

TESIS

**OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS METANOL
DAN ETANOL DALAM MINUMAN KERAS OPLOSAN DENGAN
GAS CHROMATOGRAPHY-FLAME IONIZATION DETECTOR
(GC-FID)**



Oleh

Wahdana Kusuma Sari
NIM 091714653006

**PROGRAM STUDI MAGISTER
ILMU FORENSIK
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA
2020**

TESIS

**OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS METANOL
DAN ETANOL DALAM MINUMAN KERAS OPLOSAN DENGAN
GAS CHROMATOGRAPHY-FLAME IONIZATION DETECTOR
(GC-FID)**

Oleh

Wahdana Kusuma Sari

NIM 091714653006

**PROGRAM STUDI MAGISTER
ILMU FORENSIK
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA
2020**

TESIS

**OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS METANOL
DAN ETANOL DALAM MINUMAN KERAS OPLOSAN DENGAN
GAS CHROMATOGRAPHY-FLAME IONIZATION DETECTOR
(GC-FID)**

Untuk Memenuhi Syarat Memperoleh Gelar Magister
Dalam Program Studi Ilmu Forensik
Pada Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga

Oleh
Wahdana Kusuma Sari
NIM 091714653006

**PROGRAM STUDI MAGISTER
ILMU FORENSIK
SEKOLAH PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA
2020**

LEMBAR PENGESAHAN

TESIS INI TELAH DISETUJUI
PADA TANGGAL 27 JANUARI 2020

Oleh:

Pembimbing Ketua



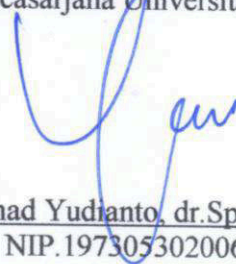
Prof. Dr. rer.nat. Mochamad Yuwono, Apt., M.S.
NIP. 196005051986011003

Pembimbing Kedua



Prof. Dr. Amirudin Prawita, Apt.
NIK. 194501012016026101

Mengetahui,
Ketua Program Studi Magister Ilmu Forensik
Pascasarjana Universitas Airlangga



Dr. Ahmad Yudianto, dr.Sp.F., M.Kes., S.H.
NIP.197305302006041019

Tesis Telah Diuji dan Dinilai
Oleh Panitia Penguji pada Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga
Pada Tanggal: 21 Januari 2020

PANITIA PENGUJI TESIS

Ketua : Prof. Dr. Suharjono, Apt., M.S.

Anggota : 1. Prof. Dr. Rer.nat. Mochammad Yuwono, Apt., M.S.
2. Prof. Dr. Amirudin Prawita, Apt.
3. Dr. Ahmad Yudianto, dr., Sp.F., M.Kes, SH
4. drg. Ninuk Hariyani, M.Kes., MPH. Ph.d.

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Wahdana Kusuma Sari

NIM : 091714653006

Program Studi : Magister Ilmu Forensik

Judul Tesis : Optimasi dan Validasi Metode Analisis Metanol dan Etanol dalam Minuman Keras Oplosan dengan *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID)*

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa Tesis saya ini adalah asli (hasil karya sendiri) bukan merupakan hasil peniruan atau penjiplakan (plagiarism) dari karya orang lain. Tesis ini belum pernah diajukan untuk mendapatkan gelar akademik. Dalam tesis ini tidak terdapat pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas mencantumkan di dalam daftar pustaka. Demikian pernyataan ini dibuat tanpa adanya paksaan dari pihak manapun, apabila pernyataan ini tidak benar, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan norma dan peraturan yang berlaku di Universitas Airlangga.

