



**PENENTUAN KADAR ETANOL PADA PARFUM DENGAN  
METODE SPEKTROSKOPI FTIR (*FOURIER TRANSFORM  
INFRARED*) DAN KEMOMETRIK**

**SKRIPSI**

Oleh:

**Kharisma Maulana Damarwan**

**NIM 162210101141**

**BAGIAN KIMIA FARMASI**

**FAKULTAS FARMASI**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2020**



**PENENTUAN KADAR ETANOL PADA PARFUM DENGAN  
METODE SPEKTROSKOPI FTIR (*FOURIER TRANSFORM  
INFRARED*) DAN KEMOMETRIK**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan pendidikan di Fakultas Farmasi  
dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh

**Kharisma Maulana Damarwan**

**NIM 162210101141**

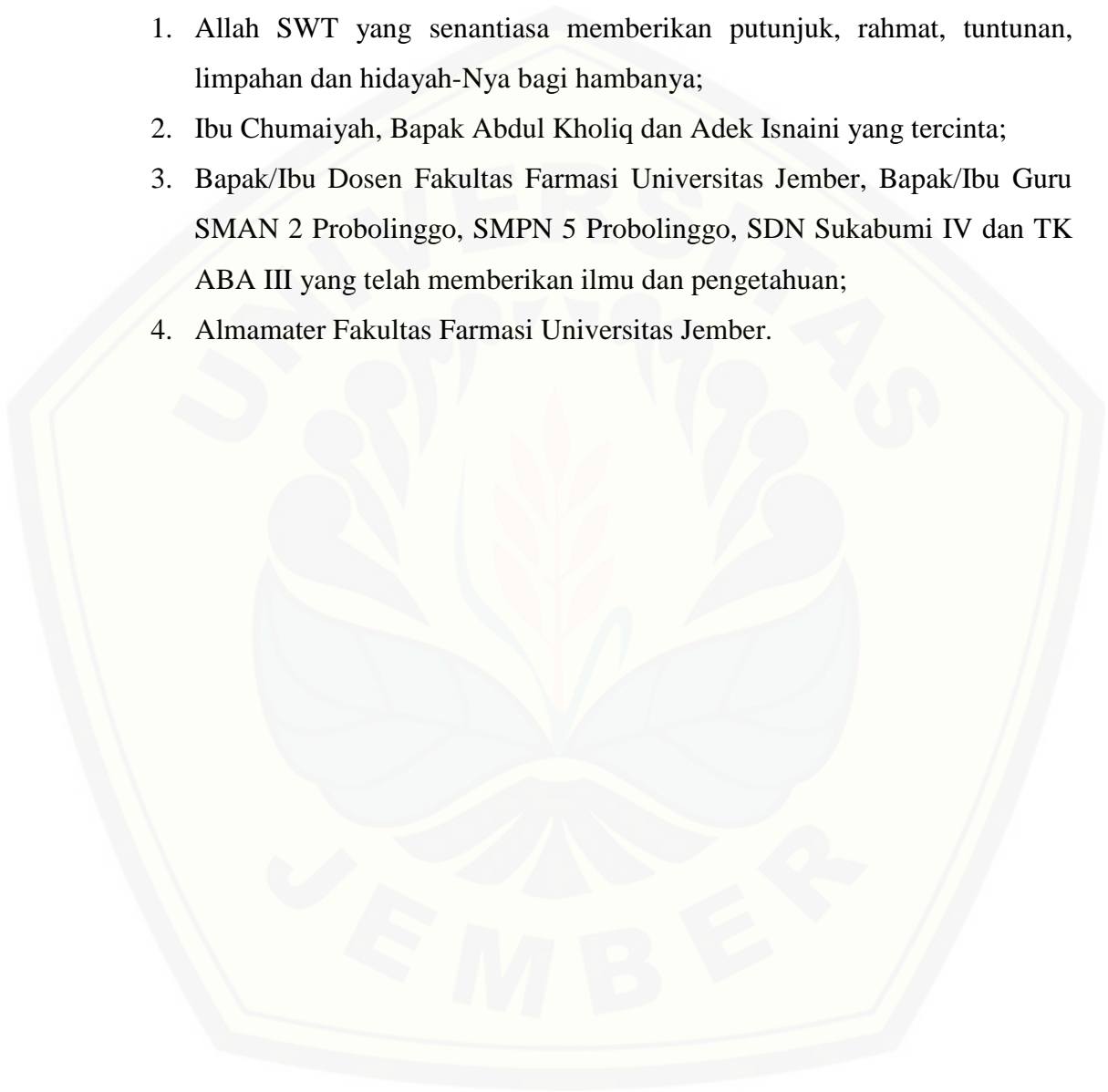
**BAGIAN KIMIA FARMASI  
FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS JEMBER**

**2020**

## PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Allah SWT yang senantiasa memberikan petunjuk, rahmat, tuntunan, limpahan dan hidayah-Nya bagi hambanya;
2. Ibu Chumaiyah, Bapak Abdul Kholiq dan Adek Isnaini yang tercinta;
3. Bapak/Ibu Dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember, Bapak/Ibu Guru SMAN 2 Probolinggo, SMPN 5 Probolinggo, SDN Sukabumi IV dan TK ABA III yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;
4. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember.



