



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

Reviewed

Oleh

Rakhma Dyah Raras Arum

NIM 142210101062

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS JEMBER

2018



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

Reviewed

SKRIPSI

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

Oleh

Rakhma Dyah Raras Arum

NIM 142210101062

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS JEMBER

2018

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda Sri Astutik dan ayahanda Didik Siswandi 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. Kakakku Rakhmaddian Mubarak serta adik-adikku Fakmahuroh Geonina Ganestri, Rakhma Wati Oktasenta Safira dan Rakhma Luna Dewi Pramesti yang telah memberikan kasih sayang, motivasi dan dukungan serta doa sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.
3. Guru-guru saya sejak taman kanak-kanak hingga Perguruan Tinggi yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya dengan baik dan sabar.
4. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.

MOTTO

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

(Quran 9:40)

“Semua yang ada di langit dan bumi selalu meminta kepada-Nya. Setiap waktu Dia dalam kesibukan. Maka nikmat Tuhan kamu yang manakah yang kamu dustakan?”

(QS. Ar-Rahman 29-30)

“Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan”

(QS. Al-Inyirah 6)

Reviewed

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rakhma Dyah Raras Arum

NIM : 142210101062

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Kadmium (Cd) Pada Sampel Produk Jamu” adalah benar-benar hasil karya seniri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diujikan 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, Juli 2018

Yang menyatakan,

Rakhma Dyah Raras Arum

142210101062

SKRIPSI

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

Reviewed

Oleh :
Rakhsa Dyah Paras Arum
142210101062

Pembimbing :

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

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

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Kadmium (Cd) Pada Sampel Produk Jamu” karya Rakhma Dyah Raras Arum telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

Hari : Kamis
Tanggal : 19 Juli 2018
Tempat : Fakultas Farmasi

Ketua,

Anggota I,

Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm., Apt. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc.,PhD.
NIP. 198304282008122001 NIP. 196902011994031002

Anggota II,

Anggota III,

Dr. Kristuningrum, S.Farm., M.Farm., Apt. Lestyo Wulandari, S.Farm., M.Farm., Apt.
NIP. 198204062006042001 NIP. 197812212005012002

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember

Lestyo Wulandari, S.Farm., M.Farm., Apt.
NIP. 197812212005012002

RINGKASAN

Pengembangan Sensor Kimia Berbasis Strip Tes Untuk Deteksi Logam Berat Kadmium (Cd) Pada Sampel Produk Jamu; Rakhma Dyah Raras Arum, 142210101062; 2014; halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Jamu pegal linu merupakan produk jamu yang dikonsumsi oleh kebanyakan masyarakat. Hal ini karena jamu tersebut diyakini berkhasiat untuk mengobati pegal linu, memperlancar siklus peredaran darah, memperkuat sistem imun tubuh dan mengurangi rasa sakit di seluruh badan. Khasiat tersebut berasal dari bahan-bahan penyusun jamu yang ada di dalamnya, antara lain temulawak, temu ireng, jahe, mengkudu, kunyit, adas dan merica. Pemanfaatan obat tradisional untuk mengatasi masalah kesehatan terus meningkat seiring dengan perkembangan zaman. Obat-obatan herbal telah dimanfaatkan secara luas di negara berkembang maupun negara maju. Menurut Badan Kesehatan Dunia (WHO) penduduk di benua Afrika, Asia dan Eropa kurang lebih 80% mengkonsumsi obat tradisional untuk meningkatkan kualitas kesehatan. Obat tradisional yang tercatat sampai tahun 2017 yaitu 3.531 produk, terdapat 48 jamu dengan khasiat pegal linu.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi logam berat kadmium (Cd) pada sampel produk jamu dan untuk mendeteksi perbedaan kandungan kadar kadmium 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 rangon ke dalam membrane 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 SMBT.

Hasil analisis data menunjukkan tidak adanya sampel jamu pegal linu yang mengandung logam berat kadmium melebihi kadar batas maksimum yang telah ditetapkan oleh BPOM (≤ 0.3 ppm). Kadar kadmium terdeteksi pada masing-masing jamu yakni -0.64657 (NRL), -0.2159 (YST), -0.70392 (SBT), -0.54593 (IPL). Penetapan kadar kadmium menggunakan metode ICP-AES diperoleh hasil $\leq 0,01$ ppm sehingga dinyatakan tidak mengandung kadmium.

Reliabilitas sensor kimia strip tes dapat digunakan untuk mendeteksi kadar logam kadmium untuk sampel jamu dikarenakan analisis data antara metode strip tes dan ICP-AES tidak ada perbedaan 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 Kadmium (Cd) 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 bimbingan-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 Rachmatyati, S.Farm., M.Sc., Apt selaku Dosen Pembimbing Akademik;
4. Ibu Indah Purnama Sary, S.Farm., M.Farm., Apt dan Ibu Nia Kristi Nugraha, 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 Sri Astutik dan ayahanda Didik Siswandi yang telah mencurahkan segala kasih sayang, motivasi serta doa yang tiada putusnya demi terselesaikannya karya tulis ini.
7. Kakak dan adik-adikku Mas Barok, Ganes, Fira dan Luna yang selalu mensupport dan memberikan dukungannya dalam penyelesaian skripsi.

8. Orang terdekat Pratikta Nurhidayatullah yang senantiasa mendukung, memotivasi dan penyemangat diwaktu terpuruk dalam penyelesaian skripsi ini.
9. Sahabat-sahabatku Menantu Idaman Hanum Qori, Rizqi Amaliyah, Cathleya Restu, Fitri Fauziah dan Della Karissa yang telah menemani masa perkuliahan saya dan memberikan kritik serta saran apabila saya melakukan kesalahan.
10. Laboran Laboratorium Kimia Bu Wayan dan Mbak Hani yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam penelitian ini.
11. Pembimbing Ketiga dan Keempatku Mas Hilmi dan Mbak Galen yang telah menyempatkan banyak waktunya untuk memberi arahan dan motivasi dalam penyelesaian penelitian ini.
12. Teman-teman Laboratorium Sensor Kimia terutama teman satu proyek saya Lelly Agil Samri yang telah merasakan jatuh bangun menyelesaikan skripsi ini bersama saya serta teman-teman lainnya Putu, Zahra, Ary, Rafli, Yanti, Sheila Rizki, Resa dan yang lainnya.

DAFTAR ISI

PERSEMBAHAN.....	iii
MOTTO	iv
PERNYATAAN.....	v
SKRIPSI	vi
PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xii
BAB 1. PENDAHULUAN	2
1.1 Latar Belakang	2
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1	4
2.2 Kadmium (Cd)	5
2.2.1 Sifat Fisika Kimia	5
2.2.2 Penelitian Kadmium dalam Jamu.....	5
2.2.3 Keamanan Kadmium dalam Obat Tradisional.....	6
2.3 Sensor Kimia	6
2.3.1 Pengertian dan Mekanisme Sensor Kimia	6
2.3.2 Teknik Immobilisasi	7
2.3.3 Aplikasi Sensor Kimia	8
2.4 Reagen Sensor Kimia Kadmium	9
2.5 Karakteristik Sensor Kimia	10
2.5.1 Karakterisasi Sensor Kimia Menggunakan <i>ImageJ</i>	10
2.5.2 Waktu Respon.....	11
2.5.3 Stabilitas sensor.....	11

2.5.4	Linieritas	11
2.5.5	Batas Deteksi (LOQ) dan Batas Kuantitasi (LOD).....	12
2.5.6	Selektivitas	12
2.5.7	Presi si	12
2.5.8	Akurasi	13
2.6	Strip Tes Deteksi Logam Kadmium.....	14
2.7	Tinjauan tentang <i>Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry</i> (ICP-AES).....	14
BAB III.	METODE PENELITIAN	16
3.1	Jenis Penelitian.....	16
3.2	Lokasi Penelitian.....	16
3.3	Alat dan Bahan Penelitian	16
3.3.1	Alat Penelitian.....	16
3.3.2	Bahan Penelitian.....	16
3.4	Definisi Operasional.....	17
3.5	Variabel Penelitian	17
3.5.1	Variabel Bebas	17
3.5.2	Variabel Terikat	17
3.5.3	Variabel Terkendali.....	17
3.6	Cara Kerja.....	18
3.6.1	Preparasi Reagen dan Sampel	18
3.6.2	Persiapan Sampel	18
3.7	Teknik Immobilisasi	19
3.8	Kondisi Optimum Fabrikasi Strip Tes	19
3.8.1	Pemilihan Bahan & Desain Strip Tes	19
3.8.2	Optimasi Konsentrasi Reagen	20
3.8.3	Penentuan Konsentrasi Uji.....	Error! Bookmark not defined.
3.8.4	Optimasi Pemilihan Warna Red/Green/Blue	20
3.8.5	Optimasi pH	20
3.9	Karakterisasi Strip Tes	20
3.9.1	Waktu Respon	20

3.9.2	Stabilitas.....	21
3.9.3	Linieritas	21
3.9.4	Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	21
3.9.5	Selektivitas	21
3.9.6	Presisi	22
3.9.7	Akurasi	22
3.10	Penetapan Kadar Kadmium dengan Metode ICP-AES.....	22
3.11	Perbandingan Analisis Data Antara Penetapan Kadar dengan Metode ICP-AES dan Strip Tes	23
3.12	Kerangka Konseptual Penelitian.....	24
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....		16
4.1	Kondisi Optimum Fabrikasi Strip Tes.....	16
4.1.1	Pemilihan Bahan dan Desain Strip Tes	16
4.1.2	Optimasi konsentrasi reagen.....	16
4.1.3	Penentuan Konsentrasi Uji.....	Error! Bookmark not defined.
4.1.4	Optimasi Pemilihan Warna Red/Green/Blue	26
4.1.5	Optimasi pH.....	27
4.2	Karakterisasi Strip Tes	28
4.2.1	Penentuan Waktu Respon Uji	28
4.2.2	Stabilitas.....	29
4.2.3	Linieritas	30
4.2.4	Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	32
4.2.5	Selektivitas	33
4.2.6	Presisi	35
4.2.7	Akurasi	35
4.3	Penetapan Kadar Kadmium dalam Jamu Menggunakan Strip Tes	36
4.4	Analisis Data Perbandingan Strip Tes dengan ICP-AES	37
BAB 5. PENUTUP.....		26
5.1	Kesimpulan.....	26
5.2	Saran	26

DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN.....	44



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Sensor Kimia	7
Gambar 2.2 Metode adsorpsi	8
Gambar 2.3 Metode immobilisasi menggunakan teknik reprecipitasi	8
Gambar 2.4 Struktur kimia Br-PADAP	9
Gambar 2.5 Mekanisme reaksi pembentukan kompleks Br-PADAP dengan kadmium.....	10
Gambar 2.6 Karakterisasi Sensor Kimia Menggunakan ImageJ	11
Gambar 2.7 Perhitungan nilai RGB menggunakan imageJ	11
Gambar 2.8 Skema Kerja Alat ICP-AES	15
Gambar 3.1 Desain Strip Tes	19
Gambar 4.1 Perubahan warna reagen Br-PADAP dengan kadmium	16
Gambar 4.2 Pembacaan Warna Menggunakan ImageJ.....	26
Gambar 4.3 Kondisi optimal pH.....	27
Gambar 4.4 Optimasi pH menggunakan kertas pH.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar 4.5 Grafik Penentuan Waktu Respon Uji.....	28
Gambar 4.6 Stabilitas Strip Tes Pada Suhu Ruang.....	29
Gambar 4.7 Stabilitas Strip Tes Pada Suhu Lemari Es.....	30
Gambar 4.8 Grafik Hubungan Antara Konsentrasi dengan Δ Mean Red	31
Gambar 4.9 Uji Selektivitas	34

