



**PENGEMBANGAN SENSOR KADMIUM BERBASIS REAGEN
4-(2-PYRIDYLAZO) RESORCINOL (PAR) PADA *CHIP* KERTAS UNTUK
DETEKSI KONTAMINASI KADMIUM PADA BAWANG PUTIH
(*ALLIUM SATIVUM*)**

SKRIPSI

Oleh

**Shabrina Auliya Rachman
NIM 092210101032**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2013**



**PENGEMBANGAN SENSOR KADMIUM BERBASIS REAGEN
4-(2-PYRIDYLAZO) RESORCINOL (PAR) PADA CHIP KERTAS UNTUK
DETEKSI KONTAMINASI KADMIUM PADA BAWANG PUTIH
(*ALLIUM SATIVUM*)**

SKRIPSI

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

Oleh

Shabrina Auliya Rachman
NIM 092210101032

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2013

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Allah SWT yang Maha segala-segalanya;
2. Ayahanda Surachman dan Ibunda Tri Hari Puji Astiti tercinta, kuhaturkan terima kasih yang tak terhingga atas doa, dukungan, pengorbanan dan kasih sayang yang tiada henti kepadaku;
3. Kakakku Adhitya, adikku Yuni dan mbak Sanah yang telah memberikan kasih sayang, mendukung dan menyemangatiku untuk terus berjuang dalam segera menyelesaikan studi ini;
4. Bapak Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D. dan bapak Moch. Amrun Hidayat, S.Si., Apt., M.Farm., terimakasih telah memberikan bantuan serta bimbingan dengan segala perhatian sehingga penelitian ini dapat terselesaikan. Bu Wayan dan Mbak Hani, terimakasih atas bantuan dan saran yang telah membantu saya dalam menyelesaikan penelitian ini;
5. Sahabat hatiku, terimakasih atas kasih sayang, perhatian, kesabaran dan dukungannya selama ini;
6. Teman-teman seperjuangan laboratorium sensor Prisma, Lail, Titin, Dian, Fika, Nanda, Anggih, Anis, Dilla, Gray, Rani, Bayu, Athika, terimakasih atas bantuan dan dorongan serta semangat dalam melakukan penelitian;
7. Teman-temanku Asa, Wenny, Icha, Mala, Ika, Nina, Iwud, Selly, Nur Hidayati, Nurul dan teman-teman farmasi angkatan 2009, terima kasih atas dukungan, nasehat, semangat serta bantuannya;
8. Pahlawan “tanpa tanda jasa”ku di TK Al – Amien, SDN Kepatihan 1, SMPN 2 Jember, SMAN 1 Arjasa, Fakultas Farmasi Universitas Jember, atas kesabarannya dalam membimbing dan memberikan ilmunya kepadaku;
9. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.

MOTTO

Sesungguhnya sesudah kesulitan ada kemudahan, maka apabila kamu selesai (dari suatu urusan) kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain, dan hanya kepada Allahlah hendaknya kamu berharap.

(Q.S Al-Insyiraah Ayat 6-8)

Tidak ada cita-cita yang terlalu tinggi, yang ada adalah upaya yang belum sesuai bagi tingginya cita-cita.

(Mario Teguh)

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

(Surat Al-Imron Ayat 173)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Shabrina Auliya Rachman

NIM : 092210101032

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “*Pengembangan Sensor Kadmium Berbasis Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR) untuk Deteksi Kontaminasi Kadmium pada Bawang Putih (Allium sativum)*” adalah benar-benar karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

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

Jember, September 2013

Yang menyatakan,

Shabrina Auliya Rachman

NIM 092210101032

SKRIPSI

PENGEMBANGAN SENSOR KADMIUM BERBASIS REAGEN 4-(2-PYRIDYLAZO) RESORCINOL (PAR) PADA *CHIP* KERTAS UNTUK DETEKSI KONTAMINASI KADMIUM PADA BAWANG PUTIH (*ALLIUM SATIVUM*)

