya reaksi spesifik pada sisi aktif suatu polimer, sehingga sensor jenis ini memiliki selektivitas yang tinggi dalam suatu analit (Kuswandi, 2010).



Gambar 2.5 Sensor kimia berbasis reaksi *key-lock* (Sumber: Kuswandi, 2010)

2.4.3 Teknik Imobilisasi

Teknik imobilisasi adalah suatu teknik memerangkap reagen dalam suatu matriks polimer dengan syarat aktivitas reagen tetap ada (Eggins, 1996). Pengendalian reagen sensor dapat dipermudah dengan cara diimobilisasi terlebih dahulu dalam bentuk fase padat (reagen kering). Imobilisasi adalah proses pengikatan molekul reagen pada media pendukung untuk menjadikan molekul

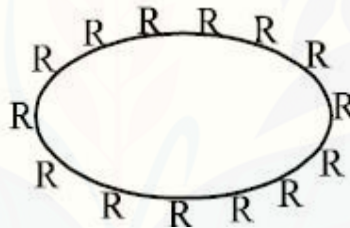
reagen dapat tersebar secara merata dan homogen di dalam fase pendukung tersebut (Kuswandi, 2010).

Teknik imobilisasi pada umumnya tidak dapat digunakan untuk semua jenis reagen. Pemilihan teknik imobilisasi biasanya didasarkan kesesuaiannya dengan sifat-sifat reagen. Proses imobilisasi tidak akan berhasil bila fase pendukung tidak sesuai atau kompatibel dengan reagen. Metode imobilisasi terbagi menjadi dua jenis yaitu secara fisik dan kimia (Kuswandi, 2010).

a. Imobilisasi secara fisik

1) Adsorpsi

Adsorpsi adalah teknik imobilisasi yang dilakukan dengan cara menyerap reagen di atas bahan pendukung. Teknik adsorpsi memanfaatkan gaya-gaya *Van der waals* atau ikatan hydrogen (Kuswandi, 2010). Gambar 2.6 merepresentasikan teknik adsorpsi pada metode imobilisasi secara fisik.

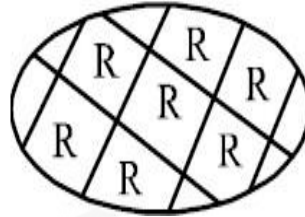


Gambar 2.6 Teknik adsorpsi (Sumber: Kuswandi, 2010)

Beberapa jenis teknik imobilisasi dengan cara adsorpsi antara lain adsorpsi sederhana & reprecipitasi. Teknik imobilisasi yang dipilih adalah Adsorpsi sederhana. Dilakukan dengan cara mendispersikan secara langsung reagen kimia pada fase pendukung dengan dispersi pada volume tertentu.

2) Pemerangkapan (*entrapment*)

Pemerangkapan atau *entrapment* adalah teknik imobilisasi reagen dengan cara memerangkap molekul reagen di dalam ruang antara material pendukung, misalnya polimer, selama proses polimerasi berlangsung. Contohnya teknik imobilisasi tersebut yaitu pemerangkapan molekul reagen di dalam matrik gel poliakrilamid (Kuswandi, 2010). Gambar imobilisasi reagen dengan cara *entrapmen* ditunjukkan pada Gambar 2.7.



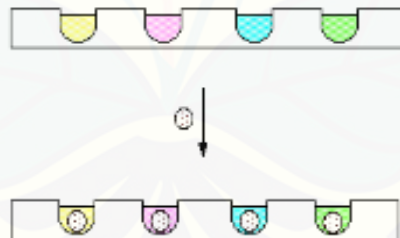
Gambar 2.7 Teknik entrapmen (Sumber: Kuswandi, 2010)

3) Interaksi elektrostatik

Interaksi elektrostatik atau ionik biasanya digunakan untuk reagen yang memiliki muatan negatif dengan fase pendukung yang memiliki muatan positif atau sebaliknya. Fase pendukung yang biasanya digunakan dalam teknik imobilisasi jenis ini ialah resin penukar ion (Kuswandi, 2010).

4) Enkapsulasi

Teknik enkapsulasi membutuhkan sebuah membran semipermeabel yang digunakan untuk memerangkap atau menjerat reagen kimia pada permukaan sensor. Biasanya teknik imobilisasi dengan enkapsulasi cukup stabil terhadap perubahan temperatur, pH, kekuatan ion dan komposisi kimia (Kuswandi, 2010). Teknik enkapsulasi ditunjukkan dalam Gambar 2.8.



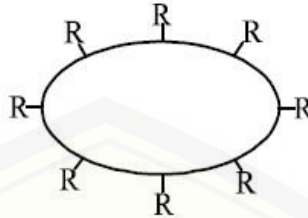
Gambar 2.8 Teknik enkapsulasi (Sumber: Kuswandi, 2010)

b. Metode imobilisasi secara kimia

1) Ikatan kovalen

Teknik imobilisasi secara ikatan kovalen melibatkan pembentukan ikatan kovalen antara molekul reagen dengan fase pendukungnya. Ikatan kovalen terbentuk dari ikatan antara bioaktif molekul dengan penambahan gugus fungsi. Bagian dari bioaktif molekul yang akan dikaitkan bukan merupakan sisi aktif (katalis). Kelebihan dari teknik ini adalah ikatan yang terjadi sangat kuat sehingga

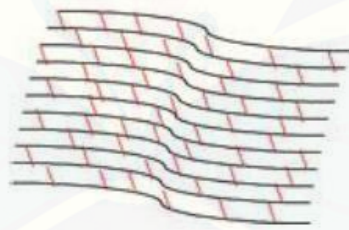
tidak terjadi pelepasan material pada matriksnya (Kuswandi, 2010). Imobilisasi reagen dengan teknik ikatan kovalen ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Teknik ikatan kovalen (Sumber: Kuswandi, 2010)

2) *Crosslinking*

Metode *crosslinking* menggunakan reagen yang diikat secara kimia pada membran pendukung. Senyawa dengan dua gugus fungsi ini (reagen difungsi) dapat mengikat reagen pada membran atau bahan pendukung lainnya. Kekurangan dari teknik ini adalah kerusakan pada spesifikasi reagen dan hasil *crosslinking* merupakan senyawa yang sangat kaku (Kuswandi, 2010). Imobilisasi reagen dengan teknik *crosslinking* ditunjukkan pada Gambar 2.10.



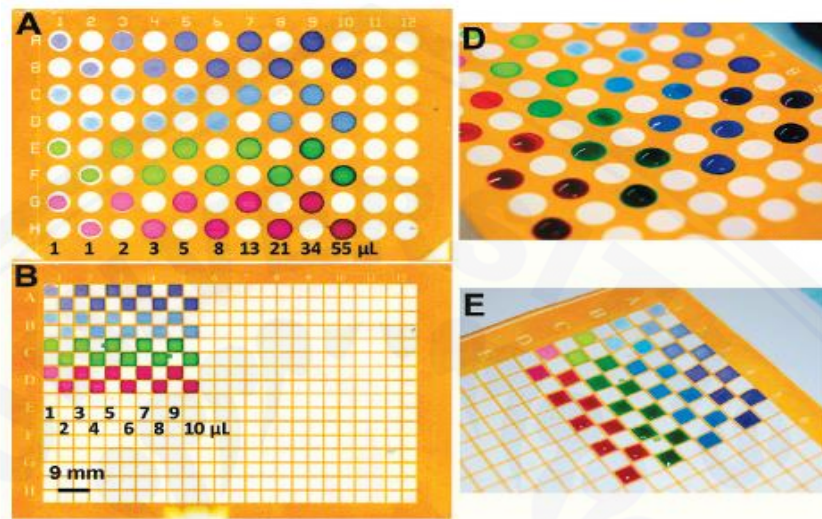
Gambar 2.10 Teknik *Crosslinking* (Sumber: Kuswandi, 2010)

2.5 Biosensor kertas

Sensor kimia adalah suatu metode analisis (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chymical reagent*) yang dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika/kimia yang selanjutnya dapat diubah menjadi sinyal elektrik yang menunjukkan konsentrasi dari analit tersebut (Kuswandi, 2010).

Salah satu jenis pengembangan dalam sensor kimia yaitu sensor kimia berbasis kertas. Kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) didesain membentuk sebuah pola zona hidrofilik dikelilingi oleh hambatan polimerik hidrofobik

dengan teknik *photolithography* yang bertujuan untuk menahan suatu cairan pada media kertas (Carrilho dkk., 2009). Skema beberapa desain kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Desain kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) (Sumber: Carrilho dkk., 2009)

2.5.1 Teknik Sablon

Sebuah teknik mencetak tinta berupa pasta karet diatas bahan dengan bentuk yang kita kehendaki. Dalam proses ini dibutuhkan alat alat seperti : *Screen*, rakel, meja, kipas angin, tinta sablon dan pengencer (Guntur, 2003).

2.5.2 Proses Cetak Sablon

Pada proses cetak sablon melalui beberapa tahapan-tahapan yaitu pembuatan desain Biosensor Kertas yang menjadi pola cetak sablon dan berupa gambar dapat dibuat secara manual maupun digital. Kemudian dicetak di atas kertas kalkir dengan warna hitam putih dan dioleskan minyak kelapa supaya sinar matahari dapat masuk ke kertas yang bening pada proses pengafdrukan. Kemudian tahap proses afdruk film, yaitu suatu proses yang memanfaatkan cahaya ultraviolet untuk memindahkan gambar ke *Screen* menggunakan. Bahan yang digunakan yaitu larutan emulsi dan *sensitizer*. Proses afdruk film dimulai dengan melarutkan cairan emulsi dengan sensitizer dan dioleskan merata pada kain *Screen*. Keringkan kain screen tersebut dengan kipas angin atau hairdryer

pada ruang gelap agar terhindar dari UV karena dapat membakar lapisan afdruck. *Screen* atau desain dibasahi dengan air setelah beberapa menit, kemudian mengoreksi gambar dengan *screen laquer* yang berfungsi sebagai penutup image area yang tidak diinginkan menjadi non image area. Proses terakhir dalam proses afdruck film adalah penyinaran akhir sebagai finishing. Kemudian dibiarkan kering sebelum digunakan.

Proses terakhir yaitu menyablon, dilakukan dengan mempersiapkan pemasangan memasang *screen* pada media, setelah itu dilakukan pemulasan cat. Pada proses pewarnaan diusahakandimuali dari warna terang kemudian warna gelap. Diratakan dengan rakel kemudian dikeringkan. Proses penyablonan diawali dengan mengunci *screen* pada meja yang dilapisi kaca kemudian cat yang sudah siap dituang dan diratakan dengan rakel.

2.6 Karakterisasi Sensor Kimia

Karakteristik sensor digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu membran dan reagen sebagai sensor untuk mendeteksi analit. Karakteristik sensor kimia meliputi waktu respon, stabilitas, linieritas, LOD dan LOQ, selektivitas, presisi, dan akurasi.

2.6.1 Waktu Respon

Waktu respon dari suatu piranti analisis seperti sensor kimia, sesuai dengan rekomendasi dari IUPAC dapat dinyatakan sebagai waktu antara pertama kali sensor direaksikan dengan sampel dan waktu pertama kali respon sensor menghasilkan sinyal yang stabil (*steady-state*) (Kuswandi, 2010).

2.6.2 Stabilitas

Stabilitas (waktu pakai) suatu sensor kimia dapat dinyatakan sebagai waktu dimana sensor tersebut memberikan reaksi serupa yang stabil terhadap suatu analit dengan konsentrasi yang sama juga hingga waktu menunjukkan hasil respon sensor tersebut terhadap analit mengalami penurunan 15% dari hasil nilai respon sensor awal perlakuan (Kuswandi, 2010).

2.6.3 Linieritas

Linieritas adalah kemampuan suatu metode analisis yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematis yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variasi 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). Di dalam pustaka sering ditemukan rentang konsentrasi yang digunakan antara 50 – 200%. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $Y = a + bx$. Hubungan Linier yang ideal dicapai jika nilai $r = +1$ atau -1 (Harmita, 2004) dan $Vx0 < 5\%$ (Yuwono dan Indrayanto, 2005).

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

Batas deteksi (*Limit of Detection/ LOD*) adalah jumlah terkecil dari suatu analit dalam sampel yang bisa dideteksi dan masih mampu memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Sedangkan batas kuantitasi (*Limit of Qualification/ LOQ*) adalah nilai terkecil suatu analit yang terdapat pada sampel yang masih dapat memenuhi kriteria presisi dan akurasi. Batas deteksi penelitian yang menggunakan analisis instrumen dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko dan rumus seperti Persamaan 2.1 (Harmita, 2004).

$$Q = \frac{kxSb}{Sl} \dots\dots\dots(2.1)$$

$Q = LOD$ atau LOQ

$k = 3$ untuk LOD atau 10 untuk LOQ

$Sb =$ simpangan baku respon analitik dari blangko

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

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

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

dengan $y = a + bx$

2.6.5 Selektivitas

Selektivitas atau spesifikasi suatu metode adalah kemampuan suatu metode yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan saksama dengan adanya komponen lain yang mungkin terdapat dalam matriks sampel (Harmita, 2004). Selektivitas juga merupakan derajat penyimpangan (*degree of bias*) dari metode yang dilakukan terhadap sampel dengan bahan tambahan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel tanpa bahan lain yang ditambahkan (Kuswandi, 2010).

2.6.6 Presisi

Presisi didefinisikan sebagai kedekatan hasil dari pengulangan suatu respon sensor terhadap analit yang sama. Presisi dari respon sensor pada analit sering pula dinyatakan sebagai kesesuaian dalam pengulangan pengukuran (Kuswandi, 2010). Presisi sensor kimia berdasar kriteria penerimaan ditentukan oleh beberapa faktor seperti jumlah sampel, konsentrasi analit yang diperiksa, dan lingkungan laboratorium. Penelitian membuktikan bahwa hasil penghitungan dalam RSD (*relative standard deviation*) yang meningkat dapat disertai dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis dinyatakan dengan standard deviasi relatif (RSD) < 5% (Kuswandi, 2010). Perhitungan nilai RSD dapat dihitung dengan Persamaan 2.3 dan Persamaan 2.4 berikut ini (Harmita, 2004). Tabel 2.2 menunjukkan kriteria penerimaan presisi pada sensor kimia pada konsentrasi yang berbeda.

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

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

2.6.7 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan dibandingkan kadar analit yang sebenarnya). Satuan akurasi dinyatakan dalam persen (persen *recovery*) melalui

pengukuran analit (kadar harus sudah diketahui) yang ditambahkan dalam sampel. Akurasi dapat ditentukan dengan metode simulasi (*spike-placebo recovery*) dan metode penambahan standar (*standard addition method*). Metode simulasi adalah pengukuran analit pada bahan murni yang dimasukkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (*placebo*) yang hasil pengukurannya dibandingkan dengan kadar analit yang sebenarnya. Penentuan persen *recovery* dengan metode simulasi dihitung menggunakan tiga macam konsentrasi dengan *range* antara 80%-120% kali dari kadar analit yang diperkirakan (Harmita, 2004).

Metode akurasi yang lain yaitu metode penambahan standar adisi. Metode penambahan standar adisi adalah suatu metode yang dilakukan dengan memasukkan analit dalam sampel tertentu dan kemudian dianalisis. Penambahan analit tersebut dihitung dengan menggunakan tiga macam konsentrasi dalam *range* 30%-60% kali dari kadar analit tertentu (Harmita, 2004). Rumus % *recovery* ditunjukkan pada Persamaan 2.5, sedangkan Tabel 2.1 menunjukkan kriteria penerimaan presisi pada sensor kimia pada konsentrasi yang berbeda.