Surabaya, 27 Januari 2020



Wahdana Kusuma Sari
NIM. 091714653006

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur Kehadirat Allah SWT atas karunia yang telah dilimpahkan sehingga penulis dapat melaksanakan penelitian dan menyelesaikan tesis dengan judul “**Optimasi dan Validasi Metode Analisis Metanol dan Etanol dalam Minuman Keras Oplosan dengan *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID)***”. Semua ini dapat terlaksana berkat bantuan dan kerja sama dari berbagai pihak, sehingga pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Direktur Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga, Prof. Dr. Hj. Sri Iswati, SE., M.Si., Ak, dan Koordinator Program studi Magister Ilmu Forensik yaitu Dr. Ahmad Yudianto, dr., Sp.F., M.Kes., SH., atas kesempatan mengikuti pendidikan di program studi Magister Ilmu Forensik Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga.
2. Prof. Dr. Rer.nat. Mochammad Yuwono, Apt., M.S., selaku pembimbing ketua dan Prof. Dr. Amirudin Prawita, Apt., selaku pembimbing, atas saran dan bimbingannya dalam penelitian dan penyelesaian tesis ini.
3. Prof. Dr. Suharjono, Apt., selaku ketua penguji, M.S., Dr. Ahmad Yudianto, dr., Sp.F., M.Kes., SH., dan drg. Ninuk Hariyani, M.Kes., MPH., Ph.D., selaku penguji pada sidang tesis yang telah memberikan saran, tambahan ilmu dan wawasan guna memperbaiki penulisan tesis ini.
4. Seluruh Staf pengajar Magister Ilmu Forensik Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga atas wawasan keilmuan selama mengikuti pendidikan Magister.

5. Seluruh Staf dan Karyawan di Sekolah Pascasarjana Universitas Airlangga yang telah banyak membantu dari awal perkuliahan hingga terselesaikannya tugas akhir ini.
6. Kedua orang tua bapak H. Usman dan ibu Hj. Wahida yang telah memberikan segalanya, semangat dan do'a hingga terselesaikannya tesis ini. Serta adik-adik saya, Wahyuni Dwi Rismanurul Febry dan Muhammad Ilham Usman yang selalu memberikan semangat dan dorongan untuk menyelesaikan tesis ini.
7. Rekan-rekan seangkatan Prodi Ilmu Forensik serta senior dan junior yang ada di prodi Ilmu Forensik dan semua teman-teman dan pihak yang tidak dapat disebutkan satu demi satu yang telah memberikan bantuan selama proses penelitian hingga penyelesaian tesis ini.
8. Arif Andi Setiyawan, S.Si, M.T. selaku Kepala Sub Bidang Kimia dan Biologi Forensik, Bidang Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Jawa Timur dan Kurniawati S.Si., Lia Novi Ermawati S.Si., Aniswati Rofiah, A.Md., Yusril Danang Mahendra selaku Pegawai di Sub Bidang Kimia dan Biologi Forensik, Bidang Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Jawa Timur yang telah memberikan izin serta bantuan selama proses penelitian hingga terselesaikannya tesis ini.

Dengan segala kelebihan dan kekurangan yang ada, semoga tesis ini berguna dan bermanfaat dalam perkembangan Ilmu Forensik terutama dibidang toksikologi dan kimia forensik. Saya menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam tesis ini dan saya terbuka menerima saran dan kritik untuk perbaikan. Semoga Tuhan Yang Maha Esa melimpahkan rahmat dan karunianya kepada semua

pihak yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan pendidikan program magister ini.

Surabaya, Januari 2020

Penulis

RINGKASAN

Optimasi dan Validasi Metode Analisis Metanol dan Etanol dalam Minuman Keras Oplosan dengan *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID)

Wahdana Kusuma Sari

Minuman beralkohol yang beredar marak dengan campuran bahan lain, yang dikenal dengan oplosan yang bertujuan untuk meningkatkan hasil produksi dan juga meningkatkan efek mabuk. Peredaran dan penyalahgunaan minuman beralkohol di Indonesia menimbulkan berbagai macam persoalan, tidak hanya terhadap individu peminum, tetapi juga terhadap masyarakat. Minuman beralkohol menjadi pemicu berbagai macam tindak kejahatan, kecelakaan lalu lintas karena mabuk atau berada dibawah pengaruh minuman beralkohol dan bahkan menyebabkan kematian.