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Persyaratan Nilai Presisi dan Akurasi (Huber, 2007).....	14
Tabel 4.1 Hasil Uji Linieritas.....	31
Tabel 4.2 Konsentrasi Standar Kadmium dan Δ Mean Red	33
Tabel 4.3 Perbandingan Penambahan Analit dan Nilai % Interferensi.....	34
Tabel 4.4 Nilai RSD Ke-3 Hari yang Berbeda.....	35
Tabel 4.5 Hasil Rata-Rata Recovery.....	36
Tabel 4.6 Penetapan Kadar Sampel Jamu.....	36
Tabel 4.7 Perbandingan Penetapan Kadar Menggunakan Strip Test dan ICP AES	37

Reviewed

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia berada pada urutan kedua setelah Brazil sebagai negara kepulauan dengan produksi alam terbesar di dunia berjumlah sekitar 25.000 – 30.000 jenis tumbuhan (Agustina, 2010). Kurang lebih 7.500 jenis tumbuhan teridentifikasi sebagai tumbuhan obat dan baru sekitar 940 jenis tumbuhan yang telah dimanfaatkan sebagai tumbuhan obat (Kemendag, 2014). Warta litbang kesehatan (2009) menyatakan bahwa Indonesia merupakan negara Mega Bio Diversity yang kaya akan produksi alam dan dapat dimanfaatkan sebagai obat tradisional (Kusumaputri, 2010).

Pemanfaatan obat tradisional untuk mengatasi masalah kesehatan terus meningkat seiring dengan perkembangan zaman. Obat-obatan herbal telah dimanfaatkan secara luas di negara berkembang maupun negara maju. Menurut Badan Kesehatan Dunia (WHO) penduduk di benua Afrika, Asia dan Eropa kurang lebih 80% mengonsumsi obat tradisional untuk meningkatkan kualitas kesehatan (Zhang & Ernst, 2012). Obat tradisional yang tercatat sampai tahun 2017 yaitu 9.551 produk, terdapat 48 jamu dengan khasiat pegal linu (BPOM RI, 2017).

Jamu pegal linu merupakan produk jamu yang dikonsumsi oleh kebanyakan masyarakat. Hal ini karena jamu tersebut diyakini berkhasiat untuk mengobati pegal linu, memperlancar siklus peredaran darah, memperkuat sistem imun tubuh dan mengurangi rasa sakit di seluruh badan (Sri dan Azizah, 2004). Khasiat tersebut berasal dari bahan-bahan penyusun jamu yang ada di dalamnya, antara lain temulawak, temu ireng, jahe, mengkudu, kunyit, adas dan merica (Purwaningsih, 2013).

Jamu sebagai obat tradisional harus memiliki mutu yang baik dan aman dikonsumsi oleh masyarakat. Beberapa penelitian menyatakan bahwa ditemukan adanya kontaminasi bahan asing berupa logam berat pada kondisi budidaya dan

pupuk yang digunakan (Milala, 2011; Mustofa, 2017). Salah satu logam berat yang mengkontaminasi sediaan jamu adalah kadmium (Cd). Kadmium merupakan bahan yang termasuk dalam klasifikasi B3 atau beracun dan berdampak merugikan bagi kesehatan. Efek yang ditimbulkan dari adanya kadmium di dalam produk jamu kemasan dapat menyebabkan mineralisasi tulang melalui kerusakan tulang maupun gangguan fungsi ginjal. Kadmium sangat beracun untuk ginjal karena terakumulasi dalam sel tubulus proksimal dengan konsentrasi yang tinggi. (Martin dan Griswold, 2009). Kadar maksimal kadmium di dalam setiap jamu kemasan telah diatur oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) yaitu sebesar $\leq 0,3$ ppm (Sparringa, 2015).

Metode analisis yang sering digunakan untuk menganalisa dan mendeteksi kadar kadmium dalam jamu adalah metode *Spektrometri Serapan Atom* (SSA). Ditinjau dari sisi kemudahan pengukuran kadmium dengan metode SSA masih memerlukan keahlian khusus untuk pengoperasian dan pengetahuan dalam bidang instrumen serta biaya yang dibutuhkan mahal (Kristianingrum, 2012). Oleh karena itu diperlukan pengembangan metode analisis yang lebih praktis, sederhana dan ekonomis dalam menganalisa kadmium.

Salah satu teknologi alternatif yang banyak dikembangkan untuk mendeteksi kadmium pada produk jamu yaitu sensor kimia. Sensor kimia adalah suatu alat analisis (*analytical device*) yang berisi reagen kimia (*chemical material/reagent*) yang dapat bereaksi dengan analit tertentu dalam larutan atau gas sehingga menghasilkan perubahan fisika kimia yang dapat menjadi menjadi sinyal elektrik yang proporsional dengan konsentrasi dari analit tersebut (Kuswandi, 2010).

Oleh sebab itu perlu dikembangkan metode sensor kimia berupa strip tes untuk mendeteksi kontaminasi kadmium pada produk jamu yang dilakukan dengan cara immobilisasi dengan teknik reprecipitasi dari reagen 2-(5-bromo-2-piridilazo)-5-(dietilamino)fenol (Br-PADAP), dalam strip tes berbahan membrane ester selulosa. Pemilihan Br-PADAP didasarkan pada penelitian Kuswandi *et al.*, (2010) bahwa Br-PADAP memiliki kemampuan berikatan dengan kadmium

dengan membentuk kompleks dan memberikan perubahan warna dari kadmium yang tidak berwarna menjadi merah sampai ungu (Kuswandi *et al.*, 2001).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah kondisi optimum fabrikasi strip tes berbasis reagen Br-PADAP dalam menganalisa kadmium yang terdiri dari konsentrasi reagen, volume reagen, dan pH?
2. Bagaimanakah karakteristik sensor berbasis Br-PADAP, meliputi stabilitas, linieritas, batas deteksi dan kuantifikasi, selektivitas, presisi, akurasi dan waktu respon?
3. Bagaimanakah reliabilitas aplikasi strip tes berbasis reagen Br-PADAP dalam mendeteksi kadmium pada produk jamu?

1.3 Tujuan Penelitian

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

1.4 Manfaat Penelitian

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

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamu

Jamu disebut sebagai obat tradisional Indonesia adalah obat bahan alam yang disediakan secara tradisional, misalnya dalam bentuk cairan luar, cairan dalam, serbuk, parem, pil, rajangan dan tablet yang berisi seluruh bahan tanaman yang menjadi penyusun jamu tersebut dan dapat dimanfaatkan untuk pengobatan penyakit (Walsiati, 2011). Jamu sebagai obat tradisional harus memiliki mutu yang baik dan aman dikonsumsi oleh masyarakat. Persyaratan mutu jamu tersebut meliputi aflatoksin, batas cemaran mikroba, dan batas logam berat. Salah satu logam berat yang diketahui dapat mencemari kualitas jamu ialah kadmium (Sparringa, 2015).

Beberapa faktor pencemaran kontaminasi kadmium 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. Limbah berasal dari penimbunan sampah dan limbah industri yang langsung dibuang ke tanah secara sengaja. Kisaran kadmium sebagai logam berat pencemar dalam tanah adalah 0,17 ppm dan tanaman sebesar 0,2 – 0,8 ppm (Adhani dan Husaini, 2018).

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 kadmium yang digunakan diantaranya adalah pupuk fosfat 0,1 – 170 ppm, pupuk kandang 0,1 – 0,8 ppm, pupuk nitrat 0,05 – 8,5 ppm, pupuk kapur 0,04 – 0,1 ppm dan pupuk kompos 0,01 – 100 ppm. Sehingga perlu diwaspadai penggunaan

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

2.2 Kadmium (Cd)

Logam berat adalah unsur logam dengan berat molekul tinggi yang berat jenisnya lebih dari 5 g/cm³. 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).

Kadmium merupakan logam berwarna putih perak, lunak, mengkilap, tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan kadmium oksida bila dipanaskan. Kadmium (Cd) umumnya terdapat dalam kombinasi dengan klor (Cd klorida) atau belerang (Cd sulfid). Kadmium merupakan produk sampingan dari produksi seng, tanah dan batuan, termasuk abu bara dan mineral pupuk. Kadmium berbentuk mineral dapat ditemukan berikatan dengan unsur klorin, oksigen atau sulfur (Godt dkk., 2006; Martin dan Griswold, 2009).

Kadmium dimanfaatkan pada banyak aplikasi, misalnya dalam baterai, pigmen, plastik dan secara luas digunakan dalam *electroplating* dan fungisida (Martin dan Griswold, 2009).

2.2.1 Sifat Fisika Kimia

Ditinjau dari sifat fisika kimianya, kadmium murni sebagai logam berat berbentuk logam lunak berwarna putih perak dan tidak memiliki rasa maupun aroma yang spesifik, berada pada nomor atom 48 serta memiliki bobot atom sebesar 112,41 g/mol dengan bobot jenis sebesar 8,642 g/cm³ pada 20 °C, titik leleh pada suhu 320,9 °C, titik didih 767 °C dan tekanan uap sebesar 0,013 Pa pada suhu 180 °C (Godt dkk., 2006).

2.2.2 Penelitian Kadmium dalam Jamu

Penelitian tentang pencemaran logam berat pada jamu telah dilakukan oleh beberapa peneliti, diantaranya adalah penelitian yang dilakukan oleh Mustofa (2017) tentang kandungan kadmium dalam 5 merek jamu pegal linu di kota Malang dengan metode SSA. Dari penelitian tersebut diperoleh hasil bahwa

kelima sampel jamu mengandung kadmium secara berturut-turut adalah 5,163 ppm, 3,846 ppm, 4,032 ppm, 2,832 ppm, dan 2,465 ppm (Mustofa, 2017).

Penelitian lain juga dilakukan oleh Husna dkk., (2015) tentang kandungan logam berat timbal, kadmium dan merkuri dalam produk jamu pegal linu yang beredar di kota Pekanbaru. Hasil penelitian tersebut menyatakan bahwa dari 6 sampel jamu yang diuji, terdapat 1 sampel jamu yang positif mengandung kadmium yaitu sebesar 0,1 ppm (Husna dan Hanifah, 2015).

2.2.3 Keamanan Kadmium dalam Obat Tradisional

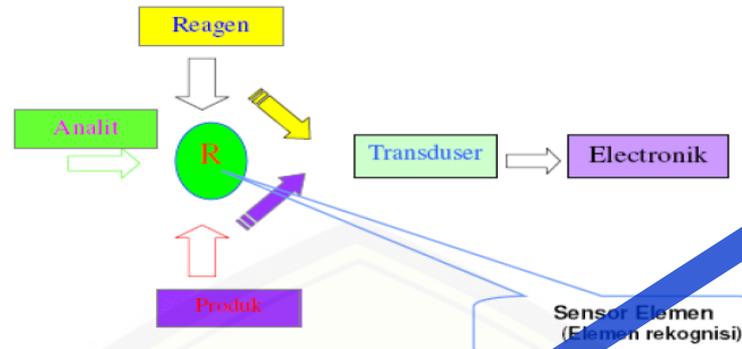
Kadmium sangat beracun untuk ginjal karena terakumulasi dalam sel tubulus proksimal dengan konsentrasi yang tinggi. Kadmium dapat menyebabkan mineralisasi tulang baik melalui gangguan fungsi ginjal atau kerusakan tulang. Studi pada manusia dan hewan telah menunjukkan bahwa osteoporosis (kerusakan tulang) adalah efek penting dari paparan kadmium bersama dengan gangguan dalam metabolisme kalsium, pembentukan batu ginjal dan hiperkalsiuria (Martin dan Griswold, 2009).