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi hasil percobaan}}{\text{konsentrasi Teoritis}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.5)$$

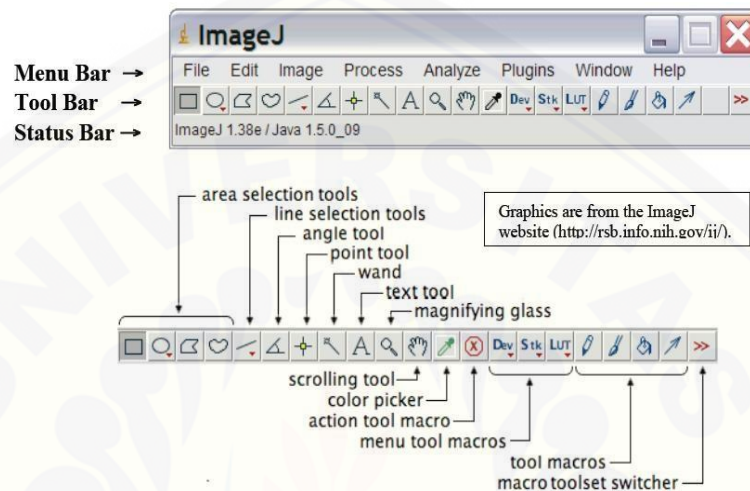
Tabel 2.1 Kriteria penerimaan akurasi dan presisi (Huber, 2007).

Konsentrasi analit(%)	Unit	Akurasi / persen 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 Program *ImageJ*

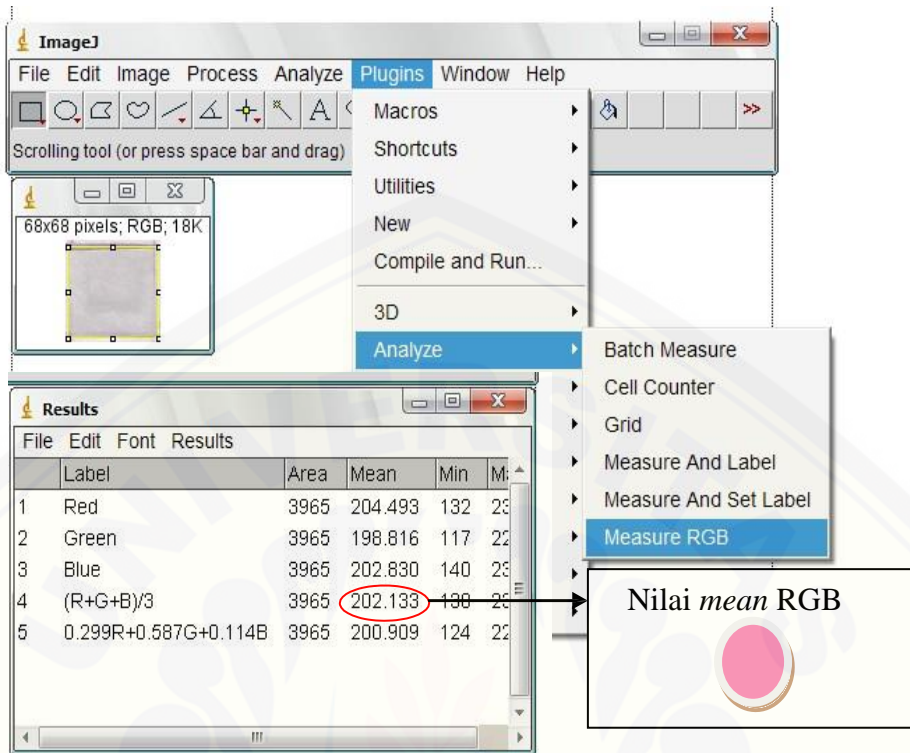
Analisis pengukuran hasil penelitian menggunakan suatu *software* yang bernama *ImageJ*. Cara menganalisis ukuran gambar yaitu menginput gambar ke

dalam *software*, kemudian mengarahkan kursor sesuai dengan luas pada gambar sehingga di dapatkan luas dalam satuan pixel/detik, pixel adalah satuan pada gambar digital dalam bentuk titik terkecil (Reinking, 2007). Tampilan *ImageJ* secara umum ditunjukkan pada Gambar 2.12 berikut ini.



Gambar 2.12 Tampilan program *ImageJ* (Sumber: Reinking, 2007)

Program ini juga dapat digunakan untuk menghitung nilai RGB yang didasarkan pada nilai pengukuran dari tiga warna primer yaitu merah, hijau dan biru. Ketiga warna tersebut dipilih karena kemampuannya dalam menghasilkan spektrum cahaya yang dapat dilihat oleh pembaca. Perpaduan ketiga warna tersebut juga mampu membentuk semua warna, termasuk warna putih yang terbentuk dari campuran warna merah, hijau, dan biru dalam intensitas tertinggi. Warna hitam juga dapat terbentuk ketika ketiga warna ini bercampur dalam intensitas terendah atau nol (Ferreira dan Rasband, 2010). Langkah kerja yaitu mengarahkan kursor sesuai dengan luas pada gambar kemudian klik *measure RGB* sehingga di dapatkan luas dalam satuan pixel/detik. Penghitungan hasil nilai RGB pada program *imageJ* dilakukan dengan cara menghitung rata-rata dari hasil penjumlahan Red, Green, dan Blue, dimana dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Langkah pengukuran nilai *mean* RGB dalam program *ImageJ* (Sumber: Reinking, 2007)

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan desain penelitian eksperimental sebenarnya (*true experimental laboratories*).

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Februari 2018 sampai selesai, bertempat di Laboratorium Kimia dan Biosensor, Fakultas Farmasi, Universitas Jember.

3.3 Alat-Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini berupa set alat gelas, *ball pipet*, labu ukur 10 (*Pyrex*®), labu ukur 25 (*Pyrex*®), *Beaker glass* (*Pyrex*®), pipet ukur (*Pyrex*®), *micro pipet* 1-100 µl (*Gilsen*®), *micro pipet* 1-10 µl (*Gilsen*®), *scanner*(*Scanoscan_cannon*®), *Neraca analitik* (*Sartorius*®), *Aluminium foil*, *white tip*, *ultrasonic*(*elmaSonic*), *stirrer*, *vial*, *computer*, lempeng KLT silika gel, dan KLT-Densitometri.

3.3.2 Bahan-Bahan Penelitian

Penelitian ini menggunakan bahan piroksikam (*pharma grade*), FeCl_3 (*Merc*), *aqua demineraisatal* (*hydrobat*), kertas saring “whatman” cat no 1001-150, Etanol 70 %, Sampel jamu pegal linu.

3.4 Variabel Penelitian

Variabel-variabel yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang menjadi sebab perubahan atau timbulnya variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini antara lain volume dan konsentrasi piroksikam serta dan FeCl_3 .

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah factor yang diobservasi atau yang diukur untuk mengetahui adanya pengaruh variable bebas. Variabel terikat pada penelitian ini yaitu parameter analisis kualitatif dan parameter analisis kuantitatif yang dievaluasi. Parameter analisis kuantitatif yaitu waktu respon dan waktu pakai linieritas, LOD dan LOQ, presisi, selektivitas, dan akurasi. Parameter analisis kualitatif yaitu terjadinya perubahan warna kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang terdapat reagen FeCl_3 terhadap penambahan piroksikam.

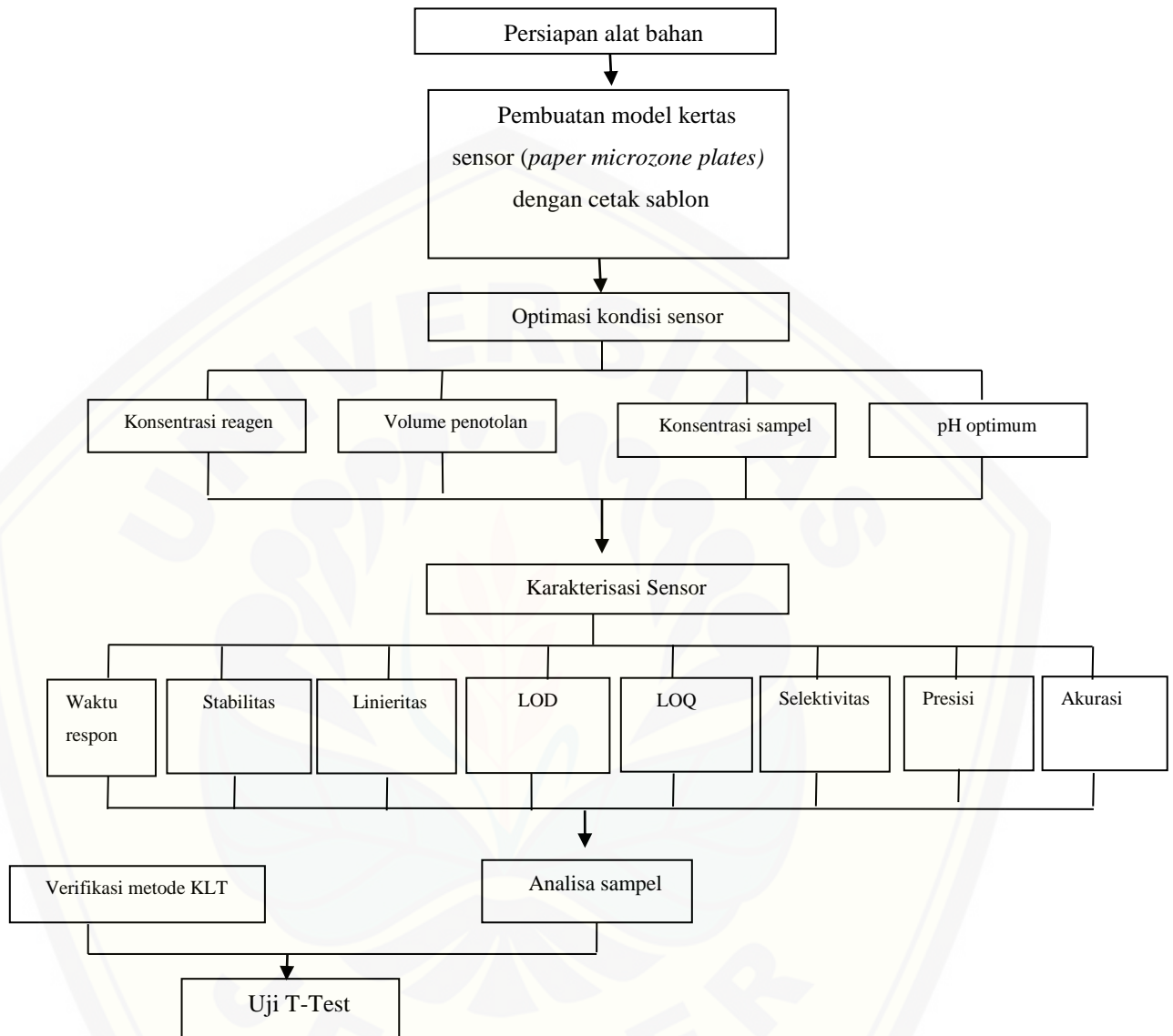
3.4.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol adalah variabel yang dapat menghindari atau mengurangi gangguan dalam penelitian. Variabel terkontrol dalam penelitian ini yaitu operator, prosedur kerja, peralatan pengujian, kondisi ruangan penelitian, kontaminasi pada sampel.

3.5 Definisi Operasional

- a. Kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) merupakan metode yang dipakai dalam penentuan piroksikam berdasar pada perubahan warna dari kuning ke merah muda
- b. *Mean Green* merupakan indikator analisis intensitas warna untuk mengetahui perubahan warna yang dihasilkan oleh reaksi antara reagen kimia dengan analit.
- c. Δ *mean Green* adalah selisih hasil pengukuran nilai *mean* pada pewarnaan *ImageJ* dengan blanko yang digunakan selama proses analisis.
- d. Gambar perubahan warna pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) diambil menggunakan *scanner*.

3.6 Skema Penelitian



Gambar 3.1 Skema penelitian

3.6 Prosedur Kerja Penelitian

3.6.1 Penyiapan Bahan.

1. Pembuatan Reagen FeCl_3

Reagen FeCl_3 10% dibuat dengan menimbang sebanyak 1 gram besi (III) klorida heksahidrat kemudian ditambahkan 1 ml HCL pekat dan di tambahkan

aqua demineralisat sampai tanda batas 10 ml. kemudian FeCl_3 10% diencerkan sampai pada konsentrasi FeCl_3 1 % dan FeCl_3 5 %.

2. Penyiapan Larutan Standar Piroksikam

Larutan standart dibuat dalam konsentrasi 1000 ppm dengan cara melarutkan 0,01 g piroksikam dalam 10 ml etanol 70% , kemudian di buat seri pengenceran dengan etanol menjadi beberapa konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm, 600 ppm, 700 ppm, 800 ppm, dan 900 ppm.

3. Pembuatan Seri Larutan Dapar Fosfat

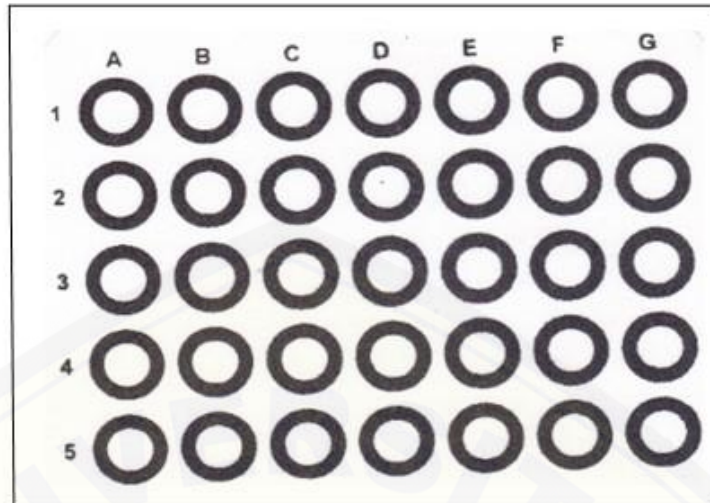
Sejumlah tertentu Na_2HPO_4 dicampur dengan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ untuk mendapatkan Dapar Fosfat pH 4. kemudian mengatur pH dengan penambahan NaOH dan HCL pada pH meter digital untuk mendapat seri larutan dapar fosfat pH 3 – 9.

4. Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang jamu seberat 0,01 g kemudian dicampur dengan 5 ml etanol 70%. Sampel kemudian di ultrasonic selama 30 menit, setelah itu tambahkan sampai tanda batas 10 ml kemudian disaring dan filtratnya di tampung.

3.6.2 Fabrikasi Kertas Sensor (*Paper Microzone Plates*)

Kertas Sensor (*Paper Microzone Plates*) dibuat dari kertas Whatman No. 1 dengan diameter 150 mm yang terbuat dari selulosa. Setiap lembar kerja terdiri dari 7 kolom dan 5 baris lingkaran kerja, dengan setiap diameter masing-masing lingkaran kerja 1 cm dan bahan sablon menggunakan tinta yang berasal dari pasta karet. Area kerja kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) berada dalam setiap lubang lingkaran yang telah diimobilisasi dengan penambahan reagen FeCl_3 dengan teknik adsorpsi. Desain sensor kertas ditunjukkan pada Gambar 3.2 berikut ini.