### MOTTO

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya. Ia mendapat pahala (dari kebajikan) yang diusahakannya dan ia mendapat siksa (dari kejahatan) yang dikerjakannya.”

(QS. Al-Baqarah : 286)

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai dari sesuatu urusan, kerjakanlah dengan sungguh-sungguh urusan yang lain. Dan hanya kepada Tuhan-mulah hendaknya kamu berharap.”

(QS. Al-Insyirah : 6-8)

“Memulai dengan penuh keyakinan. Menjalankan dengan penuh keikhlasan. Menyelesaikan dengan penuh kebahagiaan.”

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Kharisma Maulana Damarwan

NIM : 162210101141

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Penentuan Kadar Etanol pada Parfum dengan Metode Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan Kemometrik” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Juli 2020

Yang menyatakan,

Kharisma Maulana D

NIM 162210101141

**SKRIPSI**

**PENENTUAN KADAR ETANOL PADA PARFUM DENGAN  
METODE SPEKTROSKOPI FTIR (*FOURIER TRANSFORM  
INFRARED*) DAN KEMOMETRIK**

Oleh:

Kharisma Maulana Damarwan

NIM 1622101010141

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : apt. Nia Kristiningrum, S.Farm., M.Farm.

Dosen Pembimbing Anggota : apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm.,

**PENGESAHAN**

Skripsi berjudul “Penentuan Kadar Etanol pada Parfum dengan Metode Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan Kemometrik” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

**Tim Pembimbing**

Dosen Pembimbing Utama,

Dosen Pembimbing Anggota,

apt. Nia Kristiningrum, S.Farm., M.Farm.  
NIP. 198204062006042001

apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm.,  
NIP. 198304282008122004

**Tim Penguji**

Dosen Penguji I

Dosen Penguji II

apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm.  
NIP. 197604142002122001

apt. Ari Satia N, S.F., GDipSc.,MSc res.,PhD.,  
NIP. 197807212003121001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm.  
NIP. 197604142002122001

## RINGKASAN

**Penentuan Kadar Etanol pada Parfum dengan Metode Spektroskopi Ftir (*Fourier Transform Infrared*) dan Kemometrik;** Kharisma Maulana Damarwan, 162210101141; 2020; 95 halaman; Fakultas Farmasi, Universitas Jember.

Kosmetika adalah campuran bahan dipergunakan pada bagian tubuh tetapi tidak termasuk obat. Produk kosmetik dibutuhkan oleh laki-laki maupun perempuan. Salah satu produk kosmetik adalah parfum, parfum merupakan campuran dari minyak esensial harum, fiksatif, dan pelarut. Parfum digunakan dalam berbagai aplikasi, yaitu pewangi tubuh, kosmetik, produk perawatan pribadi dan produk pembersih rumah tangga. Adapun pelarut yang umum digunakan dalam parfum adalah etanol. Paparan etanol pada kulit secara berulang atau berkepanjangan dapat menyebabkan reaksi alergi seperti gatal, kemerahan, nyeri, peradangan. Preparat yang mengandung lebih dari 50% v/v etanol dapat menyebabkan iritasi pada kulit ketika terjadi kontak langsung antara preparat tersebut dengan kulit.

Pada penelitian ini, metode yang digunakan dalam penentuan kadar etanol yaitu dengan menggunakan spektroskopi FTIR. Metode spektroskopi FTIR dipilih karena dapat secara serentak mengukur intensitas transmisi pada berbagai panjang gelombang sehingga hasil spektrum dapat diperoleh secara cepat, pada panjang gelombang yang luas dan dengan menggunakan sedikit sampel, energi yang diperlukan hanya sedikit namun data spektrum yang dihasilkan saling tumpang tindih sehingga dibutuhkan analisis multivariat yaitu kemometrik. Analisis multivariat dapat digunakan pada penelitian ini yaitu dengan metode *Partial Least Squares* (PLS), *Support Vector Regression* (SVR), dan *Principal Component Regression* (PCR). Kadar etanol pada parfum ditetapkan menggunakan metode kromatografi gas sebagai metode pembandingnya. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui apakah model kalibrasi spektroskopi FTIR dan kemometrik yang terbentuk dapat digunakan untuk menentukan kadar etanol pada parfum serta untuk mengetahui ada atau tidak perbedaan yang signifikan antara kadar etanol yang didapatkan dari metode spektroskopi FTIR dengan kromatografi gas.



