



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

SKRIPSI

Oleh

Rizqi Amaliyah

NIM 142210101078

**BAGIAN KIMIA FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2020



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

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan pendidikan di Fakultas Farmasi (S1) dan
mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh

Rizqi Amaliyah

NIM 142210101078

**BAGIAN KIMIA FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER**

2020

PERSEMBAHAN

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

1. Ibunda Muachiroh dan ayahanda Sastra Hidayat 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. Suamiku Muhandis Al Farhany yang selalu sabar mendengar keluh kesah, menyemangati, dan memberikan dukungan serta doa hingga terselesaikannya skripsi ini.
3. Adikku Achmad Yusuf Hidayatullah yang telah memberikan kasih sayang, motivasi dan dukungan serta doa sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.
4. Guru-guru TK Al Amien Jember, SD Al Baitul Amien Jember, SMPN 3 Jember, SMAN 4 Jember dan segenap dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya dengan baik dan sabar.

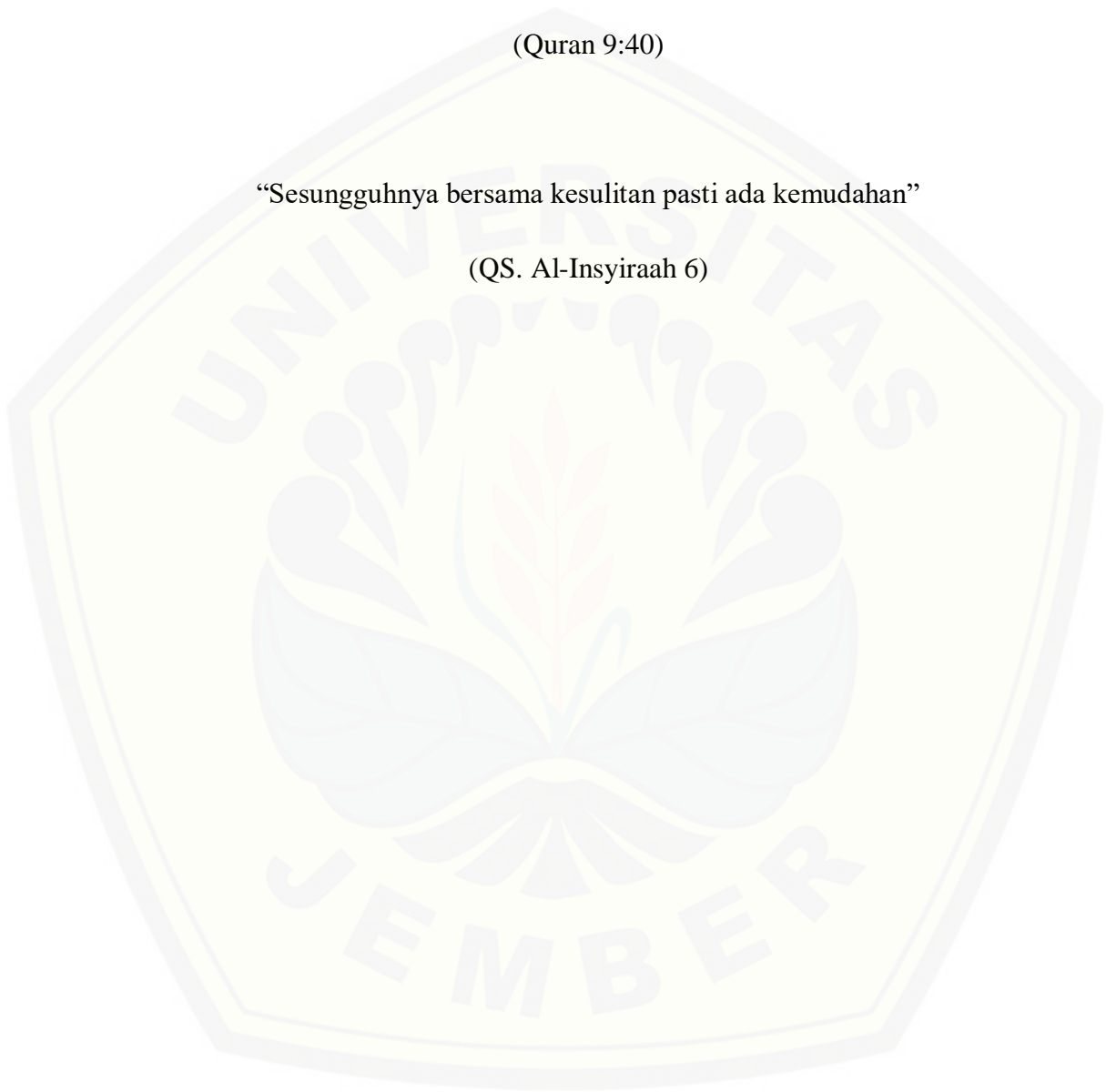
MOTTO

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

(Quran 9:40)

“Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan”

(QS. Al-Insyiraah 6)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rizqi Amaliyah

NIM : 142210101078

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Sampel Produk Jamu” adalah benar-benar hasil karya sendiri, 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, Januari 2020

Yang menyatakan,

Rizqi Amaliyah

NIM 142210101078

SKRIPSI

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

Oleh :

Rizqi Amaliyah

NIM 142210101078

Pembimbing :

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

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

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Sampel Produk Jamu” karya Rizqi Amaliyah telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

Hari, Tanggal : Selasa, 21 Januari 2020

Tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Ketua,

Anggota I,

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

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc.,PhD.
NIP. 196902011994031002

Anggota II,

Anggota III,

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

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

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

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

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Sampel Produk Jamu; Rizqi Amaliyah, 142210101078; 2014; 85 halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Pemanfaatan tanaman sebagai obat tradisional di era modern masih sangat diminati masyarakat karena efek sampingnya yang lebih sedikit dibandingkan obat dari bahan kimia sintetik meskipun memberikan efek yang terlihat lambat. Jamu yang baik harus memperhatikan mutu dan keamanan supaya layak dikonsumsi masyarakat. Salah satu yang harus diperhatikan terkait dengan keamanan jamu yaitu adanya cemaran logam berat. Salah satu logam berat yang ditemukan mencemari tanaman herbal yaitu merkuri. Kadar maksimal merkuri yang diperbolehkan dalam suatu sediaan jamu telah diatur oleh BPOM RI yaitu sebesar $\leq 0,5$ ppm. Jika melebihi batas tersebut ion merkuri dapat menyebabkan efek toksik pada tubuh karena terjadinya proses presipitasi protein dimana menghambat aktivitas enzim dan bertindak sebagai bahan yang korosif.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi logam berat merkuri (Hg) pada sampel produk jamu dan untuk mendeteksi perbedaan kandungan kadar merkuri di dalam berbagai macam jamu pegal linu yang beredar di masyarakat luas.

Jenis penelitian ini adalah penelitian yang bersifat experimental laboratories. Rancangan penelitian yang digunakan adalah teknik immobilisasi represipitasi reagen ke dalam membran ester selulosa. 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 YST, NRL, IPL, IBOE dan SBT.

Salah satu teknologi yang memungkinkan untuk digunakan sebagai pendeteksi merkuri adalah sensor kimia. Sensor Kimia yang digunakan penelitian

ini yaitu strip tes. Strip tes berada pada kondisi optimum konsentrasi reagen TAN 1000 ppm dan sampel dalam kondisi pH 7. Hasil karakterisasi strip tes menunjukkan bahwa waktu respon berada pada rentang menit ke 17 sampai 24, waktu pakai strip tes selama 28 hari jika disimpan pada suhu ruang dan 29 hari jika disimpan pada suhu lemari es, linieritas dengan $r = 0,998$; $V_{x0} = 3,96\%$; $p\text{-value} = 0,00000172$, LOD = 0,102 ppm dan LOQ = 0,306 ppm, nilai interferensi $< 5\%$, presisi dengan RSD 6,54%, dan akurasi dengan nilai $\% \text{recovery}$ 98,007%. Diperoleh nilai hasil uji $T\text{-test}$ sebesar 0,498. Nilai uji $T\text{-test} > 0,05$ menunjukkan bahwa data hasil perbandingan antara aplikasi strip tes berbasis TAN dengan metode ICP-AES tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan.

Reliabilitas sensor kimia strip tes dapat digunakan untuk mendeteksi kadar logam merkuri untuk sampel jamu dikarenakan analisis data antara metode strip tes dan ICP-AES tidak memiliki perbedaan yang signifikan pada hasil ujinya. Jadi, dapat dikatakan bahwa metode berhasil dan dapat diterapkan dalam pengujian sampel jamu.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT karena atas segala nikmat, rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Sampel Produk Jamu”**. 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 hidayah-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 Ema Rachmawati, S.Farm., M.Sc., Apt. selaku Dosen Pembimbing Akademik;
4. Ibu Nia Kristiningrum, S.Farm., M.Farm., Apt. dan Ibu Indah Purnama Sary, S.Farm., M.Farm., Apt. selaku Dosen Pembimbing Skripsi yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatian beliau dalam penulisan skripsi ini.
5. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., PhD. dan Ibu Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm. selaku Dosen Penguji yang banyak memberikan kritik, saran, dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini;
6. Kedua orang tuaku Ibunda Muachiroh dan ayahanda Sastra Hidayat yang telah mencurahkan segala kasih sayang, motivasi serta doa yang tiada putusnya demi terselesaikannya karya tulis ini.
7. Suamiku Muhandis Al Farhany yang selalu sabar mendengar keluh kesah, menyemangati, dan memberikan dukungan serta doa hingga terselesaikannya skripsi ini.

8. Adikku Achmad Yusuf Hidayatullah yang telah memberikan kasih sayang, motivasi dan dukungan serta doa sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.
9. Guru-guru TK Al Amien Jember, SD Al Baitul Amien Jember, SMPN 3 Jember, SMAN 4 Jember dan segenap dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya dengan baik dan sabar.
10. Sahabat-sahabatku Menantu Idaman: Hanum Qori Arifta Nilamsari, Rakhma Dyah Raras Arum, Fitri Fauziah, Della Karissa Putri, dan Cathleya Restu yang telah menemani masa perkuliahan saya dan memberikan kritik serta saran apabila saya melakukan kesalahan.
11. Laboran Laboratorium Kimia Bu Wayan dan Mbak Hani yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam penelitian ini.
12. Segenap teman-teman Laboratorium Sensor Kimia.

DAFTAR ISI

PERSEMBAHAN	iii
MOTTO	iv
PERNYATAAN	v
SKRIPSI.....	vi
PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN.....	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR TABEL	xvii
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Jamu	5
2.2 Merkuri (Hg).....	6
2.2.1 Penelitian Merkuri Dalam Jamu.....	7
2.2.2 Bahaya Merkuri Dalam Jamu.....	7
2.3 Sensor Kimia	8
2.3.1 Strip Tes Deteksi Logam Merkuri.....	9
2.3.2 Teknik Immobilisasi	9
2.4 Reagen Sensor Kimia Merkuri	11
2.5 Karakteristik Sensor Kimia.....	12
2.5.1 Waktu Respon	13
2.5.2 Waktu Pakai	13
2.5.3 Linieritas	13

2.5.4	Batas Deteksi (LOD) Dan Batas Kuantitasi (LOQ)	14
2.5.5	Selektivitas	14
2.5.6	Presisi	15
2.5.7	Akurasi	15
2.6	<i>Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry</i>	
	(ICP-AES).....	16
BAB 3.	METODE PENELITIAN.....	17
3.1	Jenis Penelitian	17
3.2	Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.3	Alat dan Bahan Penelitian	17
3.3.1	Alat Penelitian	17
3.3.2	Bahan Penelitian	17
3.4	Definisi Operasional	17
3.5	Variabel Penelitian	18
3.5.1	Variabel Bebas.....	18
3.5.2	Variabel Terikat	18
3.5.3	Variabel Terkendali	18
3.6	Alur Penelitian.....	19
3.7	Prosedur Penelitian	20
3.7.1	Pembuatan Sensor	20
a.	Optimasi Warna <i>Red / Green / Blue</i>	20
b.	Optimasi Konsentrasi Reagen	20
c.	Optimasi pH Analisis	20

d. Teknik Immobilisasi	20
3.7.2 Pembuatan Larutan Merkuri.....	21
3.7.3 Pembuatan Seri Larutan Dapar Fosfat	21
3.7.4 Karakteristik Sensor.....	21
a. Waktu Respon.....	21
b. Waktu Pakai.....	21
c. Linieritas	22
d. Batas Deteksi (LOD) Dan Batas Batas Kuantitasi (LOQ)	22
e. Selektivitas	22
f. Presisi	22
g. Akurasi	23
3.7.5 Pembuatan Strip Tes	23
3.7.6 Aplikasi Strip Tes Pada Sampel Jamu Pegal Linu	24
3.7.7 Penetapan Kadar Merkuri Pada Jamu Pegal Linu Dengan Metode ICP-AES.....	25
3.7.8 Analisa Data	25
BAB 4. PEMBAHASAN	26
4.1 Kondisi Optimum Fabrikasi Sensor	26
4.1.1 Optimasi Konsentrasi Reagen	26
4.1.2 Optimasi Pemilihan Warna <i>Red/Green/Blue</i>	27
4.1.3 Optimasi pH Analisis.....	28
4.2 Karakterisasi Sensor	29

4.2.1 Waktu Respon	29
4.2.2 Waktu Pakai	30
4.2.3 Linieritas	31
4.2.4 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)	33
4.2.5 Selektivitas	34
4.2.6 Presisi	35
4.2.7 Akurasi	36
4.3 Pembuatan Strip Tes	37
4.4 Penetapan Kadar Merkuri dalam Jamu Pegal Linu	
Menggunakan Strip Tes	37
4.5 Analisa Data	38
BAB 5. PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema Sensor Kimia	8
Gambar 2.2	Metode Adsorpsi	10
Gambar 2.3	Metode Immobilisasi Menggunakan Teknik Represipitasi	10
Gambar 2.4	Struktur 1-(2-Tiazolilazo)-2-Naftol (TAN)	11
Gambar 2.5	Mekanisme Reaksi Antara TAN Dengan Logam Hg	11
Gambar 2.6	Karakterisasi Sensor Kimia Menggunakan <i>ImageJ</i>	12
Gambar 2.7	Perhitungan Nilai RGB Menggunakan <i>ImageJ</i>	13
Gambar 2.8	Skema Kerja Alat ICP-AES	16
Gambar 3.1	Desain Strip Tes	24
Gambar 4.1	Pembacaan Warna Menggunakan <i>ImageJ</i>	27
Gambar 4.2	Kondisi Optimum pH	28
Gambar 4.3	Grafik Waktu Respon.....	29
Gambar 4.4	Waktu Pakai Sensor Pada Suhu Ruang	30
Gambar 4.5	Waktu Pakai Sensor Pada Suhu Lemari Es	31
Gambar 4.6	Grafik Hubungan Antara Konsentrasi dengan $\Delta Mean Red$	32

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Persyaratan Nilai Presisi dan Akurasi	16
Tabel 4.1	Optimasi Konsentrasi Reagen.....	26
Tabel 4.2	Hasil Uji Linieritas	32
Tabel 4.3	Konsentrasi Standar Merkuri dan $\Delta Mean Red$	34
Tabel 4.4	Perbandingan Penambahan Interferensi dan Nilai % Interferensi.....	35
Tabel 4.5	Nilai RSD Ke-3 Hari yang Berbeda.....	36
Tabel 4.6	Hasil Rata-Rata % <i>Recovery</i>	36
Tabel 4.7	Penetapan Kadar Sampel Jamu.....	37
Tabel 4.8	Perbandingan Penetapan Kadar Menggunakan Strip Tes dan ICP-AES	38

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pemanfaatan tanaman sebagai obat tradisional di era modern masih sangat diminati masyarakat. Obat tradisional atau jamu adalah ramuan bahan alam yang secara turun temurun telah digunakan untuk pengobatan, dan dapat diterapkan sesuai dengan norma yang berlaku di masyarakat (DepKesRI, 2010). Penggunaan obat tradisional masih sering digunakan karena efek sampingnya yang lebih sedikit dibandingkan obat dari bahan kimia sintetik meskipun memberikan efek yang terlihat lambat. Jamu memiliki beberapa keuntungan diantaranya relatif aman untuk dikonsumsi, memiliki toksisitas yang rendah serta tidak meninggalkan residu (Biofarmaka, 2013).

Data Riset Kesehatan Dasar menunjukkan bahwa jamu sudah banyak digunakan oleh penduduk Indonesia dikarenakan sebanyak 59,12 % penduduk Indonesia pada semua kelompok umur, laki-laki dan perempuan, di desa dan di perkotaan pernah mengkonsumsi jamu. Sekitar 95,60 % penduduk Indonesia pernah merasakan manfaat jamu, akan tetapi pemanfaatannya hanya sebatas pengobatan sendiri dan belum dilakukan di instansi kesehatan (Balitbangkes, 2010). Salah satu jamu yang diminati oleh masyarakat Indonesia adalah jamu pegal linu. Jamu pegal linu biasa digunakan sebagai obat untuk meredakan nyeri, memperlancar siklus peredaran darah, dan memperkuat sistem imun tubuh (Wahyuni dan Tanti, 2004). Di dalam jamu obat pegal linu terdapat ekstrak tanaman seperti temulawak, jahe, temu ireng, kunyit, kencur, mengkudu, adas, dan merica (Husna, dkk, 2015).

Jamu yang baik harus memperhatikan mutu dan keamanan supaya layak dikonsumsi masyarakat. Salah satu yang harus diperhatikan terkait dengan keamanan jamu yaitu adanya cemaran logam berat. Semua logam berat dapat menimbulkan pengaruh negatif dalam tubuh manusia pada batas konsentrasi tertentu. Salah satu logam berat yang ditemukan mencemari tanaman herbal yaitu merkuri. Senyawa merkuri dalam bidang pertanian biasa digunakan sebagai fungisida (Palar, 1994) dan pupuk pada tanaman (Tangahu *et al.*, 2011).