Gambar 3.2 Desain kertas sensor (*Paper Microzone Plates*)

3.6.3 Optimasi kondisi kertas sensor (*Paper Microzone Plates*)

a. Konsentrasi Reagen

Optimasi konsentrasi reagen dilakukan dengan meneteskan sebanyak 2 μ l reagen FeCl₃ dengan konsentrasi 1%, 5%, dan 10% pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) kemudian ditambahkan 2 μ l standar piroksikam 1000 ppm. Hasil optimasi dari konsentrasi reagen FeCl₃ yang terpilih berdasarkan dari hasil nilai terbesar pada pembacaan warna dengan menggunakan program *ImageJ*.

b. Volume Reagen & Volume Sampel

Optimasi volume reagen dan volume sampel dilakukan secara bersamaan dimana dicari volume yang dapat memenuhi seluruh area deteksi dilakukan dengan meneteskan reagen FeCl₃ dengan konsentrasi terpilih dan sampel piroksikam 1000 ppm pada perbandingan 1:1 dengan masing-masing volume penambahan sebanyak 2 μ l:2 μ l, 4 μ l:4 μ l, 6 μ l:6 μ l, 8 μ l:8 μ l, dan 10 μ l:10 μ l. Hasil yang diambil dari optimasi volume reagen dan volume sampel yaitu volume yang dapat memenuhi seluruh area deteksi tanpa menyebabkan kebocoran dan memberikan nilai perubahan warna yang tinggi pada pembacaan *ImageJ*.

c. Optimasi Konsentrasi Standart Piroksikam

Optimasi konsentrasi standart piroksikam dilakukan untuk menentukan konsentrasi piroksikam yang dapat memberikan perubahan warna dan dapat

memberikan nilai pembacaan pada *ImageJ* pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang telah diberi FeCl_3 dengan volume dan konsentrasi terpilih sesuai hasil optimasi, konsentrasi yang digunakan pada uji ini memiliki rentang antara 1 ppm, 10 ppm, 100 ppm, dan 1000 ppm. Hasil dari optimasi ini dapat digunakan sebagai dasar pemilihan rentang konsentrasi pada uji linieritas.

d. Optimasi pH

Optimasi pH pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap kinerja dari kertas sensor (*Paper Microzone Plates*). Pada tahap ini digunakan dapar fosfat untuk membuat berbagai rentang pH terpilih yaitu pH 3-9. Uji dilakukan dengan cara menambahkan volume sebanyak 2 μl dapar fosfat pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang kemudian di tambahkan reagen FeCl_3 terpilih dan di tambahkan standar piroksikam 1000 ppm dengan penambahan volume terpilih sesuai hasil optimasi. Kemudian dilakukan pembacaan pada program *imageJ*, dimana kondisi pH yang dipilih yaitu pH yang mampu memberikan hasil nilai pembacaan pada *ImageJ* yang paling baik.

e. Optimasi pemilihan warna *red/green/blue/RGB*

Optimasi pemilihan warna *red/green/blue* didasarkan pada nilai koefisien korelasi (r) yang dihasilkan dari pembacaan beberapa warna pada *ImageJ*. Nilai koefisien korelasi yang baik adalah yang mendekati 1, sehingga hasil yang dipilih yaitu hasil pewarnaan pada *ImageJ* yang memiliki nilai koefisien korelasi yang paling mendekati nilai 1.

3.7 Karakterisasi Kertas Sensor (*Paper Microzone Plates*)

3.7.1 Waktu Respon

Waktu yang menunjukkan analit untuk bereaksi dengan sensor hingga memberikan nilai pembacaan warna pada *ImageJ* yang relatif baik dan konstan. Uji ini dilakukan dengan cara menambahkan piroksikam 1000 ppm pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang telah diimmobilisasi. Waktu respon dihitung dan diamati tiap menit menggunakan pembacaan pada *ImageJ* berdasarkan perubahan warna yang terjadi sampai jangka waktu tertentu.

3.7.2 Uji Stabilitas

Pada uji stabilitas dilakukan dengan cara menyimpan kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang telah diimmobilisasi dalam plastik berperekat (*plastic clip*). *Paper Microzone Plates* tersebut disimpan dalam dua kondisi berbeda yaitu pada dengan suhu ruang $25^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ dan suhu lemari es $4^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$. Penentan uji stabilitas diukur sejak kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) sudah ditambahkan standar piroksikam 1000 ppm mulai hari awal pemberian dan dilakukan pembacaan setiap hari dengan perlakuan yang sama. Hasil penentuan uji stabilitas dilihat pada saat pembacaan dari nilai pembacaan *ImageJ* mengalami penurunan lebih dari 15% dari hasil nilai pada awal pemberian (hari ke-0) (Kuswandi, 2010).

3.7.3 Linieritas

Linieritas ditentukan melalui penambahan reagen pada *Paper Microzone Plates* ke dalam urutan standar piroksikam dengan rentang konsentrasi uji 100 ppm-1000 ppm. Perubahan warna diamati untuk memperoleh data yang kemudian diolah dengan program analisis metode validasi dan program *ImageJ*. Data yang diolah tersebut akan ditunjukkan dalam bentuk kurva linier konsentrasi dengan nilai hasil pembacaan pada program *ImageJ*. Koefisien korelasi (r) dan V_{x0} merupakan parameter yang menunjukkan hubungan linieritas. Hubungan linieritas dianggap ideal jika nilai koefisien korelasi (r) mendekati nilai +1 atau -1 (Harmita, 2004) dan $V_{x0} < 5\%$ (Yuwono dan Indrayanto, 2005).

3.7.4 LOD dan LOQ

Seri konsentrasi larutan standar piroksikam dibuat sesuai hasil rentang pengujian linieritas untuk menentukan batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ), sehingga dapat diinput dalam program *ImageJ*. Data yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan program *Validation Method of Analysis* akan menghasilkan kurva linieritas konsentrasi berbanding dengan nilai Δ_{mean} pada pembacaan *ImageJ*. Batas deteksi diperoleh dari nilai X_p yang dihitung dari persamaan regresi. Dan nilai batas kuantitasi dapat dihitung dengan Persamaan 3.1 berikut ini.

$$LOQ = \frac{10}{3} LOD \dots\dots\dots (3.1)$$

3.7.5 Selektivitas

Pada uji ini dilakukan dengan cara konsentrasi uji standar piroksikam diberi pengganggu berupa bahan-bahan penyusun jamu dan senyawa BKO lain yang sering ditambahkan pada jamu pegal linu dengan perbandingan, 1:1, 1:10, 1:100 dan pada perbandingan jika pada sampel terdapat penambahan satu tablet piroksikam dengan satu tablet bahan BKO lain seperti antalgin, asam mefenamat, fenilbutazon, na-diklofenak, dan paracetamol. Pada uji selektivitas ini digunakan satu konsentrasi standar piroksikam terpilih yaitu 700 ppm, kemudian penentuan uji selektivitas diukur dengan cara menentukan hasil nilai rata-rata pembacaan pada *ImageJ* dari standar piroksikam sebesar 700 ppm dibandingkan dengan standar piroksikam 700 ppm yang telah diberikan pengganggu senyawa BKO lain pada perbandingan tertentu. Suatu metode dianggap masih dikatakan selektif jika persentase interferensi lebih kecil dari 5% (<5%). Nilai selektivitas dapat dihitung dengan Persamaan 3.2 berikut ini:

$$\% \text{ Interferensi} = \frac{(\Delta \text{mean RGB uji} - \Delta \text{mean RGB standar})}{\Delta \text{mean RGB standar}} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.2)$$

3.7.6 Presisi

Pada uji presisi dilakukan dengan metode simulasi dengan penambahan konsentrasi standar piroksikam sebesar 700 ppm pada penimbangan sampel jamu sebesar 0,01 g, kemudian diukur dengan enam kali penghitungan selama tiga hari dan kemudian dapat dilihat hasil dari *relative standard deviation* (RSD/standar deviasi relatif). Setiap penghitungan dilakukan menggunakan kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang berbeda. Sampel jamu ditimbang sebanyak enam kali replikasi kemudian ditambahkan ke dalam masing-masing kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) yang telah diimobilisasi untuk diamati perubahan warnanya menggunakan program *ImageJ*. Hasil pengukuran nilai dari *ImageJ* dapat menunjukkan nilai konsentrasi piroksikam dalam penimbangan sampel yang

berbeda. Berdasarkan hal tersebut dapat diperoleh nilai RSD sebagai parameter dari uji presisi.

3.7.7 Akurasi

Pada uji ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi piroksikam yang terdapat pada sampel jamu berdasarkan dari tiga kali penambahan konsentrasi piroksikam sebesar 80%-120% dari rata-rata konsentrasi hasil uji presisi. Sampel jamu ditimbang seberat 0,01 gram, kemudian dimasukkan penambahan konsentrasi sesuai hasil simulasi kemudian di ultrasonik selama 30 menit, kemudian ad 10 mL dengan etanol 70%. Perubahan warna diamati dengan *ImageJ* setelah campuran tersebut dipreparasi dan ditetaskan pada kertas sensor (*Paper Microzone Plates*). Proses tersebut dapat menentukan konsentrasi masing-masing piroksikam dalam sampel yang didapat melalui persamaan regresi dari hasil pengukuran. Hasil pembacaan tersebut dapat menentukan konsentrasi piroksikam yang terdapat dalam sampel, yang kemudian dapat dibandingkan dengan konsentrasi penambahan piroksikam secara teoritis, untuk mendapatkan nilai % *recovery* sebagai parameter uji akurasi.

3.8 Analisis Piroksikam pada Jamu Pegal Linu dengan Metode KLT Densitometri

Pada penelitian ini menggunakan sampel jamu pegal linu yang beredar bebas di masyarakat yaitu sampel jamu pegal A, B, C, dan E. Sampel jamu tersebut merupakan sampel jamu yang tidak terdaftar pada BPOM. Pada penelitian ini juga dilakukan pembuatan sampel simulasi D, yang merupakan jamu terdaftar BPOM dan sudah dipastikan tidak terdapat BKO kemudian ditambahkan konsentrasi standar piroksikam sebesar 600 ppm.

Metode analisa KLT-densitometri digunakan karena sering dimanfaatkan untuk mendeteksi BKO dan dapat memisahkan beberapa senyawa yang terdapat dalam suatu sampel. Pengujian ini dilakukan dengan kondisis analisa yaitu pelarut yang terbuat dari klorofom dan metanol (1:1), larutan standar piroksikam dibuat dengan 1 mg/mL, larutan sampel jamu dibuat dengan menimbang 1mg/mL, fase diam berupa 0,25 mm lapisan silika gel kromatografi, volume penotolan 20 μ L,

dan fase gerak dari campuran dari toluena dan asam asetat glasial (95: 5) (USP, 2018).

Analisis pada lempeng KLT-densitometri terdiri dari penotolan larutan standar dan larutan sampel sampai titik-titik pada lempeng mengering. Setelah itu dilakukan penjenruhan pada *chamber*, kemudian tempatkan lempeng di *chamber* dan setelah cairan fase pengembang sudah mencapai tanda batas dari lempeng, maka ambil lempeng dari *chamber* dan keringkan. Cari titik-titik di lempeng dengan pembacaan pada alat KLT-densitometri, kriteria awal penerimaan yaitu nilai R_f dari titik sampel sesuai dengan titik yang ada pada larutan standar (USP, 2018). Jika terdapat nilai R_f yang sama pada nilai tertentu, maka perlunya dilakukan uji kemurnian dari masing-masing sampel untuk mengetahui benar adanya kandungan piroksikam pada sampel yang dideteksi.

3.9 Perbandingan Penetapan Kadar pada Kertas Sensor (*Paper Microzone Plates*) dengan Metode KLT-Densitometri

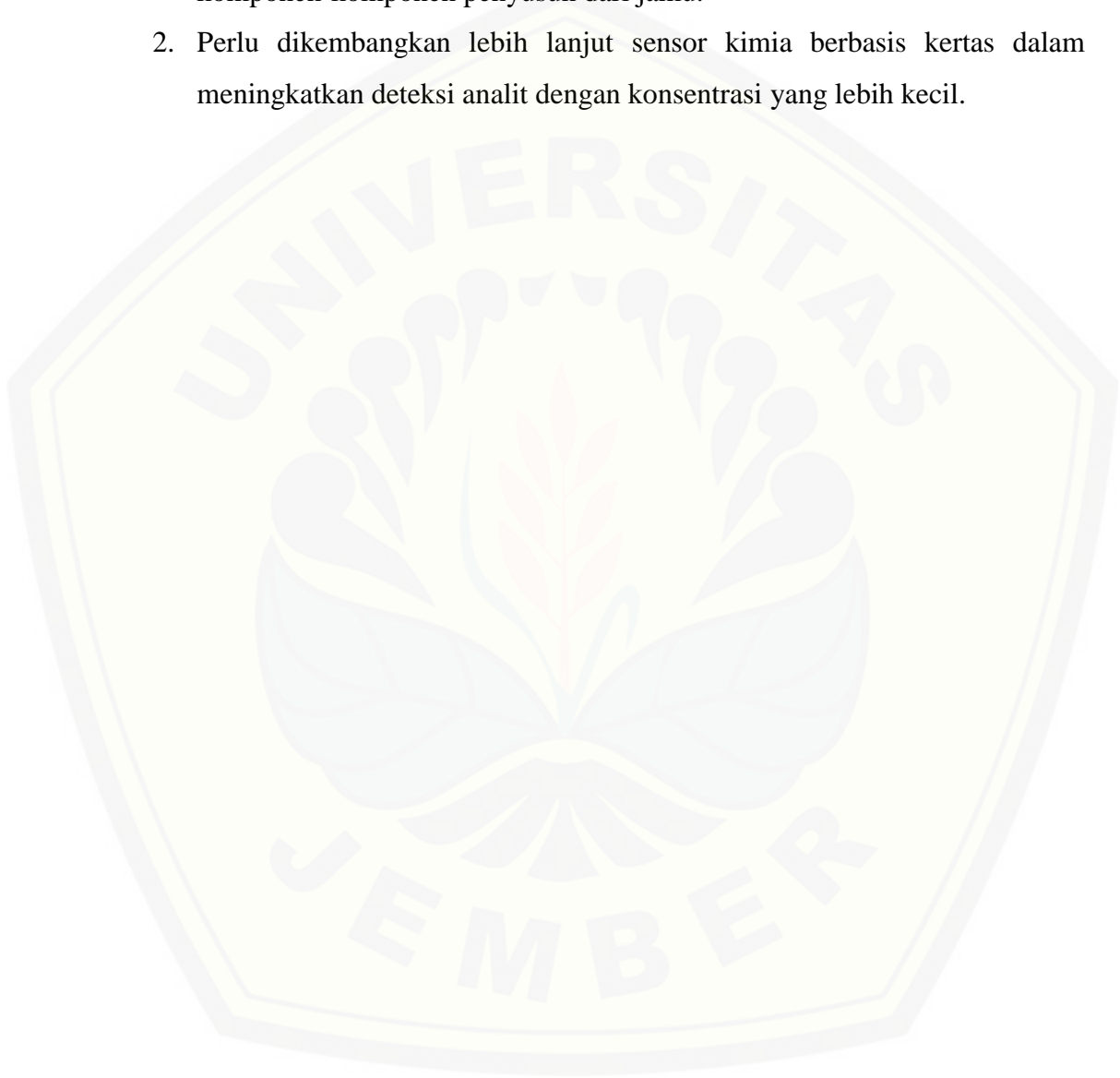
Pada penelitian ini menggunakan sampel jamu pegal linu yang beredar bebas di masyarakat yaitu sampel jamu pegal A, B, C, D dan E. Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang jamu pegal linu seberat 0,01 g kemudian dicampur dengan 5 ml etanol 70%. Diultrasonik 30 menit, setelah itu tambahkan sampai tanda batas 10 ml kemudian disaring dan filtratnya di tampung.

Pengujian menggunakan metode kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) dilakukan dengan meneteskan sampel pada lingkaran kerja kemudian dilakukan pengukuran $\Delta Mean Green$. Dari hasil nilai pembacaan $\Delta Mean Green$ dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi piroksikam yang terdapat pada sampel. Pada pengujian KLT-densitometri dilakukan dengan mengukur area dari sampel, Dari hasil nilai area yang diperoleh dapat digunakan untuk mengetahui konsentrasi piroksikam yang ada pada sampel uji. Hasil nilai konsentrasi pada pembacaan kertas sensor (*Paper Microzone Plates*) dibandingkan dengan hasil yang didapat dari pembacaan metode KLT-densitometri yang kemudian dibandingkan dengan metode uji T-Tes. Kedua metode dapat dikatakan tidak berbeda signifikan apabila nilai hasil uji T-Test bernilai 0,05 (Dahlan, 2006).

