

BUKU PRAKTIKUM PENJAMINAN MUTU

Tahun 2025/2026



Disusun oleh:

apt. Lindawati Setyaningrum., M.Farm
apt. Anies Rohman Dwijayanti., M.Farm
apt. Iski Weni Pebriarti., M.Farm., Klin



UNIVERSITAS dr. SOEBANDI

FAKULTAS ILMU KESEHATAN

Jl. Dr Soebandi No. 99 Jember, Telp/Fax. (0331) 483536,
E_mail : fikes@uds.ac.id Website: <http://www.uds.ac.id>

KEPUTUSAN DEKAN FAKULTAS ILMU KESEHATAN UNIVERSITAS dr. SOEBANDI

Nomor : 1790/FIKES-UDS/K/II/2026

Tentang

PENETAPAN BUKU PETUNJUK PRAKTIKUM MATA KULIAH PRAKTIKUM PENJAMINAN MUTU PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI FAKULTAS ILMU KESEHATAN UNIVERSITAS dr. SOEBANDI SEMESTER VI TAHUN AKADEMIK 2025/2026

**DENGAN RAHMAT TUHAN YANG MAHA ESA
DEKAN FAKULTAS ILMU KESEHATAN UNIVERSITAS dr. SOEBANDI**

- Menimbang :
- Bahwa untuk memperbaiki kualitas dan mutu akademik secara berkelanjutan Program Studi Sarjana Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi dipandang perlu untuk menyusun buku petunjuk praktikum;
 - Bahwa Buku Petunjuk Praktikum Program Studi Sarjana Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi yang telah tersusun tersebut, dinilai layak dan memenuhi persyaratan teknis akademis dan administrasi untuk dijadikan pedoman dalam pelaksanaan perkuliahan praktikum pada Prodi tersebut;
 - Bahwa untuk penetapan Buku Petunjuk Praktikum seperti yang termaktub pada huruf a dan b di atas, perlu diterbitkan Surat Keputusan Dekan Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi;
- Mengingat :
- Undang-Undang Nomor 20 Tahun 2003 tentang Sistem Pendidikan Nasional;
 - Undang-Undang Nomor 12 Tahun 2012 tentang Pendidikan Tinggi;
 - Peraturan Pemerintah Nomor 60 Tahun 1999 tentang Pendidikan Tinggi;
 - Peraturan Pemerintah Nomor. 57 Tahun 2021 tentang Standar Nasional Pendidikan
 - Permendiknas Nomor 62 Tahun 2016 tentang Sistem penjaminan Mutu Pendidikan Tinggi
 - Permendikbud Nomor 3 Tahun 2020 Tentang Standar Nasional Pendidikan
 - Keputusan Menteri Pendidikan Nasional Republik Indonesia Nomor 234/U/2000 tentang Pedoman Pendirian Perguruan Tinggi;
 - Keputusan Menteri Pendidikan, Kebudayaan, Riset Dan Teknologi Republik Indonesia Nomor 291/E/O/2021 tentang Perubahan Bentuk Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dr. Soebandi Di Kabupaten Jember Menjadi Universitas dr. Soebandi Di Kabupaten Jember Provinsi Jawa Timur Yang Diselenggarakan Oleh yayasan Pendidikan Jember International School;
 - Statuta Universitas dr. Soeban

Tembusan Kepada Yth :

1. Rektor Universitas dr. Soebandi
2. Para Wakil Universitas dr. Soebandi
3. Kaprodi Farmasi
4. Arsip



UNIVERSITAS dr. SOEBANDI

FAKULTAS ILMU KESEHATAN

Jl. Dr Soebandi No. 99 Jember, Telp/Fax. (0331) 483536,
E_mail : fikes@uds.ac.id Website: <http://www.uds.di.ac.id>

MEMUTUSKAN

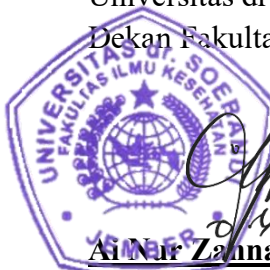
Menetapkan :

- PERTAMA** : Surat Keputusan Dekan Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi tentang Penetapan Buku Petunjuk praktikum mata kuliah Praktikum Penjaminan Mutu Semester VI Program Studi Sarjana Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi Semester Tahun Akademik 2025/2026;
- KEDUA** : Modul ini digunakan sebagai acuan dalam praktikum mata kuliah Praktikum Penjaminan Mutu Semester VI Program Studi Sarjana Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas dr. Soebandi;
- KETIGA** : Keputusan ini ditetapkan sampai Tahun Akademik 2025/2026 berakhir;
- KEEMPAT** : Hal-hal yang belum diatur dalam keputusan ini akan di atur lebih lanjut;
- KELIMA** : Surat Keputusan ini berlaku sejak tanggal ditetapkan; dan apabila dikemudian hari terdapat kekeliruan, maka akan diadakan perbaikan sebagaimana mestinya.

DI TETAPKAN DI : JEMBER
PADA TANGGAL : 20 Februari 2026

Universitas dr. Soebandi

Dekan Fakultas Ilmu Kesehatan,



Ai Nur Zahnah, S.ST, M. Keb
NIK. 19891219 201309 2 038

Tembusan Kepada Yth :

1. Rektor Universitas dr. Soebandi
2. Para Warek Universitas dr. Soebandi
3. Kaprodi Farmasi
4. Arsip

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, akhirnya buku petunjuk praktikum Penjaminan Mutu Farmasi ini dapat diselesaikan. Dengan adanya praktikum ini mampu memberikan latihan guna meningkatkan kemampuan dan keterampilan Penjaminan Mutu Farmasi bagi mahasiswa

Pada praktikum ini melakukan Penjaminan Mutu Farmasi dalam berbagai bentuk sediaan. Sedangkan secara teori yang lebih mendasar mengenai hal-hal yang berhubungan dengan praktikum dapat dipelajari dalam kuliah atau Penjaminan Mutu Farmasi.

Penyusun mengucapkan banyak terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam terselesaikannya buku petunjuk praktikum ini. Semoga buku petunjuk praktikum ini dapat dimanfaatkan semaksimal mungkin. Saran dan kritik pengembangan atau perbaikan sangat kami harapkan demi kesempurnaan buku ini.

Jember, Februari 2025

Tim Penyusun

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR	1
DAFTAR ISI	2
VISI MISI PROGRAM STUDI	3
SARJANA FARMASI	
CAPAIAN PEMBELAJARAN	4
JADWAL PERKULIAHAN	5
TATA TERTIB	6
BAB I VALIDASI METODE	8
ANALISIS	
BAB II VALIDASI METODE	18
ANALISIS KAFEIN DALAM	
SAMPEL MINUMAN KOPI	
KEMASAN SECARA HPLC	
PENENTUAN KONSENTRASI	19
UJI KESESUAIAN SISTEM	19
SELEKTIVITAS/SPEKIFISITAS	19
LINIERITAS DAN RENTANG	20
LOD DAN LOQ	20
AKURASI	20
PRESISI	21
DAFTAR PUSTAKA	23
LAMPIRAN	24

VISI DAN MISI PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI
FAKULTAS ILMU KESEHATAN
UNIVERSITAS DR. SOEBANDI

1. Visi Program Studi Farmasi

Menjadi Program Studi Farmasi yang unggul, berdaya guna dalam IPTEKS bidang Farmasi dan berakhlakul karimah.

