

**Pengembangan Metode Analisis Silika Quartz di dalam Semen Portland Menggunakan *Spektrofotometri Fourier Transform Infrared-Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR)* Dengan Metode *Dilute and Shoot***

**SKRIPSI**

**ANNISA HANIEFAH  
A181006**



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

**Pengembangan Metode Analisis Silika Quartz di dalam Semen Portland Menggunakan *Spektrofotometri Fourier Transform Infrared-Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR)* Dengan Metode *Dilute and Shoot***

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**ANNISA HANIEFAH  
A181006**



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

**Pengembangan Metode Analisis Silika Quartz di dalam Semen Portland Menggunakan *Spektrofotometri Fourier Transform Infrared-Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR)* Dengan Metode *Dilute and Shoot***

**ANNISA HANIEFAH  
A181006**

November 2022

Disetujui oleh :

Pembimbing



Sri Gustini Husein, M.Farm.

Pembimbing

Dr.apr.Mulyana, M.Kes

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

*Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orangtua saya, kakak dan adik saya, segala perjuangan saya hingga titik ini saya persembahkan pada Ibu dan Alm.bapa saya yang paling berharga dalam hidup saya. Terima kasih telah menjadi orangtua yang selalu ada disaat dibutuhkan terutama untuk papah saya disurga semoga nanti ketemu dialam sana. Terimakasih telah memberikan waktu, tenaga dan materi hingga saya bisa menyelesaikan skripsi ini.*

## ABSTRAK

Dalam pembuatan semen komponen utamanya berupa oksida kapur (CaO), oksida alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), oksida besi (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) bahkan dijumpai juga silika (SiO<sub>2</sub>). Pada penelitian ini menggunakan spektrofotometer FTIR-ATR. Tujuan penelitian ini untuk mengukur kadar kristal silika quartz dengan menggunakan metode *dilute and shoot* kemudian dikuantifikasi dengan alat FTIR-ATR (*Spektrofotometri Inframerah Transformasi Fourier-Attenuated Total Reflectance*) dari serbuk semen Portland. Parameter pengujian meliputi linearitas, akurasi, presisi, batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ). Hasil penelitian menunjukkan hasil uji pada linearitas memiliki koefisien korelasi  $r = 0,993$  dengan batas deteksi dan batas kuantifikasi sebesar 2,97. Uji akurasi memberikan rentang % perolehan kembali 80-110% (nilai *recovery* konsentrasi 3,75 sekitar 134,75 pada 12,5% sekitar 91,626 dan pada konsentrasi 25% sekitar 80). Uji presisi memiliki rentang 1,6-2,4% (nilai RSD 1,41%). Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa Spektrofotometri FTIR-ATR pada uji silika dengan semen menggunakan metode *Dilute and Shoot* belum tervalidasi dan belum memenuhi kriteria dari parameter validasinya.

**Kata kunci** : validasi metode, semen portland, silika (SiO<sub>2</sub>)

## **ABSTRACT**

*In the cement production, the main component are oxidized silica ( $\text{SiO}_2$ ), lime oxide ( $\text{CaO}$ ), alumina oxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and iron oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). In this study, the FTIR-ATR Spectrophotometer was use to identify and quantitate silica. The objective of this study was to evaluate the crystalline silika quarts using the dilute and shoot method using the FTIR-ATR (Fourier Transform Infrared Spectrophotometry) from Portland cement powder. Test parameters include linearity, accuracy, precision, limit of detection (LOD) and limit quantitation (LOQ). The result showed that the linearity has good correlation coefficient 0.993, recovery percentage at 80% - 134% The precision test at 1,6-2,4%. Based on the result of the study, the FTIR-ATR spectrophotometry on the silica-cement test with dilute and shoot method met the criteria for the validation parameters in tha range of linearity*

**Keyword** : *method validation, portland cement, silica ( $\text{SiO}_2$ )*

## KATA PENGANTAR

*Bismillahirrahmanirrahim.*

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT karena berkat segala rahmat dan ridho-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Pengembangan Metode Analisis Silika Quartz di dalam Semen Portland Menggunakan Spektrofotometri Fourier Transform Infrared-Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR) Dengan Metode Dilute and Shoot.**

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

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Sri Gustini, S.Si, M.Farm dan Dr. Apt. Mulyana, M.Kes selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan, nasihat, dukungan, semangat, pengorbanan yang diberikan yang sangat berarti dalam penyusunan skripsi ini.

Dalam menyelesaikan skripsi ini, penulis telah mendapatkan banyak bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak akan sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu dengan kerendahan hati, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr.apr. Adang Firmansyah, M.Si. selaku Ketua Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia,
2. Dr.apr. Diki Prayugo W, M.Si. selaku Wakil Ketua I Bidang Akademik Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia,
3. Dr.apr. Wiwin Winingsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Sarjana Farmasi Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia,
4. Prof. Dr.apr. 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. Rekan-rekan Mahasiswa anak Indramayu (Iqbal, kiki, anna, ajis dan safruji) yang telah berjuang bersama,
8. Semua pihak yang tidak dapat diucapkan satu persatu yang telah memberikan perhatiannya dan dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini.