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini adalah :

1. Perlu dikembangkan lebih lanjut sensor kimia berbasis kertas dengan reagen yang lebih spesifik terhadap analit tanpa terganggu oleh adanya komponen-komponen penyusun dari jamu.
2. Perlu dikembangkan lebih lanjut sensor kimia berbasis kertas dalam meningkatkan deteksi analit dengan konsentrasi yang lebih kecil.



DAFTAR PUSTAKA

- Akhtar, M.S., Z. Khan, M. N. Mushtaq, dan M.S. Akhtar. 2016. *Comparative evaluation of analgesic, anti-inflammatory and anti-pyretic effects of synthetic derivatives of organoantimony (v) ferrocenyl benzoate with piroxicam. Bangladesh Pharmaceutical Journal* 19(1):15–24.
- Alarfaj, N.A., S.A. Altamimi, dan L.Z. Almarshady. 2009. *Spectrophotometric determination of mefenamic acid in pharmaceutical preparations. Asian Journal of Chemistry* 21(1):216–226.
- Azmi, S. dan B. Iqbal. 2009. Spectrophotometric determination of piroxicam via chelation with fe (iii) in commercial dosage forms. *Journal of the Chinese Chemical Society* (56):1083–1091.
- Baldini, F., A. N. N. Chester, J. Homola, dan S. Martellucci. 2006. *Optical Chemical Sensors*. Italy: Springer International Publishing.
- Carrilho, E., S. T. Phillips, S. J. Vella, A. W. Martinez, dan G. M. Whitesides. 2009. Paper microzone plates. *Analytical Chemistry*. 81(15): 5990–98.
- Cusano, A., M. Giordano, A. Cutolo, dan A. Francisco J. 2013. *Optochemical Nanosensors*. London: CRC press.
- Dahlan, S. 2004. *Statistika untuk kedokteran dan kesehatan*. Edisi I. Jakarta: Bina Mitra Press.
- Dirgantara, V. S. dan N. Andarini. 2014. Identifikasi kualitatif bahan analgesik pada jamu. *Berkala Sainstek* II(1):42–48.
- Eggins, B. R. 1996. *Biosensor an Introduction*. New York: John Wiley and Sons.
- Ferreira, T. A. dan W. Rasband. 2010. *The ImageJ user guide*. Mayland: ImageJ Publisher.

- Nusantara, G. 2003. *Panduan praktis cetak sablon*. Depok: PT Kawan Pustaka.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian* 117(33):117–135.
- Hirjani, H., M. Mudasir, dan H. D. Pranowo. 2018. Prediction of high performance liquid chromatography retention time for some organic compounds. *Acta Chimica Asiana* 1(1):24.
- Huber, L. 2007. *Validation and Qualification in Analytical Laboratories. Second Edition*. New York: Informa Healthcare USA, Inc.
- Kartika, A. S. 2016. *Pengembangan sensor kolorimetri untuk deteksi deksametason pada jamu pegal linu di pasaran*. Jember: Universitas Jember.
- Kormosh, Z.A., I.P. Hunka, dan Y.R. Bazel. 2011. Spectrophotometric determination of piroxicam. *Journal of Analytical Chemistry*. 66(4): 378–383.
- Kuswandi, B. 2010. *Sensor kimia teori, praktek, dan aplikasi*. Jember: Jember University Press.
- Lampiran Obat Tradisional Mengandung Bahan Kimia Obat. 2017. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan.
- Kumar, R.V., A. Madhukar, Y. Sanjeeva, S.G. Navalgund, dan K.U. Mahesh. 2010. Analytical method development and validation of piroxicam by rp-hplc. *Der Pharmacia Lettre* 2(2): 217–222.
- Manafe, D. 2016. *BPOM Musnahkan Obat Tradisional Ilegal Senilai Rp 7,3 Miliar*. [www. Beritasatu.Com/kesehatan/401186-bpom-musnahkan-obat-tradisional-ilegal-senilai-rp-73-miliar.Html](http://www.Beritasatu.Com/kesehatan/401186-bpom-musnahkan-obat-tradisional-ilegal-senilai-rp-73-miliar.Html). [Diakses pada 24 Juli 2018].
- Mulyani, S. dan T. Laksana. 2011. Analisis flavonoid dan tannin dengan metode mikroskopi-mikroskimiawi. *Majalah Obat Tradisional* 16(3):109–114.

Oktora, L. dan R. Kumala. 2006. *Pemanfaatan obat tradisional dan keamanannya. Majalah Ilmu Kefarmasian III(1):1-7.*

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 tahun 2012. *Registrasi Obat Tradisional.* 2012. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia.

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2014. *Persyaratan Mutu Obat Tradisional.* 2014. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia.

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor : 003/MENKES/PER/I/2010. 2010. Kementrian Kesehatan Republik Indo.

Rogers, K. 1998. Terms in instrumentation and sensor technology. instrumentation and sensors for the food industry. *Woodhead Publishing Ltd.* 673-691.

Reinking, L. 2007. *ImageJ Basics.* Mayland: ImageJ Press.

Sabrina, A., S. Wonorahardjo, dan N. Zakia. 2012. *Perbandingan metode spektrofotometri uv-vis dan kckt (kromatografi cair kinerja tinggi) pada analisis kadar asam benzoat dan kafein dalam teh kemasan.* Universitas Negeri Malang 1(1): 1-12.

Sholikha, M. dan D. Anggraini. 2012. *Analisis fenilbutazon dalam jamu pegal linu yang beredar.* *Saintech Farma* 9(1): 21-24.

Sri, A. dan T. Azizah. 2004. *Studi aktivitas daya analgetik jamu pegel linu.* *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi* 5:21-32.

Sweetman, S. C. 2009. *Martindale: the complete drug reference.* Edisi ke-36. London: Pharmaceutical Press.

USP. 2018. *USP 40 - NF 35.* Edisi 40. Maryland: USP.

- Wahyuni, S. A. dan T. A. Sujono. 2004. *Studi aktivitas daya analgetik jamu pegel linu. Jurnal Penelitian Sains Dan Teknologi* 5(1):21–32.
- Wirastuti, A., A. A. Dahlia, dan A. Najib. 2016. *Pemeriksaan kandungan bahan kimia obat (BKO) prednison pada beberapa sediaan jamu rematik. Jurnal Fitofarmaka Indonesia.* 3(1):130–134.
- Wulandari L., Y. Retnaningtyas, dan D. Mustafidah. 2013. Development and method validation densitometry thin layer and ephedrinehydrochloride in tablet. *JKTI* 15(1):15-21.
- Yuwono, M dan G. Indriyanto. 2005. *Validation of chromatographic method of analysis. Profiles of substances, excipients, and related methodology* 32(1):243-259.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Optimasi Konsentrasi Reagen

konsentrasi FeCl ₃	Blanko	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean green	ΔMean green	SD (%)	RSD (%)
1%	239,448	225,919	225,789	226,189	225,966	13,482	20,40	0,09
5%	236,928	216,715	216,532	215,598	216,282	20,646	59,91	0,28
10%	234,877	209,894	210,652	210,058	210,201	24,676	39,88	0,19

Contoh perhitungan Δ Mean Green konsentrasi 1%

Mean Green konsentrasi 1%

- $$\begin{aligned} \text{Mean Green pH 3} &= \frac{\text{Replikasi 1} + \text{Replikasi 2} + \text{Replikasi 3}}{3} \\ &= \frac{225,919 + 225,789 + 226,189}{3} \\ &= 225,966 \end{aligned}$$

Δ Mean Green konsentrasi 1%

- $$\begin{aligned} \Delta \text{Mean Green} &= \text{Mean Green Blanko FeCl}_3 1\% - \text{Mean Green FeCl}_3 1\% \\ &= 239,448 - 225,966 \\ &= 13,482 \end{aligned}$$

LAMPIRAN 2. Optimasi Volume Reagen dan Sampel

Volume	Blanko	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean green	ΔMean green	SD (%)	RSD (%)
2μl:2μl	234,877	209,894	210,652	210,058	210,201	24,676	39,88	0,19
4μl:4μl	236,328	198,019	197,115	197,927	197,687	38,641	49,75	0,25
6μl:6μl	235,661	189,102	188,959	189,662	189,241	46,420	37,15	0,20
8μl:8μl	245,813	227,249	226,628	225,958	226,612	19,201	64,57	0,28
10μl:10μl	247,66	222,597	225,067	222,628	223,431	24,229	141,72	0,63

Contoh perhitungan Δ Mean Green volume 2μl:2μl

Mean Green konsentrasi 1%

- $$\begin{aligned} \text{Mean Green volume 2}\mu\text{l:2}\mu\text{l} &= \frac{\text{Replikasi 1} + \text{Replikasi 2} + \text{Replikasi 3}}{3} \\ &= \frac{209,894 + 210,652 + 210,058}{3} \\ &= 210,201 \end{aligned}$$

Δ Mean Green konsentrasi 1%

- $$\begin{aligned} \Delta \text{Mean Green} &= \text{Mean Green Blanko Vol. 2}\mu\text{l:2}\mu\text{l} - \text{Mean Green Vol. 2}\mu\text{l:2}\mu\text{l} \\ &= 234,877 - 210,201 \end{aligned}$$

$$= 24,676$$

LAMPIRAN 3. Optimasi Konsentrasi Standart piroksikam

konsentrasi (ppm)	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean green	Δ Mean green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	245,59	244,383	244,932	245,297	245,051			
1	244,833	244,866	244,831	244,871	244,850	0,200	2,12	0,01
10	244,619	244,631	244,605	244,562	244,604	0,446	3,01	0,01
100	239,581	239,802	239,961	239,981	239,831	5,219	18,51	0,08
1000	206,024	207,951	206,721	206,362	206,765	38,286	84,06	0,41

Contoh perhitungan Δ Mean Green konsentrasi 1ppm

Mean Green konsentrasi 1 ppm

- $$\begin{aligned} \text{Mean Green konsentrasi 1 ppm} &= \frac{\text{Rep 1} + \text{Rep 2} + \text{Rep 3} + \text{Rep 4}}{4} \\ &= \frac{244,833 + 244,866 + 244,831 + 244,871}{4} \\ &= 244,850 \end{aligned}$$

Δ Mean Green konsentrasi 1ppm

- $$\begin{aligned} \Delta \text{ Mean Green} &= \text{Mean Green Blanko 1ppm} - \text{Mean Green 1ppm} \\ &= 245,051 - 244,850 \\ &= 0,200 \end{aligned}$$

LAMPIRAN 3. Optimasi pH



pH	Blanko	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean green	Δ Mean green	SD (%)	RSD (%)
3	241,985	205,117	206,121	205,509	206,825	205,893	36,092	74,62	0,36
4	246,666	206,264	206,521	205,861	207,687	206,583	40,083	78,44	0,38
5	247,749	208,527	209,966	209,708	207,908	209,027	38,722	97,43	0,47
6	249,272	212,872	212,470	213,538	211,139	212,505	36,767	101,14	0,48
7	248,178	212,889	211,181	212,104	210,990	211,791	36,387	87,89	0,41
8	248,419	211,599	211,452	210,766	211,310	211,282	37,137	36,35	0,17
9	246,995	216,676	215,991	216,299	217,450	216,604	30,391	62,97	0,29

Contoh perhitungan Δ Mean Green pH 3

Mean Green pH 3

- $$\begin{aligned} \text{Mean Green pH 3} &= \frac{\text{Replikasi 1} + \text{Replikasi 2} + \text{Replikasi 3} + \text{Replikasi 4}}{4} \\ &= \frac{204,564 + 207,124 + 205,009 + 206,875}{4} \\ &= 205,893 \end{aligned}$$

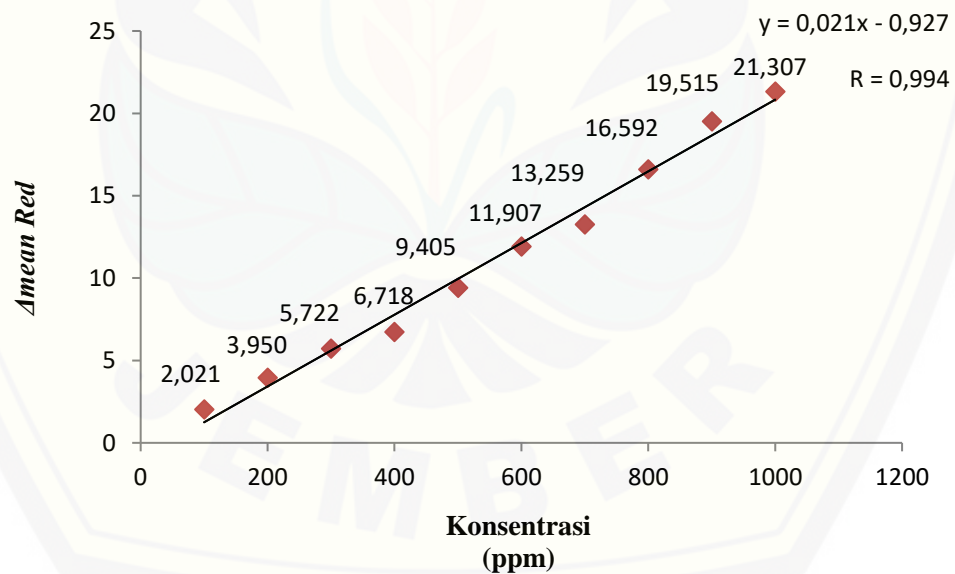
Δ Mean Green pH 3

- $$\begin{aligned} \Delta \text{ Mean Green pH 3} &= \text{Mean Green Blanko pH 3} - \text{Mean Green pH 3} \\ &= 241,985 - 205,893 \\ &= 36,092 \end{aligned}$$

LAMPIRAN 4. Pemilihan Warna Sensor Menggunakan program *ImageJ*

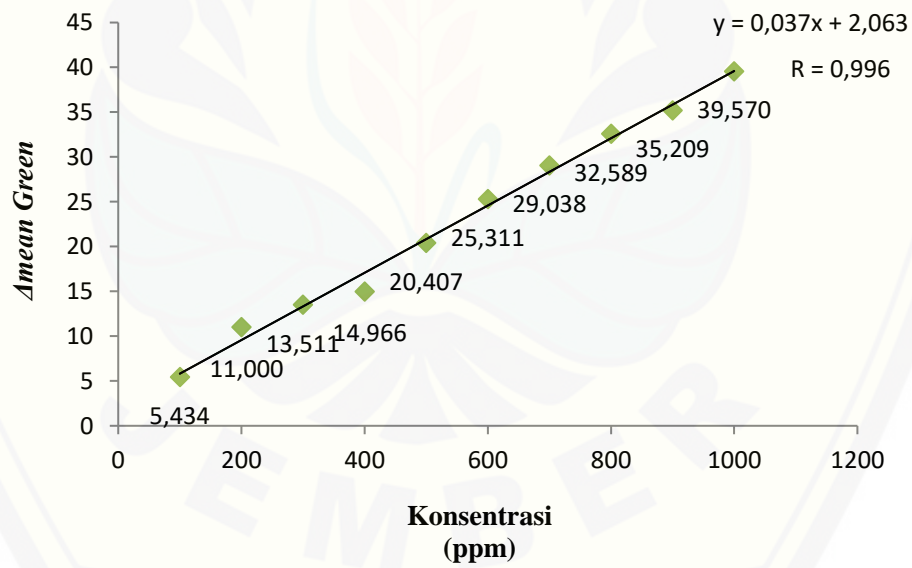
1. Red

Konsentrasi (ppm)	<i>Mean Red</i>	Δ <i>Mean Red</i>
Blanko	247,835	
100	245,814	2,021
200	243,885	3,950
300	242,113	5,722
400	241,117	6,718
500	238,430	9,405
600	235,928	11,907
700	234,576	13,259
800	231,243	16,592
900	228,320	19,515
1000	226,528	21,307