2. Misi Program Studi Farmasi

- a. Menyelenggarakan pendidikan di bidang sains-teknologi kefarmasian dan farmasi klinis-komunitas yang unggul dan berbasis IPTEKS
- b. Menyelenggarakan penelitian bidang farmasi yang inovatif dan berkontribusi pada IPTEKS berbasis sumber daya alam dan kearifan lokal
- c. Menyelenggarakan pengabdian masyarakat dalam bidang farmasi berbasis IPTEKS yang bermanfaat bagi masyarakat berbasis sumber daya alam dan kearifan lokal
- d. Menyelenggarakan tata kelola Program Studi Farmasi yang berprinsip pada *good governance*
- e. Membudayakan nilai – nilai akhlakul karimah pada setiap kegiatan civitas akademika Program Studi Farmasi

CAPAIAN PEMBELAJARAN

CAPAIAN PEMBELAJARAN LULUSAN

1. Mampu menerapkan ilmu dan teknologi kefarmasian dalam proses formulasi, produksi dan pengendalian mutu sediaan farmasi sesuai standar prosedur
2. Mampu menerapkan ilmu dan teknologi di bidang matematika dan ilmu alamiah dasar yang mendasari kemampuan meneliti dan mengembangkan ilmu pengetahuan dengan semangat peningkatan kompetensi diri secara mandiri dan terus-menerus

CAPAIAN PEMBELAJARAN MATA KULIAH

1. Mahasiswa mampu menjelaskan Penjaminan mutu Obat dibuat secara konsisten, memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan penggunaannya melalui praktik menjamin mutu obat dengan validasi metode analisis meliputi seluruh parameter uji : Prevalidasi : uji kesesuaian sistem
2. Mahasiswa mampu menjelaskan Penjaminan mutu Obat dibuat secara konsisten, memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan penggunaannya melalui praktik menjamin mutu obat dengan validasi metode analisis meliputi seluruh parameter uji : linieritas, LOD dan LOQ, spesifisitas/selektivitas, akurasi, presisi

JADWAL PRAKTIKUM

KELAS	HARI	JAM	SELESAI	KODE	LABORATORIUM
22A	Rabu	10.00	15.40	FMS602	LABORATORIUM KIMIA
22B	Jum'at	10.00	15.40	FMS602	LABORATORIUM KIMIA
22C	Senin	10.00	15.40	FMS602	LABORATORIUM KIMIA

RENCANA KEGIATAN

TM KE-	MATERI
1-2	Penentuan konsentrasi
3-4	Uji kesesuaian sistem
5-6	Selektivitas/spesifisitas
7-8	Linieritas dan rentang
9-10	LOD dan LOQ
11-12	Akurasi
13-14	Presisi
15-16	Ujian praktikum

TATA TERTIB
PRAKTIKUM PENJAMINAN MUTU FARMASI

1. Praktikan diwajibkan datang 10 menit sebelum praktikum dimulai untuk mengisi daftar hadir dan mengumpulkan jurnal percobaan sebelumnya. Keterlambatan praktikum tanpa alasan yang jelas berakibat tidak diperkenankan mengikuti tes dan praktikum
2. Apabila tidak dapat mengikuti praktikum harus memberi surat ijin / surat keterangan yang sah dan diberikan kepada pengawas sebelum praktikum dimulai.
3. Sebelum melakukan praktikum, praktikan harus mempersiapkan diri untuk memahami praktikum yang akan dikerjakan dilihat dari pretest yang dilakukan
4. Praktikan kemudian dapat mempersiapkan peralatan praktikum yang diperlukan pada hari itu.
5. Sebelum dan sesudah praktikum, praktikan harus membersihkan alat yang digunakan
6. Pada dasarnya tidak diadakan praktikum perorangan (praktikum susulan) dan praktikan yang tidak dapat mengikuti praktikum harus ada surat keterangan dokter dan atau orang tua/wali untuk ijin mengikuti inhal praktikum di akhir acara
7. Praktikan harus membuat laporan hasil praktikum setiap selesai praktikum dengan mengisi buku laporan praktikum yang sudah disediakan
8. Praktikan yang merusak, memecahkan atau menghilangkan peralatan praktikum agar membereskan penggantian alat tersebut secepat mungkin kepada pembimbing praktikum
9. Selama praktikum, praktikan tidak diperbolehkan melakukan perbuatan yang mengganggu praktikan lain. Praktikan tidak diperkenankan meninggalkan laboratorium tanpa seizin pembimbing praktikan.

ALAT-ALAT DAN PEREAKSI

1. Sebelum dan sesudah praktikum, semua praktikan harus mengecek dan mengembalikan alat-alat inventarisnya.
2. Alat-alat yang hilang atau pecah harus diganti dengan alat-alat yang sama atau diganti dengan uang yang besarnya ditentukan oleh laboratorium.
3. Botol-botol pereaksi harus ditempatkan pada tempat yang telah ditentukan dan pengambilan pereaksi harus dilakukan dengan pipet yang khusus untuk tiap pereaksi.
4. Botol-botol pereaksi yang kosong harus cepat diberitahukan kepada asisten atau laboran untuk diisi kembali.

KEBERSIHAN LABORATORIUM

1. Semua praktikan diwajibkan memakai jas laboratorium untuk menjaga kerusakan akibat zat-zat kimia.
2. Tidak diperkenankan membuang sampah atau kertas saring pada bak pencuci, buanglah sampah tersebut pada tempat yang telah disediakan.
3. Jika ada zat-zat kimia yang tumpah, harus cepat dibersihkan dengan air, karena zat-zat tersebut dapat merusak meja praktikum jika tidak segera dibersihkan. Jika terjadi kecelakaan cepat diberitahukan kepada asisten yang bertugas.
4. Selama praktikum, semua praktikan tidak diperbolehkan merokok dalam ruangan laboratorium dan tidak diperkenankan memakai sandal.
5. Berbicaralah seperlunya selama praktikum dan tidak diperkenankan mengganggu ketenangan pekerjaan orang lain.

Jember, Februari 2025

Tim Penyusun

BAB I

TINJAUAN TENTANG VALIDASI METODE ANALISIS

Validasi metoda analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi metode analisis perlu dilakukan untuk mendapatkan suatu metode analisis yang dapat dipercaya dan hasil analisisnya mendekati kebenaran/sahih. Validasi ulang perlu dilakukan meskipun validasi sebelumnya menghasilkan data yang *reliable*, karena metode yang dinyatakan valid pada kondisi tertentu belum tentu valid pada kondisi lain. Prosedur analisis yang telah dinyatakan sahih atau terbukti kebenarannya, maka pada penerapannya setiap petunjuk dan langkah dalam prosedur tersebut harus diikuti dengan seksama.