Logam berat dalam hal ini merkuri jika masuk ke dalam tubuh akan terkumulasi pada sistem jaringan saraf pusat. Akumulasi tertinggi ditemukan pada bagian *cortex* dan *cerebellum* (Palar, 1994). Parahnya lagi pada toksisitas kronis, merkuri dapat menimbulkan gangguan sistem pencernaan dan sistem syaraf atau *gingivitis*. Dapat juga menyebabkan terganggunya sistem syaraf berupa tremor, parkinson, gangguan pada lensa mata yang dapat berwarna abu-abu kemerahan serta dapat menyebabkan anemia ringan (Widowati *et al.*, 2008).

Merkuri (Hg) yang terkandung dalam tanaman umumnya berbentuk ion. Keberadaan Hg pada jamu dapat disebabkan oleh *uptake* tanaman terhadap ion-ion logam ketika tanaman tumbuh pada tanah yang tercemar, adanya kontaminasi atmosfer dari industri, adanya kontaminasi dari pupuk, dan kemasan produk jamu (Bello *et al.*, 2012). Kadar maksimal merkuri yang diperbolehkan dalam suatu sediaan jamu telah diatur oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) yaitu sebesar $\leq 0,5$ ppm. Jika melebihi batas tersebut ion merkuri dapat menyebabkan efek toksik pada tubuh karena terjadinya proses presipitasi protein dimana menghambat aktivitas enzim dan bertindak sebagai bahan yang korosif. Merkuri juga terikat oleh gugus sulfhidril, fosforil, karboksil, amida, dan amina, dimana dalam gugus tersebut merkuri dapat menghambat fungsi enzim. Efek toksisitas merkuri pada manusia bergantung pada bentuk komposisi merkuri, jalan masuknya ke dalam tubuh, dan lamanya berkembang (Alfian, 2001).

Beberapa penelitian terdahulu menerangkan bahwa metode yang sering digunakan untuk menganalisa dan mendeteksi kadar merkuri dalam jamu yaitu metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), tetapi metode ini harus melewati tahapan destruksi pada sampel. Kelemahan metode SSA yaitu adanya pengaruh matriks misalnya pelarut, dan juga membutuhkan keahlian khusus untuk melakukan analisis menggunakan metode ini serta waktu analisa yang dibutuhkan cukup lama karena perlu perlakuan khusus pada sampel (Gandjar dan Rohman, 2007). Berdasarkan kelemahan tersebut perlu dilakukan pengembangan metode analisis yang lebih praktis, ekonomis, dan sederhana dalam menganalisa kadar merkuri dalam sediaan jamu.

Salah satu teknologi yang memungkinkan untuk digunakan sebagai pendeteksi merkuri adalah sensor kimia. Sensor kimia merupakan suatu alat analisis (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chemical material/reagent*) yang dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika kimiawi yang dapat dirubah (*physicochemical transducer*) menjadi sinyal elektrik proporsional (Kuswandi, 2010). Sensor kimia banyak dikembangkan salah satunya dengan menggunakan sinyal fluoresens pada membran sol gel, namun pada metode ini butuh preparasi membran yang sulit sehingga tidak praktis jika diaplikasikan pada sampel (Selid *et al.*, 2009).

Berdasarkan kelemahan tersebut perlu dikembangkan metode yang lebih praktis lagi seperti strip tes, dimana metode ini dapat digunakan untuk mengetahui konsentrasi bahan maupun analit dalam sampel serta memberikan kesimpulan yang cepat di samping hemat waktu dan biaya. Metode strip tes mampu mendeteksi kontaminasi merkuri pada produk jamu dengan cara immobilisasi dengan teknik reprecipitasi dari reagen 1-(2-tiazolilazo)-2-naftol (TAN), dimana fase pendukung dalam strip tes tersebut menggunakan membran ester selulosa. Pemilihan TAN didasarkan pada penelitian Kuswandi *et al.* (2010), bahwa TAN memiliki kemampuan berikatan dengan merkuri dengan membentuk kompleks dan memberikan perubahan warna dari merkuri yang berwarna jingga menjadi ungu hingga merah tua (Kuswandi *et al.*, 2001).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah kondisi optimum fabrikasi strip tes berbasis reagen TAN dalam menganalisa merkuri yang terdiri dari konsentrasi reagen dan pH?
2. Bagaimanakah karakteristik sensor berbasis TAN, meliputi waktu respon, waktu pakai, linieritas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, selektivitas, presisi, dan akurasi?
3. Apakah ada perbedaan yang signifikan antara aplikasi strip tes berbasis TAN dengan metode *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry* (ICP-AES)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Menentukan kondisi optimum fabrikasi strip tes berbasis reagen TAN dalam menganalisa merkuri yang terdiri dari konsentrasi reagen dan pH.
2. Menentukan karakteristik sensor berbasis TAN, meliputi waktu respon, waktu pakai, linieritas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, selektivitas, presisi, akurasi.
3. Mengetahui adakah perbedaan yang signifikan antara hasil aplikasi strip tes berbasis TAN dengan metode *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry* (ICP-AES).

1.4 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi pada masyarakat tentang teknologi sensor kimia dalam bentuk strip tes analit logam berat.
2. Dapat digunakan sebagai metode alternatif pada industri farmasi untuk pengujian kontaminasi logam berat merkuri pada bahan baku jamu atau material jamu.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamu

Definisi obat tradisional menurut Peraturan Kepala Badan POM No. HK.00.05.41.1384 Tahun 2006 adalah bahan atau ramuan 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 berdasarkan pengalaman. Salah satu produk obat tradisional yang banyak diminati oleh masyarakat adalah jamu pegal linu. Jamu pegal linu digunakan untuk menghilangkan pegal linu, nyeri otot dan tulang, memperlancar peredaran darah, memperkuat daya tahan tubuh dan menghilangkan sakit seluruh badan (Wahyuni dan Tanti, 2004). Jamu sebagai obat tradisional harus memiliki mutu yang baik dan aman dikonsumsi oleh masyarakat. Beberapa persyaratan mutu jamu tersebut meliputi aflatoxin, batas cemaran mikroba, dan batas logam berat. Salah satu logam berat yang diketahui dapat mencemari kualitas jamu ialah merkuri (Sparringa, 2015).

Beberapa faktor pencemaran/kontaminasi merkuri pada jamu, antara lain:

a. Kondisi Budaya Bahan Baku Jamu

Pencemaran tanah didefinisikan sebagai adanya perubahan lingkungan tanah akibat dari masuknya bahan kimia buatan manusia. Manusia dan hewan hidup dengan tumbuhan, karena merupakan awal mula dari rantai makanan. Pencemaran ini terjadi akibat bahan kimia industri atau kebocoran limbah cair. Air limbah berasal dari penimbunan sampah dan limbah industri yang langsung dibuang ke tanah secara sengaja.

b. Penggunaan Pupuk Pada Bahan Baku Jamu

Pupuk perlu ditambahkan pada saat penanaman dikarenakan bahan baku jamu yang bersumber dari tanaman mudah terkontaminasi oleh serangan hama dan penyakit (Kosalec dan Cvek, 2009). Konsentrasi pupuk yang mengandung merkuri yang digunakan diantaranya adalah pupuk fosfat 0,01 – 1,2 ppm, pupuk kandang 0,01 – 0,36 ppm, pupuk nitrat 0,3 – 2,9 ppm, pupuk kapur 0,05 ppm dan pupuk kompos 0,09 – 21 ppm. Sehingga perlu diwaspadai penggunaan pupuk

yang mengandung merkuri, karena dapat mencemari tanaman obat sebagai bahan baku jamu.

2.2 Merkuri (Hg)

Logam berat adalah unsur logam dengan berat molekul tinggi yang berat jenisnya lebih dari 5 g/cm^3 . Logam berat dalam kadar rendah umumnya sudah beracun bagi manusia, hewan dan tumbuhan. Beberapa logam berat yang mencemari tanaman adalah Cd, Pb, Hg, Cr dan As (Notohadiprawiro, 2006).

Ditinjau dari sifat fisika kimianya, merkuri murni sebagai logam berat logam berbentuk cair dalam suhu kamar, berwarna putih keperakan, pada fase padat berwarna abu-abu, berada pada nomor atom 80 serta memiliki bobot atom sebesar $200,592 \text{ g/mol}$ dengan bobot jenis sebesar $13,534 \text{ g/cm}^3$ pada 25°C , titik leleh pada suhu -39°C , titik didih 357°C dan tekanan uap sebesar $0,002 \text{ mmHg}$ pada 25°C (Wexler dkk., 2016).

Logam Hg atau yang dikenal dengan nama merkuri, adalah logam berat yang sebagian besar ditemukan di alam dalam bentuk senyawa dengan unsur lain, seperti bentuk mineral sinabar atau merkuri sulfida (HgS). Logam ini sangat beracun bagi hewan dan manusia. Logam Hg digolongkan menjadi 2 golongan berdasarkan bentuk senyawanya yaitu senyawa logam Hg organik dan senyawa logam Hg anorganik. Senyawa logam Hg organik yaitu alkil merkuri, dan berapa dari senyawa tersebut banyak digunakan, khususnya di kawasan negara-negara berkembang (Darmono 1995). Senyawa logam Hg anorganik dalam bentuk logam berupa cairan dengan titik didih yang tidak begitu tinggi, sehingga mudah menguap. Beberapa senyawa logam Hg yang termasuk golongan ini adalah merkuri nitrat ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$), merkuri klorida (HgCl_2), dan merkuri oksida (HgO) (Palar, 1994).

Logam Hg digunakan secara luas dalam berbagai bidang. Pada industri pulp dan kertas, banyak digunakan senyawa fenil merkuri asetat (FMA) untuk mencegah pembentukan kapur pada *pulp* dan kertas basah selama proses penyimpanan. Di industri cat digunakan untuk mencegah pertumbuhan jamur sekaligus sebagai komponen pewarna. Logam ini juga digunakan untuk

pembentukan amalgam dengan emas di bidang pertambangan, serta pada proses penambalan gigi (*dental amalgam*). Di bidang kesehatan digunakan sebagai salah satu terapi sifilis, sempat digunakan sebagai bahan pencerah yang dilarang dalam produk kosmetika, dan bahan pengawet pada beberapa produk vaksin, dan sebagai desinfektan dalam bentuk *thimerosal* dan *merbromin* (Lestaris, 2010).

2.2.1 Penelitian Merkuri dalam Jamu

Penelitian tentang pencemaran logam berat pada jamu telah dilakukan oleh Husna (2015) tentang penelitian terhadap cemaran logam berat Pb, Cd, dan Hg dengan metode SSA terhadap 6 merek jamu pegal linu yang beredar di kota Pekanbaru. Dari penelitian tersebut diperoleh hasil bahwa semua sampel yang dianalisis dengan berbagai merek yang berbeda mengandung logam merkuri. Secara berurutan, kandungan logam merkuri dari yang tertinggi sampai yang terendah adalah sampel dengan kode D (1,82 mg/Kg), B (1,79 mg/Kg), E (0,87 mg/Kg), F (0,67 mg/Kg), A (0,29 mg/Kg) dan C (0,21 mg/Kg) (Husna dan Hanifah, 2015).

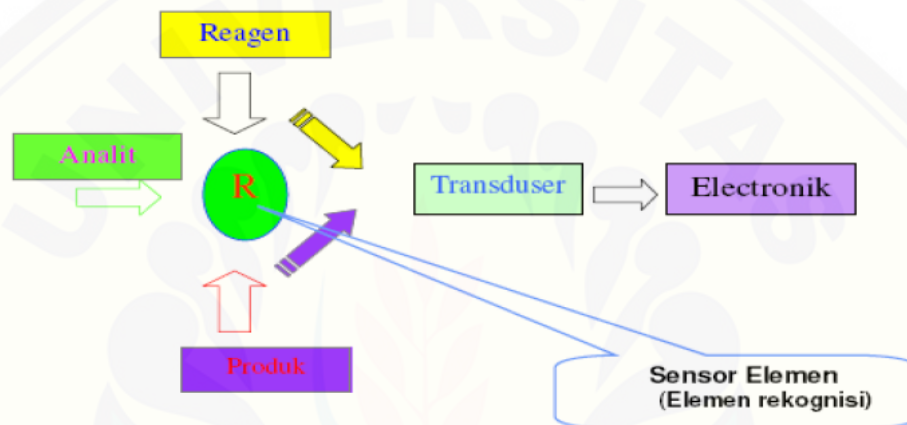
2.2.2 Bahaya Merkuri dalam Jamu

Merkuri dapat menyebabkan pembengkakan pada saluran pernapasan, gejala ini terjadi biasanya karena paparan merkuri melalui udara. Dalam jangka waktu lama dapat menyebabkan kerusakan pada ginjal. Pengaruh logam Hg dalam bentuk metil merkuri dapat mengakibatkan kerusakan pada sistem saraf. Gejala yang timbul akibat adanya kerusakan tersebut yaitu, gangguan saraf sensoris seperti paraesthesia, penurunan kepekaan, dan keterbatasan dalam mobilitas alat gerak (jari dan tangan), nyeri pada lengan dan paha, serta penurunan daya pendengaran. Gangguan saraf motorik seperti lemah, mudah jatuh, ataksia, tremor dan kesulitan dalam berbicara. Disamping itu gangguan lain seperti sakit kepala dan hipersalivasi juga dapat terjadi (Wexler dkk., 2014).

Kadar maksimal merkuri di dalam setiap jamu kemasan telah diatur oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) yaitu sebesar $\leq 0,5$ ppm (BPOMRI, 2014).

2.3 Sensor Kimia

Sensor kimia didefinisikan sebagai alat analisis (*analytical device*) berisi reagen kimia yang mampu bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas, sehingga menghasilkan perubahan secara fisika-kimia, sehingga dapat diubah menjadi sinyal elektrik yang proporsional dengan konsentrasi analit tersebut (Kuswandi, 2010). Teknik immobilisasi yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah immobilisasi reagen dengan metode adsorpsi dengan teknik reprecipitasi. Skema sensor kimia dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema Sensor Kimia (Kuswandi, 2010)

Dalam bidang kesehatan, sensor kimia dapat dimanfaatkan untuk sensor nano. Pada umumnya potensi dari sensor nano untuk mengidentifikasi sel tertentu atau lokasi sel di dalam tubuh sesuai kebutuhan. Dengan perubahan pada volume, tekanan, konsentrasi, gravitasi, gaya magnetik, kecepatan, dan temperatur pada sel di dalam tubuh, sensor nano bisa mengungkap beberapa jenis sel dan memantau perubahan di tempat tertentu pada tubuh. Selain itu sensor kimia juga dapat dimanfaatkan di dalam laboratorium, yaitu sensor pH berupa pH meter dan kertas lakmus. Sensor tersebut digunakan dalam penentuan asam-basa dalam larutan, pada pH meter, respon elektrik yang berupa tegangan / voltase harus diubah menjadi respon yang mudah diamati yaitu berupa *display digital* (Eggins, 2004; Kuswandi, 2010).

2.3.1 Strip Tes Deteksi Logam Merkuri

Strip tes ialah alat analisis berbentuk strip kertas / pita / potongan yang digunakan untuk pengujian kimia ataupun biologis yang di dalamnya mengandung bahan kimia yang dapat bereaksi terhadap zat tertentu. Metode ini dapat dimanfaatkan untuk mengetahui konsentrasi bahan maupun analit dalam sampel dan memberikan kesimpulan yang cepat serta hemat waktu dan biaya dalam mendeteksi keberadaan senyawa dan ion organik atau anorganik secara semikuantitatif. Pengontrolan kualitas analit pada sampel dapat dilakukan dengan mudah dan praktis karena seluruh proses dapat terdeteksi dengan satu alat, misalnya separasi reaksi kimia, proses pengambilan sampel, deteksi analit, *pretreatment* sampel dan analisis data dapat dilakukan dalam satu alat analisis (Kuswandi, 2010). Strip tes yang akan dibuat dalam penelitian ini adalah strip tes yang dapat mendeteksi adanya kandungan logam merkuri dalam sediaan jamu dimana cara kerja strip tes tersebut akan menunjukkan perubahan warna dari warna mula-mula strip tes jingga menjadi merah keunguan jika terdapat kandungan logam merkuri dalam sampel jamu.

2.3.2 Teknik Immobilisasi

Immobilisasi yaitu proses pengikatan molekul reagen yang dijadikan fase padat sampai kering agar lebih mudah dikontrol pada bahan pendukung (*solid support material*), sehingga dapat tersebar secara homogen dan merata didalam fasa pendukung tersebut (Kuswandi, 2010).

Metode immobilisasi secara umum tidak ada yang dapat digunakan untuk banyak jenis reagen, sehingga dipilih berdasarkan sifat reagenya. Ada 2 jenis metode immobilisasi, yaitu kimia dan fisika. Metode immobilisasi secara kimia yakni *crosslinking* dan *covalent linkage*. Sedangkan secara fisika yakni pemerangkapan (*entrapment*), pengkapsulan (enkapsulasi), interaksi elektrostatik dan penyerapan (adsorpsi) (Kuswandi, 2010).