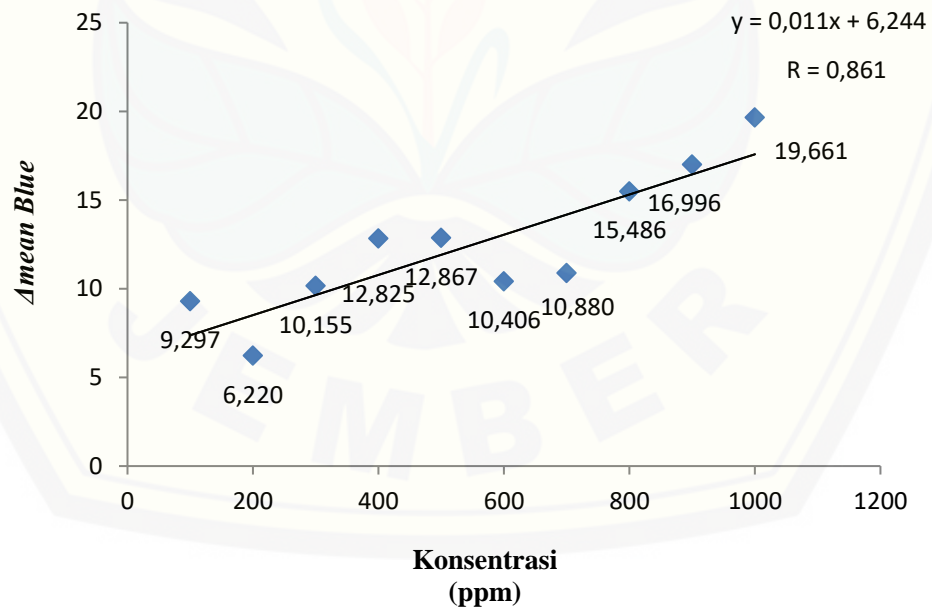
2. Green

Konsentrasi (ppm)	Mean Green	Δ Mean Green
Blanko	245,807	
100	240,373	5,434
200	234,807	11,000
300	232,296	13,511
400	230,841	14,966
500	225,400	20,407
600	220,496	25,311
700	216,769	29,038
800	213,218	32,589
900	210,598	35,209
1000	206,237	39,570



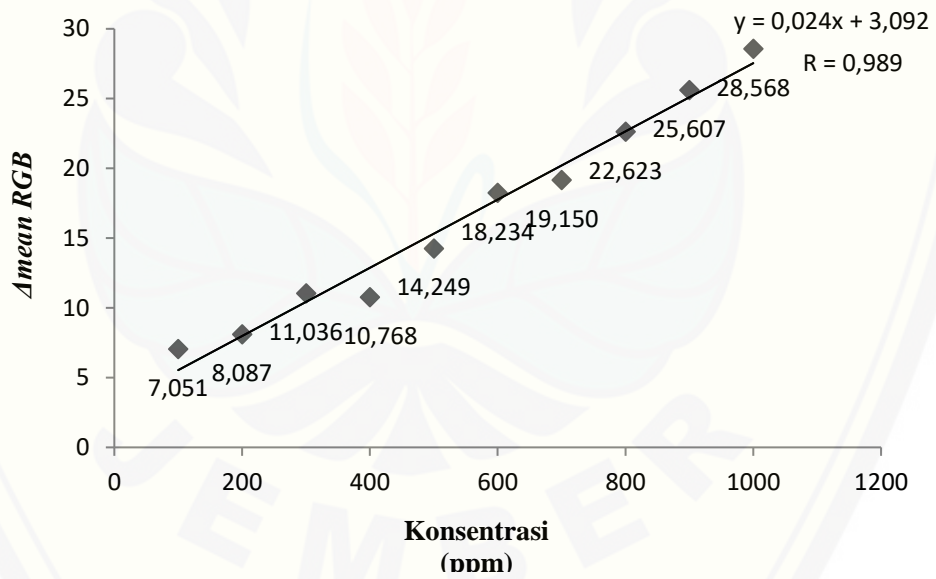
3. Blue

Konsentrasi (ppm)	Mean Blue	Δ Mean Blue
Blanko	228,345	
100	219,048	9,297
200	222,125	6,220
300	218,190	10,155
400	215,521	12,825
500	215,478	12,867
600	217,939	10,406
700	217,465	10,880
800	212,859	15,486
900	211,350	16,996
1000	208,685	19,661



4. RGB

Konsentrasi (ppm)	Mean RGB	Δ Mean RGB
Blanko	242,380	
100	235,329	7,051
200	234,293	8,087
300	231,344	11,036
400	231,612	10,768
500	228,131	14,249
600	224,146	18,234
700	223,231	19,150
800	219,757	22,623
900	216,773	25,607
1000	213,812	28,568



LAMPIRAN 5. Penentuan Waktu Respon

Menit	Blanko	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	<i>Mean green</i>	<i>ΔMean green</i>	SD (%)	RSD (%)
0	246,160	205,871	206,871	205,351	205,701	205,949	40,211	65,20	0,32
1	246,160	207,754	208,259	209,212	209,127	208,588	37,572	70,33	0,34
2	246,160	210,773	210,540	209,871	209,351	210,134	36,026	64,69	0,31
3	246,160	209,701	208,754	210,127	210,778	209,840	36,320	84,87	0,40
4	246,160	206,871	206,951	207,189	207,064	207,019	39,141	13,84	0,07
5	246,160	206,871	207,351	206,589	207,168	206,995	39,165	33,51	0,16
6	246,160	206,162	206,172	206,870	207,069	206,568	39,591	47,04	0,23
7	246,160	207,871	206,351	206,489	207,056	206,942	39,218	69,05	0,33
8	246,160	210,770	210,540	209,212	209,426	209,987	36,173	78,19	0,37
9	246,160	210,573	210,540	211,215	210,525	210,713	35,446	33,51	0,16
10	246,160	210,212	210,127	209,253	209,127	209,680	36,480	56,89	0,27
11	246,160	210,773	210,540	211,212	210,423	210,737	35,423	34,85	0,17
12	246,160	210,212	210,127	209,243	209,124	209,677	36,483	57,24	0,27
13	246,160	210,773	210,540	209,212	209,543	210,017	36,143	75,67	0,36
14	246,160	210,745	210,540	211,282	210,394	210,740	35,419	38,88	0,18
15	246,160	210,827	210,757	209,254	210,644	210,371	35,789	74,81	0,36
16	246,160	210,745	210,540	211,212	210,465	210,741	35,419	33,59	0,16
17	246,160	210,173	209,512	209,127	210,773	209,896	36,263	72,68	0,35
18	246,160	212,354	213,217	213,212	212,127	212,728	33,432	56,99	0,27
19	246,160	211,247	209,212	210,129	210,773	210,340	35,819	88,07	0,42
20	246,160	212,540	213,287	212,123	213,257	212,802	33,358	56,92	0,27
21	246,160	213,883	212,596	213,053	212,836	213,092	33,068	55,94	0,26
22	246,160	211,880	213,315	213,154	212,876	212,806	33,353	64,36	0,30
23	246,160	210,773	210,540	211,212	210,127	210,663	35,497	45,31	0,22
24	246,160	214,223	214,687	215,399	215,523	214,958	31,202	61,30	0,29
25	246,160	210,703	210,540	209,254	210,127	210,156	36,004	64,84	0,31
26	246,160	210,951	210,148	209,212	209,854	210,041	36,118	72,15	0,34
27	246,160	210,773	210,540	211,204	210,127	210,661	35,499	44,99	0,21
28	246,160	211,504	210,773	210,540	212,212	211,257	34,902	75,75	0,36
29	246,160	210,127	210,745	210,540	211,234	210,662	35,498	46,01	0,22
30	246,160	210,145	211,212	210,127	211,841	210,831	35,328	84,29	0,40



LAMPIRAN 6. Stabilitas**Suhu Ruang**

Hari	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	<i>Mean green</i>	Blanko	Δ <i>Mean green</i>	Penurunan (%)	SD (%)	RSD (%)
0	204,362	205,757	204,293	204,293	204,676	243,713	39,037			
1	203,362	203,257	202,293	203,47	203,096	243,313	40,218	2,289	54,20	0,27
2	203,979	201,949	201,393	202,377	202,425	242,021	39,597	0,710	111,19	0,55
5	204,846	203,955	204,968	204,984	204,688	242,937	38,249	-2,718	49,27	0,24
6	204,657	205,52	205,138	205,828	205,286	242,652	37,366	-4,963	50,53	0,25
7	205,105	205,737	204,186	205,991	205,255	242,789	37,534	-5,807	80,40	0,39
8	206,792	205,718	206,318	206,875	206,426	243,533	37,107	-5,622	53,18	0,26
9	207,566	206,458	205,499	206,126	206,412	243,366	36,954	-6,648	86,59	0,42
12	205,849	206,246	206,437	205,961	206,123	242,323	36,200	-7,930	26,77	0,13
13	204,822	206,475	205,281	204,871	205,362	241,203	35,841	-8,843	76,99	0,37
14	205,137	205,989	204,789	204,326	205,060	242,014	36,954	-6,012	70,27	0,34
15	205,216	206,012	206,251	205,36	205,710	241,854	36,144	-8,071	50,01	0,24
16	205,144	206,631	206,55	206,014	206,085	240,789	34,704	-11,097	68,43	0,33
19	205,167	206,764	207,072	206,241	206,311	240,589	34,278	-12,817	83,63	0,41
21	206,996	206,711	205,943	207,597	206,812	240,711	33,899	-13,781	68,69	0,33
22	207,628	206,976	207,929	208,091	207,656	240,855	33,199	-15,562	49,23	0,24

Suhu Lemari Es

Hari	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean Green	Blanko	Δ Mean Green	Penurunan (%)	SD (%)	RSD (%)
0	205,768	206,078	205,871	205,351	205,767	244,749	38,982			
1	205,512	206,450	206,8300	205,849	206,160	244,347	38,187	-2,04	59,15	0,29
2	206,095	207,046	205,696	205,849	206,172	243,476	37,305	-5,59	60,57	0,29
5	206,855	205,484	205,783	205,065	205,797	241,730	35,933	-5,90	76,45	0,37
6	203,339	204,322	203,604	204,597	203,966	240,210	36,245	-7,02	59,13	0,29
7	202,766	203,296	203,706	204,993	203,69	242,893	39,203	-0,08	94,99	0,47
8	203,193	203,653	202,308	201,743	202,724	241,029	38,305	-1,74	85,99	0,42
9	204,376	205,119	204,132	204,338	204,491	241,341	36,850	-5,47	43,20	0,21
12	205,005	206,204	206,908	206,615	206,183	243,564	37,381	-6,03	83,67	0,41
13	207,088	207,920	208,984	208,473	208,116	242,308	34,192	-9,08	81,16	0,39
14	206,376	206,809	207,406	207,273	206,966	242,714	35,748	-7,66	46,93	0,23
15	205,265	206,562	205,819	207,267	206,228	242,113	35,885	-8,59	87,29	0,42
16	207,341	206,677	207,900	206,604	207,133	242,360	35,227	-9,63	61,50	0,30
19	208,353	207,820	207,636	206,936	207,686	242,790	35,104	-9,95	58,53	0,28
21	207,606	207,222	207,058	206,771	207,164	242,235	35,071	-11,32	34,85	0,17
22	207,429	206,440	206,510	207,450	206,957	241,937	34,980	-10,27	55,77	0,27
23	207,801	207,454	206,314	207,071	207,160	241,356	34,196	-12,28	63,80	0,31
26	207,928	207,671	206,899	207,113	207,403	240,937	33,534	-13,98	47,80	0,23
27	209,313	208,468	208,652	209,421	208,964	240,804	31,841	-18,32	47,40	0,23

Contoh perhitungan % penurunan

% penurunan = $\frac{(\Delta \text{Mean Green hari 1} - \Delta \text{Mean Green hari 0})}{\Delta \text{Mean Green hari 0}} \times 100\%$

$$= \frac{(38,187 - 38,982)}{38,982} \times 100\% = -2,040\%$$

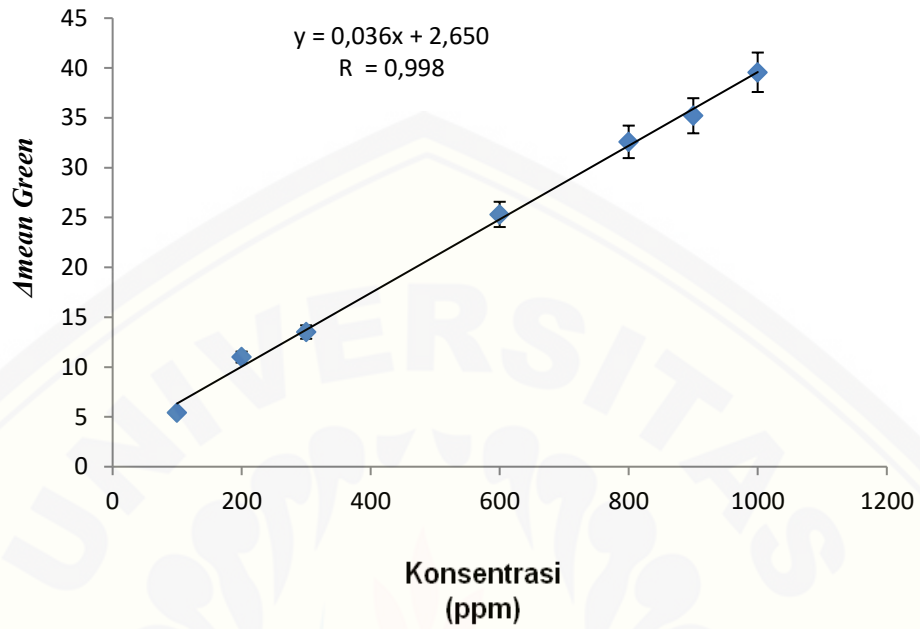
LAMPIRAN 7. Linieritas

- Gambar Linieritas.