PARAMETER VALIDASI ANALISIS

Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis meliputi Kecermatan (*accuracy*), Keseksamaan (*precision*), Selektivitas (*Spesifisitas*), Linearitas dan Rentang, Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi, Ketangguhan metode (*ruggedness*), Kekuatan (*Robustness*) dan Tes SST (*system suitability tests*). Sebelum melakukan penilaian parameter-parameter validasi, terlebih dahulu dilakukan optimasi kondisi analisis. Pada teknik kromatografi optimasi kondisi analisis ini ditujukan untuk memilih eluen, laju alir dan panjang gelombang pengamatan yang dapat menghasilkan kromatogram yang efisien. Pada teknik spektroskopi optimasi kondisi analisis ini ditujukan untuk memilih pelarut, pereaksi dan panjang gelombang pengamatan yang selektif. Sedangkan optimasi konsentrasi uji ditujukan untuk memilih konsentrasi uji yang mudah cara preparasi sampelnya dan menghasilkan kromatogram yang efisien. Semakin mudah cara preparasi sampel diharapkan akan semakin memperkecil kesalahan yang dilakukan.

STUDI PREVALIDASI

Prosedur validasi analisis meliputi pengembangan metode, studi prevalidasi dan validasi (Bliesner, 2006). Studi prevalidasi dilakukan dengan melakukan evaluasi terhadap kestabilan larutan standar dan larutan sampel dalam pelarut terpilih. Setelah diketahui

kestabilan larutan standar dan larutan sampel, dilakukan optimasi kondisi analisis untuk mendapatkan kondisi analisis yang selektif.

Tujuan optimasi menurut Ahuja (1989) adalah :

- 1) menghemat biaya,
- 2) menghemat waktu dan tenaga,
- 3) menghasilkan efisiensi pemisahan paling bagus dari sampel,
- 4) memilih fase gerak dan fase diam,
- 5) mendapatkan kecepatan elusi optimum.

Efisiensi kromatogram yang dihasilkan dari suatu metode analisis dipengaruhi oleh beberapa faktor, oleh karena itu perlu dilakukan pengukuran dan membandingkan efisiensi pemisahan kromatogram dengan berbagai kondisi yang berbeda-beda (Holme, 1993). Efisiensi kromatografi dapat dilihat dari nilai Resolusi (R_s), bilangan lempeng teoritis (*Theoretical Plate Number/N*), nilai jarak setara pelat teori (*Height Equivalent to a Theoretical Plate/ HETP*) (Kowalska, 2003).

a. Resolusi (R_s)

Kemampuan proses kromatografi untuk memisahkan dua senyawa yang mirip diukur dengan indeks resolusi (R_s). Keberadaan dua puncak (maksimum) dalam kromatogram menunjukkan tingkat resolusi dan bisa diukur dengan persamaan berikut:

$$Resolusi (R_s) = \frac{2 [(Rf)_A - (Rf)_B]}{W_A + W_B}$$

dimana

Rf =jarak migrasi analit

W = lebar dasar puncak

Semakin besar nilai R_s , semakin baik resolusi kedua senyawa. Nilai R_s sebesar 1,5 merupakan nilai ideal.

b. Lempeng Teoritis (*Theoretical Plate Number/N*)

$$N = 16 \left(\frac{Rf}{W} \right)^2 \dots\dots\dots (2)$$

dimana

N = angka pelebaran zona yang menunjukkan kesetimbangan analit dalam fase gerak dan fase diam

R_f = jarak migrasi analit

W = lebar dasar puncak

Semakin besar nilai untuk N , semakin efisien kromatogramnya.

c. Jarak Setara Pelat Teori (HETP – *Height Equivalent To A Theoretical Plate*)

Jarak Setara Pelat Teori (HETP – *Height Equivalent To A Theoretical Plate*) bisa dihitung dari nilai untuk N dan panjang kolom.

$$HETP = \frac{L}{N}$$

dimana

HETP = jarak tempuh suatu analit yang diperlukan sampai terjadinya satu kali kesetimbangan molekul analit dalam fase gerak dan fase diam.

L = jarak antara awal dan akhir elusi (jarak migrasi eluen)

N = angka pelebaran zona yang menunjukkan kesetimbangan analit dalam fase gerak dan fase diam

1. SELEKTIVITAS / SPESIFISITAS

Suatu metode dikatakan spesifik apabila metode tersebut hanya memberikan respon untuk suatu analit dan suatu metode dikatakan selektif apabila metode tersebut memberikan respon untuk beberapa senyawa kimia yang dapat dengan jelas dibedakan satu sama lain. Selektivitas juga menunjukkan kemampuan untuk memisahkan analit dari hasil degradasi dan metabolit. Metode yang hanya memberikan respon terhadap suatu analit sangat terbatas sehingga istilah selektivitas lebih banyak digunakan.

Selektivitas metode dilakukan dengan membandingkan hasil analisis larutan standar dengan larutan matriks sampel. Matriks sampel adalah sampel yang dibuat tanpa adanya analit. Bila tidak memungkinkan pembuatan matriks sampel maka selektivitas metode ditentukan dengan membandingkan hasil analisis sampel yang mengandung cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya atau pembawa plasebo dengan hasil analisis sampel tanpa penambahan bahan-bahan tadi. Penyimpangan hasil jika ada merupakan selisih dari hasil uji keduanya. Jika cemaran dan hasil urai tidak dapat diidentifikasi atau tidak dapat diperoleh, maka selektivitas dapat ditunjukkan dengan cara menganalisis sampel yang mengandung cemaran atau hasil uji urai dengan metode yang hendak diuji lalu dibandingkan dengan metode lain untuk pengujian kemurnian seperti kromatografi, analisis kelarutan fase, dan *Differential Scanning Calorimetry*.

Dalam teknik kromatografi, selektivitas dibuktikan dengan adanya pemisahan yang baik antara analit dengan senyawa-senyawa lain seperti matriks, pengotor, hasil degradasi dan metabolit. Oleh karena itu, nilai resolusi antara analit dengan senyawa lain seharusnya lebih dari 1,5. Bila resolusinya kecil ($<1,5$) perlu dilakukan optimalisasi lagi dari kondisi analisis atau kondisi kromatografi yang dilakukan. Faktor simetri dan lebar setengah puncak juga sebaiknya dipertimbangkan. Faktor simetri puncak sebaiknya memiliki nilai antara 0,8-1,6, dimana faktor simetri 1 mencerminkan simetri yang ideal. Disamping itu, untuk mendeteksi adanya koelusi senyawa lain, kemurnian dari puncak senyawa yang dianalisis juga harus ditentukan dengan melihat nilai *purity factor*. Spektra puncak analit dapat diukur pada *upslope*, *top* dan *downslope* atau seluruh spektrum puncak kromatografi dapat dibandingkan. Kemurnian puncak/noda ditentukan dengan membandingkan dan menghitung harga korelasi atau menghitung harga match factor dari spektrum UV-Vis yang diperoleh pada beberapa tempat yang berbeda dari puncak/noda kromatogram tersebut. Hal ini dapat dilakukan pada sistem KCKT yang dilengkapi dengan detektor

DAD (*diode-array detector*). Untuk penentuan identitas puncak, maka seluruh data spektrum dari senyawa standar dengan analit harus ditentukan dengan melihat nilai *match factor* (MF).