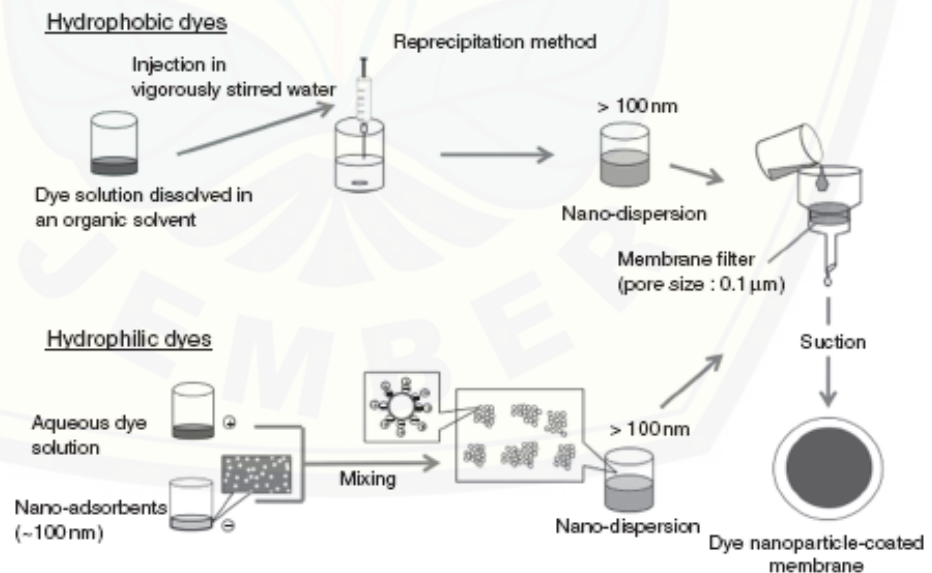
Adsorpsi ialah teknik immobilisasi yang melibatkan ikatan hidrogen atau gaya *Van der waals* dalam pengikatan molekul reagen pada fase pendukung. Immobilisasi menggunakan metode adsorpsi dilakukan dengan menyerap m fase

pendukung (Kuswandi, 2010). Immobilisasi reagen dengan metode adsorpsi pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Metode Adsorpsi (Kuswandi, 2010)

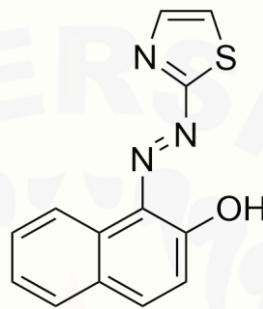
Metode immobilisasi adsorpsi yang dipilih adalah reprecipitasi dengan mendispersikan sejumlah tertentu reagen kimia dalam pelarut yang sesuai ke dalam sejumlah air tertentu pada putaran rpm terpilih dengan waktu pembentukan ukuran nano atau mikro sampai dihasilkan larutan campuran yang homogen. Kemudian dilewatkan membran filter dengan ukuran pori seragam sampai dihasilkan lapisan reagen kimia pada bagian permukaan membran dengan ukuran partikel yang dikehendaki (Takashi, 2014). Teknik reprecipitasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Metode Immobilisasi Menggunakan Teknik Reprecipitasi (Takashi, 2014)

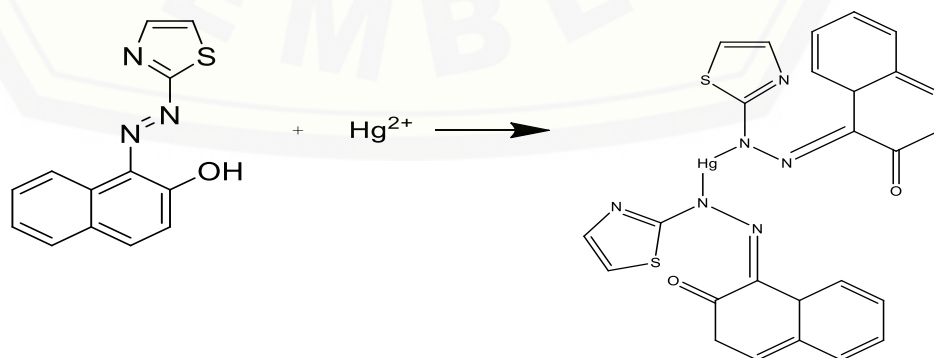
2.4 Reagen Sensor Kimia Merkuri

Reagen yang digunakan dalam sensor kimia merkuri adalah reagen TAN yang memiliki nama lain 1-(2-tiazolilazo)-2-naftol. Ditinjau dari sifat fisika kimianya, TAN berbentuk serbuk berwarna kekuningan dengan rumus molekul $C_{13}H_9N_3OS$ dan berat molekul 255,3 g/mol. Memiliki titik didih $902,28\text{ }^{\circ}\text{C}$, titik leleh $138 - 139\text{ }^{\circ}\text{C}$, dengan suhu penyimpanan $2 - 8\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan memiliki *range* pH 3 – 10 (Marczenko dkk., 1986). Struktur kimia TAN dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur 1-(2-Tiazolilazo)-2-Naftol (TAN)

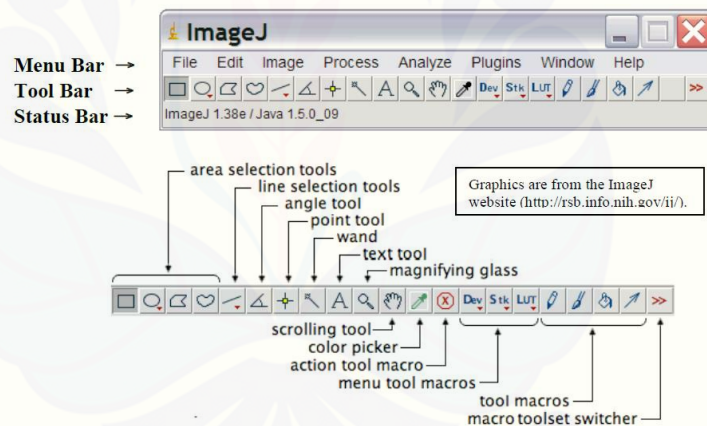
TAN yang memiliki nama lain 1-(2-tiazolilazo)-2-naftol merupakan reagen yang cukup sensitif untuk ion Hg. Penggunaan indikator ini dalam sensor kimia sangat cocok, mengingat kompleks yang terbentuk dengan ion Hg adalah kompleks yang sangat kecil dari golongan tiazolilazo lainnya, sehingga menghasilkan perubahan warna yang lebih besar jika dibandingkan dengan golongan tiazolilazo lain yang mempunyai gugus fenol. Pembentukan kompleks antara ion logam Hg dengan TAN memberikan perubahan warna dari jingga menjadi merah keunguan (fuschia) (Narayanaswamy, 1999; Kuswandi, 2010).



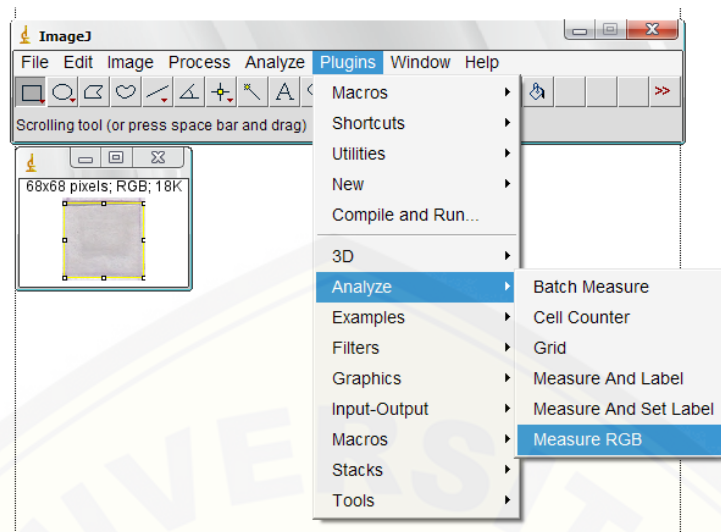
Gambar 2.5 Mekanisme Reaksi Antara TAN Dengan Logam Hg (Marczenko dan Balcerzak, 2000; Kuswandi, 2010)

2.5 Karakteristik Sensor Kimia

Program yang digunakan untuk mengkarakterisasi sensor kimia dalam penelitian kali ini adalah *ImageJ*. *ImageJ* ialah program analisis citra yang berisi *status bar*, *tool bar*, dan *menu bar* yang dapat dilihat pada Gambar 2.6. Nilai koordinat diukur dalam *pixel*/detik ketika kursor berada di atas gambar. Dalam gambar *digital*, *pixel* merupakan titik tunggal pada elemen terkecil atau pencitraan dari gambar *digital* (Reinking, 2007). Nilai RGB ditentukan dari nilai perhitungan tiga warna primer yaitu merah, hijau dan biru, karena bisa terlihat oleh pembaca dan dapat memberikan spektrum. Cahaya putih diperoleh saat intensitas paling tinggi dari setiap warna bercampur satu sama lain. Sedangkan cahaya hitam diperoleh ketika intensitas terendah/sama dengan nol setiap warna dicampurkan bersamaan (Ferreira dan Rasband, 2010). Perhitungan nilai RGB ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.6 Karakterisasi Sensor Kimia Menggunakan *ImageJ* (Reinking, 2007)



Gambar 2.7 Perhitungan Nilai RGB Menggunakan *ImageJ* (Ferreira dan Rasband, 2010)

2.5.1 Waktu Respon

Waktu respon disebut sebagai waktu antara pertama kali sensor direaksikan dengan analit dan respon sensor menghasilkan sinyal yang stabil (*steady-state*) (Kuswandi, 2010).

2.5.2 Waktu Pakai

Waktu yang diperlukan untuk memberikan hasil reaksi yang sama dan stabil terhadap suatu analit pada konsentrasi tertentu sampai waktu respon dari sensor mengalami penurunan signifikan (pada umumnya lebih dari 10% - 15% dari respon sensor awal) disebut sebagai waktu pakai (Hidayat *et al.*, 2017; Afthoni *et al.*, 2018; Kuswandi, 2010).

2.5.3 Linieritas

Kapasitas suatu metode analisis untuk memberikan respon dengan bantuan transformasi matematik yang proporsional dan baik secara langsung disebut sebagai linieritas. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisiensi korelasi r

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

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

Jumlah paling kecil pada analit dalam sampel yang mampu dideteksi dan menghasilkan respon secara signifikan dibandingkan dengan blangko didefinisikan sebagai batas deteksi. Sedangkan jumlah paling kecil dari analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria presisi dan akurasi disebut sebagai batas kuantitasi. LOD dan LOQ pada instrumen dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali kemudian dihitung simpangan baku. Perhitungan dapat dilihat pada rumus 2.1 (Harmita, 2004).

$$Q = \frac{k \times S_b}{S_1} \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan

Q = LOD atau LOQ

k = 3 untuk LOD atau 10 untuk LOQ

S_b = Simpangan baku

S₁ (Slope) = Arah garis linier dari kurva antara respon terhadap konsentrasi

Perhitungan simpangan baku respon (S_b) dapat dilihat pada rumus 2.2.

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

dengan $y_i = a + bx$

2.5.5 Selektivitas

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

2.5.6 Presisi

Presisi merupakan kesesuaian dalam pengulangan pengukuran atau kedekatan respon sensor satu dan lainnya untuk analit yang sama. Kriteria penerimaan presisi berdasarkan pada jumlah sampel, konsentrasi analit dan kondisi laboratorium. Penelitian menunjukkan bahwa peningkatan RSD sesuai dengan penurunan kadar analit. Penentuan nilai RSD dapat dilihat pada persamaan 2.3 dan 2.4 (Harmita, 2004).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_1 - \bar{X})^2}{n-1}} \dots\dots\dots(2.3)$$

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

2.5.7 Akurasi

Akurasi didefinisikan sebagai kesesuaian antara rata-rata nilai sensor dengan nilai yang sebenarnya atau kedekatan respon dengan nilai sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai % *recovery* atau persen perolehan kembali yang dapat dilihat pada tabel 2.2. % *recovery* diperoleh dari pengukuran analit sejumlah tertentu yang kadarnya diketahui dan ditambahkan dalam sampel. Pengukuran akurasi dapat dilakukan menggunakan dua metode, yaitu :

a. *Spike-placebo recovery* (Metode Simulasi)

Perbandingan kadar analit yang sebenarnya dengan perhitungan campuran bahan pembawa sediaan farmasi yang telah ditambahkan dengan sejumlah analit berbahan murni. Digunakan tiga macam konsentrasi antara 80-120% dari kadar analit untuk menentukan persen perolehan kembali (Harmita, 2004).

b. *Standard Addition Method* (Metode Penambahan Standar atau Pembanding)

Sejumlah analit tertentu ditambahkan pada sampel yang telah dianalisis yang kemudian dianalisis kembali. Digunakan konsentrasi 30-60% untuk penambahan sejumlah analit (Harmita, 2004). Pengukuran % *recovery* ditentukan dengan rumus 2.5.

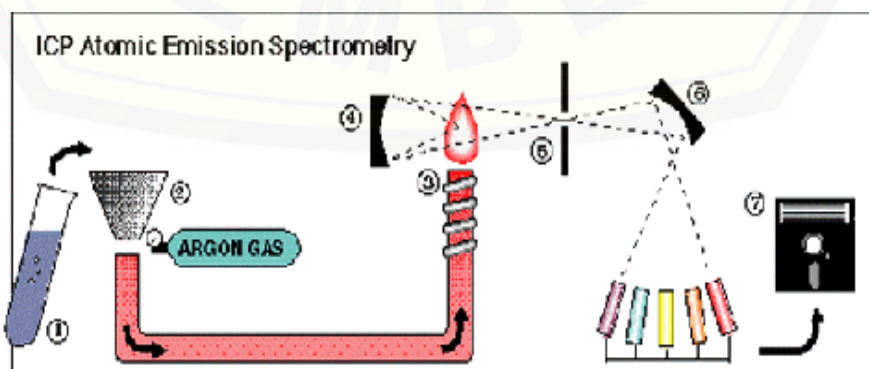
$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi hasil analisa}}{\text{konsentrasi teoritis}} \times 100\% \dots\dots\dots (2.5)$$

Tabel 2.1 Persyaratan Nilai Presisi dan Akurasi (Huber, 2007)

Konsentrasi Analit (%)	Unit	Akurasi (% <i>Recovery</i>)	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

2.6 Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) merupakan metode analisis yang digunakan untuk menganalisis banyak unsur secara bersamaan dan pada tingkat serendah 1-10 *part per billion* atau ppb. Alat ini dapat mendeteksi berbagai macam sampel makanan dan minuman yang mengandung logam. ICP bekerja menggunakan plasma argon yang diinjeksi dengan sampel cairan yang sudah diatomisasi. Sampel akan berionisasi dalam plasma dan ion-ion akan memancarkan cahaya pada panjang gelombang tertentu yang kemudian diukur dengan ICP. Gambar skema kerja alat ICP-AES ditunjukkan pada gambar 2.8.



Gambar 2.8 Skema Kerja Alat ICP-AES

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

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

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai bulan Agustus 2018 sampai Desember 2019 bertempat di Laboratorium *Chemo and Biosensor Group*, Laboratorium Kimia Farmasi, di Fakultas Farmasi, Universitas Jember (UNEJ).

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat Penelitian

Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), komputer, *hot plate & stirrer*, *hairdryer*, set alat gelas, *ball pipet*, pipet volume (Pyrex[®]), pipet ukur (Pyrex[®]), neraca analitik (Sartorius[®]), pipet mikro (Gilson[®]), labu ukur (Pyrex[®]), *scanner* (*Scanoscan_cannon*[®]), botol semprot, vial, *yellow tip*, dan *aluminium foil*.

3.3.2 Bahan Penelitian

Aqua bidestilata/pro injectio (Otsuka/Widatra), membran ester selulosa (Merck – Millipore, Germany[®]), 1-(2-tiazolilazo)-2-naftol (TAN) (Sigma Aldrich[®]), standar logam berat merkuri ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) (Merck[®]), NaOH p.a (Merck[®]), etanol p.a (Merck[®]), KH_2PO_4 p.a (Merck[®]), sampel jamu pegal linu.

3.4 Definisi Operasional

Definisi operasional dalam penelitian ini adalah:

- a. Deteksi logam berat merkuri dilakukan dengan melihat perubahan warna dari jingga menjadi merah keunguan pada strip tes.

- b. Sampel jamu yang digunakan adalah jamu pegal linu berbentuk serbuk dan cair yang beredar di pasaran baik yang sudah terdaftar di BPOM maupun yang tidak terdaftar di BPOM.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel-variabel yang digunakan adalah variabel bebas, variabel terikat dan variabel terkendali.

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian adalah volume dan konsentrasi reagen TAN serta konsentrasi merkuri yang digunakan pada analisis.

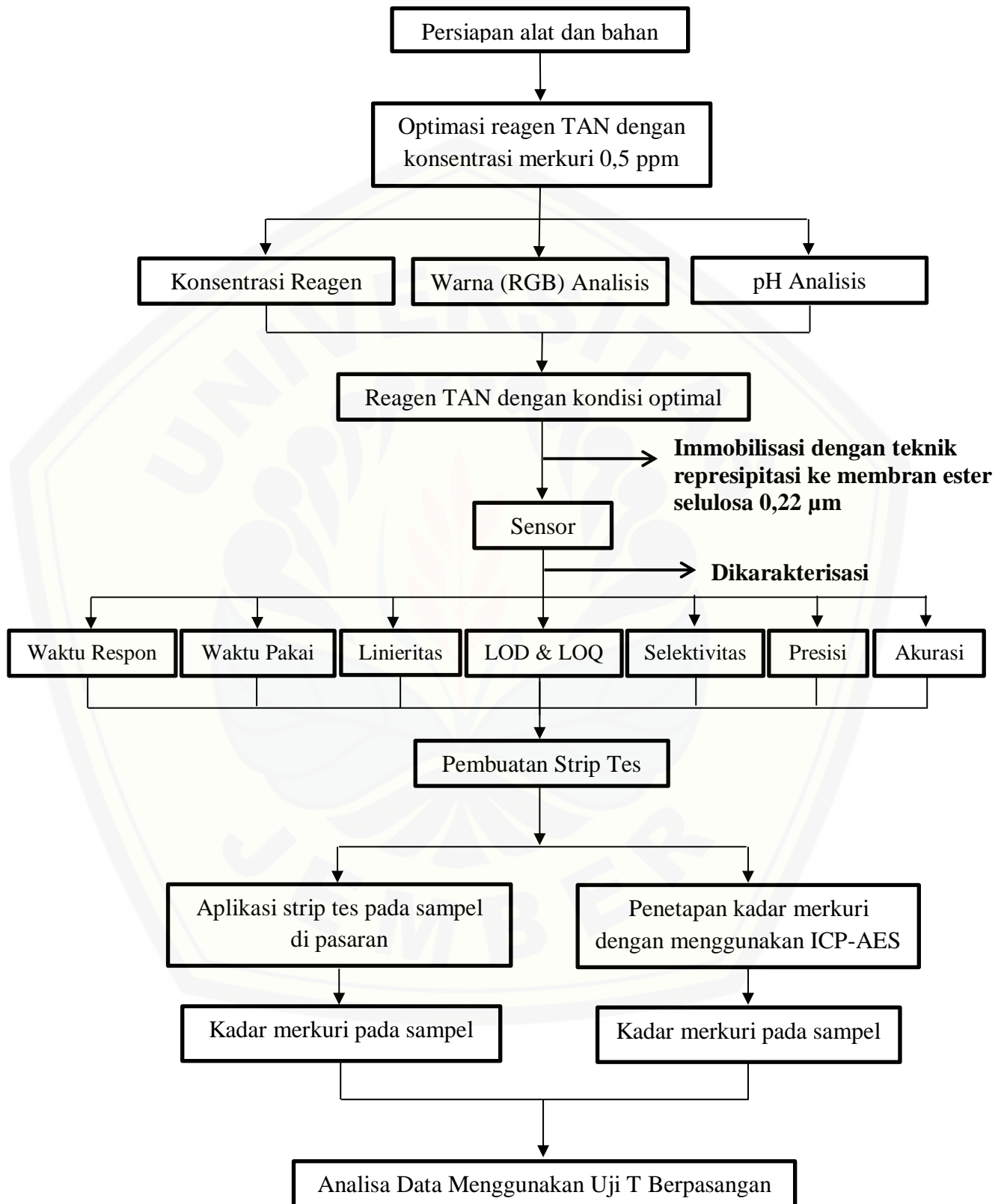
3.5.2 Variabel Terikat

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

3.5.3 Variabel Terkendali

Variabel terkendali untuk mengurangi dan memperkecil masalah sehingga tidak memberikan efek pada penelitian ini meliputi operator, prosedur kerja, peralatan pengujian, dan kondisi ruangan penelitian.

