

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS
DENGAN PENAMBAHAN
REAGEN SNP (*Sodium Nitroprusside*)**

SKRIPSI

**FITRIA PERDANA YUDHA PUTRI
A181016**



**SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA
YAYASAN HAZANAH
BANDUNG
2022**

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS
DENGAN PENAMBAHAN
REAGEN SNP (*Sodium Nitroprusside*)**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**FITRIA PERDANA YUDHA PUTRI
A181016**



**SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA
YAYASAN HAZANAH
BANDUNG
2022**

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS
DENGAN PENAMBAHAN
REAGEN SNP (*Sodium Nitroprusside*)**

**FITRIA PERDANA YUDHA PUTRI
A181016**

Agustus 2022

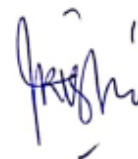
Disetujui oleh:

Pembimbing



Dr. Syarif Hamdani, M.Si.

Pembimbing



Sri Gustini Husein, M.Farm.

Kutipan atau saduran baik sebagian ataupun seluruh naskah, harus menyebut nama pengarang dan sumber aslinya, yaitu Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia

Skripsi ini adalah persembahan kecil saya untuk kedua orangtua saya Ayah Mazwir Namra dan Ibu Sri Mulyatie Segala perjuangan saya hingga titik ini saya persembahkan pada dua orang paling berharga dalam hidup saya.

ABSTRAK

Analisis metanol menggunakan spektrofotometri uv-vis terus dikembangkan untuk mendapatkan metode penetapan kadar yang mudah, salah satunya dengan penambahan reagen pemberi warna yaitu *Sodium Nitropruside* (SNP), namun metode ini belum tervalidasi sehingga belum dapat digunakan secara luas. Tujuan penelitian ini adalah untuk menetapkan validasi metode analisis metanol dengan spektrofotometer uv-vis dengan penambahan reagen pemberi warna SNP. Parameter pengujian meliputi akurasi, presisi, linearitas, selektivitas, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ) dan rentang. Hasil penelitian menunjukkan parameter selektivitas tidak masuk kedalam kategori memenuhi syarat, sedangkan parameter validasi yang lain yaitu presisi memberikan rentang 1,6-2,4% (nilai RSD 1,991%), uji akurasi memberikan rentang % perolehan kembali 97-100% (nilai % recovery 98,42%), uji linearitas pada rentang konsentrasi 0 – 2% memberikan nilai koefisien korelasi $r = 0.998$ dengan batas deteksi (LOD) 0,0575% dan batas kuantifikasi (LOQ) 0,1917 %. Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa spektrofotometri uv-vis pada analisis metanol menggunakan reagen SNP tidak tervalidasi atau tidak valid karena tidak terpenuhinya salah satu kriteria dari tujuh parameter validasi.

Kata Kunci : Validasi Metode, Analisis Metanol, *Sodium Nitropruside* (SNP)

ABSTRACT

Methanol analysis using uv-vis spectrophotometer continues to be developed to obtain an easy assay method, one of which is the addition of a coloring reagent, namely Sodium Nitropruside (SNP), but this method has not been validated so it cannot be used widely. The purpose of this study was to determine the validation of the methanol analysis method with a uv-vis spectrophotometer with the addition of SNP coloring reagent. The test parameters include accuracy, precision, linearity, selectivity, limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ) and range. The results showed that the selectivity parameter did not fall into the eligible category, while the other validation parameters, namely precision, gave a range of 1.6-2.4% (RSD value 1.991%), the accuracy test gave a range of 97-100% % recovery (value of % recovery 98.42%), linearity test in the concentration range 0 – 2% gave a correlation coefficient value of $r = 0.998$ with a detection limit (LOD) of 0.0575% and a quantification limit (LOQ) of 0.1917%. Based on the results of the study, it can be concluded that uv-vis spectrophotometry in methanol analysis using SNP reagents was not validated or invalid because one of the seven validation parameters did not meet the criteria.

Keywords: *Method Validation, Methanol Analysis, Sodium Nitropruside (SNP)*

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim.