Kadar maksimal kadmium di dalam setiap jamu kemasan telah diatur oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) yaitu sebesar 0,3 ppm (Sparringa, 2015).

2.2 Sensor Kimia

2.3.1 Pengertian dan Mekanisme Sensor Kimia

Sensor kimia didefinisikan sebagai alat ukur yang memanfaatkan reaksi kimia dan biologis untuk mendeteksi dan mengkuantasi analit spesifik berdasarkan biomolekul yang diterapkan pada transdusernya. Bagian yang terpenting dari biosensor adalah adanya bioreseptor dan transduser yang akan mengenali dan menghasilkan sinyal sehingga analit dapat diukur. Bioreseptor merupakan biomolekul yang dapat mengenali analit target, sedangkan transduser merupakan bagian perangkat fisika yang mengubah sinyal yang dihasilkan menjadi sinyal yang dapat diukur (Wilson, 2009). Skema sensor kimia dapat dilihat pada Gambar 2.1.



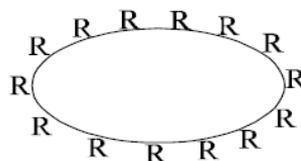
Gambar 2.1 Skema Sensor Kimia (Kuswandi, 2010)

2.3.2 Teknik Immobilisasi

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

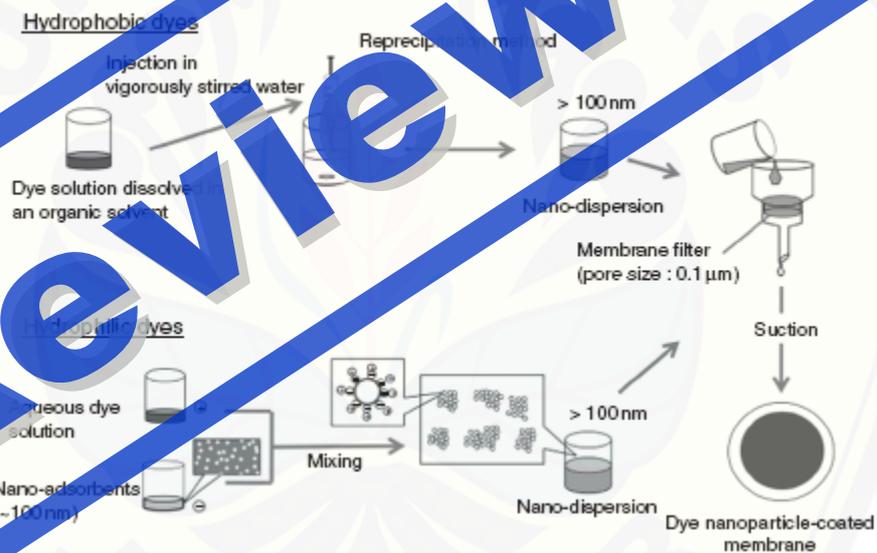
Metode immobilisasi secara umum tidak ada yang dapat digunakan untuk banyak jenis reagen, sehingga dipilih berdasarkan sifat reagenya. Ada 2 jenis metode immobilisasi, yaitu kimia dan fisika. Metode immobilisasi secara kimia yakni *crosslinking* dan *covalent linkage*. Sedangkan secara fisika yakni penangkapan (*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 (Takahashi, 2014). Teknik reprecipitasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Metode immobilisasi menggunakan teknik reprecipitasi (Takahashi, 2014)

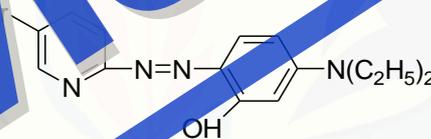
2.3.3 Aplikasi Sensor Kimia

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 displai digital (Eggins, 2004; Kuswandi, 2010).

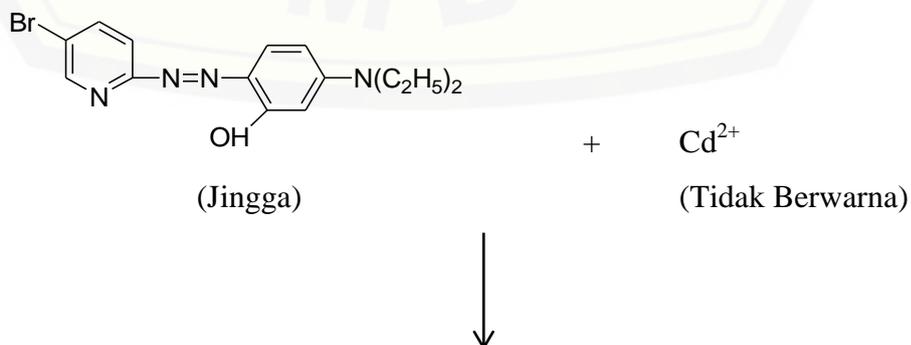
2.4 Reagen Sensor Kimia Kadmium

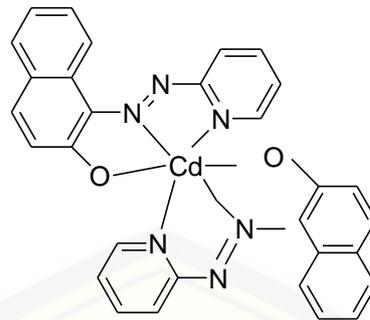
Reagen yang digunakan dalam sensor kimia kadmium adalah reagen Br-PADAP. Ditinjau dari sifat fisika kimianya, Br-PADAP berbentuk bubuk kristal berwarna merah dengan rumus molekul $C_{15}H_{17}BrN_4O$ dan berat molekul 349,22 g/mol. Memiliki rentang titik lebur antara $157.000 - 160.000$ °C serta stabilitas kimia yaitu stabil di bawah temperatur dan tekanan normal (Cruz, 2010). Struktur kimia Br-PADAP dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur kimia Br-PADAP (Marczenko dan Balcerzak, 2000)

Br-PADAP dikenal sebagai salah satu zat pengkhelat yang memiliki sensitivitas dan selektivitas yang baik terhadap kadmium dengan mekanisme reaksi pembentukan kompleks pada Gambar 2.5. Pembentukan kompleks antara ion logam kadmium dengan Br-PADAP memberikan perubahan warna dari jingga menjadi merah (Marczenko dan Balcerzak, 2000; Kuswandi, 2010).





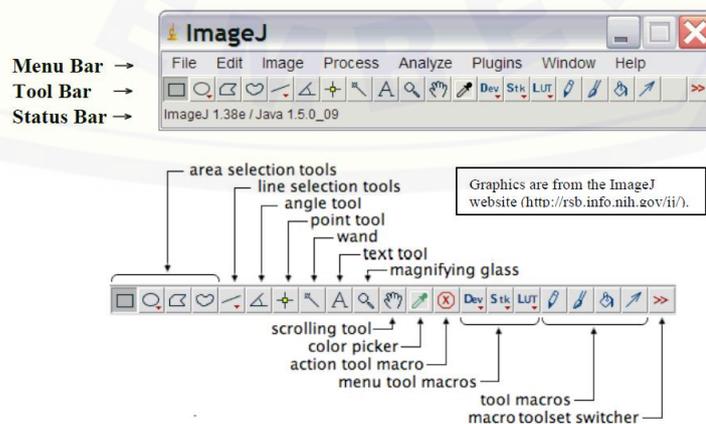
(Merah)

Gambar 2.5 Mekanisme reaksi pembentukan kompleks Br-PADAP dengan kadmium

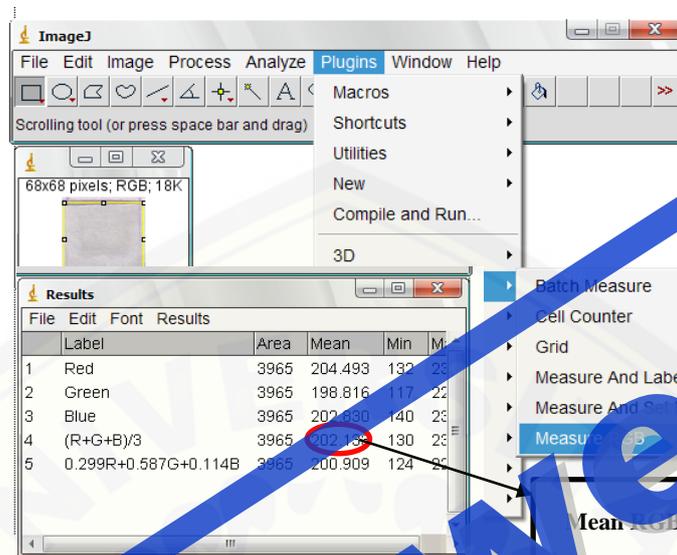
2.5 Karakteristik Sensor Kimia

2.5.1 Karakterisasi Sensor Kimia Menggunakan *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 (Reineira 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)

2.5.2 Waktu Respon

Waktu respon disebut sebagai waktu saat sensor digunakan dengan analit dan memberikan respon sensor yang stabil (Kuswandi, 2010).

2.5.3 Stabilitas sensor

Waktu yang diperlukan untuk menghasilkan reaksi yang stabil dan sama pada suatu analit dengan konsentrasi terpilih hingga waktu respon mengalami penurunan yang signifikan (biasanya $> 15\%$ dari respon sensor awal) disebut sebagai stabilitas sensor (Kuswandi, 2010).

2.5.4 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).

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

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).

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

Keterangan

Q = LOD atau LOQ

k = 3 untuk LOD atau 10 untuk LOQ

Sb = Simpangan baku

SI (Slope) = Arah garis linier dari kuantitara respon terhadap konsentrasi

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

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

2.5.6 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).

2.5.7 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).

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

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

2.5.8 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 dikumpulkan 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 sebenarnya 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 Pembandingan)

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.

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

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
$\geq 0,1$	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

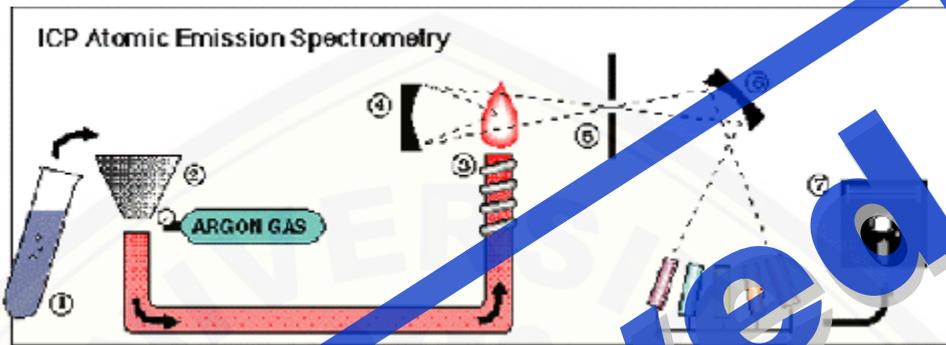
2.6 Strip Tes Deteksi Logam Kadmium

Strip tes ialah metode yang dimanfaatkan untuk mengetahui konsentrasi bahan maupun analit dalam sampel dan memberikan kesimpulan yang cepat. Serta dapat dimanfaatkan sebagai metode analisis yang 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).