Oleh

Shabrina Auliya Rachman
NIM 092210101032

Pembimbing :

Dosen Pembimbing Utama : Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Moch. Amrun Hidayat, S.Si., Apt., M.Farm.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “*Pengembangan Sensor Kadmium Berbasis Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR) untuk Deteksi Kontaminasi Kadmium pada Bawang Putih (Allium sativum)*” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada :

hari, tanggal : Kamis, 19 September 2013

tempat : Fakultas Farmasi

Tim Penguji

Ketua,



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

NIP 196902011994031002

Anggota I,



Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si.

NIP 197806092005012004

Sekretaris,



Moch. Anrun Hidayat, S.Si., Apt., M.Farm.

NIP 197801262001121004

Anggota II,



Ayik Rosita P, S.Farm., Apt., M.Farm.

NIP 198102012006042001

Mengesahkan,



Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember



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

NIP 197604142002122001

Pengembangan Sensor Kadmium Berbasis Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR) untuk Deteksi Kontaminasi Kadmium pada Bawang Putih (Allium sativum) (The Development of Cadmium Sensor Based on 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol for Detection Cadmium Contamination of Allium sativum)

Shabrina Auliya Rachman

Fakultas Farmasi, Universitas Jember

ABSTRACT

Cadmium sensor based on 4-(2-Pyridylazo) resorcinol (PAR) has been developed for detecting of cadmium in garlic. The purpose of development of cadmium sensor on paper chip was to determine cadmium contamination in garlic. The advantages of cadmium sensor are simple, easy and efficient. This sensor was fabricated by immobilize 15 μ l 1000 ppm PAR and 15 μ l phosphate buffer (pH 7) onto Whatman paper. The characterization results of this sensor were: the responsive time at 9 minutes; the linearity in the concentration range 1-8 ppm, with correlation coefficient (r) =0,999. This paper chip sensor has sensitivity of 1,840 Δ MeanRGB/ppm; while LOD was 0,619 ppm and LOQ was 2,603 ppm, respectively. The interference by Hg and Pb is > 5% at 1:100 ratio. This sensor have good precision (3,509%) and accuracy which was 102,341%. Determination of cadmium in garlic was compared with Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) although, the result of analysis cadmium using cadmium sensor and AAS are not detected. However, in simulation samples result, the sensor exhibited good result in precision and accuracy, therefore the developed cadmium sensor can be used as alternative method for detecting cadmium in garlic samples.

Keywords: *Cadmium sensor, Garlic (Allium sativum), Paper chip, 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol.*

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kadmium Berbasis Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR) untuk Deteksi Kontaminasi Kadmium pada Bawang Putih (*Allium sativum*); Shabrina Auliya Rachman, 092210101032; 2013; 93 Halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Saat ini obat tradisional lebih banyak diminati oleh masyarakat karena dianggap memiliki efek samping yang lebih kecil apabila dibandingkan dengan obat sintesis. Pada kenyataannya beberapa obat tradisional bersifat toksik, baik karena kesalahan pengambilan tanaman atau tanaman bersifat toksik, ketidaktepatan dosis, kesalahan penggunaan oleh konsumen, interaksi dengan obat-obatan lain serta kontaminasi bahan atau mikroba berbahaya termasuk logam berat. Tanaman yang sering digunakan sebagai obat tradisional dan biasanya terkontaminasi logam berat, salah satunya adalah bawang putih (*Allium sativum*). Logam yang biasa mengkontaminasi bawang putih adalah logam kadmium (Cd). Logam Cd yang masuk ke dalam tubuh dapat menyebabkan toksisitas terhadap hepar, darah, ginjal, paru-paru, jantung, tulang dan sistem reproduksi. Oleh sebab itu perlu dilakukan deteksi logam kadmium pada tanaman obat, salah satunya dengan pengembangan sensor kimia.