Puji dan syukur panjatkan kehadirat Allah SWT karena berkat segala rahmat dan ridho-Nya sehingga dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Validasi Pengukuran Kadar Metanol Menggunakan Spektrofotometri Uv-vis Dengan Penambahan Reagen SNP (*Sodium Nitroprusside*)** dibawah bimbingan Dr. Syarif Hamdani, M.Si. dan Sri Gustini Husein, M.Farm.

Penelitian dan penulisan skripsi ini dilakukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.

Dalam menyelesaikan skripsi ini juga, penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dari berbagai pihak akan sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu dengan kerendahan hati, penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. apt. Adang Firmansyah, M.Si. selaku Ketua Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
2. Dr. apt. Diki Prayugo W, M.Si. selaku Wakil Ketua I Bidang Akademik Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
3. Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
4. Prof. Dr. apt Aang Hanafiah, WS. selaku Dosen Wali yang telah membimbing dan memberi nasehat selama melaksanakan perkuliahan di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
5. Seluruh dosen, staf administrasi, serta seluruh karyawan Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia yang telah memberikan ilmu, pengalaman dan bantuan yang telah diberikan selama penulis berkuliah.
6. Rekan-rekan mahasiswa angkatan 2018 yang telah berjuang bersama hingga akhir program S1 Farmasi di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
7. Semua sahabat yang selalu memberikan semangat dan motivasi selama mengerjakan skripsi ini.

8. Teman teman seperbimbingan Tasya, Tirta, dan Fahmi yang sudah berjuang bersama.
9. Semua pihak yang tidak dapat diucapkan satu persatu yang telah memberikan perhatiannya dan dukungannya dalam menyelesaikan skripsi ini.

Dengan segala kerendahan hati, penulis mengharapkan masukan berupa kritik dan saran yang bersifat membangun untuk perbaikan di masa yang akan datang. Penulis berharap semoga penelitian ini akan memberikan manfaat khususnya bagi penulis sendiri dan umumnya bagi pihak lain yang berkepentingan untuk pengembangan ilmu pengetahuan khususnya dibidang farmasi.

Bandung, Agustus 2022

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PENGESAHAN	i
KUTIPAN	ii
LEMBAR PERSEMBAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Kegunaan Penelitian.....	3
1.5 Waktu dan Tempat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Metanol.....	4
2.1.1 Sifat Fisik Metanol.....	4
2.1.2 Sifat kimia Metanol	4
2.1.3 Farmakologi Metanol	4
2.2 SNP (<i>Sodium Nitropusside</i>).....	5
2.3 Spektrofotometri UV-VIS	6
2.3.1 Tipe spektrofotometri UV-VIS	7
2.3.2 Syarat Pengukuran	8
2.4 Validasi.....	8
2.4.1 Akurasi	9
2.4.2 Presisi	9
2.4.3 Selektivitas	10
2.4.4 Linearitas dan Rentang.....	10
2.4.5 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	10
2.5 Kategori Metode Analisis.....	10
2.6 Data Yang Diperlukan Untuk Uji Validasi	11

BAB III TATA KERJA	12
3.1 Alat Penelitian.....	12
3.2 Bahan Penelitian	12
3.3 Metode Penelitian.....	12
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	15
BAB V SIMPULAN DAN ALUR PENELITIAN SELANJUTNYA.....	19
5.1 Simpulan	19
5.2 Alur Peneliti Selanjutnya	19
DAFTAR PUSTAKA	20
LAMPIRAN	22

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Metanol	4
Gambar 2.2 Struktur <i>Sodium Nitropusside</i>	5
Gambar 2.3 Diagram Alat Spektrometer Uv-Vis (<i>single beam</i>).....	7
Gambar 2.4 Diagram Alat Spektrometer Uv-Vis (<i>double beam</i>)	8
Gambar 4.1 Reaksi antara Reagem SNP dengan Metanol.....	15
Gambar 4.2 Kurva Linearitas	16
Gambar 4.3 Hasil Akurasi dan Presisi	17

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Rentang Kesalahan Yang Diiijinkan Pada Setiap Konsentrasi	9
Tabel 2.2 Rentang Maksimum Yang Diperbolehkan	9
Tabel 2.3 Tabel Data Yang Diperlukan Untuk Uji Validasi	11
Tabel 4.4 Selektivitas	18