2.7 Tinjauan tentang *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. Digunakan untuk 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

Reviewed

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

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

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium *Chemical Research Group*, Laboratorium Kimia Farmasi, di Fakultas Farmasi, Universitas Jember (UNEJ) Jalan Kalimantan I No 2 Sumbersari, Jember Jawa Timur.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat Penelitian

Set alat gelas, *hot pipe*, pipet volume (Pyrex®), pipet ukur (Pyrex®), neraca analitik (Sartorius®), pipet mikro (Gilson®), labu ukur (Pyrex®), *scanner (Scanomatic 2000®)*, botol semprot, vial, *yellow tip*, *aluminium foil*, *hairdryer*, *top plate & stirrer*, *ultrasonic*, komputer dan *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)*.

3.3.2 Bahan Penelitian

Aqua bidestilata/pro injectio (Otsuka/Widatra), membran ester selulosa (Merck – Millipore, Germany®), 2-(5-bromo-2-piridiazolo)-5-(dietilamino)fenol (Br-PADAP) (Sigma Aldrich®), standar logam berat kadmium ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (Merck®), NaH_2PO_4 p.a (Merck®), kloroform p.a (Merck®), NaOH p.a (Merck®), metanol p.a (Merck®), KOH p.a (Merck®), KH_2PO_4 p.a (Merck®), aseton p.a (Merck®), sampel jamu pegal linu.

3.4 Definisi Operasional

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

3.5 Variabel Penelitian

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 Br-PADAP serta kadmium yang digunakan pada analisis.

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah perubahan warna pada reagen terhadap kadmium, 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 Cara Kerja

3.6.1 Preparasi Reagen dan Sampel

1. Reagen Br-PADAP

10 mg Br-PADAP dicampur dan dilarutkan menggunakan metanol p.a sebanyak 10 mL. Lalu diencerkan kedalam beberapa konsentrasi, 1000 ppm, 500 ppm dan 250 ppm, untuk 2000 ppm dengan penimbangan 10 mg dilarutkan 5 mL dengan metanol p.a, kemudian simpan dalam vial berwarna coklat di lemari es.

2. Preparasi Standar Kadmium

Ditimbang 68,46 mg $\text{CdSO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ dicampur dan dilarutkan dalam 10 mL aquades. Lalu diencerkan menjadi beberapa konsentrasi, yaitu 100 ppm, 50 ppm, 10 ppm, 5 ppm, 1 ppm, 0,5 ppm, 0,3 ppm dan 0,1 ppm.

3. Pembuatan Seri Larutan Dapar Fosfat

Sejumlah tertentu NaOH 0,2 M dicampur dengan KH_2PO_4 0,2 M kemudian mengatur pH dengan pH meter digital untuk mendapat seri larutan dapar fosfat pH 5–8.

3.6.2 Persiapan Sampel

a. Jenis Sampel

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

b. Preparasi sampel

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).

3.7 Teknik Immobilisasi

Teknik immobilisasi reprecipitasi dilakukan dengan mendispersikan reagen Br-PADAP dalam pelarut metanol sebanyak 100 μL ke dalam 10 mL air pada putaran 1000 rpm selama 1 menit. Kemudian dilewatkan membran ester selulosa sampai dihasilkan lapisan reagen kimia pada bagian permukaan membran.

3.8 Kondisi Optimum Fabrikasi Strip Tes

3.8.1 Pemilihan Bahan & Desain Strip Tes

Strip tes memiliki 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 seluruh permukaan sisi belakang tertutup.



Gambar 3.1 Desain Strip Tes

3.8.2 Optimasi Konsentrasi Reagen

Respon warna yang optimal pada reagen dan logam berat bereaksi digunakan untuk menentukan konsentrasi reagen. Proses ini dilakukan dengan pembuatan larutan Br-PADAP sebesar 2000 ppm, 1000 ppm, 500 ppm dan 250 ppm kemudian diimmobilisasi menggunakan cara reagen dilarutkan dalam metanol p.a, selanjutnya dilarutkan dalam air yang distirer dengan kecepatan 1000 rpm selama 1 menit. Larutan dispersi yang terbentuk dilewatkan dalam membrane ester selulosa dan dikeringkan. Lalu sensor dicelupkan dalam larutan standar kadmium dengan waktu tertentu.

3.8.3 Optimasi Pemilihan Warna Red/Green/Blue

Optimasi pemilihan warna red/green/blue didasarkan pada nilai koefisien korelasi (r) dari ketiga warna tersebut dan membandingkannya. Nilai koefisien korelasi yang baik adalah yang mendekati 1, sehingga dari ketiga warna tersebut dilihat yang paling mendekati 1.

3.8.4 Optimasi pH

Optimasi pH dilakukan ketika Br-PADAP dan kadmium bereaksi dengan baik untuk mendapatkan pH optimum. Tahap ini dilakukan dengan cara mencelupkan sensor Br-PADAP yang telah dibuat pada larutan kadmium dengan pH 5, 6, 7, 8 yang dikendalikan menggunakan pH meter. pH dipilih pada kondisi optimum dengan konsentrasi standar kadmium terpilih yang dapat menghasilkan perubahan intensitas warna yang sempurna.

3.9 Karakterisasi Strip Tes

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

3.9.1 Waktu Respon

Penentuan waktu respon dikerjakan untuk mendapatkan respon warna ($\Delta mean$ RGB) yang relatif konstan dengan cara memasukkan strip tes yang telah diimmobilisasi ke dalam standar kadmium dengan menggunakan *stopwatch* setiap

menit, selanjutnya nilai $\Delta mean$ RGB diukur berdasarkan perubahan warna yang terjadi.

3.9.2 Stabilitas

Membungkus strip tes menggunakan aluminium foil dan disimpan pada (*plastic clip*) beserta penyerap kelembaban berupa *silica gel* di dalamnya pada dua kondisi berbeda, yaitu suhu $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dan suhu lemari es $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Penentuan stabilitas dilakukan dengan mengukur respon warna pada strip tes saat diaplikasikan ke dalam konsentrasi logam kadmium setiap hari, selanjutnya, dilakukan perbandingan pada nilai $\Delta mean$ RGB hingga memberikan perubahan nilai $\pm 15\%$ dari respon sensor pertama di aplikasikan (Kuswandi, 2010).

3.9.3 Linieritas

Linieritas dilakukan untuk mendapatkan perubahan warna yang terjadi kemudian diukur menggunakan *imageJ* dengan $\Delta mean$ RGB yang linier dengan proses mencelupkan strip tes ke dalam variasi rentang konsentrasi 25 – 200 % standar kadmium 0,3 ppm. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi $y = a + bx$. Hubungan linier dikatakan ideal bila nilai r mendekati 1 (Harmita, 2004).

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

Pembuatan konsentrasi larutan standar kadmium di batas konsentrasi terkecil dari rentang pengujian linieritas untuk penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi. Program *Validation method of Analysis* digunakan untuk menganalisis data yang diperoleh sehingga didapatkan kurva linieritas konsentrasi yang berbanding dengan nilai $\Delta mean$ RGB. Nilai X_p diperoleh dari batas deteksi data yang dihitung dari persamaan regresi.

3.9.5 Selektivitas

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

3.1

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

3.9.6 Presisi

Standar deviasi relatif (RSD) dapat digunakan untuk menentukan presisi dari 6 kali pengukuran dengan strip tes yang tidak sama. Sampel dipreparasi dan ditimbang sebanyak enam kali replikasi. Strip tes kemudian di celupkan ke dalam masing-masing sampel. Program *ImageJ* digunakan untuk mengukur perubahan warna yang terjadi pada strip tes ehingga dihasilkan nilai Δ mean RGB

3.9.7 Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan untuk menentukan massa logam berat yang terdapat dalam sampel menggunakan % perolehan kembali dari tiga kali penambahan analit antara 80 – 120 % dari sampel hasil pengukuran konsentrasi presisi. Tahap ini dilakukan dengan cara menimbang 0,5 g sampel ditambahkan standar adisi masukkan ke dalam labu ukur 10 mL lalu larutkan menggunakan aquades sampai tanda batas untuk menentukan akurasi. Selanjutnya strip tes dicelupkan ke dalam larutan campuran dan diamati perubahan warna yang terbentuk. Hasil pengukuran nilai dari Δ mean RGB lalu dimasukkan ke dalam persamaan regresi sehingga diperoleh konsentrasi kadmium dalam sampel. Selanjutnya ditentukan harga % *recovery* dengan membandingkan massa logam berat yang diperoleh dengan massa logam berat secara teoritis.

3.10 Penetapan Kadar Kadmium dengan Metode ICP-AES

Metode ICP-AES adalah metode umum yang dimanfaatkan untuk mendeteksi logam berat kadmium pada makanan. Proses ini dilakukan dengan cara berikut, pertama menimbang 1 g sampel jamu kemudian masukkan EM. Dilanjutkan dengan penambahan 20 mL $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1) dan destruksi di plate pemanas hingga jernih. Setelah jernih dilakukan penambahan 10 mL air suling, saring di labu 25 mL dan dilakukan penambahan air suling kembali hingga tanda batas. Tahap terakhir melakukan pembacaan dengan alat ICP.