Beberapa tahun terakhir ini, dipasaran telah muncul perangkat lunak komputer yang diproduksi oleh beberapa pabrik peralatan kromatografi, seperti Wincats versi 3.15-3.17 dari Camag, DAD D-6500 System Manager dari Hitachi atau ChromStar Bruker dan lain-lain yang mampu mengevaluasi identitas dan kemurnian puncak/noda kromatogram. Perangkat lunak tersebut pada umumnya dapat mengidentifikasi puncak/noda kromatogram dengan membandingkan spektrum UV-Vis analit sampel dengan spektrum UV-Vis standar.

2. LINIERITAS

Linearitas suatu metode didefinisikan sebagai kemampuan metode tersebut untuk memberikan hasil pengukuran yang secara langsung proporsional terhadap konsentrasi analit atau secara langsung proporsional setelah beberapa tipe transformasi matematika. Linearitas dinyatakan dengan kurva *ordinary least square* (OLS) atau kurva regresi linier sederhana dari respon alat (luas puncak atau tinggi puncak) sebagai fungsi dari peningkatan konsentrasi analit.

Sedangkan linearitas metode analisis ditentukan dengan membuat satu seri konsentrasi analit dari sampel bebas (penimbangan dan *spiking*). Kisaran linearitas yang diuji tergantung pada tujuan metode analisis. Beberapa jurnal dan artikel analisis menyarankan untuk menggunakan 5-10 macam konsentrasi dengan kisaran setara dengan 80-120%, 25-200%, atau 50-150% dari konsentrasi uji/ konsentrasi target yang diharapkan dari analit. Untuk evaluasi linieritas, beberapa parameter dapat digunakan, misalnya, nilai standar deviasi relatif dari proses (V_{x0}), nilai X_p , analisis varians (ANOVA). Pengukuran nilai linieritas dengan menggunakan koefisien korelasi (r) saja tidak direkomendasikan lagi. Oleh karena itu untuk menunjukkan linearitas, dibutuhkan pengukuran parameter lain seperti nilai V_{x0} , X_p dan ANOVA *linear testing*. Perhitungan V_{x0} secara matematik dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum (y - y_i)^2}{N - 2}}, \text{ untuk } y_i = a + bx$$

$$S_{x_0} = \frac{S_y}{b}$$

$$V_{x_0} = \frac{S_{x_0}}{\bar{x}} \times 100\%$$

dimana:

S_y = simpangan baku residual dari garis regresi,

S_{x_0} = standart deviasi dari fungsi,

V_{x_0} = koefisien variasi dari fungsi,

$\bar{x}$ = rata-rata konsentrasi uji,

b = slope atau kemiringan garis regresi antara konsentrasi terhadap luas area dari persamaan garis regresi $y = a + bx$,

N = jumlah konsentrasi uji,

(Indrayanto, G, 1994).

3. BATAS DETEKSI DAN BATAS KUANTITASI

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi terkecil dari analit yang masih dapat dideteksi pada kondisi analisis yang digunakan. Keberadaan analit dapat dilihat dari batas deteksi, tetapi konsentrasinya tidak dapat diukur secara kuantitatif. Batas kuantitasi adalah konsentrasi terkecil dari analit yang dapat ditentukan dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima pada kondisi analitik yang digunakan. Secara umum, batas kuantitasi dapat diperkirakan 3 kali batas deteksi.

Menurut ICH (International Conference on Harmonization) penentuan Limit of Detection (LOD) dan Limit of quantitation (LOQ) dapat menggunakan empat cara yaitu:

- 1) Metode Sinyal tonoise: batas deteksi adalah konsentrasi yang menghasilkan puncak atau sinyal dengan ketinggian minimal dua atau tiga kali lebih tinggi dari noise.
- 2) Inspeksi visual: Batas deteksi ditentukan oleh analisis sampel yang berisi konsentrasi analit dan batas deteksi merupakan konsentrasi minimum di mana analit masih dapat dideteksi.
- 3) Standar deviasi dari respon berdasarkan standar deviasi blangko: pengukuran besarnya respon latar belakang analisis dilakukan dengan menganalisis blangko dan menghitung standar deviasi dari respon blangko. Selain itu, batas deteksi dan batas

kuantitasi juga dapat ditentukan dari rasio standar deviasi respon blanko menggunakan standar deviasi residual dari garis kalibrasi atau standar deviasi *intercept* (s) dan *slope* (S) melalui rumus:

$$\text{Batas deteksi} = 3,3 \text{ SD/Sb}$$

$$\text{Batas kuantitasi} = 10 \text{ SD/Sb}$$

- 4) Standar deviasi dari respon berdasarkan kemiringan kurva kalibrasi: Sebuah kurva kalibrasi tertentu dievaluasi dengan menggunakan larutan yang mengandung analit dalam kisaran batas deteksi. Residual standar deviasi dari garis regresi, atau standar deviasi dari intersep dari y dapat digunakan sebagai standar deviasi. Pada pendekatan ini, nilai parameter linearitas seperti r, V_{x0} dan X_p harus dipenuhi terlebih dahulu. Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$LOD = X_p = 2S_{x_0} \cdot t_{tabel} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + 1 + \frac{(Y_p - Y)^2}{b^2 \cdot Q_{xx}}} \dots\dots\dots(9)$$

$$Y_p = a + S_y \cdot t_{tabel} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + 1 + \frac{X^2}{Q_{xx}}} \dots\dots\dots(10)$$

$$Q_{xx} = \sum X_i^2 - \frac{1}{N} \left(\sum X_i \right)^2 \text{ untuk } y = a + b x_i \dots\dots\dots(11)$$

$$LOQ = \frac{10}{3} \cdot LOD \dots\dots\dots(12)$$

dimana:

S_y = simpangan baku residual dari garis regresi,

S_{x_0} = standart deviasi dari fungsi,

a = intersep garis regresi antara konsentrasi terhadap luas area dari persamaan garis regresi $y = a + bx$,

b = slope atau kemiringan garis regresi antara konsentrasi terhadap luas area dari persamaan garis regresi $y = a + bx$,

t_{tabel} = angka korelasi tingkat kepercayaan pengukuran dengan sejumlah uji,

N = jumlah konsentrasi uji,

(Indrayanto, G, 1994).

4. AKURASI

Kecermatan adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan) dibanding kadar analit yang sebenarnya (Harmita, 2004). Akurasi atau kecermatan sering dinyatakan dalam persen perolehan kembali (% *Recovery*). Persen perolehan kembali (% *Recovery*) diperoleh melalui pengukuran sejumlah analit yang diketahui kadarnya ditambahkan dalam sampel. Kecermatan dapat ditentukan dengan dua metode, yaitu: metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) dan metode penambahan baku (*standard addition method*),

- a. metode simulasi (*spiked-placebo recovery*), yaitu pengukuran sejumlah analit bahan murni yang ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (plasebo) dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang sebenarnya. Penentuan persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan tiga macam konsentrasi antara 80% – 120% kali dari kadar analit yang diperkirakan,
- b. metode penambahan standart atau pembanding (*standard addition method*), yaitu menambahkan sejumlah tertentu analit dalam sampel yang telah dianalisis untuk selanjutnya dianalisis kembali. Penambahan analit ditentukan dengan menggunakan tiga macam konsentrasi antara 30% – 60% kali dari kadar analit yang diperkirakan.