3.6 Alur Penelitian



3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Pembuatan Sensor

a. Optimasi Konsentrasi Reagen

Optimasi konsentrasi reagen dilakukan untuk memperoleh perubahan warna yang terbaik ketika reagen dan logam berat bereaksi, yaitu dengan pembuatan larutan TAN sebesar 2000 ppm, 1000 ppm dan 500 ppm dalam etanol p.a kemudian diimmobilisasi dengan cara sebanyak 100 μ L larutan TAN dilarutkan ke dalam 10 mL air yang distirer dengan kecepatan 1000 rpm selama 1 menit. Campuran larutan dispersi yang terbentuk dilewatkan dalam membran ester selulosa dan dikeringkan. Pemilihan konsentrasi reagen yang paling optimum didasarkan pada intensitas perubahan warna yang diberikan reagen TAN setelah diimmobilisasi ke dalam membran ester selulosa dan dicelupkan pada merkuri.

b. Optimasi Warna (*Red/Green/Blue*)

Optimasi warna *red/green/blue* didasarkan pada nilai koefisien korelasi (r) antara konsentrasi reagen dengan intensitas warna *mean red*, *mean green*, *mean blue*. Warna yang dipilih adalah yang memiliki nilai r yang paling mendekati 1.

c. Optimasi pH Analisis

Optimasi pH dilakukan untuk memperoleh pH kerja optimum, dimana masing-masing reagen dan logam bereaksi dengan baik yaitu ketika TAN dan merkuri bereaksi dengan baik untuk mencapai pH optimum. Tahapan ini dilakukan dengan cara mencelupkan sensor TAN yang telah dibuat pada larutan merkuri dengan pH 5, 6, 7, 8 yang dikendalikan menggunakan pH meter. Pemilihan pH pada kondisi optimum dilakukan dengan melihat konsentrasi standar merkuri yang dapat menghasilkan perubahan intensitas warna yang sempurna yaitu dari jingga menjadi merah keunguan.

d. Teknik Immobilisasi

Teknik immobilisasi yang dipilih yaitu menggunakan teknik reprecipitasi. Teknik immobilisasi reprecipitasi dilakukan dengan mendispersikan reagen TAN dalam pelarut etanol p.a sebanyak 100 μ L ke dalam 10 mL air menggunakan *magnetic stirrer* pada putaran 1000 rpm selama 1 menit. Kemudian dilewatkan

membran ester selulosa sampai dihasilkan lapisan reagen kimia pada bagian permukaan membran.

3.7.2 Pembuatan Larutan Merkuri

Sebanyak 16,18 mg $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ dimana setara dengan 10 mg Hg dicampur dan dilarutkan dalam 10 mL aquabidest. Lalu diencerkan menjadi beberapa konsentrasi, yaitu 5 ppm, 0,5 ppm, dan 0,1 ppm.

3.7.3 Pembuatan Seri Larutan Dapar Fosfat

Sejumlah tertentu NaOH 0,1 N dicampur dengan KH_2PO_4 0,1 N kemudian mengatur pH dengan pH meter digital untuk mendapat seri larutan dapar fosfat pH 5 – 8.

3.7.4 Karakterisasi Sensor

Karakterisasi strip tes dalam penelitian ini meliputi penentuan waktu respon, waktu pakai, linieritas, LOD dan LOQ, selektivitas, presisi dan akurasi.

a. Waktu Respon

Penentuan waktu respon dilakukan untuk memperoleh respon warna ($\Delta mean$ RGB) yang relatif konstan. Penentuan waktu respon dilakukan dengan cara mencelupkan strip tes yang telah diimmobilisasi ke dalam standar merkuri, lalu dihitung lamanya perubahan warna yang terjadi dengan menggunakan *stopwatch*, selanjutnya nilai $\Delta mean$ RGB diukur berdasarkan perubahan warna yang terjadi (Kartika, 2016).

b. Waktu Pakai

Penentuan waktu pakai dari strip tes dilakukan dengan membungkus strip tes menggunakan *aluminium foil* dan disimpan pada (*plastic clip*) beserta penyerap kelembaban berupa *silica gel*. Tahapan ini dilakukan pada dua kondisi berbeda, yaitu suhu ruang 25 °C dan suhu lemari es 2 - 8 °C. Penentuan waktu pakai dilakukan dengan mengamati respon warna pada strip tes saat diaplikasikan ke dalam konsentrasi logam merkuri setiap hari. Kemudian diamati perbandingan

pada nilai $\Delta mean$ RGB hingga memberikan penurunan nilai lebih dari 10% - 15% dari respon sensor ketika pertama kali diaplikasikan (Hidayat *et al.*, 2017; Afthoni *et al.*, 2018; Kuswandi, 2010).

c. Linieritas

Penentuan nilai linieritas dilakukan dengan menggunakan *imageJ* dengan $\Delta mean$ RGB yang linier. Tahapannya yaitu dengan mencelupkan strip tes ke dalam variasi rentang konsentrasi 25 – 200 % standar merkuri 0,5 ppm. Parameter yang digunakan untuk mengetahui hubungan linieritas adalah koefisien korelasi (r) pada analisis regresi $y = a + bx$. Hasil dapat dikatakan linier apabila nilai r mendekati 1 (Harmita, 2004)

d. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan dengan membuat seri konsentrasi larutan standar logam berat di bawah konsentrasi terkecil dari rentang pengujian linieritas. Program *Validation method of Analysis* digunakan untuk menganalisis data yang diperoleh sehingga didapatkan kurva linieritas konsentrasi yang sebanding dengan nilai $\Delta mean$ RGB dan dihitung nilai LOD dan LOQnya.

e. Selektivitas

Penentuan selektivitas dilakukan untuk memperoleh hasil perbandingan $\Delta mean$ RGB standar merkuri yang telah diberi komponen pengganggu seperti timbal dan kadmium dengan tanpa diberi pengganggu. Metode dikatakan selektif apabila % interferensi < 5%. Perhitungan nilai selektivitas dapat dilihat pada rumus 3.1

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

f. Presisi

Penentuan presisi dapat ditentukan dengan menghitung nilai Standar deviasi relatif (RSD) dari 6 kali pengukuran dengan strip tes yang tidak sama. Sampel dipreparasi dan ditimbang sebanyak enam kali replikasi. Strip tes

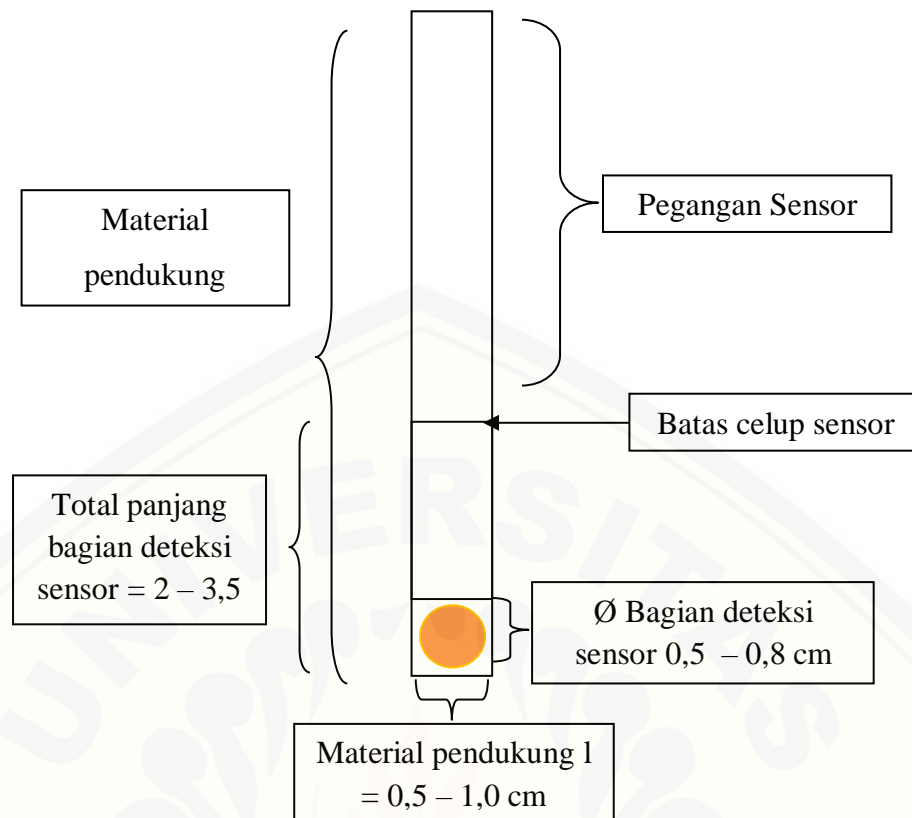
kemudian dicelupkan ke dalam masing-masing sampel. Program *ImageJ* digunakan untuk mengukur perubahan warna yang terjadi pada strip tes sehingga dihasilkan nilai $\Delta mean$ RGB

g. Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan untuk mengetahui massa logam berat yang terdapat dalam sampel. Perhitungan ini menggunakan % perolehan kembali dari tiga kali penambahan analit antara 80 – 120 % dari sampel hasil pengukuran konsentrasi presisi. Tahapan ini dilakukan dengan cara menimbang 0,5 g sampel lalu ditambahkan standar adisi dan dimasukkan ke dalam labu ukur kemudian diadddkan 10 mL aquabidest. Selanjutnya strip tes dicelupkan ke dalam larutan campuran tersebut dan diamati perubahan warna yang terjadi. Nilai $\Delta mean$ RGB yang diperoleh dimasukkan ke dalam persamaan regresi sehingga didapatkan konsentrasi merkuri dalam sampel. Selanjutnya ditentukan nilai % *recovery* dengan membandingkan massa logam berat yang diperoleh dengan massa logam berat secara teoritis.

3.7.5 Pembuatan Strip Tes

Strip tes yang akan digunakan untuk mendeteksi kandungan logam merkuri terdiri dari dua bagian yaitu pegangan dan area deteksi. Untuk bagian pegangan digunakan bahan mika plastik yang tidak dapat menyerap cairan dengan ukuran 7,5 cm x 0,5 cm, dan area deteksi kandungan logam menggunakan membran ester selulosa berbentuk lingkaran dengan diameter 0,5 – 0,8 cm. Area deteksi direkatkan pada pegangan dengan menggunakan *doubletape* hingga seluruh permukaan bagian belakang strip tes tertutup sempurna.



Gambar 3.1 Desain Strip Tes

3.7.6 Aplikasi Strip Tes pada Sampel Jamu Pegal Linu

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

Mengacu pada ICS Unindo (2008) preparasi sampel jamu yaitu dengan menimbang sampel jamu sebanyak 0,5 g, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan air panas sampai tanda batas, kocok dan diamkan ± 30 menit. Selanjutnya campuran disaring menggunakan kertas saring, tampung filtrat dalam vial (Longo, 2008). Lalu strip tes dicelupkan pada filtrat dari sampel yang telah dipreparasi sampai tanda batas dan didiamkan selama ± 30 menit sampai bagian deteksi sensor mengalami perubahan warna menjadi merah keunguan. Setelah itu angkat strip tes dan diamkan hingga kering. Pada tahap terakhir dilakukan pengukuran nilai RGB dengan program *imageJ*. Pengukuran nilai RGB bertujuan untuk menghitung konsentrasi merkuri pada masing-masing sampel.

3.7.7 Penetapan Kadar Merkuri pada Jamu Pegal Linu dengan Metode ICP-AES

Metode ICP-AES merupakan metode yang biasa digunakan untuk mendeteksi logam berat salah satunya merkuri. Cara pengerjaan metode ini yaitu dengan menimbang 1 g sampel jamu kemudian dimasukkan dalam erlenmeyer. Lalu ditambahkan 20 mL $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1) dan didestruksi di *hot plate* hingga jernih. Setelah jernih ditambahkan 10 mL air suling, lalu saring di labu 25 mL dan dilakukan penambahan air suling kembali hingga tanda batas. Pada tahap terakhir dilakukan pembacaan dengan alat ICP-AES dengan mengukur nilai absorbansi dari sampel pada panjang gelombang pengukuran. Dari nilai yang diperoleh dapat ditentukan konsentrasi logam berat dalam sampel (Todoli JL, 2005).

3.7.8 Analisa Data

Analisa data dilakukan dengan membandingkan hasil pengujian sampel menggunakan strip tes dengan hasil pengujian sampel menggunakan metode ICP-AES. Uji yang digunakan untuk membandingkan hasil konsentrasi yang didapat dari kedua metode tersebut adalah metode uji T berpasangan (*Paired Sample T-Test*).

Uji T berpasangan adalah pengujian yang digunakan untuk membandingkan selisih dua *mean* dari dua sampel yang berpasangan dengan asumsi data terdistribusi normal. Sampel berpasangan berasal dari subjek yang sama, setiap variabel diambil saat situasi dan keadaan yang berbeda.

BAB 4. PEMBAHASAN




Pada penelitian ini dilakukan pengembangan sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi logam berat merkuri (Hg) pada jamu pegal linu. Tahap pertama yang dilakukan yaitu optimasi kondisi analisis dan dilanjutkan dengan karakterisasi sensor kimia. Pada tahap optimasi kondisi analisis dilakukan optimasi warna RGB (*red/green/blue*), optimasi konsentrasi reagen, optimasi pH analisis, dan teknik immobilisasi. Kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi sensor yang meliputi uji penentuan waktu respon, waktu pakai, linieritas, LOD & LOQ, selektivitas, presisi dan akurasi.

4.1 Kondisi Optimum Fabrikasi Sensor

4.1.1 Optimasi Konsentrasi Reagen

Pemilihan konsentrasi reagen didasarkan pada intensitas perubahan warna yang diberikan reagen TAN setelah diimmobilisasi ke dalam membran ester selulosa dan dicelupkan pada analit merkuri. Reaksi antara TAN dan merkuri akan menghasilkan perubahan warna yaitu dari yang awalnya berwarna jingga menjadi merah keunguan. Perubahan warna yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 4.1.

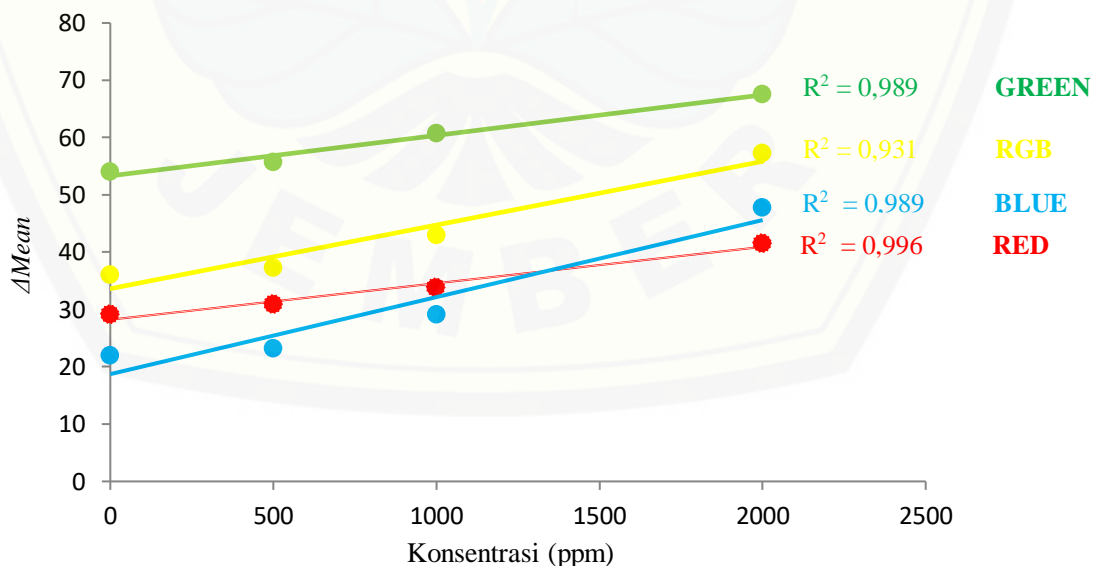
Tabel 4.1 Optimasi Konsentrasi Reagen

Immobilisasi Reagen	TAN + Hg 0,5 ppm	Δ Mean Red
500 ppm		30,886
1000 ppm		33,789
2000 ppm		41,451

Dari Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa perubahan warna yang paling optimum (perubahan warna dari jingga ke merah keunguan) ditunjukkan oleh konsentrasi 1000 ppm, sedangkan pada konsentrasi 500 ppm perubahan warna yang dihasilkan berupa warna jingga tua, dan pada konsentrasi 2000 ppm perubahan warna yang dihasilkan yaitu merah kecoklatan. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi 2000 ppm reagen TAN terlalu pekat sehingga perubahan warna yang terjadi lebih gelap tidak seperti yang diharapkan, dan pada konsentrasi 500 ppm tidak menunjukkan perubahan warna yang signifikan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa konsentrasi reagen yang optimum pada konsentrasi 1000 ppm.