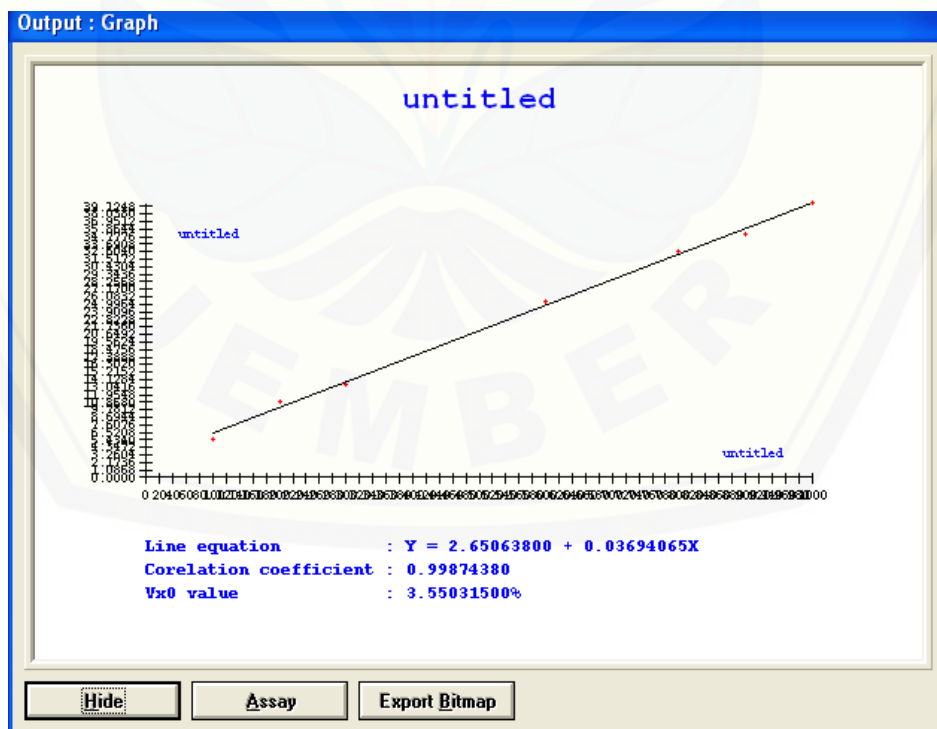


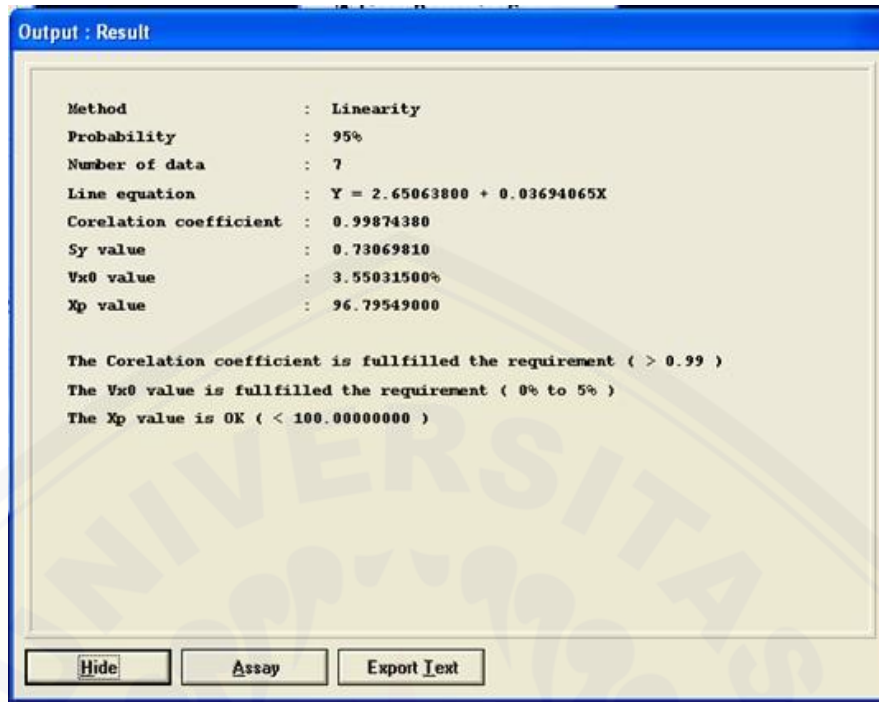
- Tabel Linieritas

Konsentrasi	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean Green	Δ Mean Green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	245,259	245,862	246,301	245,807			
100	240,135	240,451	240,534	240,373	5,434	21,05	0,09
200	234,673	234,631	235,118	234,807	11,000	26,99	0,11
300	231,882	232,328	232,679	232,296	13,511	39,94	0,17
600	220,389	220,464	220,634	220,496	25,311	12,55	0,06
800	213,049	214,015	212,591	213,218	32,589	72,69	0,34
900	210,595	209,934	211,264	210,598	35,209	66,50	0,32
1000	206,089	207,171	205,451	206,237	39,570	86,95	0,42



- Hasil pembacaan pada Validation of Method Analysis (VMA)





- Hasil analisa Uji ANOVA.

<i>Regression Statistics</i>	
Multiple R	0,998743393
R Square	0,997488364
Adjusted R Square	0,996986037
Standard Error	19,75803581
Observations	7

ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Significance F</i>
Regression	1	775191	775190,9572	1985,73441	1,07E-07
Residual	5	1951,9	390,3799791		
Total	6	777142,9			

	Coefficients	Standard Error	t Stat	P-value
Intercept	-70.1827126	15.93583532	-4.404081194	0.006995136
X Variable 1	27.0026502	0.605962586	44.56157997	1,074386E-07

	Lower 95%	Upper 95%	Lower 95,0%	Upper 95,0%
	-111,147	-29,2183	-111,147	-29,2183
	25,44497	28,56033	25,44497	28,56033

LAMPIRAN 8. LOD dan LOQ

Konsentrasi	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean Green	Δ Mean Green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	245,259	245,862	246,301	245,807			
100	240,135	240,451	240,534	240,373	5,434	21,05	0,09
200	234,673	234,631	235,118	234,807	11,000	26,99	0,11
300	231,882	232,328	232,679	232,296	13,511	39,94	0,17
600	220,389	220,464	220,634	220,496	25,311	12,55	0,06
800	213,049	214,015	212,591	213,218	32,589	72,69	0,34
900	210,595	209,934	211,264	210,598	35,209	66,50	0,32
1000	206,089	207,171	205,451	206,237	39,570	86,95	0,42

- Hasil pembacaan pada Validation of Method Analysis (VMA)

Data Input

Number of data : 7

Unit :

X Value : 1000

Y Value : 39.57

<< < 7 > >>

Output : Result

Method : DL - QL

Number of data : 7








DL value : 96.77932000 ██████████

QL value : 290.33800000 ██████████

Hide Export Text

LAMPIRAN 9. Selektivitas

1. Antalgin






Gambar	Penambahan Analit	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,197	245,306				
		245,289					
		245,431					
	Standart Piroksikam 700 ppm	215,522	215,501	29,805		57,28	0,27
		216,063					
		214,918					
	Piroksikam+Antalgin (700:700 ppm) (1:1)	215,754	216,288	29,018	2,64	58,31	0,27
		216,910					
		216,199					
	Piroksikam+Antalgin (700:7000 ppm) (1:10)	215,917	215,537	29,769	0,12	62,08	0,29
		216,466					
		215,227					
	Piroksikam+Antalgin (700:17.500 ppm) (1:25)	216,063	215,828	29,478	1,10	46,34	0,21
		216,666					
		215,755					
	Piroksikam+Antalgin (700:35.000 ppm) (1:50)	217,120	216,449	28,857	3,18	33,75	0,16
		216,445					
		216,781					
	Piroksikam+Antalgin (700:70.000 ppm) (1:100)	211,832	212,532	32,773	9,60	60,70	0,29
		212,907					
		212,858					

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar + matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(29,805 - 29,018)}{29,805} \times 100\% \\ &= 2,64 \% \end{aligned}$$

2. Asam Mefenamat






Gambar	Penambahan Analit	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,011	245,265				
		245,699					
		245,084					
	Standart Piroksikam 700 ppm	216,321	216,379	28,886			
		216,727					
		216,088					
	Piroksikam + Asam mefenamat (700:700 ppm) (1:1)	216,559	216,103	29,161	0,95	54,40	0,25
		216,250					
		215,501					
	Piroksikam + Asam mefenamat (700 :7.000 ppm) (1:10)	219,332	219,162	26,103	9,64	39,17	0,18
		218,714					
		219,440					
	Piroksikam + Asam mefenamat (700:70.000 ppm) (1:100)	222,465	223,014	22,251	22,97	53,55	0,46
		223,042					
		223,535					

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar} + \text{matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(29,161 - 28,886)}{28,886} \times 100\% \\ &= 0,95 \% \end{aligned}$$

3. Fenilbutazon






Gambar	Penambahan Analit	Replikasi	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,255	244,597				
		245,105					
		243,431					
	Standart Piroksikam 700 ppm	215,047	215,176	29,421			
		215,005					
		215,476					
	Piroksikam+Fenilbutazon (700:700 ppm) (1:1)	215,688	215,874	28,723	2,37	17,69	0,08
		216,040					
		215,895					
	Piroksikam+Fenilbutazon (700 :7,000 ppm) (1:10)	215,854	215,355	29,242	0,61	48,11	0,22
		214,894					
		215,317					
	Piroksikam+Fenilbutazon (700 :70,000 ppm) (1:10)	214,024	214,317	30,28	2,92	67,84	0,32
		215,371					
		214,557					

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar} + \text{matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(29,421 - 28,72)}{29,421} \times 100\% \\ &= 2,37 \% \end{aligned}$$

4. Na-diklofenak

Gambar	Penambahan Analit	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,491 245,547 245,649	245,562				
	Standart Piroksikam 700 ppm	215,708 215,905 216,111	215,908	29,654			
	Piroksikam + Na-diklofenak (700 :700 ppm) (1:1)	216,750 215,683 216,477	216,303	29,259	1,33	55,43	0,26
	Piroksikam + Na-diklofenak (700 :1,750 ppm) (1:2,5)	216,107 215,117 215,804	215,676	29,886	2,59	50,73	0,24
	Piroksikam + Na-diklofenak (700 :3,500 ppm) (1:5)	214,776 215,421 214,910	215,036	30,527	2,94	34,04	0,16
	Piroksikam + Na-diklofenak (700 :7.000 ppm) (1:10)	213,361 213,382 214,227	213,657	31,906	7,06	49,40	0,23
	Piroksikam + Na-diklofenak (700 :70.000 ppm) (1:100)	202,896 202,386 203,842	203,041	42,521	30,26	73,88	0,36

Contoh perhitungan % Inteferensi :








$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar + matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

Δ Mean Green Standar

$$\% \text{ Inteferensi (1:1)} = \frac{(29,654 - 29,259)}{29,654} \times 100\%$$

$$= 1,33 \%$$

5. Parasetamol






Gambar	Penambahan Analit	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	246,337 245,497 245,507	245,780				
	Standart Piroksikam 700 ppm	215,619 216,720 216,644	216,328	29,452			
	Piroksikam + Paracetamol (700 :700 ppm) (1:1)	215,609 216,606 216,849	216,688	29,092	1,22	65,71	0,30
	Piroksikam +Paracetamol (700 :7.000 ppm) (1:10)	217,012 216,32 216,063	216,132	29,649	0,67	49,08	0,23
	Piroksikam + Paracetamol (700:17.500 ppm) (1:25)	215,700 215,76 214,766	215,575	30,205	2,55	55,74	0,26
	Piroksikam + Paracetamol (700:35.000 ppm) (1:50)	216,012 215,203 215,209	215,408	30,372	3,12	46,54	0,22
	Piroksikam + Paracetamol (700 :70.000 ppm) (1:100)	213,306 212,419 212,024	212,583	33,197	12,71	65,65	0,31

Contoh perhitungan % Inteferensi

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar} + \text{matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(29,453 - 29,092)}{29,453} \times 100\% \\ &= 1,22 \% \end{aligned}$$

6. Jamu Pegal Linu X






Gambar	Penambahan Jamu Pegal Linu X	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,764 245,784 245,784	245,777				
	Standart Piroksikam 700 ppm	216,658 216,399 216,148	216,402	29,376			
	Piroksikam+Jamu X (700:700 ppm) (1:1)	216,139 215,073 215,596	215,603	30,175	1,60	53,30	0,25
	Piroksikam+Jamu X (700:7.000 ppm) (1:10)	199,164 200,664 199,907	199,912	45,866	56,62	75,00	0,38
	Piroksikam+Jamu X (700 :70.000 ppm) (1:100)	175,502 175,079 175,195	175,259	70,519	141,28	21,86	0,12

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar} + \text{matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(29,588 - 29,122)}{29,122} \times 100\% \\ &= 1,60 \% \end{aligned}$$

7. Jamu Pegal Linu Y






Gambar	Penambahan Jamu Pegal Linu Y	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	246,986	246,066				
		245,689					
		245,524					
	Standart Piroksikam 700 ppm	216,778	216,86	29,206			
		216,914					
		216,888					
	Piroksikam + Jamu Y (700:700 ppm) (1:1)	215,612	215,939	30,127	3,15	29,48	0,14
		216,184					
		216,022					
	Piroksikam + Jamu Y (700:7.000 ppm) (1:10)	205,674	205,722	40,344	33,91	18,77	0,09
		205,929					
		205,563					
	Piroksikam + Jamu Y (700:70.000 ppm) (1:100)	154,553	154,979	91,088	125,78	48,33	0,31
		154,879					
		155,504					

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$$\% \text{ Inteferensi} = \frac{(\Delta \text{Mean Green Standar} + \text{matriks} - \Delta \text{Mean Green Standar})}{\Delta \text{Mean Green Standar}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Inteferensi (1:1)} &= \frac{(30,127 - 29,206)}{29,206} \times 100\% \\ &= 3,15 \% \end{aligned}$$

8. Jamu Pegal Linu Z

Gambar	Penambaha Jamu Pegal Linu Z	Replikasi	Mean Green	Δ Mean Green	% Intererensi	SD (%)	RSD (%)
	Blanko	245,504 244,761 245,630	245,298				
	Standart Piroksikam 700 ppm	217,076 216,310 215,924	216,437	28,862			
	Piroksikam+Jamu Z (700:700 ppm) (1:1)	216,510 215,880 216,018	216,136	29,162	1,04	33,12	0,15
	Piroksikam+Jamu Z (700:7.000 ppm) (1:10)	199,652 200,689 199,160	199,834	45,465	59,84	78,05	0,39
	Piroksikam+Jamu Z (700:70.000 ppm) (1:100)	153,312 154,121 154,373	153,935	91,363	216,55	55,43	0,36

Contoh perhitungan % Inteferensi :

$(\Delta\text{Mean Green Standar + matriks} - \Delta\text{Mean Green Standar}) \times 100\%$

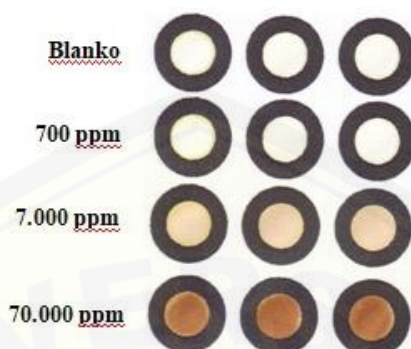
$\Delta\text{Mean Green Standar}$

% Inteferensi (1:1) = $\frac{(29,162 - 28,862)}{28,862} \times 100\%$

28,862

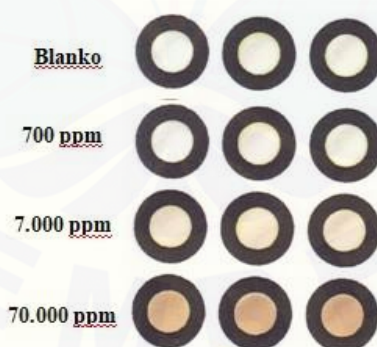
= 1,04 %

9. Jamu Pegal Linu X



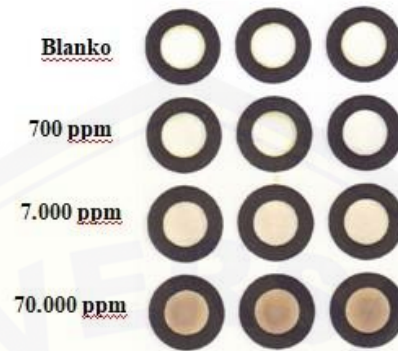
Konsentrasi Jamu Pegal Linu X	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean Green	Δ Mean Green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	247,292	247,780	247,263	247,445			
700 ppm	247,480	246,453	247,850	247,261	0,184	59,10	0,24
7.000 ppm	227,613	227,067	226,771	227,150	20,295	34,88	0,15
70.000 ppm	164,170	163,611	162,663	163,481	83,964	62,20	0,38

10. Jamu Pegal Linu Y



Konsentrasi Jamu Pegal Linu Y	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean Green	Δ Mean Green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	247,768	247,559	245,625	246,984			
700 ppm	245,633	245,228	247,782	246,214	0,770	137,27	0,56
7.000 ppm	209,120	208,944	209,856	209,309	37,675	48,25	0,23
70.000 ppm	111,338	109,549	109,588	110,158	136,826	102,18	0,93

11. Jamu Pegal Linu Z



Konsentrasi Jamu Pegal Linu Z	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean Green	Δ Mean Green	SD (%)	RSD (%)
Blanko	246,993	246,773	246,131	246,632			
700 ppm	245,672	245,520	246,188	245,793	0,839	35,01	0,14
7.000 ppm	228,183	227,385	228,083	227,884	17,910	43,47	0,19
70.000 ppm	175,951	176,611	174,951	175,838	52,046	83,58	0,48

LAMPIRAN 10. Presisi

- Perhitungan Presisi

Membuat standar induk piroksikam 1400 ppm dengan menimbang piroksikam sebanyak 140 mg → masukkan ke dalam labu ukur 100 mL → ad 100 mL ke dalam labu ukur sehingga diperoleh konsentrasi 1400 ppm.