Pengembangan sensor kadmium berupa chip kertas diharapkan lebih efektif dan efisien dalam aplikasinya dibandingkan dengan instrumen lain yang lebih rumit. Pada penelitian ini, sensor kadmium dibuat dengan mengimobilisasi reagen 4-(2-Pyridylazo) resorcinol (PAR) pada kertas saring. PAR dapat membentuk kompleks dengan logam kadmium. Kompleks yang terbentuk dapat dilihat secara visual dengan adanya perubahan warna dari kuning menjadi merah sampai ungu.

Pada penelitian ini, fabrikasi sensor kadmium dilakukan dengan mengimobilisasi reagen pada kertas saring berbentuk lingkaran dengan diameter 1,3 cm. Reagen yang digunakan yaitu PAR 1000 ppm dengan volume 15 μ l yang

merupakan volume optimum. Kemudian sensor dikeringkan selama ± 30 menit, selanjutnya sensor diimobilisasi dengan dapar fosfat pH 7 sebanyak 15 μl dan dikeringkan kembali selama ± 30 menit.

Hasil karakterisasi sensor kadmium berbasis reagen PAR untuk deteksi kontaminasi kadmium pada tanaman bawang putih yaitu: waktu respon sensor adalah ± 9 menit, linieritas sensor terhadap standar kadmium berada pada rentang 1-8 ppm dengan nilai koefisien korelasi (r) 0,999 dan persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 1,840x - 1,049$; sensitivitas logam kadmium 1,840 $\Delta\text{MeanRGB/ppm}$; LOD sensor sebesar 0,619 ppm dan LOQ sebesar 2,063 ppm; interferensi atau selektivitas oleh logam merkuri (Hg) dan timbal (Pb) memberikan %interferensi $> 5\%$ pada perbandingan konsentrasi 1:100; sensor memenuhi parameter presisi dengan RSD $< 11\%$ yaitu 3,509%; sensor kadmium juga memenuhi parameter akurasi dengan %recovery sebesar 102,341%. Pada sampel bawang putih yang diambil dari desa Jungrejo, Kecamatan Batu, Kabupaten Malang tidak terdeteksi adanya logam kadmium baik dengan menggunakan sensor kadmium maupun dengan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Pada sampel simulasi (bawang putih ditambah standar kadmium 4 ppm) sensor menunjukkan presisi dan akurasi yang baik, sehingga sensor kadmium dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk deteksi adanya kontaminasi kadmium pada bawang putih.

PRAKATA

Puji syukur kepada Allah Swt. yang telah memberikan limpahan rahmat, kenikmatan, petunjuk dan hidayah sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengembangan Sensor Kadmium Berbasis Reagen 4-(2-Pyridylazo) Resorcinol (PAR) untuk Deteksi Kontaminasi Kadmium pada Bawang Putih (*Allium sativum*)”.

Dalam kesempatan ini, penulis bermaksud mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang mendukung terselesaikannya skripsi ini, yaitu :

1. Ibu Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm selaku dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah memberikan dukungan dan masukan dalam menyelesaikan penelitian ini;
2. Bapak Prof. Drs. Bambang Kuswandi M.Sc., Ph.D selaku Dosen Pembimbing Utama (DPU) dan Moch. Amrun Hidayat S.Si., Apt., M.Farm. selaku Dosen Pembimbing Anggota (DPA), yang telah membantu dan memberikan kesempatan, arahan, bimbingan, ide, masukan serta perbaikan dalam penyusunan skripsi ini;
3. Yuni Retnaningtyas, S.Si., M.Si., Apt dan Ayik Rosita P, S.Farm., M.Farm., Apt selaku dosen penguji yang banyak memberikan waktu, bantuan, saran dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini;
4. Orang tuaku tercinta yang telah memberikan kasih sayang, doa, motivasi, nasehat, serta segala upaya demi terwujudnya cita-citaku;
5. Kakakku, adik dan semua kerabat yang telah memberikan kasih sayang, doa, perhatian, motivasi serta pengorbanannya selama ini;
6. Sahabat hatiku, yang telah setia menemani, memberikan doa yang tulus serta pengorbanannya selama ini;
7. Ketua dan teknisi Bagian Kimia Farmasi Laboratorium Bio-Kemosensor;