4.1.2 Optimasi Pemilihan Warna *Red/Green/Blue*

Pemilihan warna *red/green/blue* dilakukan dengan membandingkan nilai koefisien korelasi (r) pada masing-masing warna dari berbagai konsentrasi reagen yaitu 500 ppm, 1000 ppm dan 2000 ppm melalui pembacaan dengan program *ImageJ*. Nilai koefisien korelasi (r) yang baik adalah mendekati 1 (Harmita, 2004). Pembacaan warna *red/green/blue* (RGB) dapat dilihat pada Gambar 4.1. Data pemilihan warna *red/green/blue* (RGB) selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 2.

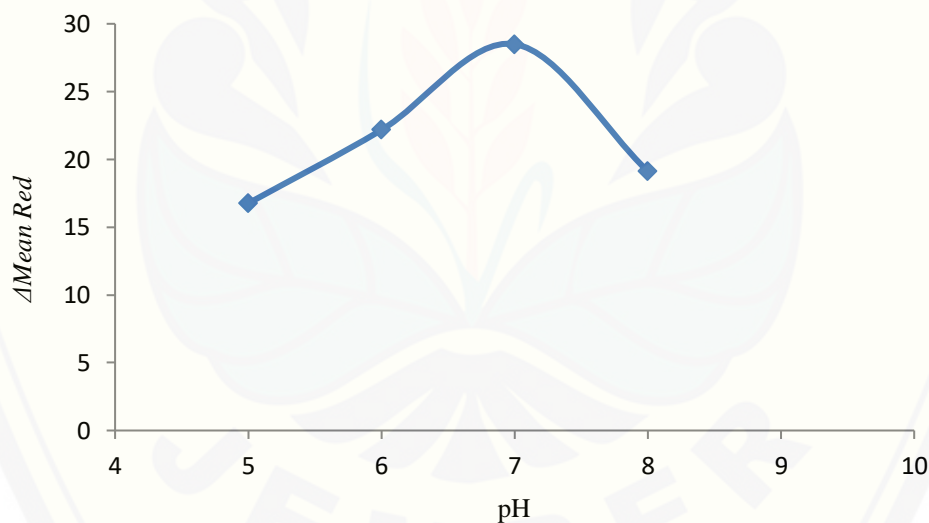


Gambar 4.1 Pembacaan Warna Menggunakan *ImageJ*

Berdasarkan pembacaan *imageJ* di atas maka warna yang terpilih yaitu *red* dengan koefisien korelasi yang paling tinggi dan paling mendekati 1 yaitu 0,9959. Sedangkan koefisien korelasi untuk *green*, *blue*, dan RGB berturut-turut 0,9897; 0,9899; 0,9305. Nilai *r* mendekati 1 menunjukkan bahwa nilai tersebut lebih linier dibandingkan dengan lainnya. Hal ini berkaitan dengan perubahan warna yang diinginkan dalam penelitian yaitu merah keunguan.

4.1.3. Optimasi pH Analisis

Optimasi pH pada penelitian kali ini dilakukan untuk memilih pH optimum pada analit. Pada tahapan ini digunakan dapar fosfat untuk membuat berbagai macam seri pH yaitu pH 5, 6, 7, 8. Pembacaan *imageJ* antara $\Delta mean red$ dan pH dapat dilihat pada Gambar 4.2. Data optimasi pH selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 3.



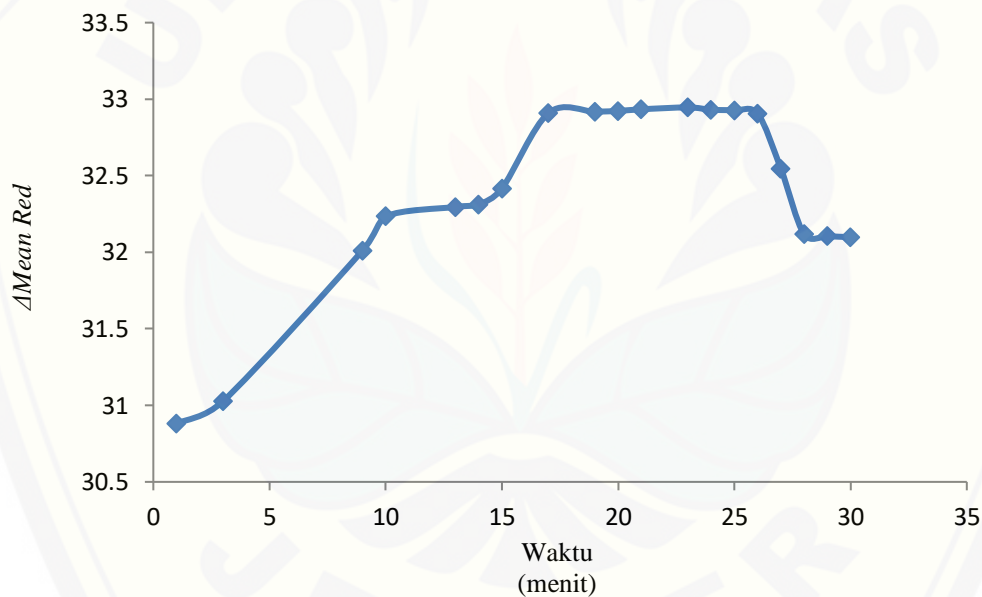
Gambar 4.2 Kondisi Optimum pH

Berdasarkan gambar di atas dapat disimpulkan bahwa pH berpengaruh terhadap kerja strip tes dengan pH netral yaitu 7, karena pH 7 memiliki nilai $\Delta mean red$ paling tinggi yaitu 28,494; sedangkan pada pH 5, 6, 8 berturut-turut 16,758; 22,167 dan 13,118, sehingga sebelum sensor digunakan harus dipastikan analit sudah dalam kondisi pH 7 agar sensor dapat bekerja optimal untuk mendeteksi analit.

4.2 Karakterisasi Sensor

4.2.1 Waktu Respon

Penentuan waktu respon dilakukan dengan mereaksikan reagen TAN yang telah diimmobilisasi ke dalam membran ester selulosa pada merkuri dan dilakukan *scanning* dengan jangka waktu tertentu. Kemudian hasilnya dianalisis menggunakan pembacaan pada program *imageJ* dengan melihat nilai $\Delta mean red$ untuk mendapatkan waktu respon yang optimum. Pengamatan waktu respon dilakukan untuk mengetahui berapa waktu yang dibutuhkan sensor memberikan perubahan warna sejak pertama kali sensor dicelupkan pada analit. Grafik penentuan waktu respon dapat dilihat pada Gambar 4.3. Data penentuan respon uji selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4.



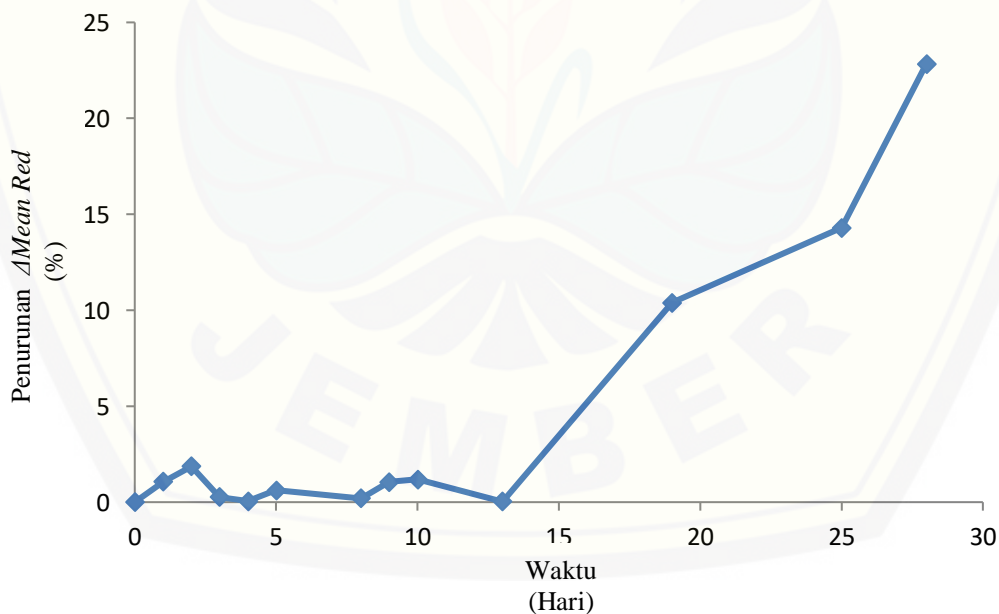
Gambar 4.3 Grafik Waktu Respon

Berdasarkan gambar di atas dapat dilihat bahwa $\Delta mean red$ mengalami peningkatan pada menit pertama sampai menit ke-16 lalu berada pada posisi optimum dengan menunjukkan nilai $\Delta mean red$ tertinggi pada menit ke-17 dan terus stabil sampai menit ke-24, kemudian sensor akan mengalami penurunan dari menit ke-25 sampai seterusnya karena larutan tersebut sudah jenuh sehingga pHnya sudah tidak optimum. Sehingga pembacaan sensor dengan *imageJ* dimulai

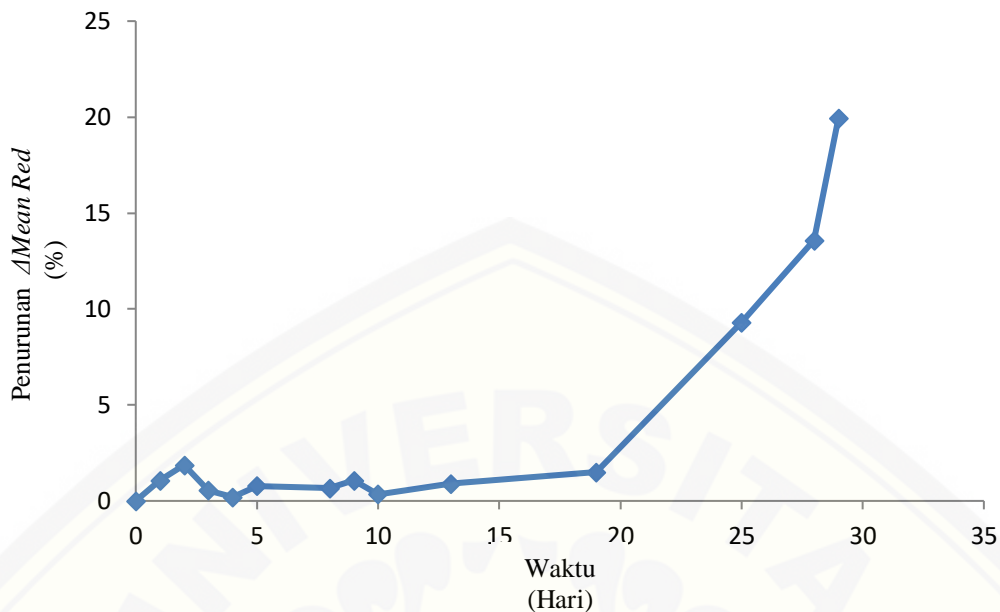
pada menit ke-17 dan setelah menit ke-24 tidak dapat dilakukan pembacaan lagi karena sensor sudah mengalami penurunan waktu respon. Jadi, apabila dilakukan pembacaan setelah menit ke-24 maka hasilnya sudah tidak valid atau tidak dapat dipercaya.

4.2.2 Waktu Pakai

Penentuan waktu pakai sensor dilakukan untuk mengetahui waktu pakai sensor dan kondisi penyimpanan sensor. Waktu pakai dilakukan dengan cara menyimpan sensor pada dua kondisi suhu berbeda yaitu pada suhu ruang (25 °C) maupun suhu lemari es (2 – 8 °C) dan mengukur respon warna pada sensor saat diaplikasikan pada analit pada rentang hari tertentu dengan pembacaan menggunakan *imageJ*. Waktu pakai sensor pada penyimpanan suhu ruangan (25 °C) dapat dilihat pada Gambar 4.4. Waktu pakai sensor pada penyimpanan suhu lemari es (2 – 8 °C) dapat dilihat pada Gambar 4.5. Data waktu pakai selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 5.



Gambar 4.4 Waktu Pakai Sensor Pada Suhu Ruang



Gambar 4.5 Waktu Pakai Sensor Pada Suhu Lemari Es

Berdasarkan data di atas dapat dilihat bahwa strip tes mengalami penurunan $\pm 15\%$ dibandingkan nilai Δ mean red pada hari awal pemberian standar pada suhu ruang yang memiliki nilai Δ mean red 32,839 dimana terjadi penurunan pada hari 28 dengan nilai Δ mean red 22,686 (22,84 %) dan pada suhu lemari es memiliki nilai Δ mean red pada hari awal pemberian 32,858 kemudian terjadi penurunan pada hari 29 dengan nilai 22,123 (19,95%). Sehingga sensor hanya dapat digunakan selama 28 hari jika disimpan pada suhu ruang (25 °C) dan 29 hari jika disimpan pada suhu lemari es (2 – 8 °), selebihnya sensor akan mengalami penurunan kualitas dan tidak dapat digunakan kembali karena hasil yang diperoleh tidak valid.

4.2.3 Linieritas

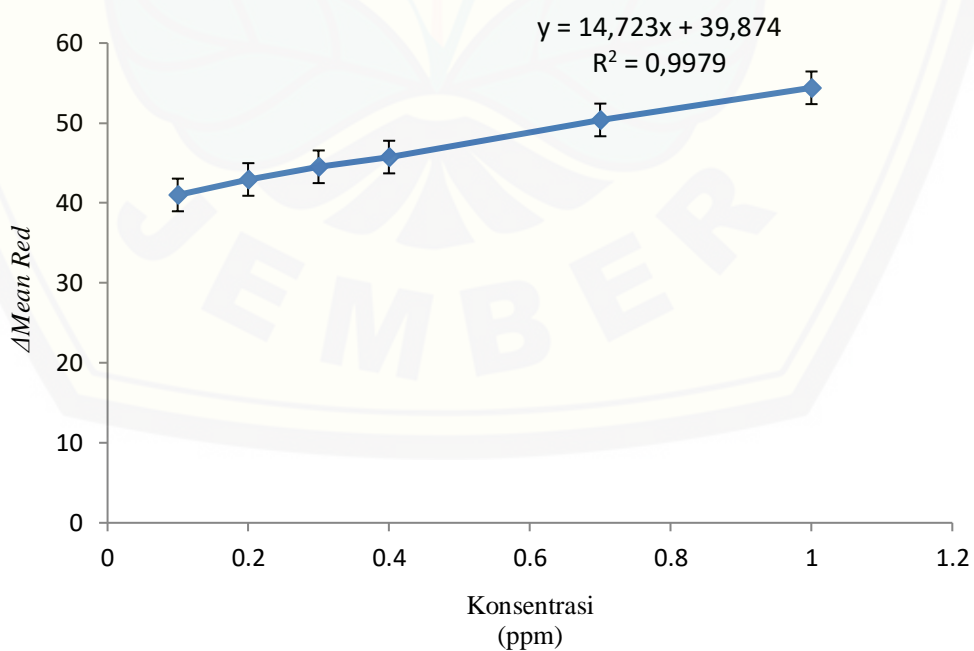
Uji linieritas dilakukan untuk mendapatkan Δ mean red yang linier dengan pembacaan menggunakan *imageJ*. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan nilai koefisien korelasi (r) pada analisis regresi $y = a + bx$. Kelinieran suatu metode dapat diuji dengan mengujikan beberapa konsentrasi merkuri. Dalam penelitian ini uji linieritas dilakukan melalui 6 konsentrasi standar merkuri

pada rentang 0,1 ppm – 1 ppm. Konsentrasi uji terpilih yaitu, 0,1 ppm, 0,3 ppm, 0,4 ppm, 0,5 ppm, 0,6 ppm, dan 1 ppm. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai r mendekati 1 kemudian $p\text{-value} \leq 0,01$ dan $Vx0 < 5 \%$. Hasil uji linieritas menghasilkan konsentrasi dan $\Delta mean red$ standar merkuri dapat dilihat pada Tabel 4.2. Data linieritas selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 6.

Tabel 4.2 Hasil Uji Linieritas

Konsentrasi Analit (ppm)	$\Delta Mean Red$	SD (%)
0,1	41,003	0,578
0,2	42,940	0,854
0,3	44,526	0,542
0,4	45,742	0,802
0,7	50,384	0,483
1	54,403	0,050

Hubungan yang proporsional (linier) antara konsentrasi dengan $\Delta mean red$ standar merkuri dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Grafik Hubungan Antara Konsentrasi dengan $\Delta Mean Red$

Berdasarkan hasil di atas diperoleh nilai koefisien korelasi (r) 0,998 dan analisis regresi $y = 14,723x + 39,874$. Nilai r tersebut memenuhi parameter adanya hubungan linier dengan nilai koefisien korelasi mendekati 1. Artinya hubungan antara konsentrasi dengan $\Delta mean red$ linieritas di atas memiliki korelasi yang positif, hal ini dikarenakan kenaikan atau penurunan konsentrasi yang berbanding lurus dengan $\Delta mean red$. Nilai r di atas diikuti dengan nilai $p-value$ 0,00000172 dan $Vx0$ 3,96 %. Nilai tersebut memenuhi parameter dengan syarat nilai $p-value \leq 0,01$ dan $Vx0 < 5\%$. Nilai $p-value$ menunjukkan kesalahan hasil perhitungan merkuri yang didapat peneliti, dengan angka 0,0000017 maka hasil peneliti dapat diterima dan dianggap signifikan.