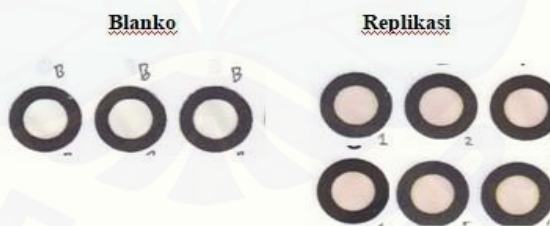
$$\frac{5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1400 \text{ ppm} = 700 \text{ ppm}$$

Menimbang sampel jamu pegal linu 0,01 g, masukkan labu ukur 10 mL → pipet 5 mL dari larutan induk piroksikam 1400 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL → ad sampai 10 mL.

- Hari ke 1



- Hari ke 2



- Hari ke 3



Hari Ke-1

Identitas	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	Kadar (ppm)	Kandungan 10 ml (μ g)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	243,710						
Replikasi 1	212,971	30,739	759,135	7591,350	0,008	0,0106	71,617
Replikasi 2	214,394	29,316	720,676	7206,760	0,007	0,0108	66,729
Replikasi 3	213,054	30,656	756,892	7568,920	0,008	0,0107	70,738
Replikasi 4	213,589	30,121	742,432	7424,320	0,007	0,0105	70,708
Replikasi 5	214,214	29,496	725,541	7255,410	0,007	0,0109	66,563
Replikasi 6	213,945	29,765	732,811	7328,110	0,007	0,0105	69,792
						Rata-rata kadar	69,358
						SD	2,179
						RSD	3,141%

Hari ke-2

Identitas	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	Kadar (ppm)	kandungan 10 ml (μ g)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	244,627						
Replikasi 1	214,944	29,683	730,595	7305,950	0,007	0,0108	67,648
Replikasi 2	213,735	30,892	763,270	7632,700	0,008	0,0105	72,692
Replikasi 3	213,729	30,898	763,423	7634,234	0,008	0,0109	70,039
Replikasi 4	212,844	30,783	760,324	7603,240	0,008	0,0105	72,412
Replikasi 5	215,399	29,228	718,297	7182,970	0,007	0,0104	69,067
Replikasi 6	214,141	30,486	752,297	7522,970	0,008	0,0110	68,391
						Mean	70,041
						SD	2,100
						RSD	2,998%

Hari ke-3

Identitas	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	Kadar (ppm)	Kandungan 10 ml (μ g)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	244,176						
Replikasi 1	214,302	29,874	735,757	7357,570	0,007	0,0109	67,501
Replikasi 2	213,911	30,265	746,324	7463,240	0,007	0,0106	70,408
Replikasi 3	214,106	30,070	741,054	7410,540	0,007	0,0110	67,369
Replikasi 4	213,623	30,553	754,108	7541,080	0,008	0,0105	71,820
Replikasi 5	214,542	29,634	729,270	7292,700	0,007	0,0108	67,525
Replikasi 6	213,984	30,192	744,378	7443,780	0,007	0,0105	70,893
						Mean	69,253
						SD	2,011
						RSD	2,904%

Contoh perhitungan %b/b pada hari ke-3 :

- Replikasi 1
 Kurva kalibrasi $Y = 0,037x + 2,651$
 $29,874 = 0,037x + 2,651$
 $X = 735,757 \text{ ppm}$
 Dalam 10 mL $= 735,757 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 7357,57 \mu\text{g}$
 $= 7357,57 \mu\text{g} = 0,007 \text{ g}$
 Kadar dalam sampel $= 0,007 \text{ g} / 0,0109 \text{ g}$
 $= 67,501 \%$

Contoh perhitungan RSD pada hari ke-3

Identitas	% b/b (%)
Replikasi 1	67,501
Replikasi 2	70,408
Replikasi 3	67,369
Replikasi 4	71,820
Replikasi 5	67,525
Replikasi 6	70,893
Rata-rata	69,253
SD	2,011

- $RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$
 $= \frac{2,011}{69,253} \times 100\% = 2,904 \%$

Nilai RSD ke-3 hari yang berbeda

Hari Ke-	Nilai RSD (%)
1	3,141
2	2,998
3	2,904
Rata-rata RSD	3,014

Hasil Konsentrasi Uji Presisi

Hari ke	Konsentrasi (ppm)
1	739.581
2	748.034
3	741.815
Rata-rata	743.1

LAMPIRAN 11. Akurasi

Perhitungan Akurasi dengan hasil rata-rata konsentrasi uji presisi 743,1 ppm,

- Pembuatan Simulasi 80%

$$80\% \times 743,1 \text{ ppm} = 594,5 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Membuat Induk} &= 118,9 \text{ mg/100mL} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1189 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Pipet 5 mL dari larutan induk 1189 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL → ad sampai 10 mL,

- Pembuatan Simulasi 100%

$$100\% \times 743,1 \text{ ppm} = 743,1 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Membuat Induk} &= 148,62 \text{ mg/100mL} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1486,2 \text{ ppm} \end{aligned}$$





Pipet 5 mL dari larutan induk 1486,2 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL → ad sampai 10 mL,

- Pembuatan Simulasi 120%

$$120\% \times 743,1 \text{ ppm} = 891,72 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Membuat Induk} &= 178,34 \text{ mg /100mL} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1783,44 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Pipet 5 mL dari larutan induk 1783,44 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL → ad sampai 10 mL,

Gambar	Identitas	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	Konsentrasi Percobaan	Konsentrasi Teoritis	% Recovery	Rata-rata % Recovery
	Blanko	244.731					
	Blanko	245.351					
	Blanko	244.246					
	Blanko	244.923					
	Simulasi 80% Rep 1	219.912	24.901	601.351	594.5	101.152	105,061
	Simulasi 80% Rep 2	219.294	25.519	618.080	594.5	103.966	
	simulasi 80% Rep 3	218.211	26.602	647.351	594.5	108.890	
	Simulasi 80% Rep 4	218.794	26.019	631.568	594.5	106.235	
	Simulasi 100% Rep 1	213.927	30.886	763.108	743.1	102.693	104,076
	Simulasi 100% Rep 2	213.108	31.705	785.243	743.1	105.671	
	Simulasi 100% Rep 3	212.617	32.196	798.514	743.1	107.457	
	Simulasi 100% Rep 4	214.534	30.279	746.702	743.1	100.485	
	Simulasi 120% Rep 1	206.774	38.039	956.459	891.6	107.274	103,816
	Simulasi 120% Rep 2	208.818	35.995	901.189	891.6	101.075	
	Simulasi 120% Rep 3	208.721	36.092	903.811	891.6	101.370	
	Simulasi 120% Rep 4	207.344	37.469	941.027	891.6	105.544	

Contoh perhitungan % *Recovery* 80% :

- Hasil percobaan simulasi 80% Replikasi 1
 Kurva kalibrasi $Y = 0,037x + 2,651$
 $24,901 = 0,037x + 2,651$
 $X = 601,352 \text{ ppm}$
- Konsentrasi teoritis simulasi 80%
 $80\% \times 743,1 \text{ ppm} = 594,5 \text{ ppm}$
- *Perhitungan % Recovery* 80% Replikasi 1

$$\frac{601,352}{594,5} \times 100\% = 101,153 \%$$

Identitas	% Recovery	Mean % Recovery	SD (%)	RSD (%)
Simulasi 80%	105,061			
Simulasi 100%	104,076	104,318	3,2	3,03
Simulasi 120%	103,816			

LAMPIRAN 12. Penentuan Kadar pada Kertas Sensor



Pada jamu pegal linu A, B, dan C

Identitas	Intensitas warna	<i>Mean Green</i>	Δ <i>Mean Green</i>	Kadar (ppm)
Blanko	245,387			
Jamu pegal linu A Rep 1	244,362			
Jamu pegal linu A Rep 2	245,575	244,831	0,556	-53,05
Jamu pegal linu A Rep 3	244,556			
Jamu pegal linu B Rep 1	245,198			
Jamu pegal linu B Rep 2	244,191	244,699	0,6877	-48,649
Jamu pegal linu B Rep 3	244,709			
Jamu pegal linu C Rep 1	245,285			
Jamu pegal linu C Rep 2	244,578	244,968	0,4183	-60,351
Jamu pegal linu C Rep 3	245,043			

Pada jamu pegal linu D dan E

Identitas	Intensitas warna	Mean Green	Δ Mean Green	Kadar (ppm)
Blanko	244,346			
Jamu pegal linu D Rep 1	219,380		24,966	603,108
Jamu pegal linu D Rep 2	218,546	218,715	25,800	625,648
Jamu pegal linu D Rep 3	218,218		26,128	634,514
Jamu pegal linu E Rep 1	244,285			
Jamu pegal linu E Rep 2	243,418	244,017	0,329	- 62,757
Jamu pegal linu E Rep 3	244,349			

Perhitungan:

1. Replikasi 1

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 0,037x + 2,651 \\ 24,966 &= 0,037x + 2,651 \\ X &= 603,108 \text{ ppm} \end{aligned}$$

2. Replikasi 2

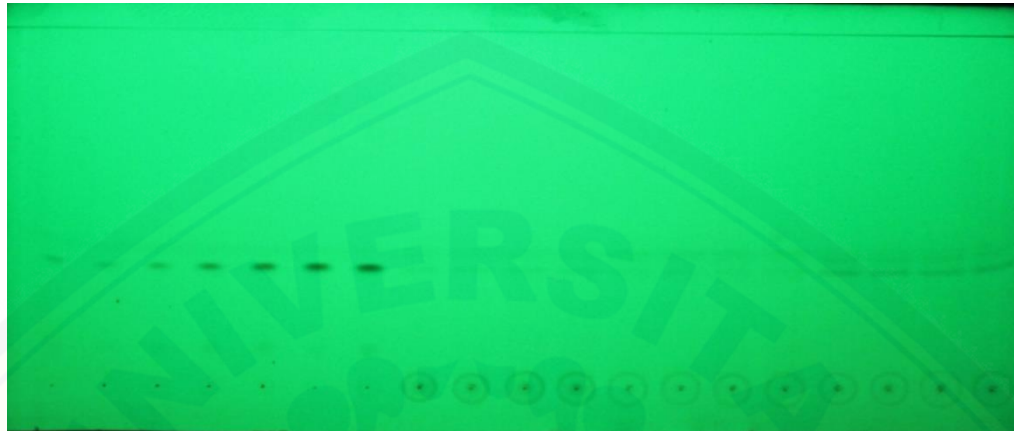
$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 0,037x + 2,651 \\ 25,800 &= 0,037x + 2,651 \\ X &= 625,648 \text{ ppm} \end{aligned}$$

3. Replikasi 3

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 0,037x + 2,651 \\ 26,128 &= 0,037x + 2,651 \\ X &= 634,514 \text{ ppm} \end{aligned}$$