Perhitungan persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan rumus matematik sebagai berikut:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi hasil percobaan}}{\text{Konsentrasi teoritis}} \times 100\%$$

Tabel 2.3. Kriteria penerimaan studi akurasi dan presisi untuk konsentrasi analit yang berbeda

Konsentrasi analit (%)	Unit	Mean rekovert (%)	Presi (RSD, %)
100	100%	98-102	1,3
≥ 10	10%	98-102	1,9
≥ 1	1%	97-103	2,7
$\geq 0,1$	0,1%	95-105	3,7
0,01	100 ppm	90-107	5,3
0,001	10 ppm	80-110	7,3
0,0001	1 ppm	80-110	11
0,00001	100 ppb	80-110	15
0,000001	10 ppb	60-115	21
0,0000001	1 ppb	40-120	30

Sumber : Yuwono et al, 2005

5. PRESISI

Penentuan presisi dapat dibagi menjadi 3 kategori yaitu *repeatability*, presisi intermediet dan *reproducibility*. *Repeatability (intraassay within-day precision)* ditentukan pada saat analisis dilakukan di satu laboratorium, oleh satu analis menggunakan satu peralatan dan dikerjakan dalam satu hari. Presisi intermediet didapatkan saat analisis dilakukan dalam satu laboratorium oleh analis yang berbeda selama beberapa hari atau minggu, menggunakan peralatan, reagen dan kolom yang berbeda. *Reproducibility* menunjukkan presisi dilakukan di laboratorium berbeda dengan tujuan untuk verifikasi bahwa metode tersebut memberikan hasil yang sama dengan menggunakan fasilitas berbeda.

Dalam penentuan *repeatability*, setidaknya 6 analisis bebas dari 3 level konsentrasi harus dilakukan.

6. ROBUSTNESS/RUGGEDNESS

Robustness suatu metode analisis didefinisikan sebagai kemampuan metode tersebut untuk memberikan hasil pengukuran yang tidak terpengaruh oleh adanya variasi-variasi kecil dari parameter analisis yang sengaja dilakukan. Parameter analisis tersebut merupakan indikator reliabilitas metode selama penggunaan normal. Sedangkan *ruggedness* adalah tingkat reproduibilitas hasil pengujian yang diperoleh dengan menganalisis sampel yang sama pada kondisi bervariasi seperti dilakukan pada laboratorium berbeda, analis berbeda, instrumen berbeda, lot reagen yang berbeda, hari yang berbeda dan sebagainya. Beberapa parameter untuk uji *robustness* dalam pengembangan metode analisis menggunakan KCKT antara lain kecepatan alir, temperatur kolom, volume injeksi, komposisi fase gerak, pH bufer dan panjang gelombang deteksi. *Ruggedness* ditentukan melalui studi interlaboratorium dengan jumlah laboratorium uji tertentu ($n \geq 8$) menggunakan prosedur analisis yang sama, dilakukan oleh analis berbeda, kondisi operasional dan lingkungan yang berbeda tetapi masih dalam batas spesifikasi parameter pengujian.

SST (*system suitability tests*)

Dari validasi metode yang dilakukan dapat diketahui apakah suatu metode analisis (dalam hal ini kromatografi) dapat dipakai pada suatu kondisi tertentu. Untuk mengetahui apakah metode tadi masih dapat dipakai, seyogyanya dilakukan uji SST, seperti yang dianjurkan oleh USP XXII/XXIII atau peneliti lainnya (Wahlich & Carr, 1990). Sebaiknya semua parameter validasi diuji SSTnya, sedangkan khusus untuk kromatografi parameter *tailing factor* dan *column efficiency/plate count* juga diuji.

BAB II
VALIDASI METODE ANALISIS KAFEIN
DALAM SAMPEL MINUMAN KOPI KEMASAN SECARA HPLC

A. TUJUAN

- a. Mahasiswa dapat mempraktekkan cara menentukan konsentrasi uji pada studi prevalidasi penentuan kadar kafein dalam sampel secara HPLC
- b. Mahasiswa dapat mempraktekkan penilaian parameter selektifitas, linieritas dan rentang, batas deteksi dan batas kuantitasi, akurasi, dan presisi pada validasi penentuan kadar kafein dalam sampel secara HPLC

B. OPTIMASI KONDISI ANALISIS

Optimasi ini ditujukan untuk memilih kondisi yang selektif dan optimum pada sistem HPLC. **Kondisi analisis** sbb:

- a. Pelarut = asetonitril : metanol : aquabidestilata (80:5:15)
- b. Panjang gelombang = 272 nm
- c. Laju alir = 1 ml/menit
- d. Detektor = PDA
- e. Kolom = phoroshell
- f. Konsentrasi uji = ditentukan dari hasil percobaan

Alat Dan Bahan Yang Digunakan

- Timbangan analitis, Aquades, Labu Ukur, Standar Kafein dan kafein, Pipet Volume, Metanol pa, Ultrasonic degasser, Sampel tablet mengandung kafein dan kafein, Metanol pro HPLC, HPLC-PDA

1. OPTIMASI KONSENTRASI UJI

Cara Kerja

1. Preparasi Standar

Buatlah larutan standar Kafein dalam pelarut dengan konsentrasi 0,1 ppm, 10,0 ppm, 50,0 ppm, 100,0 ppm

2. Preparasi Sampel

Sebanyak 20gram bubuk teh hitam dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan 200 mL akuades panas kedalamnya sambil diaduk. Larutan teh hitam panas disaring melalui corong dengan kertas saring ke dalam erlenmeyer, kemudian 1,5 g kalsium karbonat (CaCO_3) dan larutan teh hitam tadi dimasukkan ke dalam corong pisah lalu di ekstraksi sebanyak 4 kali, masing-masing dengan penambahan 25 mL kloroform. Lapisan bawahnya diambil, kemudian ekstrak (fase kloroform) ini diuapkan dengan rotari evaporator hingga kloroform menguap seluruhnya. Ekstrak kafein bebas pelarut dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, dan di encerkan dengan aquadestilata hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan kemudian ditentukan kadarnya dengan instrumen KCKT (Hari Susanti, dkk., 2019). Ekstrak kering teh hitam kemudian ditimbang sebanyak 0,01gram sehingga didapatkan konsentrasi sebesar 1000 ppm, masukkan ke labu takar 10 mL, tambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan sampel di saring terlebih dahulusebelum diinjekkan ke instrumen KCKT. Pipet sampel sejumlah tertentu dilarutkan dengan pelarut sampai didapat konsentrasi Kafein 0,01 ppm, 0,1 ppm, 10,0 ppm, 20,0 ppm, 200,0 ppm

3. Analisis dengan HPLC dan ditentukan konsentrasi optimumnya.

2. UJI KESESUAIAN SISTEM

1 konsentrasi yang terpilih dilakukan injeksi pada kondisi HPLC sebanyak 6 kali. Kemudian ditentukan nilai SD pada hasil area, retention time dan resolusi.

