

ABSTRAK

Pengembangan dan Validasi Metode *Headspace Solid Phase Microextraction* (HS-SPME) dengan *Gas Chromatography Flame Ionization Detector* (GCFID) untuk Analisis Etanol dan Metanol pada Cairan Lambung Tikus Putih (*Rattus norvegicus*)

Nazaratun Thaiyibah

Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME) adalah salah satu teknik ekstraksi sampel untuk memisahkan analit dari matriks kompleks serta metode bebas pelarut yang mengintegrasikan pengambilan sampel, ekstraksi, dan pra-konsentrasi analit dalam satu langkah tunggal tanpa preparasi terhadap sampel. Pada penelitian ini metode HS-SPME diaplikasikan untuk analisis etanol dan metanol pada cairan lambung tikus putih (*Rattus norvegicus*) dengan menggunakan instrumen *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID). Tujuan penelitian ini yaitu untuk mendapatkan kondisi optimum instrumen GC-FID dan kondisi optimum ekstraksi HS-SPME serta mengetahui validitas metode HS-SPME dengan GC-FID untuk analisa etanol dan metanol pada cairan lambung tikus putih (*Rattus norvegicus*). Hasil optimasi kondisi GC-FID yaitu suhu inlet 230°C, suhu oven 40°C selama 0,30 menit, dinaikkan 10°C/menit sampai 60°C ditahan 1 menit, dinaikkan 30°C/menit sampai 120°C ditahan 1 menit. Suhu inlet yang digunakan 230°C; Split rasio kondisi optimal GC-FID pada penelitian ini yaitu 1:50. Hasil optimasi kondisi HS-SPME yaitu pada kondisi suhu ekstraksi 60°C, waktu ekstraksi 15 menit dan waktu pemaparan 1 menit. Hasil validasi metode telah memenuhi syarat parameter validasi meliputi linearitas (r hitung $>$ r tabel) yaitu etanol 0,987 dan metanol 0,998; serta (t hitung $>$ t tabel) yaitu nilai t hitung etanol 15,13 dan nilai t hitung metanol 43,40; Akurasi yaitu etanol 102,20 % dan metanol 101,45 %; Presisi yaitu etanol dengan RSD 6,0 % dan metanol dengan RSD 7,7%; Nilai LOD & LOQ masing masing analit yaitu analit etanol dengan nilai LOD 0,13% dan LOQ 0,42%. Serta analit metanol dengan nilai LOD 0,04% dan nilai LOQ 0,15%. Serta positif metode yang telah tervalidasi dapat menganalisis etanol dan metanol pada cairan lambung tikus putih secara *in vivo*.

Kata Kunci: HS-SPME, GC-FID, Etanol, Metanol, cairan lambung

ABSTRACT

Development and Validation of Headspace Method Solid Phase Microextraction (HS-SPME) with Gas Chromatography Flame Ionization Detector (GC-FID) for Ethanol and Methanol Analysis on Gastric Liquid White Rats (*Rattus norvegicus*)

Nazaratun Thaiyibah

Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME) is a sample extraction technique that is to separate analyte from complex matrix and solvent-free method that integrate sampling, extraction, and pre-concentration in a single step without sample preparation. In this research, the HS-SPME method was employed for ethanol and methanol analysis on gastric fluid of White Rats (*Rattus norvegicus*) using Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) instrument. The research purpose was to obtain optimum condition for the GC-FID instrument and for HS-SPME extraction and to determine the validity of the HS-SPME method with GC-FID for ethanol and methanol analysis on gastric fluid of White Rats (*Rattus norvegicus*). The optimal result of GC-FID condition was inlet temperature 230 ° C, oven temperature 40 ° C for 0.30 minutes, increased as many as 10 ° C / minute to 60 ° C, paused for a minute, increased as many as 30 ° C / minute to 120 ° C, paused for a minute. The inlet temperature used was 230 ° C; The optimal ratio for GC-FID condition was 1:50. The result of the optimum HS-SPME condition was at 60 ° C extraction condition, extraction time was 15 minutes and exposure time was a minute. The result of the validation method met the requirements for validation parameters including linearity (r count > r table), that was ethanol 0.987 and methanol 0.998; as well as (t count > t table) value of ethanol t count was 15,13 and the value of methanol t count was 43,40; Accuracy, that was 102,20% ethanol and 101,45% methanol; Precision, that was ethanol 6.0% RSD and methanol RSD 7.7%; LOD & LOQ values of each analyte were respectively ethanol LOD 0.13% and LOQ 0.42%. Furthermore, it was methanol analyte with LOD 0.04% and LOQ 0.15%. As well as positive validated methods that could analyze *in vivo* ethanol and methanol on the gastric fluid of White Rats.

Keywords: HS-SPME, GC-FID, Ethanol, Methanol, gastric fluid