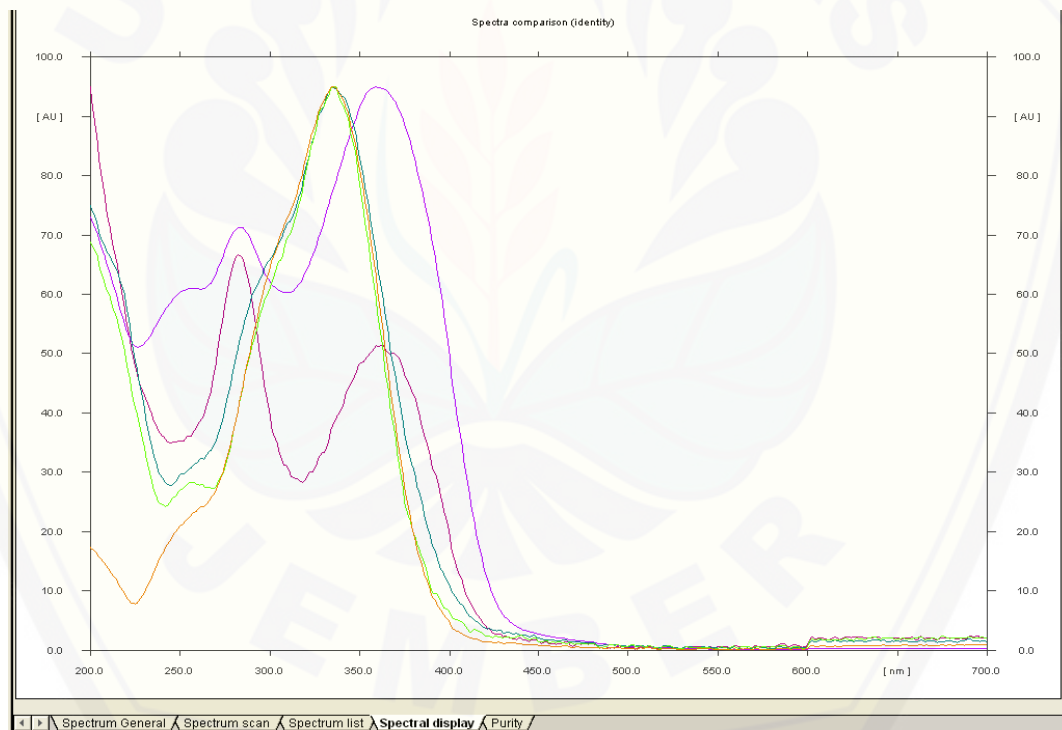
LAMPIRAN 13. Hasil Uji KLT-densitometri

Pada jamu pegal linu A, B, dan C

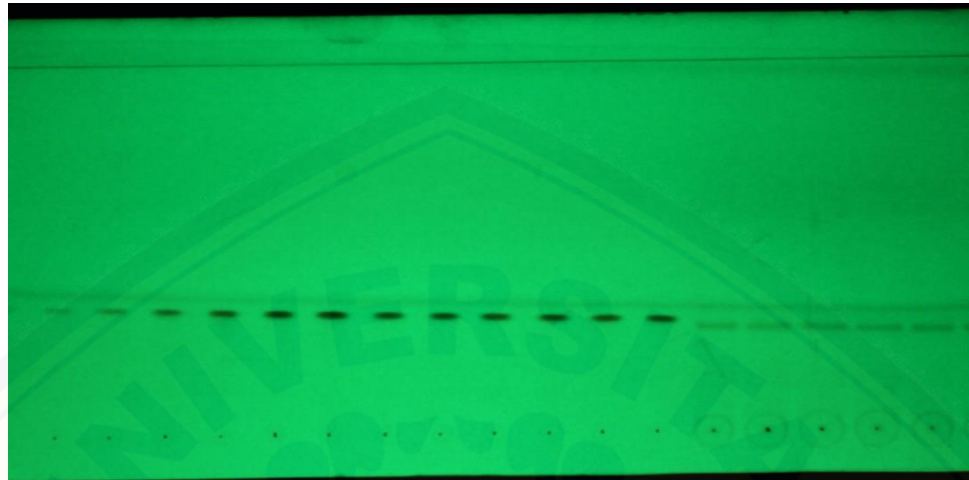


Track	Vial	Rf	Amount Fraction	Height	X(calc)	Area	X(calc)	
Substance: piroksikam @ 254 nm Regression mode: Linear								
Regression via height				Y = 34.08 + 0.1985 * X		r = 0.98504		sdv = 11.32 %
area				Y = 277.3 + 3.267 * X		r = 0.99381		sdv = 7.80 %
1	1	0.36		39.20	<180.00 ng	500.79	<180.00 ng	Sample : Out of permitted range
2	1	0.35	200.00 ng	51.71		757.09		Std Level 1
3	1	0.35	400.00 mg	103.29		1440.50		Std Level 2
4	1	0.35	800.00 ng	219.40		3113.31		Std Level 3
5	1	0.35	1.200 µg	297.07		4441.02		Std Level 4
6	1	0.35	1.600 µg	362.76		5709.40		Std Level 5
7	1	0.34	2.000 µg	401.03		6460.12		Std Level 6
8	1	0.34		36.72	<180.00 ng	571.61	<180.00 ng	Sample Sampel A rep 1: Out of permitted range
9	1	0.34		37.48	<180.00 ng	625.96	<180.00 ng	Sample Sampel A rep 2: Out of permitted range
10	1	0.34		38.70	<180.00 ng	620.40	<180.00 ng	Sample Sampel A rep 3: Out of permitted range
11	1	0.34		37.26	<180.00 ng	539.55	<180.00 ng	Sample Sampel A rep 4: Out of permitted range
12	1	0.34		23.09	<180.00 ng	335.48	<180.00 ng	Sample Sampel B rep 1: Out of permitted range
13	1	0.34		24.52	<180.00 ng	449.85	<180.00 ng	Sample Sampel B rep 2: Out of permitted range
14	1	0.34		26.68	<180.00 ng	554.84	<180.00 ng	Sample SAmpel B rep 3: Out of permitted range
15	1	0.34		26.25	<180.00 ng	509.36	<180.00 ng	Sample Sampel B rep 4: Out of permitted range
16	1	0.34		77.71	219.78 ng	1020.72	227.53 ng	Sample Sampel B rep 4
17	1	0.34		80.61	234.40 ng	1107.26	254.02 ng	Sample Sampel C rep 2
18	1	0.34		80.38	233.23 ng	1088.66	248.33 ng	Sample Sampel C rep 3
19	1	0.35		67.78	<180.00 ng	1064.93	241.06 ng	Sample Sampel C rep 4: Out of permitted range

Track	Rf	Assigned Substance	Max. Signal	Display	r(s,m)	r(m,e)	Purity	r(s,s)	r(s,a)	Identity
2	0.35	piroksikam	133 AU @ 200 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999653	0.992453	ok	0.908739		N/A
7	0.34	piroksikam	609 AU @ 359 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999947	0.998132	ok	0.908739		N/A
9	0.34	piroksikam	172 AU @ 335 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999405	0.991165	ok	0.908739	0.875755	failed
12	0.34	piroksikam	141 AU @ 336 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999410	0.992290	ok	0.908739	0.830286	failed
17	0.34	piroksikam	371 AU @ 335 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999951	0.999492	ok	0.908739	0.771910	failed



Pada jamu pegal linu D dan E

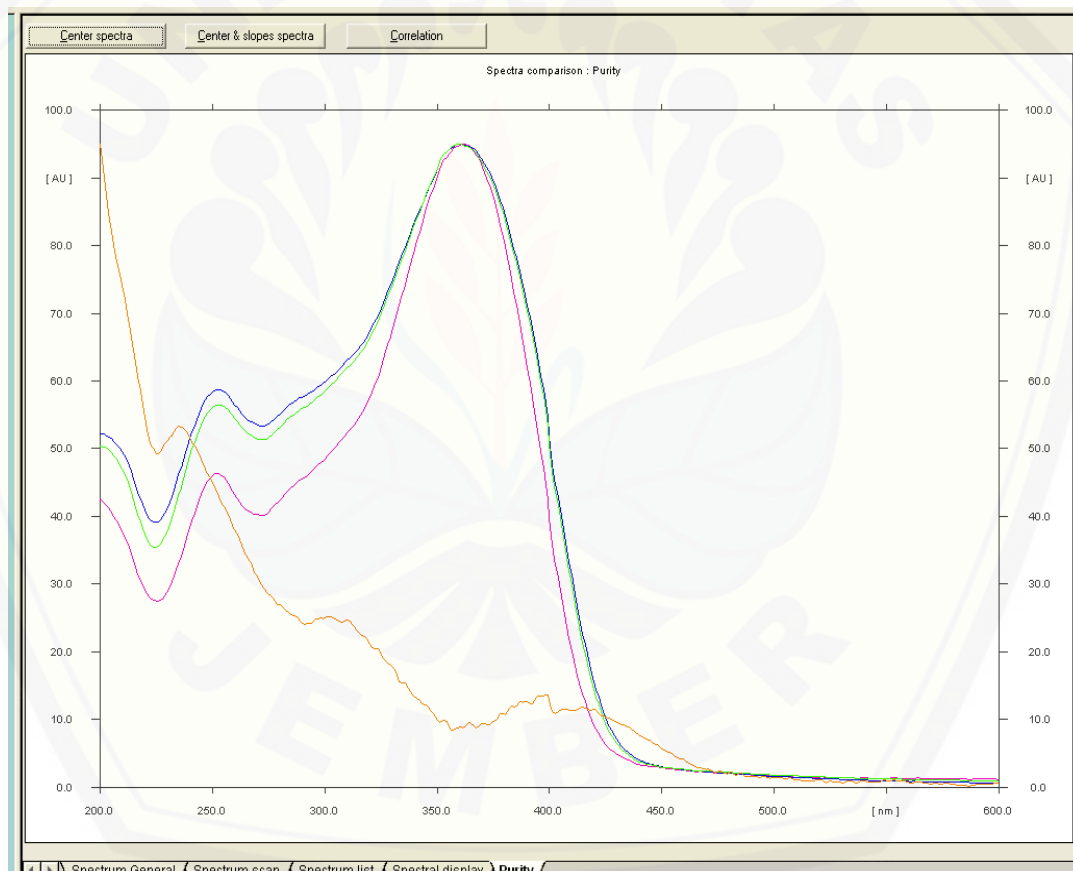


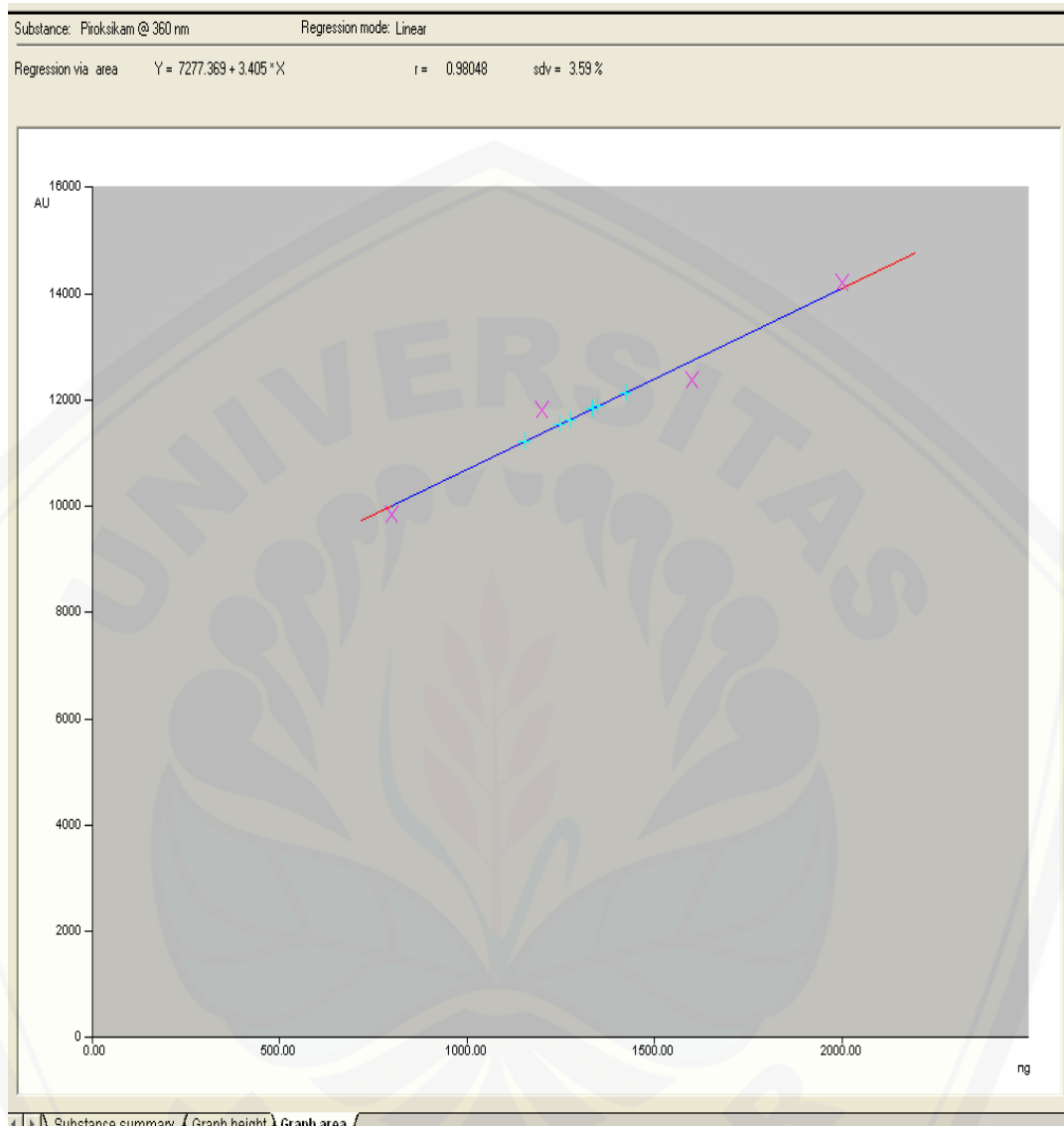
Substance: Piroksikam @ 360 nm Regression mode: Linear

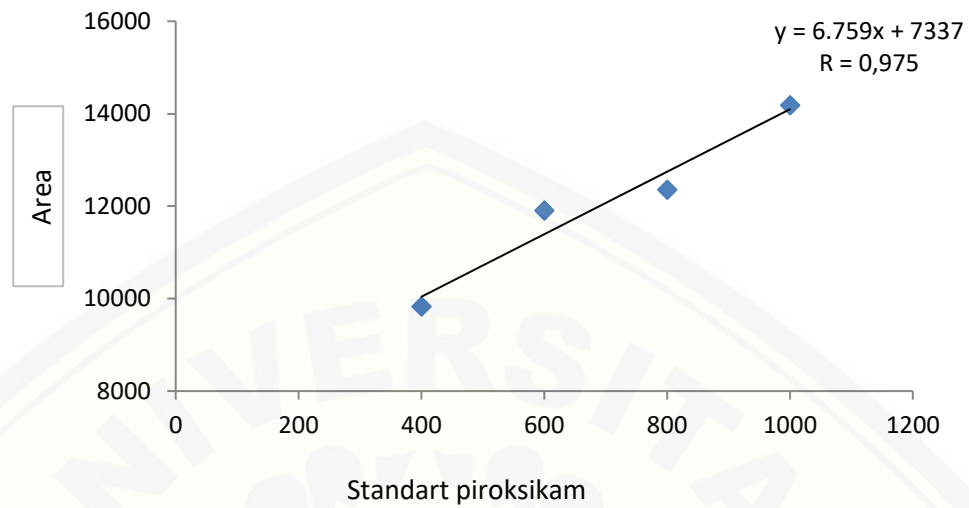
Regression via height $Y = 451.6 + 0.1306 * X$ $r = 0.99935$ $sdv = 0.47 \%$
 area $Y = 7277 + 3.405 * X$ $r = 0.98048$ $sdv = 3.59 \%$

Track	Vial	Rf	Amount Fraction	Height	X(calc)	Area	X(calc)	
1	1	0.34		191.33	<720.00 ng	2709.64	<720.00 ng	Sample : Out of permitted range
2	1	0.34		243.54	<720.00 ng	3482.70	<720.00 ng	Sample : Out of permitted range
3	1	0.33		410.45	<720.00 ng	6371.45	<720.00 ng	Sample : Out of permitted range
4	1	0.33	800.00 ng	553.98		9828.10		Std Level 3
5	1	0.32	1.200 µg	610.71		11807.62		Std Level 4
6	1	0.32	1.600 µg	662.59		12356.52		Std Level 5
7	1	0.32	2.000 µg	710.88		14185.10		Std Level 6
8	1	0.31		650.02	1.518 µg	11616.04	1.274 µg	Sample Sampel D rep 1
9	1	0.31		626.51	1.339 µg	11213.58	1.156 µg	Sample sampel D rep 2
10	1	0.31		679.06	1.741 µg	12128.80	1.425 µg	Sample Sampel D rep 3
11	1	0.30		650.79	1.524 µg	11815.94	1.333 µg	Sample Sampel D rep 4
12	1	0.30		670.65	1.676 µg	11868.02	1.348 µg	Sample sampel D rep 5
13	1	0.30		655.22	1.558 µg	11525.83	1.248 µg	Sample Sampel D rep 6
14	1	0.33		28.00	<720.00 ng	329.47	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 1: Out of permitted range
15	1	0.33		27.73	<720.00 ng	267.23	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 2 : Out of permitted range
16	1	0.32		24.87	<720.00 ng	291.87	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 3: Out of permitted range
17	1	0.32		26.00	<720.00 ng	294.82	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 4: Out of permitted range
18	1	0.32		28.18	<720.00 ng	382.66	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 5: Out of permitted range
19	1	0.33		20.99	<720.00 ng	309.78	<720.00 ng	Sample Sampel E rep 6: Out of permitted range

Track	Rf	Assigned Substance	Max. Signal	Display	r(s,m)	r(m,e)	Purity	r(s,s)	r(s,a)	Identity
3	0.33	Piroksikam	465 AU @ 362 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999892	0.999303	ok			? Std.
7	0.32	Piroksikam	807 AU @ 359 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.998274	0.998284	ok	0.988042		N/A
11	0.30	Piroksikam	743 AU @ 360 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999500	0.996657	ok	0.988042	0.999545	ok
19	0.33	AutoGenerated3	202 AU @ 200 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0.999433	0.998984	ok			? Std.







Perhitungan:

1. Replikasi 1

Kurva kalibrasi	Y	= 6,759 x + 7337
	11616,04	= 6,759 x + 7337
	X	= 633,088 ppm

2. Replikasi 2

Kurva kalibrasi	Y	= 6,759 x + 7337
	11815,02	= 6,759 x + 7337
	X	= 662,527 ppm

3. Replikasi 3

Kurva kalibrasi	Y	= 6,759 x + 7337
	11525,83	= 6,759 x + 7337
	X	= 619,741 ppm

LAMPIRAN 13. Analisis Data T-Test

Uji Kertas Sensor Sampel Jamu Pegal Linu D (ppm)	Uji KLT-densitometri Sampel Jamu Pegal Linu D (ppm)
603,108	633,082
625,648	662,527
634,514	619,741

t-Test: Paired Two Sample for Means		
	<i>Variable 1</i>	<i>Variable 2</i>
Mean	621090	427633,694
Variance	2,62E+08	1,37205E+11
Observations	3	3
Pearson Correlation	0,944373	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	2	
t Stat	0,943449	
P(T<=t) one-tail	0,22252	
t Critical one-tail	2,919986	
P(T<=t) two-tail	0,445039	
t Critical two-tail	4,302653	

Desain Kemasan