Kandungan utama dalam minuman keras sendiri adalah etanol atau etil alkohol, namun pada minuman keras oplosan bukan hanya etanol, terdapat pula metanol atau metil alkohol yang dapat berupa bahan tambahan yang dicampur dalam minuman beralkohol. Keracunan akibat metanol jauh lebih berbahaya dan lebih toksik daripada etanol. Efek utama metanol dapat memabukkan, produk metaboliknya dapat menyebabkan asidosis metabolik, kebutaan dan kematian setelah periode laten 6-48 jam

GC-FID adalah kromatografi yang umum digunakan untuk memisahkan dan menganalisis senyawa yang mudah menguap dengan detector FID yang sangat sensitif terhadap hidrokarbon dan sampel yang memiliki gugus alkil sehingga lebih efisien dalam analisis alkohol. Pemisahan yang baik antar senyawa dalam alkohol dapat diperoleh dengan optimasi kondisi kromatografi gas diantaranya adalah optimasi kecepatan alir gas pembawa, suhu inlet, suhu oven, split rasio dan suhu detektor.

Hasil analisis metanol dan etanol yang diperoleh harus mendekati sebenarnya, sehingga dilakukan validasi metode untuk meminimalkan kemungkinan data analisis yang diperoleh menyimpang dari keadaan sebenarnya. Parameter validasi menurut *United State Pharmacopeia* (USP 40) antara lain adalah linieritas, *limits of detection* (LOD), *limits of quantification* (LOQ), presisi, dan akurasi.

Telah dilakukan optimasi dan validasi metode analisis metanol dan etanol dalam minuman keras oplosan dengan *Gas Chromatography Flame Ionization Detector* (GC-FID) pada Mei 2019 hingga Desember 2019 di Bidang Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Jawa Timur. Penelitian ini diawali dengan optimasi kondisi instrumen GC-FID, kemudian optimasi preparasi sampel, yakni dengan destilasi dan ekstraksi dan dilanjutkan dengan validasi metode meliputi selektifitas, linearitas, limit deteksi, akurasi dan presisi. Jenis penelitian yang digunakan adalah

eksplorasi dimana bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum instrumen GC-FID dan kondisi optimum destilasi dan ekstraksi serta mengetahui hasil validasi metode analisis metanol dan etanol dalam minuman keras oplosan dengan GC-FID.

Pada penelitian ini instrumen *Gas Chromathography* (GC) yang digunakan adalah merk Agilent 6890 series menggunakan kolom kapiler HP-1 MS (100% dimethylpolysiloxane) 60,0 m × 0,25 mm × 0,25 µm, dengan detektor *Flame Ionization Detector* (FID). Pada penelitian kondisi optimum yang didapatkan adalah suhu inlet 250°C, suhu detektor 250°C, suhu oven 50°C ditahan selama 4 menit, dinaikkan 10°C/menit sampai 100°C ditahan 1 menit. Split rasio kondisi optimal GC-FID pada penelitian ini yaitu 1 : 100.

Optimasi kondisi destilasi dan ekstraksi dilakukan untuk memperoleh kondisi optimal dalam destilasi dan ekstraksi minuman keras oplosan, sehingga dapat diperoleh metanol dan etanol secara optimal, dimana dapat dinyatakan dengan rasio area metanol-propanol dan etanol-propanol yang tertinggi. Kondisi optimal untuk destilasi adalah dengan suhu pemanasan 60°-70°C dan jumlah destilat 1,50 mL. sedangkan kondisi optimal untuk ekstraksi adalah 5 menit pengocokan dengan jumlah pelarut 7,00 mL.

Hasil validasi metode analisis metanol dan etanol dalam minuman keras oplosan dengan GC-FID telah memenuhi syarat parameter validasi. Hasil validasinya, yakni linearitas dengan nilai koefisien korelasi (r) metanol 0,9987 dan etanol 0,9998. Nilai LOD & LOQ masing masing analit yaitu metanol dengan nilai LOD 1,47% dan LOQ 4,44%, serta etanol dengan nilai LOD 1,97% dan nilai LOQ 5,96%. Akurasi dilakukan dengan menghitung % recovery, dimana % recovery untuk destilasi metanol dan etanol yaitu 98,28% dan 101,72%, sedangkan % recovery untuk ekstraksi metanol dan etanol adalah 90,57% dan 92,66%. Presisi dilakukan dengan menghitung RSD untuk destilasi metanol dan etanol sebesar 2,42% dan 2,05% dan RSD untuk ekstraksi metanol dan etanol sebesar 2,02% dan 2,31%. Metode analisis dengan GC-FID dapat digunakan untuk analisis metanol dan etanol dalam sampel minuman keras oplosan.