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1.Panjang Gelombang Maksimum	22
2.Kurva Baku Metanol dengan Reagen SNP	23
3.Perhitungan Akurasi dan Presisi	24
4.Perhitungan LOD dan LOQ	25

DAFTAR PUSTAKA

- Anom Irawan. (2019). Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran Dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian. *Indonesian Journal Of Laboratory*. Vol 1 No. 2. 1-9
- D. Sheldon. (2017). Methanol production - A technical history. *Johnson Matthey Technology Review*. Vol 61 No 3.172-182
- Gandjar, GI., Rohman, A. (2014). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar: Yogyakarta. 323-471
- H. Harmono. (2020). Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indonesian Journal of Laboratory*. Vol 2 No 3.11
- Harmita. (2004). Petunjuk pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117–135.
- Heri, Mulyati, D. Dewi Apriyani et al, (2011). Validasi Metode Analisis Kadar Ambroksol Hidroklorida Dalam Sediaan Tablet Cystelis ® Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Ekologia*. Vol 11 No 2.36-45
- Khopkar, S, M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI-press. Jakarta
- M. Pohanka. (2016). Toxicology and the biological role of methanol and Ethanol: Current view. *Biomedical Papers*. Vol 160 No 1.54-63
- Mulja, M, Suharman. (1995). *Analisis Instrumen*. Airlangga University Press. Cetakan 1 26-32
- Nurul, Dani Sujana. (2020). Validation Method For Determination Of Niclosamide Monohidrate In Veterinary Medicine Using Uv-vis Spectrophotometry. *Jurnal Ilmiah Farmako Bahari*. Vol 11 No 2. 153-160
- Perdana, Iwan, Awaluddin. (2020). Optimasi dan Validasi Metode Analisis Kadar Alkohol Pada Produk Pangan Dengan Spektrofotometer Uv-vis. *Jurnal Inovasi dan Pengolaan Laboratorium*. Vol 2 No 1.
- Puri, T.M., Fadillah, S., Nipolin, S.M., Deniz, M., Fierlindo, A.P., Rudy, C., Velysia, N., Tri, H.I., Ferriansyah, G., Ellyana, P., Irwan, H.S., Wahyudi, A. (2010). "Telaah Kimia: Metanol-Etanol". *Skripsi*. Departemen Ilmu Kedokteran Forensik Dan Medikolegal, RSUP dr. Mohammad Hoesin Palembang. Fakultas Kedokteran Universitas Sriwijaya.
- R. Nagarajan, A. Gupta, R. Mehrotra et al, (2006). Quantitative analysis of alcohol, sugar, and tartaric acid in alcoholic beverages using attenuated total reflectance spectroscopy. *Journal of Automated Methods and Management in Chemistry*.416-419

- Rahmadilla Indah S. (2020). "Validasi Metode Penentuan Kadar Metanol dan Etanol Dalam Minuman Beralkohol Menggunakan Gas Chromatography di Pusat Laboratorium Forensik Jakarta". *Skripsi*. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta
- Sudjarwo, P.S, A.N. (2014). Validasi Metode Spektrofotometri-Vis Pada Penetapan Kadar Boraks Di Dalam Bakso. *Berkala Ilmiah Kimia Farmasi*. Vol 3 No 1. 103-111
- Suhartati, Tati. (2017). "*Dasar-dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*". CV Anugrah Utama Raharja. Lampung
- U.S. Pharmacopeia. (2007). The United States Pharmacopeia, USP 30/The National Formulary, NF 25. Rockville, MD: U.S. *Pharmacopeial Convention, Inc.*, p.2635
- Yanti, A. (2018). "Optimasi Metode Penentuan Etanol dan Metanol Pada Minuman Keras Oplosan Menggunakan Kromatografi Gas(KG)". *Skripsi*. Universitas Negri Semarang
- Zhan, Y. (2010). A Novel Visible Spectrophotometric Method for the Determination of Methanol Using Sodium Nitroprusside as Spectroscopic Probe. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 57(2), 230–235.