3. UJI SPESIFISITAS / SELEKTIVITAS

1. Preparasi Standar

Buatlah larutan standar kafein dan kafein dalam pelarut dengan konsentrasi sesuai hasil optimasi konsentrasi uji

2. Preparasi Sampel

Pipet sampel sejumlah tertentu dilarutkan dengan pelarut sampai didapat konsentrasi Kafein dan kafein sesuai hasil optimasi konsentrasi uji

3. Analisis dengan HPLC

4. Lihat nilai MF dan overlay spektra larutan standar dan spektra larutan sampel untuk menentukan spesifisitasnya.

4. UJI LINIERITAS DAN RENTANG

1. Preparasi Standar Kafein

Dibuat standar Kafein dalam pelarut dengan konsentrasi antara 80% sampai dengan 120% dari konsentrasi uji sebanyak sembilan (9) titik konsentrasi

2. Analisis dengan HPLC

3. Menghitung nilai parameter linieritas dan rentang dari data hasil *scanning* dan dicocokkan dengan persyaratan linieritas.

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum (y - y_i)^2}{N - 2}}, \text{ untuk } y_i = a + bx$$

$$S_{x_0} = \frac{S_y}{b}$$

Dan

$$V_{x_0} = \frac{S_{x_0}}{x} \times 100\%$$

5. UJI BATAS DETEKSI DAN BATAS KUANTITASI

1. Preparasi Standar Kafein dan kafein

Dibuat larutan standar Kafein dan kafein dalam pelarut dengan konsentrasi disekitar konsentrasi limit deteksi. Dapat dibuat dengan membuat 8 titik konsentrasi dengan konsentrasi dibawah konsentrasi linieritas.

2. Analisis dengan HPLC

3. Hitung nilai konsentrasi batas deteksi dan kuantitasi.

$$Q = k \times S_b/SI$$

Q = LOD (batas deteksi) atau LOQ (batas kuantitasi)

k = 3 untuk batas deteksi atau 10 untuk batas kuantitasi

6. UJI AKURASI

Dengan membuat kurva baku standar dari konsentrasi optimum kemudian ditentukan persamaan regresi $y = bx + a$

Selanjutnya digunakan untuk menghitung konsentrasi dari pengujian akurasi dan presisi

Prosedur kerja :

a. Pembuatan sampel adisi 80 % sediaan minuman mengandung Kafein

1. Pilih kadar sampel (Y ppm) sesuai hasil optimasi konsentrasi uji
 2. Ditimbang sampel x mg kira-kira hingga mendapat kadar sampel yang telah dihitung dari hasil optimasi, masukkan labu ukur
 3. Hitung standar Kafein dan kafein yang harus ditambahkan (80%)
Standar kafein yang ditambahkan = $80 : 100 \times \text{kadar sampel yang dihitung} = x \text{ ppm}$
 4. Ditimbang x mg standar kafein dari konsentrasi x ppm kemudian masukkan labu ukur no. 2
 5. Tambahkan pelarut sampai tepat tanda dari labu ukur no. 2 tersebut
- b. Pembuatan sampel adisi 100 % sediaan tablet minuman Kafein
1. Pilih kadar sampel (Y ppm) sesuai hasil optimasi konsentrasi uji
 2. Ditimbang sampel x mg kira-kira hingga mendapat kadar sampel yang telah dihitung dari hasil optimasi, masukkan labu ukur
 3. Hitung standar Kafein yang harus ditambahkan (100%)
Standar Kafein yang ditambahkan = $100 : 100 \times \text{kadar sampel yang dihitung} = x \text{ ppm}$
 4. Ditimbang x mg standar kafein dari konsentrasi x ppm kemudian masukkan labu ukur no. 2
 5. Tambahkan pelarut sampai tepat tanda dari labu ukur no. 2 tersebut
- c. Pembuatan sampel adisi 120 % sediaan tablet mengandung kafein
1. Pilih kadar sampel (Y ppm) sesuai hasil optimasi konsentrasi uji
 2. Ditimbang sampel x mg kira-kira hingga mendapat kadar sampel yang telah dihitung dari hasil optimasi, masukkan labu ukur
 3. Hitung standar Kafein yang harus ditambahkan (120%)
Standar Kafein yang ditambahkan = $120 : 100 \times \text{kadar sampel yang dihitung} = x \text{ ppm}$
 4. Ditimbang x mg standar kafein dari konsentrasi x ppm kemudian masukkan labu ukur no. 2
 5. Tambahkan pelarut sampai tepat tanda dari labu ukur no. 2 tersebut
- d. Masing-masing sampel adisi dilakukan replikasi 3 kali
- e. Analisis dengan HPLC
- f. Menghitung nilai % *Recovery*

$$\% \text{ Recovery} = (\text{CF}-\text{CA})/\text{C} \times \text{A} \times 100$$

CF =konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

CA =konsentrasi sampel sebenarnya

C*A = konsentrasi analit yang ditambahkan

7. UJI PRESISI

1. Dari pembuatan sampel adisi standar pada pengujian akurasi, diambil salah satu pembuatan sampel adisi (boleh 80 % saja, boleh 100 % saja atau 120 % saja, atau bisa ketiganya) dilakukan replikasi 3 kali, untuk pengujian presisi bisa dilakukan penambahan replikasi sebanyak 6 kali. Sehingga sekali preparasi bisa mendapatkan data uji presisi dan uji akurasi
2. Analisis dengan HPLC
3. Menghitung nilai parameter kepresisian dan mencocokkan hasil dengan persyaratan nilai presisi

$$RSD = \frac{SD}{X} \times 100\%$$

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2003, *Camag Bibliography Service*, Cumulative CD Version 1.09, Camag MuttENZ
- A.O., Barel., M. Paye, 2002, *Handbook of Cosmetic Science and Technology*, Marcel Dekker, New York
- AOAC. 1998. Perr-Verified Method Program : Manual on Policies and Procedures. USA : Arlington, Virginia
- Anonim, 2001, *The United State Pharmacopoeia 25-National Formulary 20*, Asia Ed; Rockville, United States Pharmacopoeial Convention
- Green, J.M. 1996. A Practical Guide to Analytical Method Validation. American Chemical Society (68) 305-309A. <http://pubs.acs.org/hortacl/ac/96/may/may.html>
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya, Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol I, No.3, Desember 2004. 117 – 135, UI Press, Jakarta
- Indrayanto, G., Yuwono, M., 2002, *Validation of TLC Analyses in Encyclopedia of Chromatography*, New York, USA, Marcel Dekker
- Indrayanto, Aloysius, Gunawan Indrayanto, Muhammad Mulja. 2003. *Validation Method of Analysis v1.03*. software from General Public Licence. Faculty of pharmacy. Surabaya : Airlangga University.
- Kromidas Stavros. 2006. *Principles of the Optimization of HPLC Illustrated by RP-Chromatography*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA. Hal. 5-12
- Oktavia, Erina. 2006. *Teknik Validasi Metode Analisis Kadar Ketoprofen Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. Buletin Teknik Pertanian vol. 11 no. 1
- Satiadarma, K., dkk.. 2004. *Asas Pengembangan: Prosedur Analisis*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Yuwono, M., and Indrayanto, G., 2005. Validation of Methods analysis. *Profile of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*, Vol 32. Elsevier. NY

LAMPIRAN

PEMBAHASAN LAPORAN PRAKTIKUM

OPTIMASI KONSENTRASI UJI

- Tujuan dilakukan optimasi konsentrasi uji
- Bagaimana penentuan optimasi konsentrasi uji
- Berapa konsentrasi uji terpilih ? jelaskan dasar pemilihannya !