3.11 Perbandingan Analisis Data Antara Penetapan Kadar dengan Metode ICP-AES dan Strip Tes

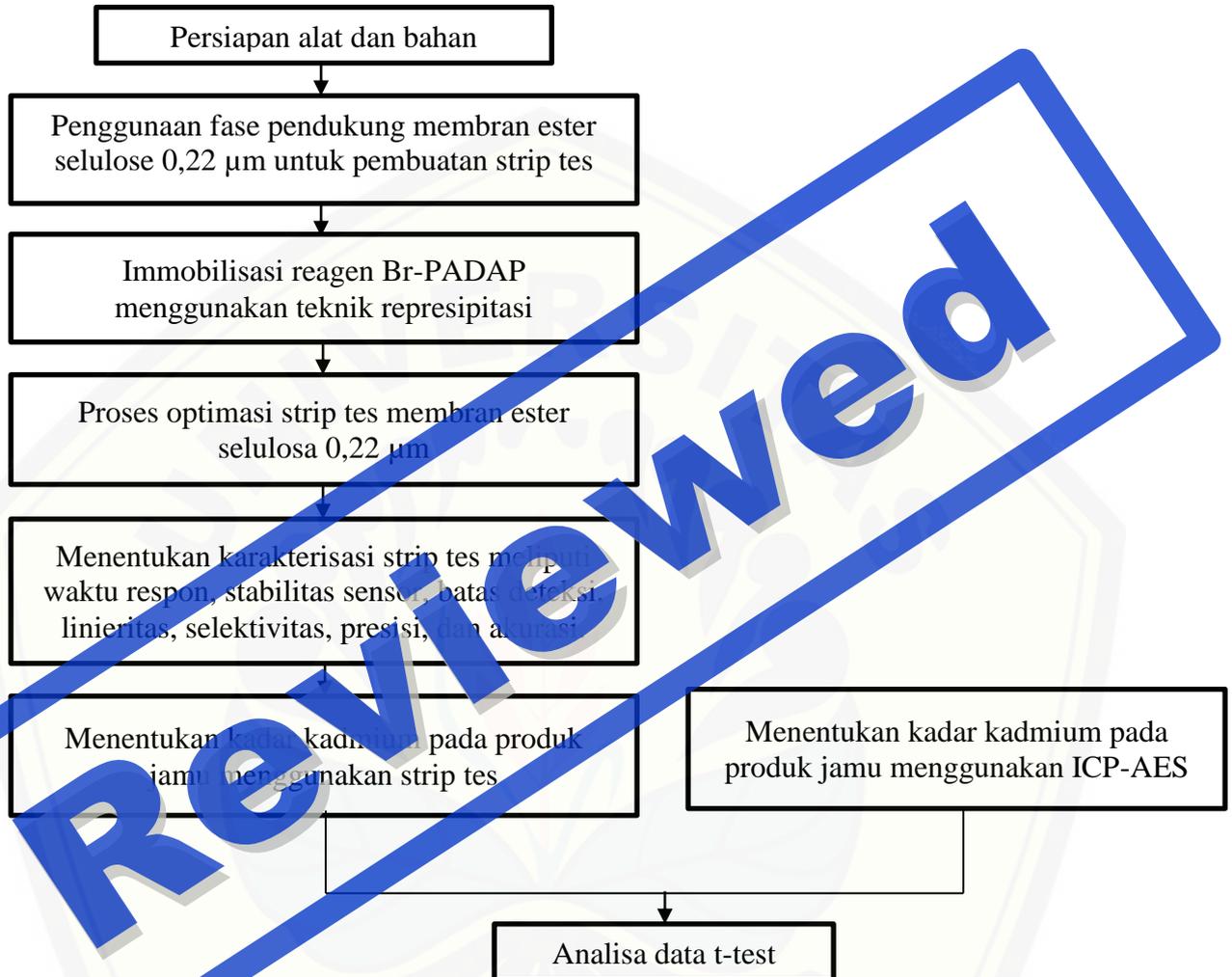
Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa jamu pegal linu dalam kemasan yang beredar di pasaran dan terdaftar di BPOM. Analisis data pada hasil pengujian sampel selanjutnya pada strip tes dibandingkan dengan hasil analisis dari ICP-AES, kemudian hasil pengukuran dari kedua metode dibandingkan dengan metode t-test.



Reviewed

3.12 Kerangka Konseptual Penelitian

Kerangka konseptual penelitian dapat dilihat pada gambar berikut:



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 kadmium (Cd) berada pada kondisi optimum konsentrasi reagen 1000 ppm, konsentrasi analit $\leq 0,3$ ppm dan pH 7.
2. Hasil karakterisasi strip tes menunjukkan bahwa :
 - a. Waktu respon berada pada rentang menit ke 16 sampai 20
 - b. Linieritas dengan $r = 0,998$,
 - c. LOD = 0,10061 ppm dan LOQ = 0,40184 ppm,
 - d. Presisi dengan RSD 2,944% dan akurasi dengan nilai % recovery 98,607%.
3. Penetapan kadar kadmium di dalam sampel jamu pegal linu yang beredar di pasaran yakni YST, NRL, SMBT dan IPL menggunakan metode strip tes berturut-turut sebesar -2,052, -1,161, -0,971, -1,948. Dan penetapan kadar menggunakan metode ICP-AES bernilai di bawah $\leq 0,01$ untuk semua sampel jamu. Angka tersebut menunjukkan tidak terdeteksinya kandungan kadmium di dalam sampel jamu YST, NRL, SMBT dan IPL yang beredar di pasaran. Dan keduanya menunjukkan hasil yang sama, sehingga strip tes dapat digunakan dan dipercaya untuk mendeteksi kadmium di dalam sampel jamu.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini adalah :

1. Perlu dikembangkan lebih lanjut sensor kimia berbasis strip tes untuk meningkatkan stabilitas sensor.
2. Perlu dikembangkan lebih lanjut sensor kimia berbasis strip tes untuk deteksi kadar kadmium dalam sampel jamu pegal linu yang beredar di pasaran.
3. Perlu dilakukan analisis data t-test menggunakan metode selain ICP-AES.

Reviewed

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, R. dan Husaini. 2018. *Logam Berat Sekitar Manusia*. Banjarmasin: Lambung Mangkurat University Press.
- Agustina, T. 2010. Kontaminasi logam berat pada makanan dan dampaknya. *Teknubuga Vol 2 - April 2010*. 2(2):53–65.
- 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 Ltd*. 125–168.
- Ferreira, T. A. dan W. Rasband. 2010. *The image user guide*
- Godt, J., F. Scheidig, C. Grosse-Siestrup, V. Engel, 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.
- Ingos, S. P. 2004. *Analytical chemistry*. Edisi 1st Editio. New York: Oxford University Press Inc.
- 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.
- Kosalec, I. dan J. Cvek. 2009. Contaminants of medicinal herbs and herbal products. *Arhiv za Higijenu Rada i Toksikologiju*. 60(4):485–501.
- Kristianingrum, S. 2012. KAJIAN berbagai proses destruksi sampel dan efeknya. *Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. 195–202.

- Kusumaputri, V. S. 2010. BIOPROSPEKSI tumbuhan obat tradisional dalam meningkatkan potensi obat tradisional berbasis kearifan lokal. 04(02):133–146.
- 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 aromatic plants*. Italy: UNINDO, ICS.
- Marczenko, Z. dan M. Balcerzak. 2000. Separation, preconcentration and spectrophotometry in inorganic analysis. *Analytical Spectroscopy Library*. 10
- Martin, S. dan W. Griswold. 2009. Human health effects of heavy metals. *Center for Hazardous Substance* 1–6.
- Milala, I. V. 2011. Penetapan Kadar Mg, Fe, Pb dan Cd dalam Abu Letusan Gunung Merapi Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Universitas Sumatera Utara.
- Mustafa, M. H. 2017. Penentuan kadar logam kadmium (cd) dalam jamu pegal linu menggunakan variasi zat pengoksidasi secara spektroskopi serapan atom (ssa). (Cd):20.
- Notohadiprawiro, T. 2006. Logam berat dalam pertanian. *ilmu Tanah Universitas Gajah Mada*. (2006):1–10.
- Purwaningsih, E. H. 2013. Jamu , obat tradisional asli indonesia pasang surut pemanfaatannya di indonesia. 1(2)
- 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 & Teknologi*. 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.

Reviewed

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Perhitungan Standar Kadmium

Penimbangan garam $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Ar Cd = 112,41 g/mol

Mr $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ = 769,51 g/mol

Pelarut aquabidest

Penimbangan $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Ar Cd Mr $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

112,41 g/mol ~ 769,51 g/mol

10 mg ~ X mg

X mg = $\frac{769,51 \text{ g/mol}}{112,41 \text{ g/mol}} \cdot 10 \text{ mg}$

X mg = 68,46 mg ~ 10 mg Cd

Jadi, $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ yang harus ditimbang sebanyak 68,46 mg ~ 10 mg Cd.

Kemudian dilarutkan ke dalam 10 mL aquabidest sehingga diperoleh 1000 ppm.

LAMPIRAN 2. Pemilihan Warna Sensor Menggunakan RGB

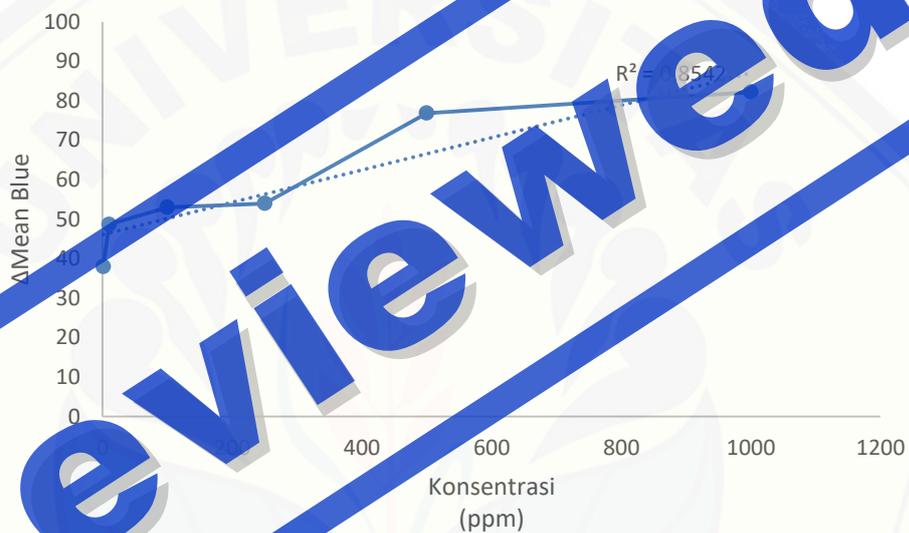
1. Red

Konsentrasi	Mean Red	Δ Mean Red
Blanko	213,599	
1 ppm	224,103	10,504
10 ppm	227,797	14,198
100 ppm	235,884	22,285
250 ppm	241,884	28,285
500 ppm	253,884	40,285
1000 ppm	275,517	61,918



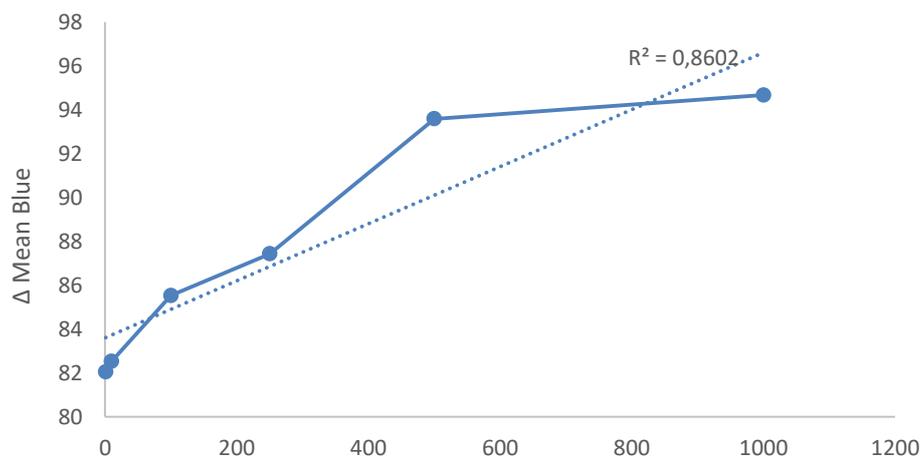
2. Green

Konsentrasi	Mean Green	Δ Mean Green
Blanko	123,393	
1 ppm	161,391	37,998
10 ppm	172,069	48,676
100 ppm	176,392	52,999
250 ppm	177,392	53,999
500 ppm	200,247	76,854
1000 ppm	275,517	61,918