SUMMARY

Optimization and Validation of Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) Method for Identification and Determination of Ethanol and Methanol in Mixed Liquor

Wahdana Kusuma Sari

Alcoholic drinks circulating are blooming with a mixture of other ingredients, known as mixed liquor which aim to increase the results of production and also increase the effects of drunk. Circulation and abuse of alcoholic drinks in Indonesia raises various kinds of problems, not only to individual drinkers, but also to the community. Alcoholic drinks trigger various crimes, traffic accidents due to drinking or being under the influence of alcoholic beverages and even cause death.

The main content in liquor is ethanol or ethyl alcohol, but in mixed liquor is not only ethanol, there is also methanol or methyl alcohol which can be an additional ingredient that is mixed in alcoholic drinks. Methanol poisoning is more dangerous and more toxic than ethanol. The main effects of methanol can be intoxicating, its metabolic products can cause acidosis metabolic, blindness and death after a 6-48 hour latent period.

GC-FID is a commonly chromatography used to separate and analyze volatile compounds with FID detectors that are very sensitive to hydrocarbons and samples that have alkyl groups so that why they are more efficient in alcohol analysis. A good separation between compounds in alcohol can be obtained by optimization of gas chromatography conditions including optimizing the carrier gas flow rate, inlet temperature, oven temperature, split ratio and detector temperature.

The results of the analysis of methanol and ethanol must be close to actual, so that the method is validated to minimize the possibility that the analysis data is deviates from the actual situation. Validation parameters according to United State Pharmacopeia (USP 40) include linearity, limits of detection (LOD), limits of quantification (LOQ), precision, and accuracy.

Optimization and validation of methanol and ethanol analysis methods in oplosan liquor has been carried out with the Gas Chromatography Flame Ionization Detector (GC-FID) in May 2019 to December 2019 in the Department Forensic Laboratory of the East Java Regional Police. This research begins with optimizing the conditions of the GC-FID instrument, then optimizing sample preparation, namely by distillation and extraction and proceed with method validation covering selectivity, linearity, limit detection, accuracy and precision. This type of research is exploration which aims to obtain the optimum conditions of the GC-FID instrument and the optimum conditions of distillation and extraction and to find out

the results of the validation of the methanol and ethanol analysis methods in oplosan liquor with GC-FID.

In this study the Gas Chromatography (GC) instrument used is the Agilent 6890 series using the HP-1 MS capillary column (100% dimethylpolysiloxane) 60.0 m × 0.25 mm × 0.25 μm, with a Flame Ionization Detector (FID). The optimum conditions are inlet temperature of 250°C, detector temperature of 250°C, oven temperature of 50°C hold for 4 minutes, increase by 10°C/minute to 100°C hold for 1 minute. The optimal split ratio of GC-FID conditions in this study is 1: 100.

Optimization of distillation and extraction conditions is carried out to obtain optimal conditions in distillation and extraction of mixed liquor, so that optimal methanol and ethanol can be obtained, which can be expressed with the highest area ratio of methanol-propanol and ethanol-propanol. The optimal conditions for distillation are a heating temperature of 60°-70°C and the amount of distillate 1.50 mL. while the optimal conditions for extraction are 5 minutes of shaking with a total of 7.00 mL of solvent.

The results of the validation of the methanol and ethanol analysis methods in mixed liquor with GC-FID have met the validation parameter requirements. The results of the validation, namely linearity with the correlation coefficient (r) methanol 0.9987 and ethanol 0.9998. The LOD & LOQ values of each analyte are methanol with a LOD value of 1.47% and a LOQ of 4.44%, and ethanol with a LOD value of 1.97% and a LOQ value of 5.96%. Accuracy is done by calculating % recovery, where the % recovery for distillation of methanol and ethanol is 98.28% and 101.72%, while the % recovery for methanol and ethanol extraction is 90.57% and 92.66%. Precision is done by calculating RSD for distillation of methanol and ethanol by 2.42% and 2.05% and RSD for extraction of methanol and ethanol by 2.02% and 2.31%. The analytical method with GC-FID can be used for the analysis of methanol and ethanol in mixed liquor samples.