8. Teman-teman seperjuangan di Laboratorium Bio-Kemosensor dan seluruh angkatan 2009 yang telah memberikan semangat dan dukungan dalam menyelesaikan studi ini;
9. Semua pihak yang telah membantu dan tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembaca dan mampu berkontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi khususnya di bidang farmasi (kesehatan).

Jember, September 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING SKRIPSI	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
ABSTRAK	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Batasan Masalah	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan Tentang Logam berat	6
2.1.1 Karakteristik Logam Kadmium.....	6
2.1.2 Toksisitas Logam Kadmium.....	6
2.1.3 Pencemaran Logam Kadmium pada Tanaman.....	7
2.2 Tinjauan tentang Bawang Putih (<i>Allium sativum</i>)	8

2.2.1	Klasifikasi Bawang Putih.....	8
2.2.2	Deskripsi Tanaman Bawang Putih.....	9
2.2.3	Kontaminasi Logam Cd pada Bawang Putih.....	10
2.3	Tinjauan tentang Reagen PAR.....	10
2.4	Tinjauan tentang Sensor Kimia.....	12
2.4.1	Definisi dan Mekanisme Sensor Kimia.....	12
2.4.2	Aplikasi Sensor Kimia.....	13
2.5	Karakteristik Sensor Kimia.....	14
2.5.1	Linieritas.....	14
2.5.2	Sensitivitas.....	14
2.5.3	LOD dan LOQ.....	14
2.5.4	Selektivitas.....	15
2.5.5	Presisi.....	15
2.5.6	Akurasi.....	17
2.5.7	Waktu Respon dan Waktu Pakai.....	19
2.6	Tinjauan Teknik Imobilisasi.....	19
2.6.1	Adsorpsi.....	20
2.6.2	Enkapsulasi.....	21
2.6.3	<i>Entrapment</i>	21
2.6.4	<i>Cross-linking</i>	22
2.6.5	Ikatan Kovalen.....	22
2.7	Lab Dalam Kepingan (LDK) atau μTAS.....	23
2.8	Cetak Sablon.....	24
BAB 3.	METODOLOGI PENELITIAN.....	32
3.1	Jenis Penelitian.....	32
3.2	Waktu dan Tempat Penelitian.....	32
3.3	Alat dan Bahan.....	32
3.3.1	Alat.....	32

3.3.2	Bahan.....	32
3.4	Definisi Operasional.....	33
3.5	Diagram Alir Penelitian.....	34
3.6	Prosedur Penelitian.....	35
3.6.1	Penyiapan Bahan.....	35
3.6.2	Pembuatan <i>Chip</i> Kertas.....	36
3.6.3	Disain <i>Chip</i> Kertas.....	36
3.6.4	Proses Imobilisasi Reagen.....	37
3.6.5	Optimasi <i>Chip</i> Kertas.....	37
3.6.6	Karakterisasi <i>Chip</i> Kertas.....	38
3.7	Aplikasi <i>Chip</i> Kertas Pada Sampel Nyata.....	41
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	42
4.1	Fabrikasi Sensor Kadmium.....	42
4.2	Optimasi Sensor Kadmium.....	43
4.2.1	Optimasi Volume Reagen.....	43
4.2.2	Optimasi Konsentrasi Reagen.....	43
4.2.3	Optimasi pH Dapar.....	45
4.2.4	Optimasi Volume Sampel.....	46
4.3	Karakteristik Sensor.....	47
4.3.1	Waktu Respon.....	47
4.3.2	Waktu Pakai.....	48
4.3.3	Linieritas.....	51
4.3.4	Batas Deteksi (LOD) dan (LOQ).....	53
4.3.5	Sensitivitas.....	54
4.3.6	Selektivitas.....	55
4.3.7	Presisi.....	57
4.3.8	Akurasi.....	58
4.4	Aplikasi Sensor Sensor Kadmium Pada Sampel Nyata.....	59