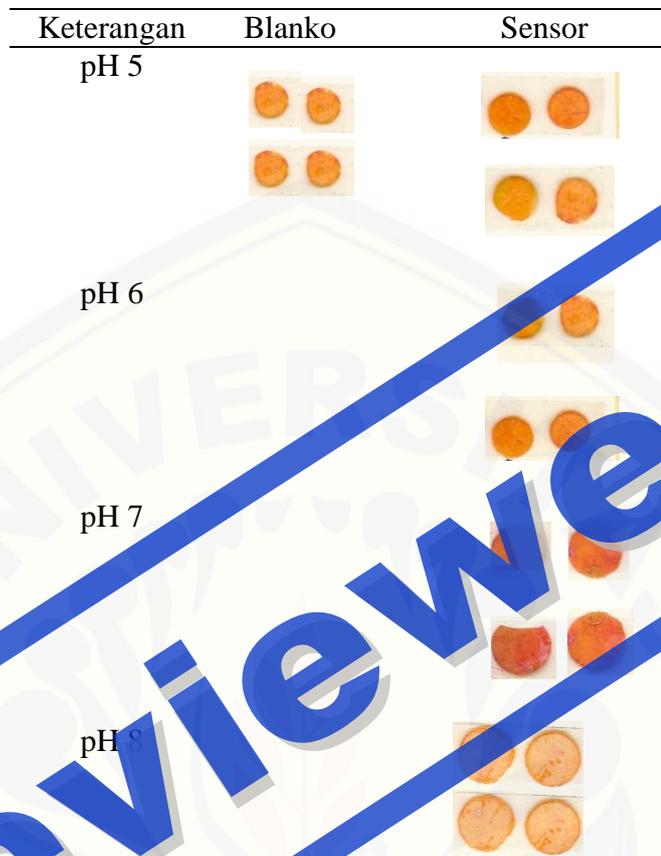


Blue

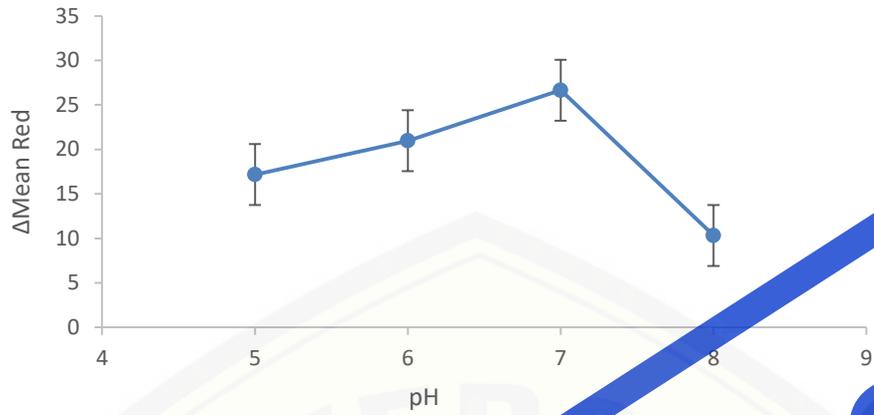
Konsentrasi	Mean Blue	Δ Mean Blue
Blanko	61,29	
1 ppm	143,346	82,056
10 ppm	143,821	82,531
100 ppm	146,821	85,531
250 ppm	148,821	87,432
500 ppm	154,88	93,59
1000 ppm	155,920	94,672



LAMPIRAN 3. Optimasi pH

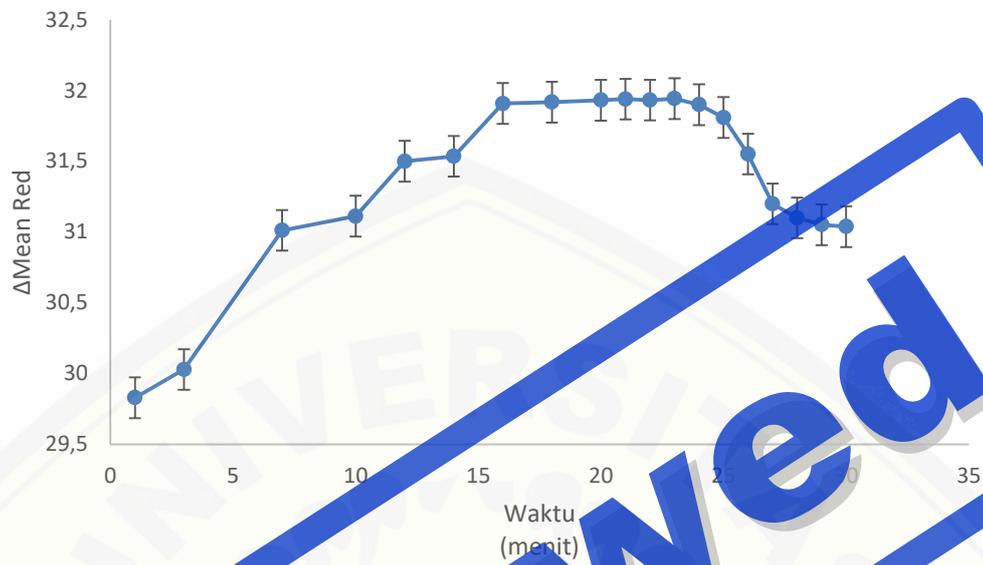


pH	Blanko	Rep1	Rep2	Rep3	Rep4	Rata-rata	Δ Mean Red
5	216,566	234,858	238,934	240,453	220,693	233,735	17,169
6	216,566	233,835	236,585	239,032	240,715	237,542	20,976
7	216,566	243,291	239,978	243,611	246,009	243,222	26,656
8	216,566	241,288	230,468	215,943	219,934	226,908	10,342



LAMPIRAN 4. Penentuan Waktu Respon

Menit Ke-	ΔMean Red
1	29,8
3	30,9
7	31,012
10	31,112
12	31,5
14	31,535
16	31,908
18	31,918
20	31,931
21	31,939
22	31,932
23	31,943
24	31,9
25	31,809
26	31,551
27	31,199
28	31,1
29	31,052
30	31,038



Reviewed

JEMBER

LAMPIRAN 5. Stabilitas**Suhu Ruang**

Hari Ke-	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rata-rata	Blanko	Δ Mean	Penurunan (%)
0	242,025	242,102	242,077	242,068	212,062	30,006	0
1	242,224	242,556	243,01	242,967	212,783	29,814	0,64
2	243,207	243,559	241,155	242,6403	212,475	30,1153	1,17
3	243,307	242,101	242,154	242,5207	212,223	30,298	0,44
4	243,695	242,055	242,165	242,6383	212,654	29,984	1,04
5	243,73	242,155	241,111	242,332	212,19	30,142	0,53
8	244,103	241,403	242,564	242,69	211,87	30,703	1,87
10	244,113	241,365	242,765	242,7477	211,976	30,772	0,23
12	244,107	241,456	242,198	242,587	212,089	30,498	0,91
15	244,134	241,365	242,765	242,7477	212,914	29,841	2,19
17	244,107	241,177	240,233	241,539	210,583	31,256	2,71
19	244,038	240,123	240,53	241,538	210,113	31,425	0,56
30	241,195	239,899	238,101	239,739	212,145	27,594	12,77
37	231,678	229,153	227,432	230,0877	212,1	17,988	32,02
44	220,124	219,453	219,089	219,5553	211,346	8,209	32,59

Suhu Lemari Es

Hari Ke-	Rep1	Rep2	Rep3	Rata-rata	Blanko	Δ Mean	Penurunan (%)
0	242,101	242,004	242,071	242,0587	212,062	29,99667	0
1	242,213	242,526	243,014	242,5843	212,783	29,80133	0,651
2	243,215	243,56	241,035	242,6033	212,47	30,12833	1,090
3	243,187	242,115	242,134	242,4787	212,293	30,25567	0,424
4	243,684	242,045	242,135	242,6213	212,654	29,96733	0,961
5	243,539	242,157	241,221	242,305	212,19	30,11567	0,494
8	244,123	241,393	242,57	242,6957	211,987	30,70867	1,977
10	244,213	241,245	242,415	242,6243	211,976	30,64833	0,201
12	244,221	241,786	242,11	242,7293	212,089	30,64033	0,027
15	244,214	241,925	242,525	242,7213	212,914	29,80733	2,777
17	244,125	240,102	240,153	241,8133	210,583	31,23033	4,744
19	244,118	240,131	240,393	241,5473	210,113	31,43433	0,680
30	241,299	239,719	238,138	239,7187	212,145	27,57367	12,870
37	231,678	229,203	229,441	230,1073	212,1	18,00733	31,891
44	220,154	219,511	219,104	219,5897	211,346	8,243667	32,549

LAMPIRAN 6. Linieritas

Tabel Gambar Linieritas

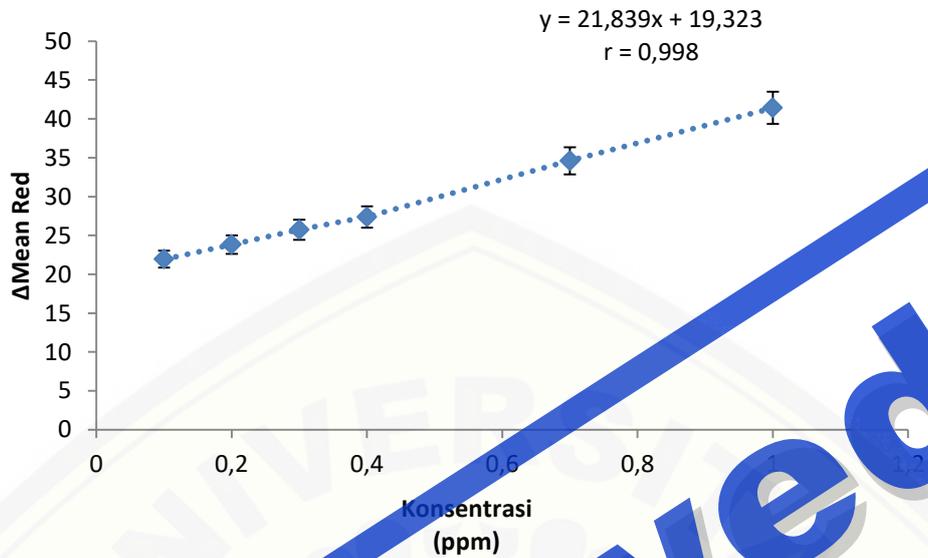
Keterangan	Gambar
Blanko	
0,1 ppm	
0,2 ppm	
0,3 ppm	
0,4 ppm	
0,7 ppm	
1 ppm	

Tabel Linieritas

Konsentrasi Analit (ppm)	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Rata-rata	ΔMean Red
Blanko	223,354	223,155	232,176	234,211	223,264	0
0,1	224,91	250,853	252,737	252,678	245,295	21,941
0,2	245,687	245,697	246,629	246,669	246,178	23,824
0,3	246,602	252,219	246,462	251,106	249,097	25,743
0,4	250,991	251,991	251,981	251,992	251,739	27,385
0,7	259,601	257,608	258,405	260,213	258,957	34,603
1	265,618	265,829	262,829	264,759	264,759	41,405

Regresi Linier $Y = 21,839x + 19,323$

Koefisien Korelasi $R = (\text{SQRT } 0,9976)$
 $= 0,998$



Hasil analisa ANOVA

Regression Statistics	
Multiple R	0.997310469
R Square	0.994628171
Adjusted R Square	0.993285214
Standard Error	0.63031449
Observations	6

