

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE
DENGAN PENAMBAHAN REAGEN SCHIFF**

SKRIPSI

**TIRTA SUCI RAMADHANI
A 181 094**



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

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE
DENGAN PENAMBAHAN REAGEN SCHIFF**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**TIRTA SUCI RAMADHANI
A 181 094**



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

**VALIDASI PENGUKURAN KADAR METANOL
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE
DENGAN PENAMBAHAN REAGEN SCHIFF**

**TIRTA SUCI RAMADHANI
A 181 094**

Agustus 2022

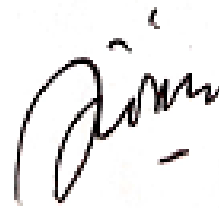
Disetujui Oleh :

Pembimbing Utama



Dr. Syarif Hamdani, M.Si

Pembimbing Serta



Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si

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

Skripsi ini dipersembahkan kepada Allah S. W. T sebagai rasa syukur atas ridho dan karunia-Nya. serta untuk Ayahanda Triyono. H, Ibunda Armaita dan adikku Wagi Artono yang selalu memberikan dukungan, do'a dan semangat, dan tak lupa juga untuk semua keluarga besarku.

ABSTRAK

Validasi metode analisis merupakan elemen penting dari kontrol kualitas, validasi memberikan jaminan bahwa pengukuran akan dapat diandalkan. Penelitian ini bertujuan untuk menetapkan validasi metode analisis kadar metanol menggunakan spektrofotometri uv-vis dengan penambahan reagen schiff. Metode ini dapat menjadi metode alternatif pengukuran kadar metanol namun belum ada data validasi sebelumnya. Parameter validasi yang ditetapkan yaitu presisi, akurasi, batas deteksi, batas kuantitasi, linieritas, dan selektivitas. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum 565 nm. Hasil penelitian menunjukkan akurasi yaitu 84,87%, presisi yaitu 0.5693%; batas deteksi sebesar 0,02457%, batas kuantitasi sebesar 0,08191 %, linearitas dengan koefisien kolerasi 0,9728, dan dengan rentang kosentrasi 0.0126%-0.1257%, untuk akurasi tidak memenuhi kriteria validasi dan uji selektivitas menunjukkan bahwa metode ini tidak selektif. Ketidaksesuaian dua parameter menyebabkan metode analisis metanol dengan spekrtofotomer uv-vis dengan penambahan reagen Schiff tidak memenuhi standar validasi.

Kata Kunci : Validasi Metode, Analisis Metanol, Reagen Schiff

ABSTRACT

Validation of analytical methods is an important element of quality control, and validation assures the reliability of measurements. The purpose of this study is to determine the validity of the method for analyzing the methanol content spectrophotometry uv-visible with the addition of the Schiff reagent. This method can be an alternative method of measuring methanol levels, but there is no previous validation data. The validation parameters are accuracy, precision, limit of detection, limit of quantitation, linearity and selectivity. Measurements were performed at a maximum wavelength of 565nm. The results proved that the accuracy was 84.87%, precision was 0.5693%, limit of detection is 0.02457%, limit of quantitation is 0.08191 %, linearity with a correlation coefficient is 0.9728, and with a concentration range of 0.0126%-0.1257%, for accuracy, it does not comply with the validation criteria and the selectivity test shows that this method is not selective. The divergence of the two parameters causes the method of analysis of methanol with spectrophotometry uv-visible with the addition of the Schiff's reagent does not comply with the validation standards.

Keywords: *Validation Method, Methanol Analysis, Schiff's Reagent*

KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmanirrahim,

Dengan menyebut nama Allah Yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyang, segala puji dan syukur dipanjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala karunia, rahmat dan Ridho-Nya dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“Validasi Pengukuran Kadar Metanol Menggunakan Spektrofotometri UV-Visible dengan Penambahan Reagen Schiff”** dibawah bimbingan Dr. Syarif Hamdani, M.Si. dan Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si.