Dalam penyusun skripsi ini masih banyak kesalahan dan kekurangan, baik dari segi ilmiah maupun penyajian. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati diharapkan 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, November 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

Halaman

<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Identifikasi Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Kegunaan Penelitian .....	2
1.5 Waktu dan Tempat Penelitian .....	2
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>3</b>
2.1 Silika (SiO <sub>2</sub> ) .....	3
2.1.1 Sifat Kimia .....	3
2.1.2 Sifat Fisika .....	4
2.1.3 Aktifitas penghasil silika .....	4
2.2 Klasifikasi .....	5
2.2.1 Pengobatan Silikosis .....	6
2.3 Semen Portland .....	6
2.4 FTIR-ATR(Spektrofotometri Fourier Transform Infrared – Attenuated Total Reflection) .....	6
2.5 Validasi .....	8
2.7.1 Akurasi .....	9

2.7.2 Presisi.....	9
2.7.3 Selektfitas .....	9
2.7.4 Linearitas .....	9
2.7.5 Limit Deteksi dan Limit Kuantitas.....	10
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>10</b>
3.1 Alat Penelitian.....	10
3.2 Bahan Penelitian .....	10
3.3 Metode Penelitian .....	10
3.3.1 Pembuatan kurva baku SiO <sub>2</sub> .....	10
3.3.2 Pembuatan Sampel Uji Akurasi.....	10
3.3.3 Tahap Pengujian .....	11
3.3.3.1 Linearitas.....	11
3.3.3.2 Limit Deteksi Instrumen dan Limit Kuantitasi .....	11
3.3.3.3 Akurasi .....	11
3.3.3.4 Presisi .....	12
<b>BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>13</b>
4.1 Linearitas .....	14
4.2 limit Deteksi Instrumen dan Limit Kuantitasi.....	15
4.3 Akurasi .....	16
4.4 Presisi .....	17
<b>BAB V SIMPULAN DAN ALUR PENELITIAN SELANJUTNYA.....</b>	<b>19</b>
5.1 Simpulan.....	19
5.2 Alur Peneliti Selanjutnya.....	19
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>20</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>23</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
Tabel 4.1 Hasil penelitian dan Syarat keberterimaaan .....	14
Tabel 4.2 Hasil Pengujiaan Linearitas.....	15
Tabel 4.3 Hasil Pengujian LOD dan LOQ .....	17
Tabel 4.4 Hasil Pengujian Akurasi.....	18
Tabel 4.5 Hasil Pengujian Presisi.....	19

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
4.1 Kurva Kalibrasi SiO.....	17

## DAFTAR PUSTAKA

- Aftalion, Fred.,1991. *A History Of The Internasional Chemical Industry. Philadelphia* : Univeristy of Pennsylvania press.
- Bakri, R. 2008. Kaolin Sebagai Sumber SiO<sub>2</sub> untuk pembuatan katalis Ni/SiO<sub>2</sub>: Karakteristik dan Uji Katalis Pada Hidrogenasi Benzene Menjadi Sikloheksana. *Jurnal Sain*.
- Banks DE,Cheng YH,Weber SL, et al.1993. *strategies for the treatment of pneumonconiosis*.Occup Med.
- Bintang, M. 2010. *Biokimia Teknik Penelitian*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Bragman, C P& Goncalves, M.R(2006). *Thermal insulators made with rice husk ashes: Production and correlation between properties and microstrure. Construction and Building Materials*.21:2059-2065.
- Bunaciu, A.A., Aboul- Enein, H.Y. dan Fleschin, S. 2011.” Recent applications of fourier transform infrared spectrophotometry in herbal medicines analysis”. *Applied Spectroscopy Reviews* 46. P. 251-260
- Directorat Jenderal Mineral, batubara dan panas bumi.2009. *Warta mineral, batubara dan panas bumi. Edisi ke-4*. Jakarta: Direktorat Jenderal Mineral, Batubara dan panas bumi.
- Gad,H.A.,el-Agmady,S.H,Abou-shoes,M.I dan Ak-Azizi,M.M.2012.”*Applications of chermometrics in authentications of herbal medicines:A review*”. *Phytochemical Analysis* 24. Hal 1-24.
- Gandjar, GI.,Rohman,A (2014). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar: Yogyakarta.323-471
- Greenberg MI, Javier W, dan John C. 2007. *Silicosis: A Review*. Dis mon
- Harmita. (2004). *Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya*. *Majalah Ilmu Kefarmasian*,1(3),117-135.
- Lutfian, Mochamad A.S. 2009.” *Validasi Metode Analisis Kandungan Paracetamol dalam produk jamu dengan metode FTIR*. Skripsi. Fakultas matematika dan ilmu pengetahuan Alam. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- Masramdhani,Adi. 2011. Silikon dioksida (*silicon dioxide*).
- National Associations of testing authorities(NATA). 2018. *General Accreditation Guidance validation of quantitative and qualitative test methods*. Australia.

- National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH). 2002. *NIOSH Hazzard Review: Health Effects of Ocupational Exposure to Respirable Crystalline Silica*. No. 2002-129.
- NIOSH Manual Analytical Methods. 2017. *SILICA, Respirable Crystalline*, by IR (KBr pellet). Method 7602.
- Paye, March., Barel, Andre, Maibach, Howard. 2001. *Handbook of cosmeutical Science and Technology*.
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji sesuai dengan ISO/EIC 17025 Laboratorium Pengujian dan kalibrasi*. Deepublish. Jakarta.
- Rohman, Abdul. 2014. *Spektroskopi Inframerah dan kemometrika untuk analisis farmasi*. Yogyakarta: Penertib Pustaka Pelajar.
- Thomas CR, Timoth RK. 2010. *A Brief Review of Silicosis in the United States*. US : Environmental Health Insights.
- Wahyuni, N. 2010. *Modifikasi kaolin dengan surfaktan Benalkuinon klorida dan karakteristiknya menggunakan Spektrofotometer Infra Merah*. Jurnal ilmiah Berkala sains dan Terapan Kimia. Universitas Tanjungpura. Pontianak.
- Yudhapratama, Ersan dkk. 2010. *Penentuan keberadaan Zat Aditif pada Plastik Kemasan Melalui Perlakuan Pemanasan pada Spektrofotometer IR*. Bandung: UPI.