Mengacu pada Gambar 4.6 semakin tinggi nilai konsentrasi standar merkuri maka semakin tinggi pula nilai $\Delta mean red$ nya, hal tersebut disebabkan oleh perubahan warna yang diberikan konsentrasi yang lebih tinggi menghasilkan intensitas warna lebih tinggi pula yaitu merah keunguan. Pemilihan konsentrasi uji pada linieritas didasarkan pada batas maksimum kadar merkuri di dalam sampel jamu yaitu $\leq 0,5$ ppm, sehingga rentang yang digunakan antara 0,1 ppm – 1 ppm. Pada rentang tersebut dijadikan dasar untuk mewakili nilai di bawah dan di atas 0,5 ppm.

4.2.4. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Penentuan LOD dan LOQ dilakukan untuk mengetahui batas konsentrasi analit yang masih terdeteksi oleh alat dan konsentrasi analit yang dapat dihitung untuk presisi dan akurasi. Pada penelitian ini dibuat 6 konsentrasi standar merkuri yaitu 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; 0,7 ppm dan 1 ppm, selanjutnya dianalisis menggunakan program *imageJ* untuk mendapatkan nilai $\Delta mean red$. Karena kadar analit kecil maka konsentrasi LOD dan LOQ menggunakan konsentrasi linieritas. Data area dan konsentrasi kemudian dianalisis menggunakan Program Validation of Method Analysis (VMA). Hasil *scanning* RGB menghasilkan konsentrasi standar merkuri dan $\Delta mean red$ dapat dilihat pada Tabel 4.3. Data LOD dan LOQ selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 7.

Tabel 4.3 Konsentrasi Standar Merkuri dan $\Delta Mean Red$

Konsentrasi Analit (ppm)	$\Delta Mean Red$
0,1	41,003
0,2	42,940
0,3	44,526
0,4	45,742
0,7	50,384
1	54,403

Berdasarkan hasil analisis dengan VMA didapatkan nilai LOD dan LOQ sebagai berikut:

DL value (LOD) : 0,102 ppm

QL value (LOQ) : 0,306 ppm

Dari hasil diatas dapat dinyatakan bahwa nilai batas deteksi analit yaitu 0,102 ppm yang artinya jumlah kadar merkuri terkecil yang masih bisa dideteksi tetapi belum tentu bisa terukur oleh strip tes di dalam sampel jamu yakni 0,102 ppm. Sedangkan nilai batas kuantitasi yaitu 0,306 ppm, dapat diartikan bahwa batas nilai konsentrasi terendah merkuri yang dapat diukur pasti oleh strip tes yakni 0,306 ppm.

4.2.5 Selektivitas

Selektivitas dilakukan untuk melihat kemampuan suatu metode mengukur zat tertentu dengan kemungkinan adanya komponen lain atau pengganggu dalam matriks sampel. Untuk mengetahui selektivitas suatu metode dikerjakan dengan cara membandingkan hasil analisis sampel yang tidak terkontaminasi dengan sampel yang telah terkontaminasi. Pada penelitian ini sampel yang berisi merkuri digunakan sebagai standard untuk membandingkan dengan sampel berisi merkuri dengan campuran timbal dan merkuri dengan campuran kadmium. Masing-masing sampel diberi perlakuan 1:1, 1:10 dan 1:100 selanjutnya dihitung nilai interferensinya. Hasil uji selektivitas dapat dilihat pada Gambar 4.9. Tabel perbandingan penambahan analit dapat dilihat pada Tabel 4.4. Data uji selektivitas selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 8.

Tabel 4.4 Perbandingan Penambahan Interferensi dan Nilai % Interferensi

Penambahan Interferensi	Perbandingan Konsentrasi (ppm)	Interferensi (%)
Standard Hg		0
Pb (1:1)	0,4 Hg : 0,4 Pb	2,67
Pb (1:10)	0,4 Hg : 4 Pb	2,36
Pb (1 : 100)	0,4 Hg : 40 Pb	1,58
Cd (1:1)	0,4 Hg : 0,4 Cd	1,29
Cd (1:10)	0,4 Hg : 4 Cd	0,94
Cd (1:100)	0,4 Hg : 40 Cd	4,55

Dari hasil uji selektivitas diperoleh grafik antara $\Delta mean red$ dengan interferensi masing-masing penambahan analit pengganggu. Berdasarkan nilai tersebut diperoleh hasil bahwa timbal dan kadmium tidak memberikan interferensi yang berarti ditunjukkan dengan nilai interferensi kurang dari 5%. Nilai interferensi yang dihasilkan untuk penambahan Pb berturut-turut yakni 2,67; 2,36; 1,58; sedangkan untuk penambahan Cd berturut-turut yakni 1,29; 0,94; 4,55. Dapat disimpulkan bahwa sensor memenuhi parameter adanya selektivitas, yaitu kurang dari 5% yang artinya sensor selektif untuk pengujian logam berat merkuri dan meskipun terdapat logam berat pengganggu lainnya seperti Pb dan Cd tidak akan mempengaruhi hasil yang diberikan sensor.

4.2.6 Presisi

Presisi menunjukkan kesesuaian dalam pengulangan pengukuran respon sensor satu dan lainnya untuk analit yang sama dengan menghitung nilai RSD. Uji presisi dilakukan dengan pengukuran sampel replikasi 6 kali selama 3 hari yang berbeda. Uji presisi menggunakan *imageJ* menghasilkan data konsentrasi dan *mean* pada setiap sampelnya. Hasil uji presisi dapat dilihat pada Tabel 4.5. Perhitungan presisi selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 9.

Tabel 4.5 Nilai RSD Ke-3 Hari yang Berbeda

Presisi Hari Ke-	Nilai RSD (%)
1	6,93
2	6,03
3	6,67
Rata-Rata RSD	6,54%

Berdasarkan hasil di atas diperoleh rata-rata RSD dari ke-3 hari yang berbeda sebesar 6,54%. Angka tersebut memenuhi parameter kriteria penerimaan presisi yaitu dengan batas maksimum nilai presisi yang dapat diterima untuk konsentrasi analit di bawah 10 ppm adalah $\leq 7,3\%$ (Huber, 2007). Presisi menunjukkan kedekatan nilai satu dengan yang lainnya pada hari yang berbeda, nilai RSD berurutan diperoleh 6,93%; 6,03%; 6,67%; semakin dekat nilai RSD hari pertama sampai hari ke tiga maka semakin baik pula nilai RSD yang diperoleh. Sehingga pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa memiliki kedekatan atau keseragaman pengulangan nilai yang baik.

4.2.7. Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan metode simulasi yaitu dengan menambahkan standar merkuri tertentu pada sampel yang ditentukan dalam % *recovery*. Digunakan tiga macam konsentrasi yaitu 80%, 100% dan 120% dari kadar analit. Konsentrasi yang dibuat antara lain 0,04 ppm (80%), 0,5 ppm (100%) dan 0,6 ppm (120%). Pengukuran dilakukan 3 kali replikasi dan dihitung % *recovery*nya. Hasil rata-rata % *recovery* dapat dilihat pada Tabel 4.6. Perhitungan lengkap akurasi dapat dilihat pada Lampiran 10.

Tabel 4.6 Hasil Rata-Rata % *Recovery*

Penambahan Analit (%)	% <i>Recovery</i>	<i>Mean</i>	<i>SD</i>	<i>RSD</i>
80	96,263			
100	102,596	98,007%	4,018	4,09%
120	95,163			

Dari data diatas diperoleh hasil % *recovery* sama dengan 98,007%. Menurut Huber (2007) angka tersebut memenuhi parameter kriteria penerimaan

akurasi karena sampel dengan konsentrasi analit dibawah 10 ppm memiliki rentang % *recovery* sebesar 80 – 110%. Akurasi menunjukkan ketepatan dan kemiripan nilai antara pengukuran dengan analit yang ditambahkan, semakin dekat nilai antara pengukuran dan analit maka nilai akurasi yang diperoleh semakin baik. Hal ini dapat dibuktikan dengan hasil % *recovery* 80 – 120% memiliki rata-rata 98,007% yang mana hasil ini memenuhi parameter kriteria penerimaan akurasi menurut Huber (2007).

4.3 Pembuatan Strip Tes

Strip tes yang akan digunakan untuk mendeteksi kandungan logam merkuri terdiri dari dua bagian yaitu bagian pegangan dan bagian deteksi, bagian pegangan strip tes digunakan bahan yang tahan terhadap cairan dengan ukuran 6,5 cm x 0,4 cm yang terbuat dari mika plastik, sedangkan bagian deteksi untuk logam digunakan bahan yang terbuat dari membran ester selulosa berbentuk lingkaran dengan diameter 0,5 – 0,8 cm. Bagian deteksi direkatkan menggunakan *doubletape* pada pegangan hingga merekat sempurna.

4.4 Penetapan Kadar Merkuri dalam Jamu Pegal Linu Menggunakan Strip Tes

Tahap terakhir penelitian ini setelah dilakukasn validasi metode analisis adalah penerapan metode analisis strip tes terhadap sampel jamu lain yakni NRL, YST, SBT dan IPL. Untuk mengetahui konsentrasi merkuri dalam jamu, dilakukan penetapan kadar sampel jamu dengan strip tes yang telah tervalidasi. Hasil penetapan kadar sampel jamu dapat dilihat pada Tabel 4.7. Perhitungan penetapan kadar selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 11.

Tabel 4.7 Penetapan Kadar Sampel Jamu

Nama Sampel	Konsentrasi Hasil Percobaan (ppm)
IPL	0,315
NRL	-0,155 (Tidak terdeteksi Hg)
SBT	-0,006 (Tidak terdeteksi Hg)
YST	0,017

Dari data hasil penelitian terlihat bahwa konsentrasi merkuri dalam sampel jamu IPL, NRL, SBT dan YST berturut-turut sebesar 0,315; -0,155; -0,006; 0,017. Nilai minus (-) pada pengujian diatas menunjukkan bahwa sampel jamu tersebut tidak mengandung merkuri di dalamnya. Sampel YST dan SBT merupakan sampel jamu dengan nomor BPOM palsu atau tidak tertera pada BPOM, sedangkan sampel NRL dan IPL merupakan sampel jamu yang telah terdaftar dalam BPOM dan memiliki izin edar. Namun, pada kedua jenis samel di atas sama-sama tidak mengandung merkuri.

4.5 Analisa Data

Pada penelitian ini dilakukan analisis data dengan metode uji T berpasangan (*Paired Sampe T-Test*) untuk mengetahui apakah sensor kimia yang digunakan dapat diterapkan atau tidak. Analisis data *T-test* diperoleh dari perbandingan penentuan kadar menggunakan strip tes dengan ICP-AES. Tabel hasil penetapan kadar menggunakan sensor kimia dapat dilihat pada Tabel 4.7. Analisis data *T-test* selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 12.

Tabel 4.8 Perbandingan Penetapan Kadar Menggunakan Strip Tes dan ICP-AES

Nama Sampel	Strip Tes (ppm)	ICP-AES (ppm)	Hasil Analisa <i>T-test</i>
IPL	0,315	0,048	0,498
YST	0,017	0,016	

Kemudian dilakukan uji *T-test* dari hasil pembacaan kedua metode di atas. Analisis data *T-test* selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 12. Hasil uji *T-test* diperoleh nilai P ($T \leq t$) sebesar 0,498 sehingga dapat dikatakan jika hasil nilai *T-test* $> 0,05$ maka data hasil perbandingan tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan (Dahlan, 2004). Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil penetapan kadar dengan menggunakan strip tes dan ICP-AES tidak memiliki perbedaan, sehingga strip tes ini dapat diterapkan dalam pengujian kadar logam berat merkuri pada produk jamu.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Pengembangan sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi logam berat merkuri (Hg) berada pada kondisi optimum konsentrasi reagen TAN 1000 ppm dan sampel dipastikan dalam kondisi pH 7.
2. Hasil karakterisasi strip tes menunjukkan bahwa :
 - a. Waktu respon berada pada rentang menit ke 17 sampai 24,
 - b. Waktu pakai strip tes selama 28 hari jika disimpan pada suhu ruang dan 29 hari jika disimpan pada suhu lemari es,
 - c. Linieritas dengan $r = 0,998$; $V_{x0} = 3,96 \%$; $p\text{-value} = 0,00000172$,
 - d. LOD = 0,102 ppm dan LOQ = 0,306 ppm,
 - e. Nilai interferensi kurang dari 5 %, presisi dengan RSD 6,54 %, dan akurasi dengan nilai $\% \text{ recovery}$ 98,007 %.
3. Diperoleh nilai hasil uji *T-test* sebesar 0,498. Nilai uji *T-test* > 0,05 menunjukkan bahwa data hasil perbandingan antara aplikasi strip tes berbasis TAN dengan metode *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry* (ICP-AES) tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan.

5.2 Saran

Perlu dikembangkan lebih lanjut sensor kimia berbasis strip tes deteksi kadar merkuri untuk meningkatkan waktu pakai serta waktu respon sensor. Penelitian selanjutnya diharapkan dapat menghasilkan sensor dengan waktu respon yang lebih cepat dan waktu pakai yang lebih baik pada suhu ruang maupun lemari es.

DAFTAR PUSTAKA

BPOMRI. 2017. Statistik Semua Produk BPOM

Cruz, S. 2010. Section 1 - chemical product and company identification. 21–29.

Eggins, B. R. 2004. Analytical techniques in the science - chemical sensor and biosensor. *John Wiley & Sons Lts.* 125–168.

Ferreira, T. A. dan W. Rasband. 2010. *The imageJ user guide*

Godt, J., F. Scheidig, C. Grosse-Siestrup, V. Esche, P. Brandenburg, A. Reich, dan D. A. Groneberg. 2006. The toxicity of cadmium and resulting hazards for human health. *Journal of Occupational Medicine and Toxicology.* 1(1):1–6.

Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian.* 117(33):117–135.

Huber, L. 2007. *Validation and Qualification in Analytical Laboratories, Second Edition.* Edisi 2nd. Boca Raton: CRC Press.

Husna, O. L. dan A. Hanifah. 2015. Analisa kandungan logam berat timbal, kadmium, dan merkuri dalam produk jamu pegal linu yang beredar di kota pekanbaru. *Jom Fmipa.* 2(1):130–135.

Kemendag. 2014. Obat herbal tradisional. *Warta Ekspor.* (September 2014):1–20.

Kristianingrum, S. 2012. KAJIAN berbagai proses destruksi sampel dan efeknya. *Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA.* 195–202.

- Kuswandi, B. 2010. *Sensor kimia: teori, praktek dan aplikasi*. Jember: Jember University Press.
- Kuswandi, B., a a Vaughan, dan R. Narayanaswamy. 2001. Simple regression model using an optode for the simultaneous determination of zinc and cadmium mixtures in aqueous samples. *Analytical sciences: the international journal of the Japan Society for Analytical Chemistry*. 17(1):181–186.
- Longo, G. 2008. *Extraction technologies for medicinal and aromatics plants*. Italy: UNINDO, ICS.
- Marczenko, Z. dan M. Balcerzak. 2000. Separation, preconcentration and\rspectrophotometry in inorganic analysis. *Analytical Spectroscopy Library*. 10
- Milala, I. V. 2011. Penetapan Kadar Mg, Fe, Pb dan Cd dalam Abu Letusan Gunung Sinabung Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Universitas Sumatera Utara.
- Notohadiprawiro, T. 2006. Logam berat dalam pertanian. *ilmu Tanah Universitas Gajah Mada*. (2006):1–10.
- Reinking, L. 2007. *ImageJ basics*. Millersville, PA. 2007.
- Risby, T. H. 2006. *Atomic spectroscopy modern instrumental analysis Volume 47*. Dalam Modern Instrumental Analysis. Editor S. Ahuja dan N. Jespersen. Kidlington UK: Elsevier B.V.
- Sparringa, R. A. 2015. Peraturan kepala badan pengawas obat dan makanan republik indonesia nomor 12 tahun 2014 tentang persyaratan mutu obat tradisional. 1–25.
- Sri, A. dan T. Azizah. 2004. Studi aktivitas daya analgetik jamu pegel linu. *Jurnal Penelitian Sains & Tekhnologi*. 5:21–32.

- Takahashi, Y. 2014. *Dye Nanoparticle-Coated Test Strips for Detection of ppb-Level Ions in Water*. Edisi Second Edi. Elsevier Inc. *Nanotechnology Applications for Clean Water: Solutions for Improving Water Quality: Second Edition*.
- Walsiati, S. E. 2011. Faktor yang menentukan omzet penjualan jamu. 2(2):25–36.
- Wilson, D. a J. 2009. Handbook of chemical and biological sensors. *Physiological Measurement*. 17(4):319–319.
- Zhang, J., B. Wider, H. Shang, X. Li, dan E. Ernst. 2012. Quality of herbal medicines: challenges and solutions. *Complementary Therapies in Medicine*. 20(1–2):100–106.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Perhitungan Standar Logam Merkuri (Hg)

Penimbangan garam $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

Ar $\text{Hg}^{2+} = 200,59 \text{ g/mol}$

Mr $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 = 324,599 \text{ g/mol}$

Pelarut aquabidest

Penimbangan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

Ar Hg Mr $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

200,59 g/mol ~ 324,599 g/mol

10 mg ~ X mg

X mg = $\frac{324,599 \text{ g/mol}}{200,59 \text{ g/mol}} \cdot 10 \text{ mg}$

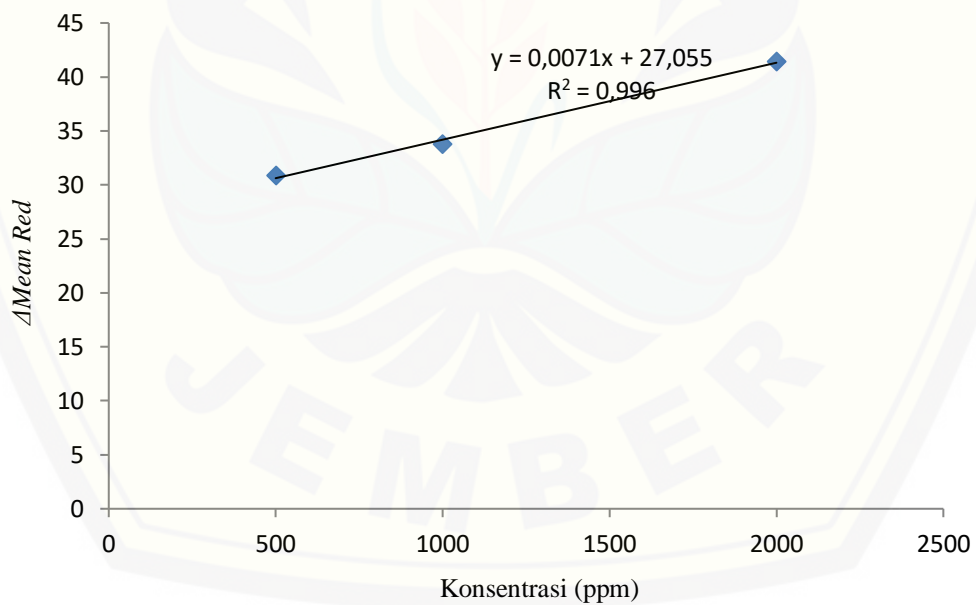
X mg = 16,18 mg ~ 10 mg Hg

Untuk mempermudah penimbangan dibuat larutan stok Hg 1000 ppm dalam 10 mL larutan. Penimbangan Hg yang diperlukan adalah 10 mg. Jadi, garam $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang harus ditimbang sebanyak 16,18 mg ~ 10 mg Hg^{2+} . Kemudian dilarutkan ke dalam 10 mL aquabidest sehingga diperoleh larutan stok 1000 ppm.