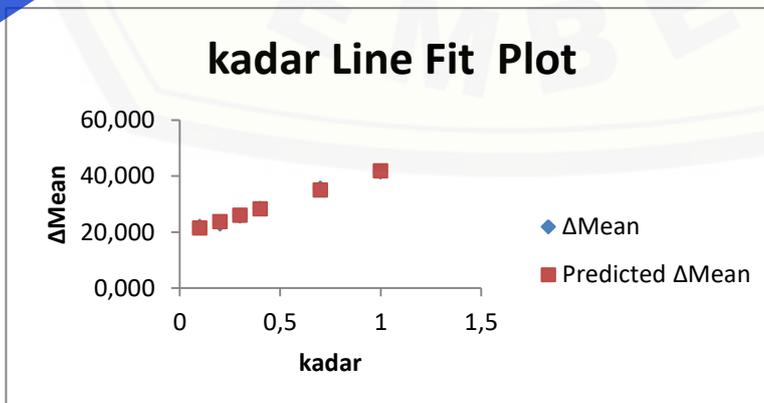
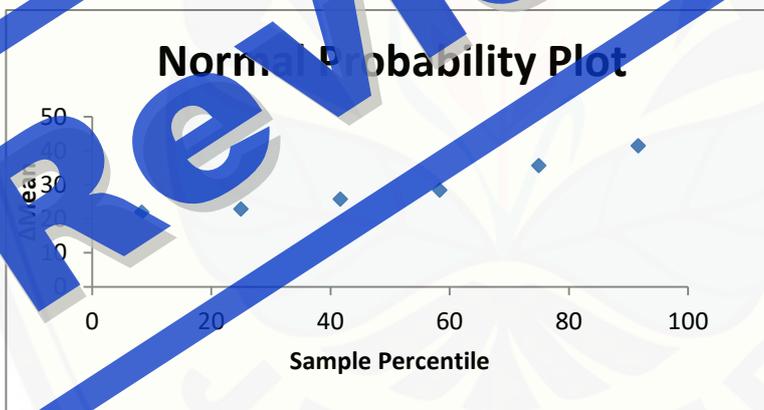
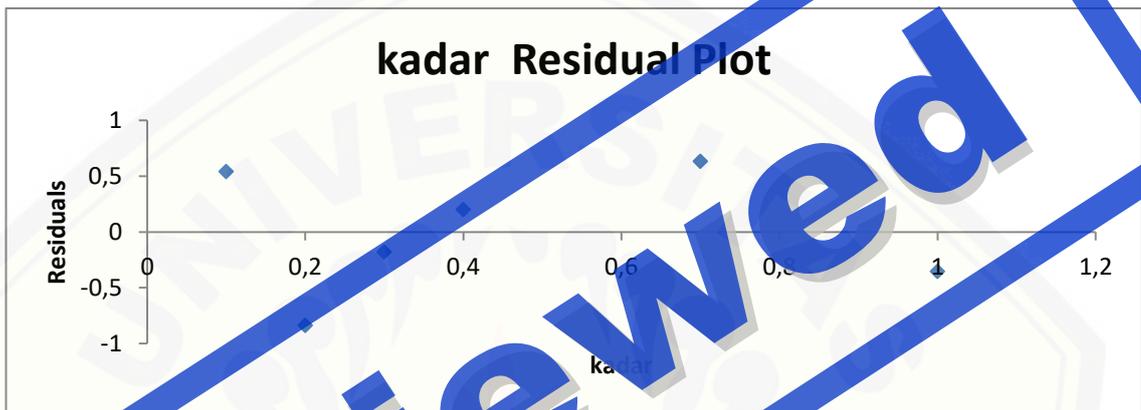
ANOVA				
	<i>Df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>
Regression	1	294.2477474	294.2477474	740.6253
Residual	4	1.589185425	0.397296356	
Total	5	295.8369328		

	<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>
Intercept	19.13696232	0.454019242	42.15011296	1.89E-06
kadar	22.62156522	0.831234133	27.2144325	1.08E-05

	<i>Lower 95%</i>	<i>Upper 95%</i>	<i>Lower 99.0%</i>
	17.87640282	20.39752	17.04661
	20.31368928	24.92944	18.79448

<i>Observation</i>	<i>Predicted</i>	<i>Residuals</i>	<i>Standard</i>
--------------------	------------------	------------------	-----------------

	$\Delta Mean$		<i>Residuals</i>
1	21.39911884	0.541381159	0.960286566
2	23.66127536	-0.837275362	-1.485135322
3	25.92343188	-0.180181884	-0.319601522
4	28.18558841	0.199161594	0.353267195
5	34.97205797	0.630692029	1.118703657
6	41.75852754	-0.353777536	-0.627520573



LAMPIRAN 7. LOD dan LOQ

Kadar Analit (ppm)	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 4	Rata-rata	Δ Mean Red
Blanko	223,354	223,155	232,176	234,211	223,264	0
0,1	224,91	250,853	252,737	252,678	245,295	21,941
0,2	245,687	245,697	246,629	246,669	246,178	23,824
0,3	246,602	252,219	246,462	251,106	249,097	25,743
0,4	250,991	251,991	251,981	251,992	251,739	27,385
0,7	259,601	257,608	258,405	260,213	258,957	34,603
1	265,618	265,829	262,829	264,759	264,759	41,405

$$Y = 19.323 + 21.839X$$

Mean

$$X = 0.45000$$

$$Y = 29.150$$

Coefficient of correlation (r) = 0.99866

Residual sum of squares (RSS) = 0.73637

Residual standard deviation (Sy) = 0.42906

Process standard deviation (Sx0) = 0.019646

Process variation coefficient (Vx0) = 4.3659%

The g-value (g) = 0.0051746

Quality coefficient (QCmean) = 1.3165

Linearity = 0.97409

Standard deviation of the intercept (Sa) = 0.30905

Standard deviation of the slope (Sb) = 0.56583

Confidence interval of the intercept (CIa) = 19.323 ± 0.85807

Relative Confidence interval of the slope (CIb) = $21.839 \pm 7.1935\%$

Equivalence interval intercept

Lower limit (CL) = 18.465

Upper limit (CU) = 20.181

Analytical imprecision at the lower end of the range

CI(x1) = 0.064072

CIrel(x1) = 64.072%

Lower range limit

Testing value for concentration zero (Ya) = 20.450

(Xa) = 0.10061

Lowest X value of the samples (X1) = 0.10000

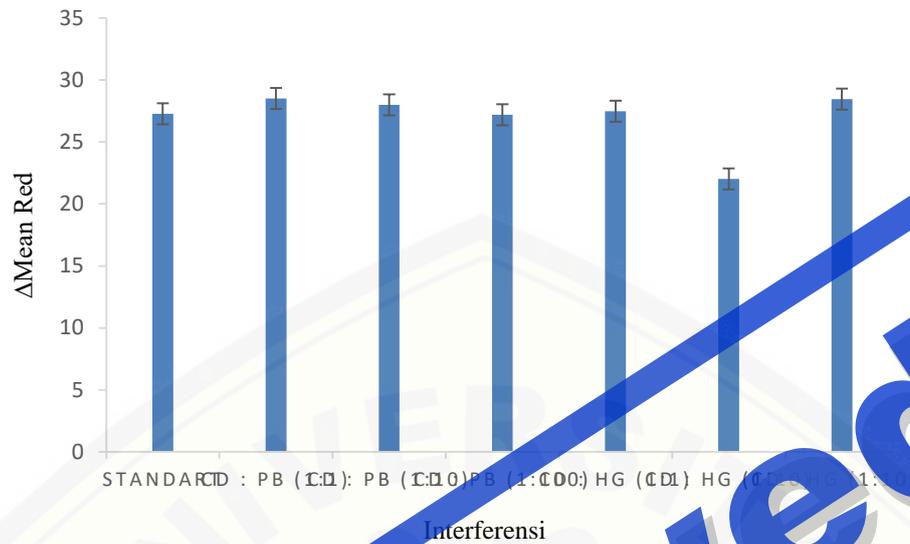
Detection limit (DL) = 0.10061

Quantitation Limit (QL) = 0.40184

Reviewed

LAMPIRAN 8. Selektivitas

Perbandingan	Mean	Rata-rata	Δ Mean Red	Intererensi (%)
Blanko	212,344			
Standart Cd	238,021	239,622	27,278	0%
	241,044			
	239,801			
	241,511			
Cd : Pb (1:1)	240,164			
	238,379	240,838	28,494	4,46%
Cd : Pb (1:10)	240,257	240,343	27,999	2,64%
	242,654			
	238,117			
Cd : Pb (1:100)	237,478	239,529	27,185	0%
	239,079			
	242,101			
Cd : Hg (1:1)	238,785	239,808	27,464	0,68%
	239,001			
	241,638			
Cd : Hg (1:10)	241,008	240,367	28,023	2,73%
	239,981			
	240,112			
Cd : Hg (1:100)	241,191	240,989	28,445	4,28%
	239,087			
	242,088			



LAMPIRAN 9. Presisi

Perhitungan Presisi

Menimbang $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 68,46 mg ~ 10 mg Cd^{2+}

Kemudian ad 10 mL ke dalam labu ukur sehingga diperoleh 1000 ppm.

Pipet 5 mL dari larutan induk 1000 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL

→ ad sampai 10 mL.

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

Kemudian diencerkan menjadi 50 ppm dari larutan 500 ppm.

Pipet 1 mL dari larutan induk 500 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL

→ ad sampai 10 mL.

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

Kemudian diencerkan menjadi 5 ppm dari larutan 50 ppm.

Pipet 1 mL dari larutan induk 50 ppm → masukkan ke dalam labu ukur 10 mL →

ad sampai 10 mL.

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

Hari Ke-1

	Blanko	Sampel1	Sampel2	Sampel3	Sampel4	Sampel5	Sampel6
Replikasi 1	212,424	241,902	241,092	243,161	245,561	237,703	240,544
Replikasi 2	212,955	240,127	245,104	243,212	246,358	244,028	243,158
Replikasi 3	212,456	243,434	243,851	243,113	244,079	243,917	242,57
Replikasi 4	212,109	244,487	240,934	240,636	234,218	244,839	244,516
Rata-rata	212,424	242,4875	242,7453	242,5305	242,554	242,523	242,697
Δ Mean Red		30,0635	30,32125	30,1065	30,13	30,0987	30,273
Kadar (ppm)		0,492	0,503	0,494	0,495	0,493	0,502
Dalam 10 mL		0,00000492	0,00000504	0,00000494	0,00000495	0,00000493	0,00000502
Penimbangan (g)		0,5007	0,5025	0,501	0,5036	0,5022	0,5047
Kadar (%b/b)		0,00098%	0,00100%	0,00099%	0,00098%	0,00098%	0,00099%
Standart Deviasi (SD)	0,000000081						
Rata-rata Kadar RSD (%)	0,00099%	0,822%					

Perhitungan:

1. Replikasi 1

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,064 &= 21,839x + 19,323 \\ x &= 0,492 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,492 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,92 \text{ } \mu\text{g} \\ &= 4,92 \text{ } \mu\text{g} = 0,00000492 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000492 \text{ g}/0,5007 \text{ g} \\ &= 0,00098\% \end{aligned}$$

2. Replikasi 2

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,322 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,503 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,503 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,03 \text{ } \mu\text{g} \\ &= 5,03 \text{ } \mu\text{g} = 0,00000503 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000503 \text{ g}/0,5025 \text{ g} \\ &= 0,00100\% \end{aligned}$$

3. Replikasi 3

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,107 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,494 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,494 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,94 \text{ } \mu\text{g} \\ &= 4,94 \text{ } \mu\text{g} = 0,00000494 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000494 \text{ g}/0,501 \text{ g} \\ &= 0,00099\% \end{aligned}$$