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	61
5.1 Kesimpulan.....	61
5.2 Saran.....	62
DAFTAR PUSTAKA.....	63
LAMPIRAN	67

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Konsentrasi analit vs Presisi.....	17
2.2 Rentang % <i>recovery</i> pada konsentrasi yang berbeda.....	18
4.1 Optimasi konsentrasi reagen PAR.....	44
4.2 Perubahan warna dan stabilitas sensor kadmium pada suhu ruang.....	49
4.3 Perubahan warna dan stabilitas sensor kadmium pada suhu ruang.....	50
4.4 Respon sensor pada penentuan linieritas.....	52
4.5 Parameter linieritas hasil pengujian sensor.....	53
4.6 Hasil pengukuran %interferensi sensor kadmium.....	55
4.7 Rata-rata perhitungan presisi.....	57
4.8 Data hasil pengukuran akurasi.....	58
4.9 Hasil analisis sensor kadmium pada sampel nyata dan sampel simulasi...59	

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Bawang Putih.....	9
2.2 Struktur reagen PAR.....	11
2.3 Mekanisme reaksi antara reagen PAR dengan Cd (II).....	11
2.4 Mekanisme kerja sensor kimia.....	12
2.5 Teknik imobilisasi adsorpsi.....	20
2.6 Teknik imobilisasi enkapsulasi.....	21
2.7 Teknik imobilisasi <i>entrapment</i>	21
2.8 Teknik imobilisasi <i>crosslinking</i>	22
2.9 Teknik imobilisasi ikatan kovalen.....	23
2.10 Skematik dari μ TAS dengan detektor optik dan <i>lab-on-a-chip</i>	23
2.11 Gambar Rakel.....	25
2.12 Meja cetak	26
2.13 Program <i>imageJ</i>	29
2.14 Cara pembacaan nilai RGB pada program <i>ImageJ</i>	29
2.15 Diagram Skematis <i>Atomic Absorbtion Spectrometry</i> (AAS).....	31
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	34
3.2 Skema Proses Fabrikasi <i>Chip</i> Kertas.....	36
3.3 Desain dan area deteksi <i>chip</i> kertas.....	37
4.1 Optimasi volume reagen.....	43
4.2 Grafik optimasi konsentrasi reagen PAR.....	44
4.3 Grafik optimasi pH dapar.....	46
4.4 Grafik optimasi volume sampel.....	47
4.5 Waktu respon sensor kadmium.....	48

4.6	Kurva stabilitas sensor kadmium pada suhu ruang.....	49
4.7	Kurva stabilitas sensor kadmium pada lemari es.....	50
4.8	Kurva linieritas konsentrasi 1-8 ppm.....	53
4.9	Hasil uji interferensi pengukuran kadmium 4 ppm dengan pengganggu timbal (A-C), merkuri (D-F), gabungan timbal dan merkuri (G-I) berbagai konsentrasi	56

DAFTAR LAMPIRAN

A. Optimasi konsentrasi reagen.....	67
B. Optimasi volume sampel.....	68
C. Optimasi pH dapar.....	69
D. Waktu respon sensor kadmium.....	71
E. Linieritas.....	72
F. Batas deteksi dan batas kuantitasi.....	74
G. Perhitungan interferensi.....	76
H. Perhitungan presisi.....	78
I. Perhitungan akurasi.....	81
J. Stabilitas sensor kadmium.....	84
K. Hasil analisis menggunakan AAS.....	88
L. Kemasan produk.....	92
M. Brosur produk.....	93