LAMPIRAN 2. Pemilihan Warna Sensor Menggunakan RGB

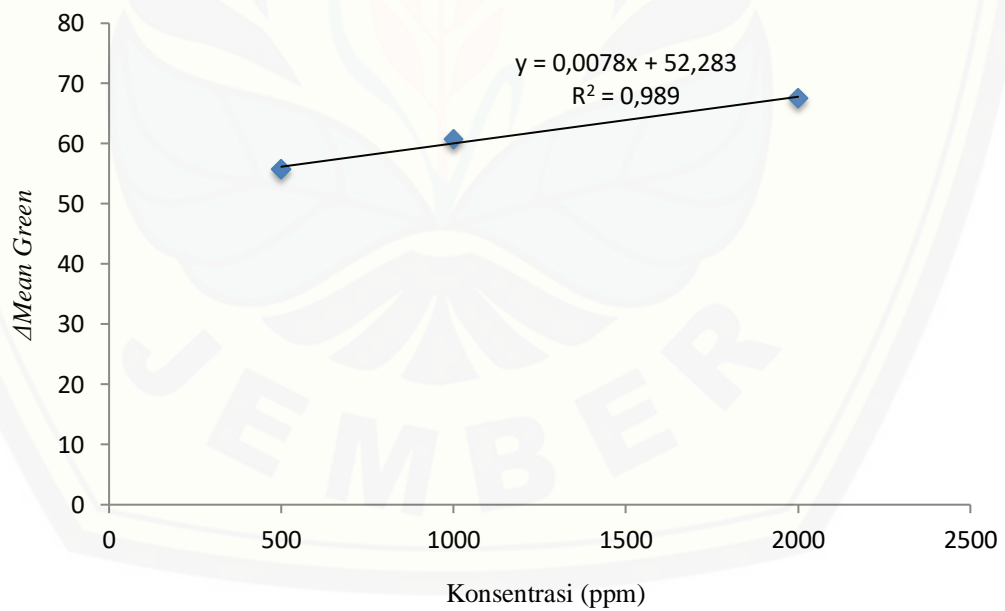
1. Red

Konsentrasi	Intensitas Warna	Mean Red	Δ Mean Red
Blanko	201,581	212,164	-
	210,783		
	224,127		
500 ppm	241,418	243,050	30,886
	241,782		
	245,951		
1000 ppm	277,063	276,839	33,789
	276,712		
	276,744		
2000 ppm	318,067	318,290	41,451
	318,101		
	318,702		



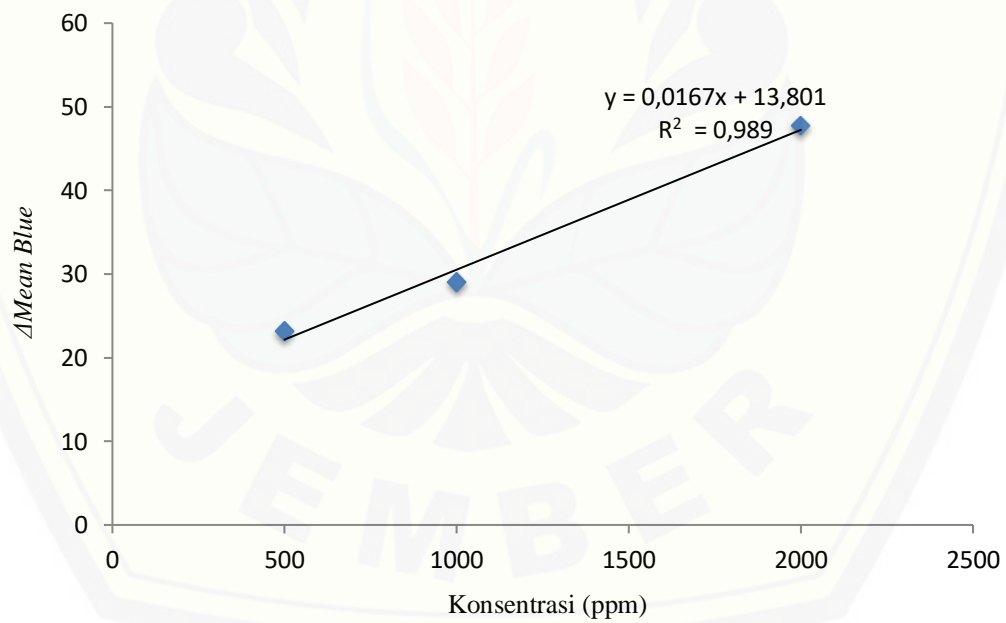
2. Green

Konsentrasi	Intensitas Warna	Mean Green	Δ Mean Green
Blanko	72,301	71,782	-
	69,603		
	73,441		
500 ppm	126,840	127,483	55,701
	126,831		
	128,779		
1000 ppm	188,201	188,203	60,720
	188,301		
	188,107		
2000 ppm	253,967	255,759	67,556
	256,601		
	256,709		



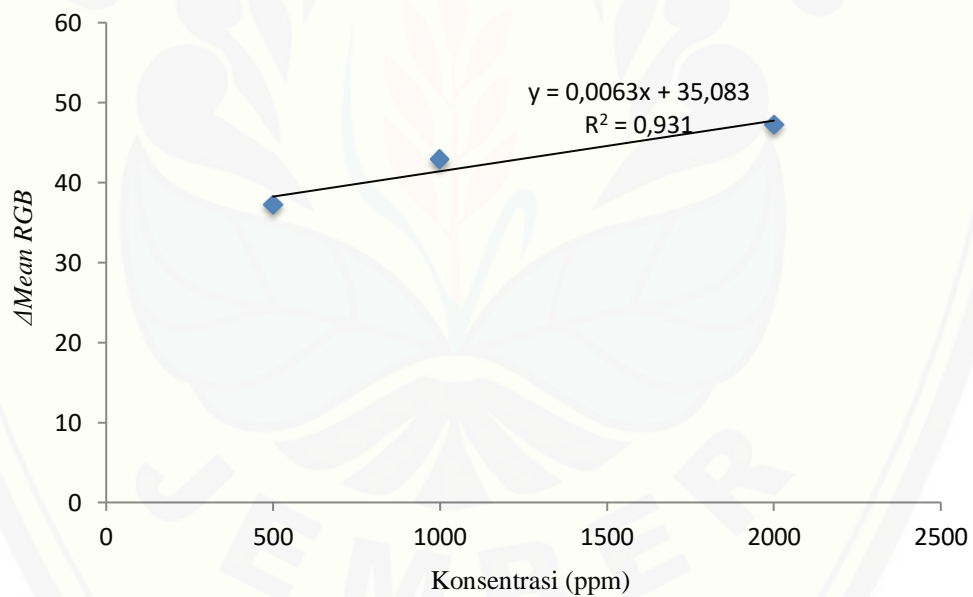
3. Blue

Konsentrasi	Intensitas Warna	Mean Blue	Δ Mean Blue
Blanko	72,215	81,387	-
	83,599		
	88,346		
500 ppm	104,417	104,584	23,137
	105,406		
	103,747		
1000 ppm	132,297	133,584	29,061
	133,316		
	135,139		
2000 ppm	180,402	181,317	47,733
	181,529		
	182,317		








4. RGB

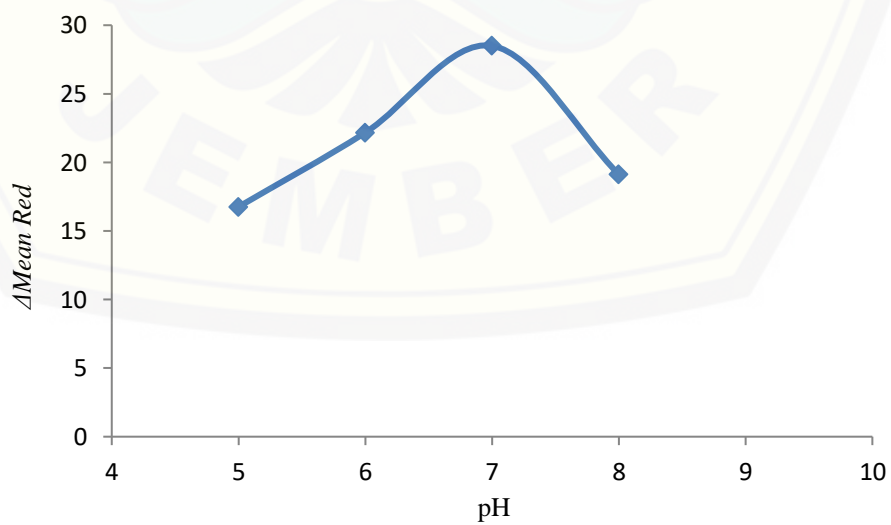
Konsentrasi	Intensitas Warna	Mean RGB	Δ Mean RGB
Blanko	115,345	120,662	-
	103,260		
	143,382		
500 ppm	159,864	157,911	37,249
	158,724		
	155,145		
1000 ppm	199,950	200,824	42,913
	204,385		
	213,139		
2000 ppm	247,591	248,070	57,246
	248,491		
	248,129		



LAMPIRAN 3. Optimasi pH

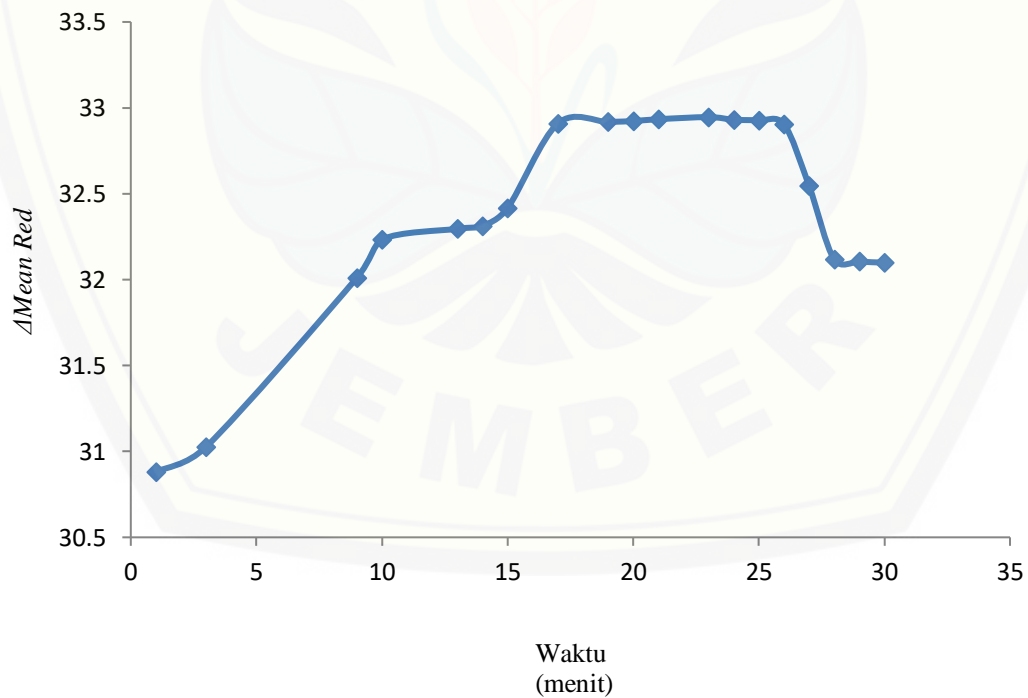
Keterangan	Sensor
Blanko	
pH 5	
pH 6	
pH 7	
pH 8	

pH	Blanko	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean Red	Δ Mean Red
5	253,029	272,491	275,765	259,341	271,552	269,787	16,758
6	253,029	275,464	277,576	269,981	277,763	275,196	22,167
7	253,029	279,467	285,876	279,999	280,749	281,523	28,494
8	253,029	318,859	321,376	328,354	329,919	310,307	19,118



LAMPIRAN 4. Penentuan Waktu Respon

Menit Ke-	Δ Mean Red
1	30,881
3	31,027
9	32,011
10	32,234
13	32,596
14	32,613
15	32,617
17	32,705
19	32,719
20	32,722
21	32,802
23	32,969
24	32,988
25	32,543
26	32,314
27	32,226
28	32,118
29	32,105
30	32,004



LAMPIRAN 5. Waktu Pakai

Suhu Ruang







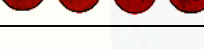
Hari Ke-	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Mean	Blanko	Δ Mean	Penurunan (%)
0	252,026	252,044	252,542	252,204	219,365	32,839	0,00
1	252,225	252,212	252,221	252,219	219,731	32,488	1,07
2	253,208	253,211	253,206	253,208	221,327	31,881	1,87
3	253,100	252,456	253,654	253,070	221,276	31,794	0,27
4	253,696	253,241	252,352	253,096	221,318	31,778	0,05
5	253,721	253,351	254,844	253,972	222,386	31,586	0,61
8	254,102	252,325	256,486	254,304	222,781	31,523	0,20
9	254,112	254,241	255,386	254,580	223,388	31,192	1,05
10	252,106	253,215	252,653	252,658	221,838	30,820	1,19
13	253,133	253,352	251,757	252,747	221,937	30,810	0,03
19	254,106	254,587	253,318	254,004	223,318	25,686	10,40
25	254,037	253,592	253,247	253,625	223,033	24,592	14,30
28	242,677	245,258	250,386	246,107	223,421	22,686	22,84

Suhu Lemari Es

Hari Ke-	Rep 1	Rep 2	Rep 3	<i>Mean</i>	Blanko	Δ <i>Mean</i>	Penurunan (%)
0	252,045	252,063	252,561	252,223	219,365	32,858	0,00
1	252,244	252,231	252,240	252,238	219,731	32,507	1,07
2	253,227	253,230	253,225	253,227	221,327	31,900	1,87
3	252,927	252,734	253,343	253,001	221,276	31,725	0,55
4	252,715	252,860	253,371	252,982	221,318	31,664	0,19
5	252,174	254,370	254,863	253,802	222,386	31,416	0,78
8	253,121	252,344	256,505	253,990	222,781	31,209	0,66
9	253,131	254,260	255,405	254,265	223,388	30,877	1,06
10	253,125	253,634	251,067	252,609	221,838	30,771	0,35
13	253,152	253,371	250,776	252,433	221,937	30,496	0,89
19	254,125	254,606	251,337	253,356	223,318	30,038	1,50
25	252,056	254,611	252,266	252,978	223,033	25,945	9,31
28	254,030	252,315	252,346	252,897	223,421	24,476	13,57
29	242,696	245,277	250,405	246,126	224,003	22,123	19,95

LAMPIRAN 6. Linieritas

Tabel Linieritas

Konsentrasi Analit (ppm)	Gambar	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean	Δ Mean Red	SD (%)
Blanko		232,121	232,121	232,121	232,121	232,121	0	
0,1		273,95	272,6	272,948	272,998	273,124	41,003	0,578
0,2		315,312	316,512	315,319	316,998	316,064	42,940	0,854
0,3		359,801	360,55	360,898	360,998	360,590	44,526	0,542
0,4		406,900	405,200	406,300	406,900	406,330	45,742	0,802
0,7		457,009	456,001	456,993	456,882	456,720	50,384	0,483
1		511,071	511,162	511,076	511,158	511,119	54,403	0,050