UJI KESESUAIAN SISTEM

- Tujuan dilakukan Uji Kesesuaian sistem
- Bagaimana Penentuan kesesuaian sistem
- Parameter apa saja yang perlu ditentukan dari hasil uji kesesuaian sistem?
- Apa yang harus dilakukan jika uji kesesuaian sistem telah dilakukan?

LINIERITAS

- Tujuan dilakukan uji linieritas
- Bagaimana penentuan uji linieritas
- Apa saja parameter penilaian kelinieran ? jelaskan
- Kenapa penggunaan parameter linieritas dengan menggunakan nilai koefisien korelasi saja tidak direkomendasikan lagi?
- Bagaimana uji linieritas hasil praktikum? Apakah sesuai dengan persyaratan? jelaskan!

LOD dan LOQ

- Tujuan dilakukan uji LOD dan LOQ
- Ada berapa macam cara penentuan LOD dan LOQ ? jelaskan
- Pada penentuan LOD dan LOQ dengan persamaan regresi harus memenuhi parameter linieritas, jelaskan kenapa?

PRESISI

- Tujuan dilakukan uji presisi
- Bagaimana kriteria penilaian RSD ? (cantumkan pustaka acuannya) Jelaskan!
- Berapa RSD hasil praktikum? Apakah sesuai dengan persyaratan? jelaskan!

PEMBUATAN SAMPEL AKURASI

- Ada berapa macam cara pembuatan sampel untuk uji akurasi ? sebutkan dan jelaskan!

- Yang dilakukan saat praktikum termasuk pembuatan sampel simulasi atau sampel adisi? Jelaskan kenapa dipilih cara pembuatan tersebut !
- Sampel akurasi dibuat dengan berapa macam konsentrasi ? (sebutkan pustaka acuannya)

AKURASI

- Tujuan dilakukan uji akurasi
- Bagaimana kriteria penilaian % recovery ? (cantumkan pustaka acuannya)
Jelaskan!
- Berapa % recovery hasil praktikum? Apakah sesuai dengan persyaratan?
jelaskan!

Tabel Ketelitian dan Angka Bermakna Beberapa Alat Ukur

No	Nama Alat	Ketelitian	Jumlah yang diambil (mg / ml)	Angka bermakna
1.	Gelas ukur 10 ml	$\pm 0,2$ ml	10,0 ml	3
2.	Gelas ukur 25 ml	$\pm 0,25$ ml	25,00 ml	4
3.	Gelas ukur 50 ml	$\pm 0,5$ ml	50,0 ml	3
4.	Gelas ukur 100 ml	± 1 ml	100,0 ml	4
5.	Buret 10 ml	$\pm 0,025$ ml	0,100 ml 4,050 ml	3 4
6.	Pipet Volume 0,5 ml	$\pm 0,005$ ml	0,500 ml	3
7.	Pipet Volume 1 ml	$\pm 0,008$ ml	1,000 ml	4
8.	Pipet Volume 2 ml	$\pm 0,01$ ml	2,00 ml	3
9.	Pipet Volume 3 ml	$\pm 0,015$ ml	3,000 ml	4
10.	Pipet Volume 4 ml	$\pm 0,015$ ml	4,000 ml	4
11.	Pipet Volume 5 ml	$\pm 0,015$ ml	5,000 ml	4
12.	Pipet Volume 10 ml	$\pm 0,04$ ml	10,00 ml	4
13.	Pipet Volume 15 ml	$\pm 0,06$ ml	15,00 ml	4
14.	Pipet Volume 25 ml	$\pm 0,06$ ml	25,00 ml	4
15.	Pipet Volume 50 ml	$\pm 0,10$ ml	50,00 ml	4
16.	Pipet Volume 100 ml	$\pm 0,15$ ml	100,00 ml	5
17.	Pipet Volume 200 ml	$\pm 0,20$ ml	200,00 ml	5
18.	Pipet ukur 1 ml	$\pm 0,001$ ml	1,000 ml	4
19.	Pipet ukur 2 ml	$\pm 0,001$ ml	2,000 ml	4
20.	Pipet ukur 10 ml	$\pm 0,1$ ml	10,0 ml	3
21.	Labu ukur 10 ml	$\pm 0,025$ ml	10,000 ml	5
22.	Labu ukur 25 ml	$\pm 0,04$ ml	25,00 ml	4
23.	Labu ukur 50 ml	$\pm 0,06$ ml	50,00 ml	4
24.	Labu ukur 100 ml	$\pm 0,1$ ml	100,0 ml	4
25.	Labu ukur 250 ml	$\pm 0,15$ ml	250,00 ml	5
26.	Labu ukur 500 ml	$\pm 0,25$ ml	500,00 ml	5
27.	Labu ukur 1000 ml	$\pm 0,4$ ml	1000,0 ml	5
28.	Timbangan 10 mg – 220 g	$\pm 0,1$ mg	25,1 mg 1,0034 g	3 5

HASIL PENGAMATAN

OPTIMASI KONSENTRASI (Sampel)

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar kafeian = mg

b. Konsentrasi Larutan Standar dan pengenceran

Amg / ml $\Rightarrow$ ppm

Bmg / ml $\Rightarrow$ ppm

Cmg / ml $\Rightarrow$ ppm

Dmg / ml $\Rightarrow$ ppm

Emg / ml $\Rightarrow$ ppm

c. Konsentrasi Teoritis Sampel

A $\Rightarrow$ ppm

B $\Rightarrow$ ppm

C $\Rightarrow$ ppm

D $\Rightarrow$ ppm

E $\Rightarrow$ ppm

d. Gambar Spektrum (dilampirkan)

e. Analisis optimasi konsentrasi (Spektroskopi)

Konsentrasi (ppm)		Absorbansi	Tingkat efisiensi preparasi sampel	% Akurasi (kons hasil percobaan/ kons teoritis x 100%)
Larutan			besar / sedang / kecil	

standar			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
Larutan Sampel			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	
			besar / sedang / kecil	

Kons hasil percobaan = respon sampel dibandingkan respon standar x kons standar

f. Kesimpulan

Konsentrasi uji yang paling optimum adalah

Mengetahui

Jember,.....

Dosen/Asisten

Praktikan

(.....)

(.....)