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

Pada kesempatan ini, tidak lupa mengucapkan terima kasih 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 Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia
3. Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
4. Drs.D. Saeful Hidayat, M.S., Apt. selaku Dosen Wali yang telah membimbing dan memberi nasihat selama melaksanakan perkuliahan di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
5. Seluruh staf dosen, staf administrasi serta karyawan Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.
6. Para sahabat yang telah memberikan dukungan, memberikan semangat, do'a dan juga motivasi.
7. Rekan-rekan mahasiswa Angkatan 2018 yang telah memberikan kegembiraan dan juga telah berjuang bersama hingga akhir program S1 Farmasi di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia .
8. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu, yang telah memberikan dukungan kepada penulis.

Dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kesalahan dan kekurangan karena pengetahuan yang masih sangat terbatas. Oleh karena itu, dengan segala

kerendahan hati diharapkan masukan berupa kritik dan saran yang bersifat membangun untuk perbaikan di masa yang akan datang. Semoga tugas akhir ini akan memberikan manfaat bagi diri sendiri dan juga bagi pihak lain yang berkepentingan.

Bandung, Agustus 2022

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| LEMBAR PENGESAHAN | i |
| KUTIPAN | ii |
| PERSEMBAHAN | iii |
| ABSTRAK | iv |
| ABSTRACT | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR TABEL | x |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| 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-Sifat Metanol..... | 4 |
| 2.2 Spektrofotometri Ultraviolet-Visible | 5 |
| 2.2.1 Instrumen Spektrofotometri Ultraviolet-Visible..... | 5 |
| 2.3 Hukum Lambert-Beer | 7 |
| 2.4 Validasi Metode | 8 |
| 2.4.1 Akurasi..... | 9 |
| 2.4.2 Presisi..... | 10 |
| 2.4.3 Spesifisitas | 11 |
| 2.4.4 Linearitas | 11 |
| 2.4.5 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi | 11 |
| 2.6 Ketangguhan (Ruggedness) | 12 |
| 2.7 Kekuatan (Robustness) | 12 |
| 2.5 Reagen Schiff..... | 12 |
| BAB III TATA KERJA | 14 |
| 3.1 Alat..... | 14 |
| 3.2 Bahan | 14 |
| 3.3 Metode Penelitian | 14 |

| | | |
|---------------|---|-----------|
| 3.3.1 | Penetapan Panjang Gelombang Maksimum | 14 |
| 3.3.2 | Penetapan Kurva Baku Metanol | 14 |
| 3.3.3 | Validasi Metode | 15 |
| BAB IV | HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN..... | 17 |
| 4.1 | Penentuan Panjang Gelombang Maksimum | 17 |
| 4.2 | Penentuan Kurva Baku | 17 |
| 4.3 | Validasi Metode | 18 |
| 4.3.1 | Linearitas dan Rentang | 18 |
| 4.3.2 | Presisi..... | 19 |
| 4.3.3 | Akurasi..... | 20 |
| 4.3.4 | Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)..... | 21 |
| 4.3.5 | Selektivitas..... | 21 |
| BAB V | SIMPULAN DAN ALUR PENELITIAN SELANJUTNYA | 22 |
| 5.1 | Simpulan | 22 |
| 5.2 | Alur Penelitian Selanjutnya | 22 |
| | DAFTAR PUSTAKA..... | 23 |
| | LAMPIRAN..... | 25 |

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Sifat-Sifat Fisika dan Kimia Metanol | 5 |
| 2.2 Parameter Analitik yang Harus Dipertimbangkan untuk Tipe Prosedur | 9 |
| 2.3 Rentang Kesalahan yang Diizinkan pada Setiap Kosentrasi Analit | 9 |
| 2.4 Rentang maksimum yang Diperbolehkan (Perhitungan dibuat berdasarkan atas kepercayaan 99%)..... | 10 |
| 4.1 Data Hasil Pengujian Presisi <i>Intraday</i> dan <i>Interday</i> | 19 |
| 4.2 Data Hasil Pengujian Akurasi | 20 |
| 4.3 Hasil Selektivitas Metanol p.a dan Metanol Teknis | 21 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|---|---------|
| 2.1 Struktur Kimia Metanol | 4 |
| 2.2 Rumus Struktur Reagen Schiff | 13 |
| 4.1 Reaksi Kimia antara Formaldehid dan Reagen Schiff | 17 |
| 4.2 Kurva Baku Metanol | 18 |
| 4.3 Presisi dan Akurasi | 20 |

DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran | Halaman |
|---|---------|
| 1. Panjang Gelombang Maksimum | 25 |
| 2. Kurva Baku Metanol dengan Reagen Schiff..... | 26 |
| 3. Hasil data Perhitungan Presisi dan Akurasi | 27 |
| 4. Hasil dan Perhitungan LOD dan LOQ | 28 |

DAFTAR PUSTAKA

- Anitha Rani, M. (2018). *Formulation and In Vitro Evaluation of Liposomal Drug Delivery System of Metformin HCL* (Doctoral dissertation, Sankaralingam Bhuvaneshwari College of Pharmacy, Sivakasi).
- Cline, D. M. 2012. *Tintinalli's Emergency Medicine Manual 7th Edition*. New York: Mc-Graw-Hill.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK), hal 1.
- Dorokhov, Y. L., V. Anastasia, E. V. Shindyapina, Sheshukova, & V. K. Tatiana. 2015. Metabolic Methanol: Molecular Pathways and Physiological Roles. *Physiol Rev*, 95: 603-644.
- Daintith, John. (2008). *Kamus Lengkap Kimia*. Penerjemah: Suminar Achmadi. Jakarta: Erlangga, hal 384 dan 400.
- Gandjar, I.G. dan Rohman, A., 2012. *Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar, hal 59-93 dan 468- 490.
- Garrigues, J. M., Pérez-Ponce, A., Garrigues, S., & De la Guardia, M. (1997). Direct Determination of ethanol and methanol in liquid samples by means of vapor phase-Fourier transform infrared spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*, 15(2), 219-228.
- Gülce, H., Gülce, A., Kavanoz, M., Coşkun, H., & Yıldız, A. (2002). A new amperometric enzyme electrode for alcohol determination. *Biosensors and Bioelectronics*, 17(6-7), 517-521.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian* Vol. 1 No. 3, pp. 117- 135.
- Kuo, C. C., Wen, Y. H., Wu, S. S., & Wu, H. L. (2003). Determination of Methanol by 4-[N-Methyl, N-(1-naphthylmethyl)]-amino-4-oxo-butanoic Acid in Presence of 4-Dimethylaminopyridine and 1-Ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) Carbodiimide Hydrochloride as Catalysts. *Analytical letters*, 36(4), 813-825.
- Li, Y. S., Mo, L. M., & Gao, X. F. (2018). Direct automatic determination of the methanol content in red wines based on the temperature effect of the KMnO₄/K₂S₂O₅/fuchsin sodium sulfite reaction system. *RSC Advances*, 8(15), 8426-8434.
- Muna, E. D. M., Bizarri, C. H. B., Maciel, J. R. M., Da Rocha, G. P., & De Araújo, I. O. (2015, January). Method validation for methanol quantification present

in working places. *In Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 575, No. 1, p. 012031). IOP Publishing.

Rahmadilla, I. S. (2020) 'Validasi Metode Penentuan Kadar Metanol dan Etanol dalam Minuman Beralkohol Menggunakan Gas Chromatography di Pusat Laboratorium Forensik Jakarta'. *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia

Salwati, A. S., & Nugraha, D. A. (2021). *Pra Desain Pabrik Metanol dari Gas Alam* (Doctoral dissertation, Institut Teknologi Sepuluh Nopember).

Sufyani, F dan Sukesi, 2005, Pengaruh Ion Pengganggu Al (III) Dan Fe (III) pada Penentuan Zn (II) dengan Alizarin Red S (ARS) secara Spektrofotometri, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Skoog, D.A., Holler, F.J., and Crouch, S.R., 2007. *Principles of Instrumental Analysis Sixth Edition*. Canada: Thomson Corporation, pp. 367-390.

Perry, R. H., and Green, D. W. 2008. *Perry's Chemical Engineers' handbook, 8th edition*. McGraw Hill Companies Inc. USA

Pharmacopeia, U. S. (2007). *USP 30-NF 25. In US Pharmacopeial Convention*. United States Pharmacopeial convention, Rockville.