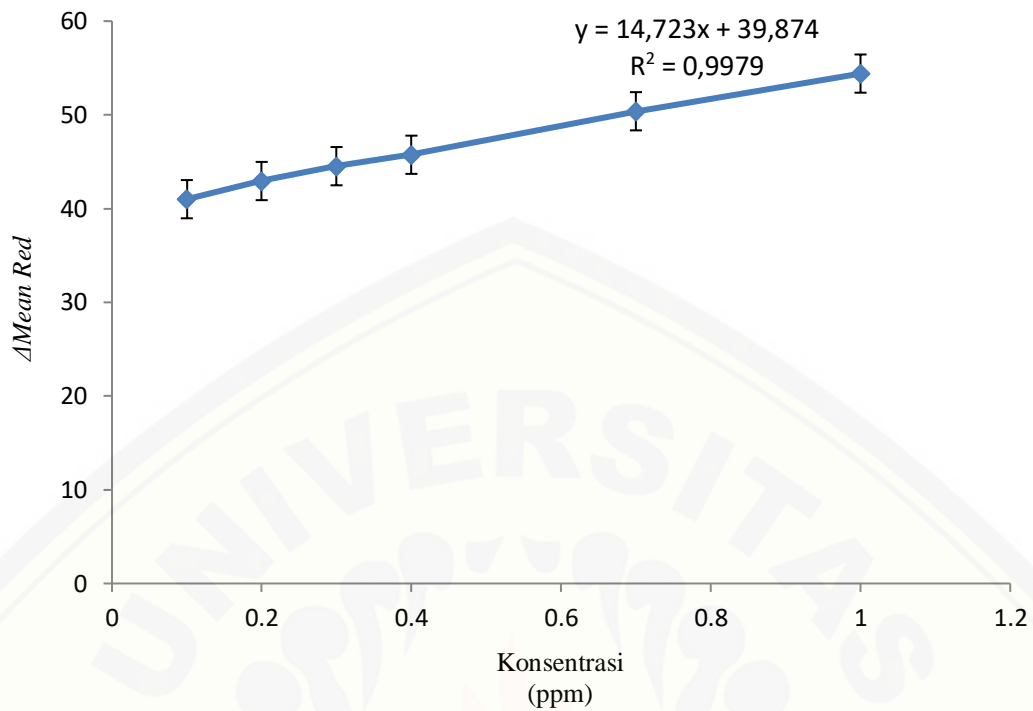
Regresi Linier

$$Y = 14,723x + 39,874$$

Koefisien Korelasi

$$R = (\text{SQRT } 0,9979)$$

$$= 0,999$$



Output : Result

Method : Linearity
Probability : 95%
Number of data : 6
Line equation : $Y = 39,87452800 + 14.72384053X$
Correlation coefficient : 0,99794370
Sy value : 0,27046080
Vx0 value : 3,96242400%
Xp value : 0,081532160

The Correlation coefficient is fulfilled the requirement (>0.99)

The Vx0 value is fulfilled the requirement (0% to 5%)

The Xp Value is OK ($< 1, 00000000$)

Hasil Analisa ANOVA

<i>Regression Statistics</i>	
<i>Multiple R</i>	0,99892851
<i>R Square</i>	0,99785817
<i>Adjusted R Square</i>	0,99732271
<i>Standard Error</i>	0,25861404
<i>Observations</i>	6

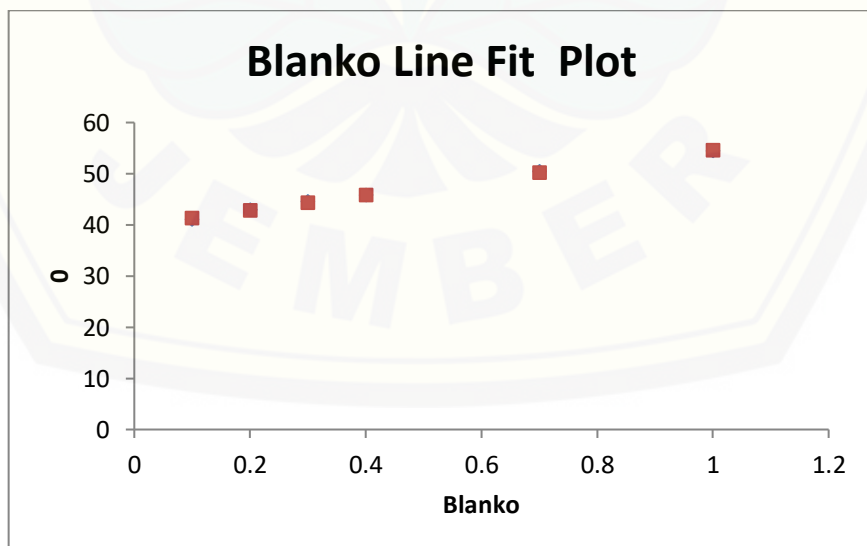
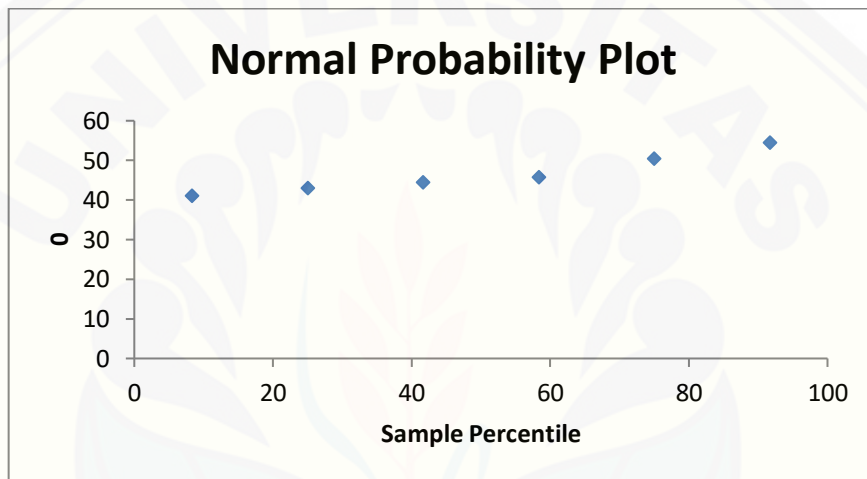
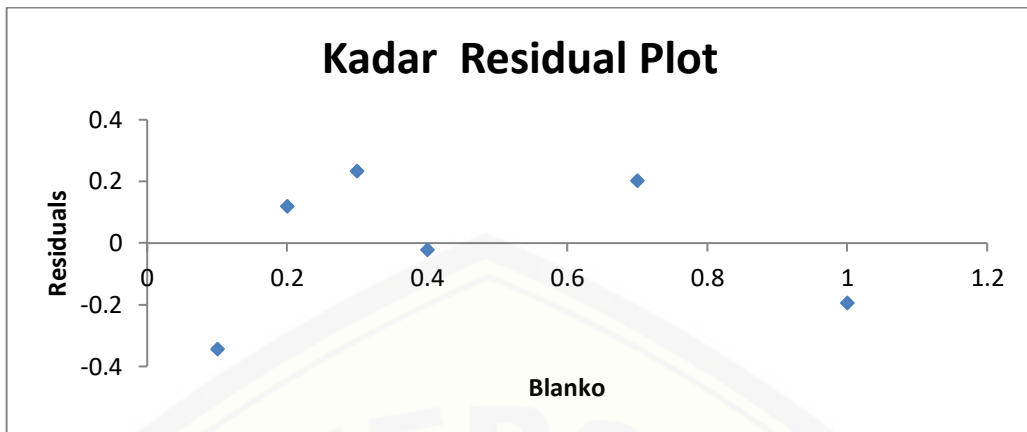
ANOVA

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Significance F</i>
<i>Regression</i>	1	124,6371885	124,6371885	1863,5603	1,72152E-06
<i>Residual</i>	4	0,267524881	0,06688122		
<i>Total</i>	5	124,9047133			

	<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>
<i>Intercept</i>	39,87441449	0,186281215	214,0549409	2,86E-09
<i>X Variable 1</i>	14,72278261	0,341050093	43,16897407	1,72E-06

	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 95,0%</i>	<i>Upper 95,0%</i>
	39,35721492	40,39161406	39,35721492	40,39161406
	13,77587575	15,66968947	13,77587575	15,66968947

<i>Observation</i>	<i>Predicted 0</i>	<i>Residuals</i>	<i>Standard Residuals</i>
1	41,34669275	-0,343692754	-1,48584425
2	42,81897101	0,121028986	0,5232296
3	44,29124928	0,234750725	1,014868689
4	45,76352754	-0,021527536	-0,093067327
5	50,18036232	0,203637681	0,880361528
6	54,5971971	-0,194197101	-0,83954824



LAMPIRAN 7. LOD dan LOQ

Konsentrasi Analit (ppm)	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Mean	Δ Mean Red
Blanko	232,121	232,121	232,121	232,121	232,121	0
0,1	273,95	272,6	272,948	272,998	273,124	41,003
0,2	315,312	316,512	315,319	316,998	316,064	42,940
0,3	359,801	360,55	360,898	360,998	360,590	44,526
0,4	406,900	405,200	406,300	406,900	406,330	45,742
0,7	457,009	456,001	456,993	456,882	456,720	50,384
1	511,071	511,162	511,076	511,158	511,119	54,403

- Hasil pembacaan pada *Validation of Method Analysis (VMA)*

Data Input

Number of data : 6

Unit :

X Value : 1

Y Value : 54.403

<< < 6 > >>

Output : Result

Method : DL - QL

Number of data : 6

DL value : 0,102125700

QL value : 0,306377100

Hide Export Text

LAMPIRAN 8. Selektivitas

Penambahan Analit	Intensitas Warna	Mean Red	Δ Mean Red	% Interferensi
Blanko	222,321	222,959		
	223,431			
	223,125			
Standart Hg	247,998	249,599	26,640	0
	251,021			
	249,778			
Hg : Pb (1:1)	250,288	250,330	27,371	2,67
	250,701			
	250,000			
Hg : Pb (1:10)	249,034	250,242	27,283	2,36
	251,431			
	250,262			
Hg : Pb (1:100)	247,341	250,026	27,067	1,58
	251,858			
	250,878			
Hg : Cd (1:1)	247,562	249,947	26,988	1,29
	251,864			
	250,415			
Hg : Cd (1:10)	249,785	249,853	26,894	0,94
	250,884			
	248,889			
Hg : Cd (1:100)	249,968	250,870	27,911	4,55
	251,778			
	250,865			

Contoh perhitungan % Inteferensi :

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

$$\% \text{ Inteferensi (1:1)} = \frac{(27,371 - 26,640)}{27,371} \times 100\%$$

$$= 2,67 \%$$

LAMPIRAN 9. Presisi

Hari Ke-1

Identitas	Mean Red	ΔMean Red	Kadar (ppm)	Kandungan 10 ml (μg)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	256,810						
Replikasi 1	230,732	26,078	0,937	9,370	0,00000937	0,5171	0,00181
Replikasi 2	229,164	27,646	0,831	8,305	0,00000830	0,5403	0,00154
Replikasi 3	231,380	25,430	0,981	9,811	0,00000981	0,5322	0,00184
Replikasi 4	231,180	25,630	0,967	9,674	0,00000967	0,5431	0,00178
Replikasi 5	229,214	27,596	0,834	8,339	0,00000834	0,5062	0,00165
Replikasi 6	230,941	25,869	0,951	9,512	0,00000951	0,5250	0,00181
						Mean	0,00174
						SD	0,00012
						RSD	6,93 %

Hari ke 2

Identitas	Mean Red	ΔMean Red	Kadar (ppm)	Kandungan 10 ml (μg)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	254,121						
Replikasi 1	232,210	21,911	1,220	12,201	0,0000122	0,5017	0,00243
Replikasi 2	233,489	20,632	1,307	13,069	0,0000131	0,5035	0,00260
Replikasi 3	234,558	19,563	1,379	13,795	0,0000138	0,5020	0,00275
Replikasi 4	234,958	19,163	1,407	14,067	0,0000141	0,5046	0,00279
Replikasi 5	232,704	21,417	1,254	12,536	0,0000125	0,5032	0,00248
Replikasi 6	234,941	19,180	1,406	14,056	0,0000141	0,5057	0,00279
						Mean	0,00264
						SD	0,00016
						RSD	6,03 %

Hari ke 3

Identitas	Mean Red	ΔMean Red	Kadar (ppm)	Kandungan 10 ml (μg)	Kandungan 10 ml (g)	Massa Penimbangan (g)	% Kadar
Blanko	257,980						
Replikasi 1	234,990	22,990	1,147	11,468	0,0000115	0,5242	0,00219
Replikasi 2	236,889	21,091	1,276	12,758	0,0000127	0,5391	0,00236
Replikasi 3	235,558	22,422	1,185	11,854	0,0000119	0,5322	0,00224
Replikasi 4	234,721	23,259	1,129	11,285	0,0000113	0,5163	0,00219
Replikasi 5	236,704	21,276	1,263	12,632	0,0000126	0,5052	0,00249
Replikasi 6	235,345	22,635	1,171	11,709	0,0000117	0,5715	0,00205
						Mean	0,00225
						SD	0,00015
						RSD	6,67 %

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

- Replikasi 1
 Kurva kalibrasi Y = 14,723x + 39,874
 $22,990 = 14,723x + 39,874$
 $X = 1,1468 \text{ ppm}$
 Dalam 10 mL = 1,1468 ppm X 10 mL = 11,468 μg
 = 11,468 $\mu\text{g} = 0,0000115 \text{ g}$
 Kadar dalam sampel = 0,0000115 g / 0,5242 g
 = 0,00219 %

Contoh perhitungan RSD pada hari ke-3

Identitas	% b/b (%)
Replikasi 1	0,00219
Replikasi 2	0,00236
Replikasi 3	0,00224
Replikasi 4	0,00219
Replikasi 5	0,00249
Replikasi 6	0,00205
Rata-rata	0,00225
SD	0,00015

- $RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$
 $= \frac{0,00015}{0,00225} \times 100\% = 6,67 \%$

Nilai RSD ke-3 hari yang berbeda

Hari Ke-	Nilai RSD (%)
1	6,93
2	6,03
3	6,67
Rata-rata RSD	6,54

Hasil Konsentrasi Uji Presisi

Hari ke	Konsentrasi (ppm)
1	0,9168
2	1,329
3	1,195
Rata-rata	1,147

LAMPIRAN 10. Akurasi

Perhitungan Akurasi

Hasil Konsentrasi rata-rata presisi 0,4 ppm

$$0,4 \text{ ppm } (\mu\text{g/mL}) \text{ dalam } 10 \text{ mL} = 4,0 \mu\text{g}$$

Pembuatan Simulasi 80%

$$80\% \times 4 \mu\text{g} = 0,32 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = 0,32 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 3,2 \mu\text{g}$$

Larutan standar 3,6 ppm dipipet sebanyak 1 mL

Pembuatan Simulasi 100%

$$100\% \times 4 \mu\text{g} = 0,4 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = 0,4 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 4 \mu\text{g}$$

Larutan standar 4,5 ppm dipipet sebanyak 1 mL

Pembuatan Simulasi 120%

$$120\% \times 4 \mu\text{g} = 0,48 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = 0,48 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 4,8 \mu\text{g}$$

Larutan standar 4,8 ppm dipipet sebanyak 1 mL

Identitas	Mean Red	ΔMean Red	Konsentrasi Percobaan	Konsentrasi Teoritis	% Recovery	Rata-rata % Recovery
Blanko	242,535					
Blanko	236,408					
Blanko	239,770					
Simulasi 80% Rep 1	219,493	23,042	3,302	3,2	103,175	96,263
Simulasi 80% Rep 2	217,993	18,415	2,914	3,2	91,077	
Simulasi 80% Rep 3	219,271	20,499	3,025	3,2	94,536	
Simulasi 100% Rep 1	216,512	26,023	3,834	4	95,868	102,596
Simulasi 100% Rep 2	215,636	20,772	4,342	4	108,559	
Simulasi 100% Rep 3	216,890	22,880	4,134	4	103,362	
Simulasi 120% Rep 1	213,054	29,481	4,342	4,8	90,465	95,163
Simulasi 120% Rep 2	212,875	23,533	4,434	4,8	92,385	
Simulasi 120% Rep 3	212,800	26,970	4,927	4,8	102,639	

Penambahan Analit (%)	% Recovery	Mean	SD	RSD
80	96,263			
100	102,596	98,007	4,018	4,09 %
120	95,163			

LAMPIRAN 11. Penentuan Kadar

Hasil Analisa dengan Strip Tes

Sampel	Intensitas Warna	<i>Mean</i>	<i>Δ Mean Red</i>	Kadar (ppm)
Blanko	263,968			
IPL Rep 1	218,598			
IPL Rep 2	220,424	219,458	44,510	0,315
IPL Rep 3	219,351			
NRL Rep 1	214,484			
NRL Rep 2	217,813	226,382	37,586	-0,155
NRL Rep 3	246,848			
SBT Rep 1	221,341			
SBT Rep 2	224,043	224,181	39,787	-0,006
SBT Rep 3	227,159			
YST Rep 1	223,341			
YST Rep 2	223,043	223,848	40,120	0,017
YST Rep 3	225,159			

Hasil Analisa dengan ICP-AES



UNIVERSITAS GADJAH MADA
LABORATORIUM PENELITIAN DAN PENGUJIAN TERPADU

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

LAPORAN HASIL UJI

No. Sertifikat : 01118.01/VII/JN1/LPPT/2018
No. Pengujian : 18050101118

Informasi Customer

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

Hasil Pengujian

1. Produk Jamu (IPL)

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

2. Produk Jamu (NRL)

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

3. Produk Jamu (SBT)

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

4. Produk Jamu (YST)

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

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

Yogyakarta, 13 Juli 2018
Pejabat Penandatanganan Sertifikat,

Anom Irawan, ST.

Perhatian :
1. LHU ini berlaku hanya pada sampel yang disajikan.
2. LHU ini dibuat semata-mata untuk penggunaan pelanggan yang disebutkan dalam LHU ini.
3. LPPT tidak bertanggung jawab atas setiap kerugian, kerusakan atau tanggung jawab hukum yang diderita oleh pihak ketiga sebagai akibat dari keterbatasan terhadap atau penggunaan laporan ini.
4. Yogyakarta 55281 - Telp. (0274) 548348, 546868 - Fax (0274) 548348
Tidak dipertanggungjawabkan LHU ini terhadap pihak lain. Email: lppt@ugm.ac.id - Website: www.lppt.ugm.ac.id

LAMPIRAN 12. Analisis Data T-Test

T-Test: Paired Two Sample for Means

	Strip Tes	ICP-AES
<i>Mean</i>	0,166	0,032
<i>Variance</i>	0,044402	0,000512
<i>Observations</i>	2	2
<i>Pearson Correlation</i>	1	
<i>Hypothesized Mean Difference</i>	0	
<i>df</i>	1	
<i>t Stat</i>	1,007518797	
<i>P(T<=t) one-tail</i>	0,248807834	
<i>t Critical one-tail</i>	6,313751515	
<i>P(T<=t) two-tail</i>	0,497615667	
<i>t Critical two-tail</i>	12,70620474	