HASIL PENGAMATAN
UJI KESESUAIAN SISTEM

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar = mg

b. Konsentrasi Larutan Standar Induk

$\Rightarrow$ mg/.....ml =ppm

c. Konsentrasi Teoritis Sampel

$\Rightarrow$
.....

d. Kondisi Analisis

- a) :
- b) :
- c) :
- d) :
- e) :
- f) :

e. Gambar Spektrum Puncak kafein Larutan Standar Dan Larutan Sampel pada 200nm – 400nm (dilampirkan)

f. Perhitungan Statistik Uji Purity Sampel dibandingkan Standar (dilampirkan)

g. Kesimpulan

**Penilaian Parameter Selektifitas dan spesifisitas Metode Analisis
..... penetapan kadar dalam Sampel
..... adalah**

Mengetahui
Dosen/Asisten

Jember,.....
Praktikan

(.....)

(.....)

HASIL PENGAMATAN

UJI LINIERITAS DAN RENTANG

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar induk = mg/.....ml

b. Konsentrasi Larutan Standar

Pengenceran larutan standar induk

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ Ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

c. Persamaan Regresi Konsentrasi vs Respon Detektor

Konsentrasi (ppm)	Respon Detektor

Persamaan Regresi :

Nilai r =

Nilai V_{xo} =

d. Kesimpulan

Penilaian Parameter Linieritas Metode Analisis
penetapan kadar dalam Sampel adalah
.....

Mengetahui

Dosen/Asisten

(.....)

Jember,.....

Praktikan

(.....)

HASIL PENGAMATAN

UJI LOD & LOQ

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar induk = mg/.....ml

b. Konsentrasi Larutan Standar

Pengenceran larutan standar induk

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ Ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

.....ml / ml $\Rightarrow$ ppm

c. Persamaan Regresi Konsentrasi vs Respon Detektor

Konsentrasi (ppm)	Respon detektor (.....)

Persamaan Regresi :

Nilai r =

Nilai V_{xo} =

d. Kesimpulan

Penilaian Parameter Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi Metode Analisis

..... penetapan kadar dalam Sampel

..... adalah

LOD = dan LOQ =

Mengetahui

Dosen/Asisten

Jember,.....

Praktikan

(.....)

(.....)

HASIL PENGAMATAN

PEMBUATAN KURVA BAKU AKURASI

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar induk = mg/.....ml

b. Konsentrasi Larutan Standar

Konsentrasi larutan standar induk

⇒ppm

Pengenceran larutan standar induk

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

c. Persamaan Regresi Konsentrasi vs Respon Detektor

Konsentrasi (ppm)	Respon detektor (.....)

Persamaan Regresi :

Nilai r =

Nilai Vxo =

Pembuatan Sampel adisi 80%

Pilih Kadar sampel hasil optimasi konsentrasi = (misal Y ppm)

Pemipetan sampel hasil optimasi $= \frac{x \text{ mL}}{\text{labu ukur (mL)}} \times 1000 \text{ ppm} = Y \text{ ppm}$

Y =ppm

X =mL

Perhitungan Standar yang ditambahkan $= \frac{80}{100} \times Y \text{ ppm} = X \text{ ppm}$

X =ppm

Penimbangan standar kafein = (mg) masuk ke dalam labu ukur yang sama dengan sampel

Pembuatan Sampel adisi 100%

Pilih Kadar sampel hasil optimasi konsentrasi = (misal Y ppm)

Pemipetan Sampel hasil optimasi $= \frac{x \text{ mL}}{\text{labu ukur (mL)}} \times 1000 \text{ ppm} = Y \text{ ppm}$

Y =ppm

X =mL

Perhitungan Standar yang ditambahkan $= \frac{100}{100} \times Y \text{ ppm} = X \text{ ppm}$

X =ppm

Penimbangan standar kafein = (mg) masuk ke dalam labu ukur yang sama dengan sampel

Pembuatan Sampel adisi 120%

Pilih Kadar sampel hasil optimasi konsentrasi = (misal Y ppm)

$$\text{Pemipetan Sampel hasil optimasi} = \frac{x \text{ mL}}{\text{labu ukur (mL)}} \times 1000 \text{ ppm} = Y \text{ ppm}$$

$$Y = \dots\dots\dots \text{ppm}$$

$$X = \dots\dots\dots \text{mL}$$

$$\text{Perhitungan Standar yang ditambahkan} = \frac{120}{100} \times Y \text{ ppm} = X \text{ ppm}$$

$$X = \dots\dots\dots \text{ppm}$$

Penimbangan standar kafein = (mg) masuk ke dalam labu ukur yang sama dengan sampel

b. Pemipetan/ Pengambilan Sampel Cair

Pengambilan sampel adisi 80%

$$= \dots\dots\dots \text{ ml sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

Penimbangan sampel adisi 100%

$$= \dots\dots\dots \text{ ml sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

Penimbangan sampel adisi 120%

$$= \dots\dots\dots \text{ ml sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

c. Penimbangan Sampel Padat

Penimbangan sampel adisi 80%

$$= \dots\dots\dots \text{ mg sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

Penimbangan sampel adisi 100%

$$= \dots\dots\dots \text{ mg sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

Penimbangan sampel adisi 120%

$$= \dots\dots\dots \text{ mg sampel} = \dots\dots\dots \text{mg bahan aktif}$$

d. Konsentrasi sampel teoritis % b/v atau %b/b atau ppm

Konsentrasi sampel adisi 80%

$$\Rightarrow \dots\dots\dots$$

Konsentrasi sampel adisi 100%

⇒.....

Konsentrasi sampel adisi 120%

⇒.....

e. Perhitungan Nilai Parameter Akurasi Dengan Program Validasi

Sampel	Konsentrasi teoritis (% b/b atau %b/v atau ppm)	Konsentrasi hasil percobaan rata2 (% b/b atau %b/v atau ppm)	% Rekoveri
Adisi 80%			
	Rata-rata		
Adisi 100%			
	Rata-rata		
Adisi 120%			
	Rata-rata		

f. Kesimpulan

Penilaian Parameter Akurasi Metode Analisis
penetapan kadar dalam Sampel adalah

Mengetahui

Jember,.....

Dosen/Asisten

Praktikan

(.....)

(.....)

HASIL PENGAMATAN UJI PRESISI

a. Preparasi Standar

Penimbangan Larutan standar induk = mg/.....ml

b. Konsentrasi Larutan Standar

Konsentrasi larutan standar induk

⇒ppm

Pengenceran larutan standar induk

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

.....ml / ml ⇒ ppm

c. Persamaan Regresi Konsentrasi vs Respon Detektor

Konsentrasi (ppm)	Respon detektor (.....)

Persamaan Regresi :

Nilai r =.....

Nilai V_{xo} =

d. Perhitungan kadar hasil percobaan %b/b atau %b/v

Replikasi 1 =

Replikasi 2 =

Replikasi 3 =

Replikasi 4 =

Replikasi 5 =

Replikasi 6 =

e. Perhitungan Nilai Parameter Presisi Dengan Program Validasi

Sampel	Konsentrasi hasil percobaan (%b/b atau %b/v)
Replikasi 1	
Replikasi 2	
Replikasi 3	
Replikasi 4	
Replikasi 5	
Replikasi 6	
RSD	

f. Kesimpulan

Penilaian Parameter Presisi Metode Analisis penetapan kadar dalam Sampel adalah

Mengetahui
Dosen/Asisten

Jember,.....
Praktikan

(.....)

(.....)