4. Replikasi 4

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,130 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,495 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,495 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,95 \text{ } \mu\text{g} \\ &= 4,95 \text{ } \mu\text{g} = 0,00000495 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000495 \text{ g}/0,5036 \text{ g} \\ &= 0,00098\% \end{aligned}$$

5. Replikasi 5

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,099 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,493 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,493 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,93 \text{ } \mu\text{g} \\ &= 4,93 \text{ } \mu\text{g} = 0,00000493 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar dalam sampel} &= 0,0000493 \text{ g}/0,5022 \text{ g} \\ &= 0,00098\%\end{aligned}$$

6. Replikasi 6

$$\text{Kurva kalibrasi} \quad Y = 21,839x + 19,323$$

$$30,273 = 21,839x + 19,323$$

$$X = 0,502 \text{ ppm}$$

$$\text{Dalam 10 mL} \quad = 0,502 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,02 \mu\text{g}$$

$$= 5,02 \mu\text{g} = 0,00000502 \text{ g}$$

$$\text{Kadar dalam sampel} \quad = 0,00000502 \text{ g}/0,5047 \text{ g}$$

$$= 0,00099\%$$



Reviewed

Hari ke-2

	Blanko	Sampel1	Sampel2	Sampel3	Sampel4	Sampel5	Sampel6
Replikasi 1	212,384	240,127	240,902	243,187	240,965	238,231	242,051
Replikasi 2	212,955	243,842	243,804	238,816	241,908	243,893	242,636
Replikasi 3	212,456	240,288	240,108	240,041	245,674	238,332	243,949
Replikasi 4	212,109	245,136	241,813	243,981	243,967	243,165	241,060
Rata-rata	212,384	242,348	241,657	241,506	243,129	242,655	242,424
Δ Mean Red		29,964	29,273	29,122	30,745	30,271	30,04
Kadar (ppm)		0,487	0,455	0,449	0,523	0,501	0,491
Dalam 10 mL		0,00000487	0,00000456	0,00000449	0,00000523	0,00000501	0,00000491
Penimbangan (g)		0,5073	0,5020	0,5014	0,5083	0,5080	0,5072
Kadar (%b/b)		0,00096%	0,00091%	0,00089%	0,00103%	0,00099%	0,00097%
Standart Deviasi (SD)	0,000000050						
Rata-rata Kadar RSD (%)	0,00096%						
	5,217%						

Perhitungan:

1. Replikasi 1

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,964 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,487 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,487 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,87 \mu\text{g} \\ &= 4,87 \mu\text{g} = 0,00000487 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000487 \text{ g}/0,5073 \text{ g} \\ &= 0,00096\% \end{aligned}$$

2. Replikasi 2

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,273 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,455 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,455 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,55 \mu\text{g} \\ &= 4,55 \mu\text{g} = 0,00000455 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000455 \text{ g}/0,5020 \text{ g} \\ &= 0,00091\% \end{aligned}$$

3. Replikasi 3

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,122 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,449 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,449 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,49 \mu\text{g} \\ &= 4,49 \mu\text{g} = 0,00000449 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000449 \text{ g}/0,5014 \text{ g} \\ &= 0,00089\% \end{aligned}$$

4. Replikasi 4

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,745 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,523 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,523 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,23 \mu\text{g} \\ &= 5,23 \mu\text{g} = 0,00000523 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000523 \text{ g}/0,5083 \text{ g} \\ &= 0,00103\% \end{aligned}$$

5. Replikasi 5

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,271 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,501 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,501 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,01 \mu\text{g} \\ &= 5,01 \mu\text{g} = 0,00000501 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000501 \text{ g}/0,5080 \text{ g} \\ &= 0,00099\%\end{aligned}$$

6. Replikasi 6

$$\begin{aligned}\text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,04 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,491 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Dalam 10 mL} &= 0,491 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,91 \mu\text{g} \\ &= 4,91 \mu\text{g} = 0,00000491 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000491 \text{ g}/0,5072 \text{ g} \\ &= 0,00097\%\end{aligned}$$



Reviewed

Hari ke-3

	Blanko	Sampel1	Sampel2	Sampel3	Sampel4	Sampel5	Sampel6
Replikasi 1	212,162	240,601	243,117	240,073	243,896	243,994	240,582
Replikasi 2	212,955	243,639	243,962	240,602	243,934	243,785	242,987
Replikasi 3	212,456	245,655	240,644	247,158	240,585	242,547	244,791
Replikasi 4	212,109	239,747	240,123	240,073	240,146	240,722	240,168
Rata-rata	212,164	242,410	241,961	241,993	242,140	242,762	242,132
Δ Mean Red		30,249	29,800	29,832	30,078	30,6	29,97
Kadar (ppm)		0,500	0,480	0,481	0,483	0,516	0,488
Dalam 10 MI		0,00000500	0,00000480	0,00000481	0,00000483	0,00000516	0,00000488
Penimbangan (g)		0,5068	0,5047	0,5074	0,5046	0,5057	0,504
Kadar (%b/b)		0,00099%	0,00095%	0,00095%	0,00097%	0,00102%	0,00097%
Standart Deviasi (SD)	0,000000272						
Rata-rata Kadar	0,00097%						
RSD (%)	2,792%						

Perhitungan:

1. Replikasi 1

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 30,249 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,500 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,500 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,00 \mu\text{g} \\ &= 5,00 \mu\text{g} = 0,00000500 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,0000500 \text{ g} / 0,5068 \text{ g} \\ &= 0,00099\% \end{aligned}$$

2. Replikasi 2

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,800 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,480 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,480 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,80 \mu\text{g} \\ &= 4,80 \mu\text{g} = 0,00000480 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,0000480 \text{ g} / 0,5047 \text{ g} \\ &= 0,00095\% \end{aligned}$$

3. Replikasi 3

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,632 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,481 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,481 \text{ pm} \times 10 \text{ mL} = 4,81 \mu\text{g} \\ &= 0,481 \mu\text{g} = 0,0000481 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000481 \text{ g} / 0,5074 \text{ g} \\ &= 0,00095\% \end{aligned}$$

4. Replikasi 4

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,978 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,488 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,488 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,88 \mu\text{g} \\ &= 0,000000488 \text{ g} \\ \text{Kadar dalam sampel} &= 0,000000488 \text{ g} / 0,5046 \text{ g} \\ &= 0,00097\% \end{aligned}$$

5. Replikasi 5

$$\begin{aligned} \text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 21,56 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,516 \text{ ppm} \\ \text{Dalam 10 mL} &= 0,516 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 5,16 \mu\text{g} \\ &= 5,16 \mu\text{g} = 0,00000516 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000516 \text{ g}/0,5057 \text{ g} \\ &= 0,00102\%\end{aligned}$$

6. Replikasi 6

$$\begin{aligned}\text{Kurva kalibrasi} \quad Y &= 21,839x + 19,323 \\ 29,97 &= 21,839x + 19,323 \\ X &= 0,488 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Dalam 10 mL} &= 0,488 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} = 4,88 \mu\text{g} \\ &= 4,88 \mu\text{g} = 0,00000488 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar dalam sampel} &= 0,00000488 \text{ g}/0,504 \text{ g} \\ &= 0,00097\%\end{aligned}$$



Reviewed

LAMPIRAN 10. Akurasi

Perhitungan Akurasi

Hasil konsentrasi rata-rata presisi 0,501 ppm.

$$0,501 \text{ ppm } (\mu\text{g/mL}) \text{ dalam } 10 \text{ mL} = 5,01 \mu\text{g}$$

Pembuatan Simulasi 80%

$$80\% \times 0,501 \mu\text{g} = 0,4 \mu\text{g/mL}$$

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

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

Larutan standart 4 ppm dipipet sebanyak 1 mL.

Pembuatan Simulasi 100%

$$100\% \times 0,501 \mu\text{g} = 0,5 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = 0,5 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 5 \mu\text{g}$$

Larutan standart 5 ppm dipipet sebanyak 1 mL.

Pembuatan Simulasi 120%

$$120\% \times 0,501 \mu\text{g} = 0,6 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = 0,6 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}$$

$$= 6 \mu\text{g}$$

Larutan standart 6 ppm dipipet sebanyak 1 mL.

Penambahan Analit (%)	Gambar
Blanko	
80 replikasi 1	
80 replikasi 2	
80 replikasi 3	
100 replikasi 1	
100 replikasi 2	
100 replikasi 3	
120 replikasi 1	
120 replikasi 2	
120 replikasi 3	

Penambahan Analit (%)	Mean Red	Δ Mean Red	Kadar terdeteksi (ppm)	Adisi (ppm)	Akurasi	Rata-rata Akurasi
Blanko	213,991 212,955 212,456 212,109	0				
80 rep 1	242,097	28,106	0,40217	0,4	100,543	97,788
80 rep 2	241,597	27,606	0,37928	0,4	94,819	
80 rep 3	241,875	27,844	0,39202	0,4	98,005	
100 rep 1	243,116	30,125	0,49462	0,5	98,924	99,845
100 rep 2	243,240	30,249	0,50031	0,5	100,063	
100 rep 3	243,293	30,302	0,50274	0,5	100,548	
120 rep 1	245,658	31,667	0,56521	0,6	94,202	98,190
120 rep 2	246,479	32,488	0,60281	0,6	100,468	
120 rep 3	246,404	32,413	0,59939	0,6	99,898	

Penambahan Analit (%)	% Recovery	Mean	SD	RSD (%)
80	97,789	98,608	0,861	0,873%
100	99,845			
120	98,189			

LAMPIRAN 11. Penentuan Kadar

Sampel	Mean	Δ Mean Red	Kadar (ppm)
Blanko	243,968	0	
NRL rep 1	238,598	4,510	2,052
NRL rep 2	240,424		
NRL rep 3	239,351		
YST rep 1	228,484	1,484	-1,161
YST rep 2	230,813		
YST rep 3	229,848		
SBT rep 1	246,311	3,213	-0,971
SBT rep 2	247,011		
SBT rep 3	243,159		
IPL rep 1	236,341	6,787	-1,948
IPL rep 2	237,043		
IPL rep 3	238,159		

Sample No	Sample Classification	Sample Name	G#	Date/Time of Analysis
12	UNK	AQ	1	03/07/2018
13	UNK	blanko	1	03/07/2018
14	UNK	1118 IPL	1	03/07/2018
15	UNK	1118 IPL	1	03/07/2018
16	UNK	1118 NRL	1	03/07/2018
17	UNK	1118 SBT	1	03/07/2018
Ca Quant Average mg/L		Ca Wavelength	Cd Quant Average mg/L	
-0.0289		422.673 (1)	-0.0241 L	
-0.0336		422.673 (1)	-0.0420 L	
!!!!!!!		422.673 (1)	-0.0026 L	
!!!!!!!		422.673 (1)	-0.0012 L	
4.47		422.673 (1)	-0.0160 L	

!!!!!!	422.673 (1)	-0.0118 L
!!!!!!	422.673 (1)	-0.0141 L

LAMPIRAN 12. Analisis Data t-test

Sampel	ICP-AES	Strip Tes
IPL	0	0
NRL	0	0
YST	0	0
SMBT	0	0

	ICP-AES	Strip Tes
Mean	0	0
Variance	0	0
Observations	4	4
Pearson Correlation	#DIV/0!	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	3	
t Stat	#DIV/0!	
P(T<=t) one-tail	#DIV/0!	
t Critical one-tail	#DIV/0!	
P(T<=t) two-tail	#DIV/0!	
t Critical two-tail	#DIV/0!	

Reviewed