Berdasarkan hasil penelitian, model kalibrasi PLS dengan menggunakan *preprocessing* merupakan model yang terpilih dalam memberikan hasil terbaik daripada SVR dan PCR dengan nilai  $R^2$  kalibrasi sebesar 0,999596;  $R^2$  validasi sebesar 0,9988591; RMSEC sebesar 0,5838451; RMSECV sebesar 0,9857048. Model kalibrasi yang telah terbentuk kemudian divalidasi menggunakan LOOCV (*Leave-One-Out-Cross Validation*) dan 2-FCV (*2-Fold Cross-Validation*). Hasil dari LOOCV menunjukkan bahwa hasil yang bagus karena telah memenuhi parameter nilai  $R^2 > 0,90$  sedangkan untuk 2-FCV menghasilkan  $R^2$  sebesar 0,9921404

Model kalibrasi PLS yang telah divalidasi kemudian diaplikasikan kepada sampel nyata berupa parfum yang ada dipasaran (minimarket) dengan merek Vitalis, Evangeline, Casablanca, Fres dan Izzi. Kadar etanol yang diperoleh dengan menggunakan metode Spektroskopi FTIR dan kemometrik pada parfum merek Vitalis sebesar 64,655%; Evangeline sebesar 64,031%; Casablanca sebesar 58,072%; Fres sebesar 61,563%; Izzi sebesar 55,162%. Hasil analisis kemudian dibandingkan dengan kadar etanol yang didapatkan dari metode kromatografi gas. Hasil penentuan kadar dari kedua metode tersebut kemudian dianalisis menggunakan Uji T Sampel Berpasangan untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan dari metode spektroskopi FTIR dan kemometrik dengan metode kromatografi gas. Hasil dari analisis dengan menggunakan Uji T Sampel berpasangan menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara kedua metode tersebut karena nilai dari signifikansi yang dihasilkan sebesar 0,682 ( $>0,05$ ).

## PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Penentuan Kadar Etanol pada Parfum dengan Metode Spektroskopi Ftir (*fourier transform infrared*) dan Kemometrik”. Skripsi ini disusun guna memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan studi di Fakultas Farmasi (S1) dan gelar Sarjana Farmasi.

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya skripsi ini berkat campur tangan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang tiada terhingga kepada:

1. Allah SWT, atas izin dan pertolongan-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi untuk mencapai gelar sarjana;
2. Bapak Abdul Kholiq, ibu Chumaiyah, dan Adek Isnaini atas kasih sayang, dukungan, nasihat, pengorbanan, semangat, dan do'a yang senantiasa mengiringi setiap langkah bagi perjuangan dan keberhasilan penulis;
3. Ibu apt. Lesty Wulandari, S.Si., M.Farm selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
4. Ibu apt. Nia Kristiningrum, S.Farm., M.Farm selaku Dosen Pembimbing Utama, dan Ibu apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, pikiran, tenaga serta perhatiannya untuk memberikan ilmu, bimbingan, dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
5. Ibu apt. Lesty Wulandari, S.Si., M.Farm dan Bapak apt. Ari Satia N, S.F., GDipSc.,MSc res.,PhD. selaku Dosen Penguji yang telah berkenan untuk menguji skripsi ini dan memberikan masukan serta saran untuk perkembangan diri penulis dan skripsi ini;

6. Ibu apt. Ika Norcahyanti, S.Farm., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah meluangkan banyak waktu untuk membimbing dalam masa perkuliahan penulis;
7. Seluruh Dosen dan staf karyawan Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah mengajarkan ilmu pengetahuan yang berguna dalam menyelesaikan skripsi;
8. Bu Hani dan Bu Wayan yang telah bersedia dengan sabar memberikan banyak bantuan selama menempuh penelitian ini;
9. Partner terbaik, Jihan Ulya Ulinuha yang selalu memberikan motivasi, semangat, doa dan tiada hentinya selalu menghibur dalam suka dan duka;
10. Om Sukardi, Tante Hindun dan Adik Rafi yang selalu memberikan doa, dukungan, dan motivasi selama perkuliahan dan proses mengerjakan skripsi ini;
11. Para sahabat terbaik (Afrian, Azzam, Zion, Hendri, Umul, Iqbal, Ihza, Dimas W, Didit, Rofiq, Ajik, Sofian Dimas, Dana, Febrian, Muhdar, Eva, Vinda, Sabda, Rifdah, Fania, Lailul, Tiara, Ela') yang telah menemani dalam suka dan duka;
12. Teman-teman BEMF Farmasi Universitas Jember (Kabinet Ranger, kabinet Pioneer, kabinet Pandawa), khususya teman-teman KISMIS yang telah menemani berorganisasi di Fakultas Farmasi Universitas Jember;
13. Departemen Internal (Kak Joppy, Kak Afi, Kak Dewi, Cocol, Intan Boy, Dela) yang telah memberikan doa dan semangat dalam mengerjakan skripsi ini;
14. Teman-teman The Genk khususnya Coach Utoro yang telah memberikan dukungan motivasi dalam mengerjakan skripsi ini;
15. Teman-teman Fakultas Farmasi angkatan 2016 (MORFIN), khususnya kelas C yang menemani penulis selama perkuliahan dan dalam proses pengerjaan skripsi ini;

16. Pejuang lab kimia (Rofiq, Yunita, Arin, Gina, Umi, Kiki, Veni, Luluk, Lailul, Tiara, Ela') yang memberikan semangat selama skripsi;
17. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung atas bantuan dan kerjasamanya.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan kritik dari semua pihak demi kesempurnaan penulisan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Juli 2020

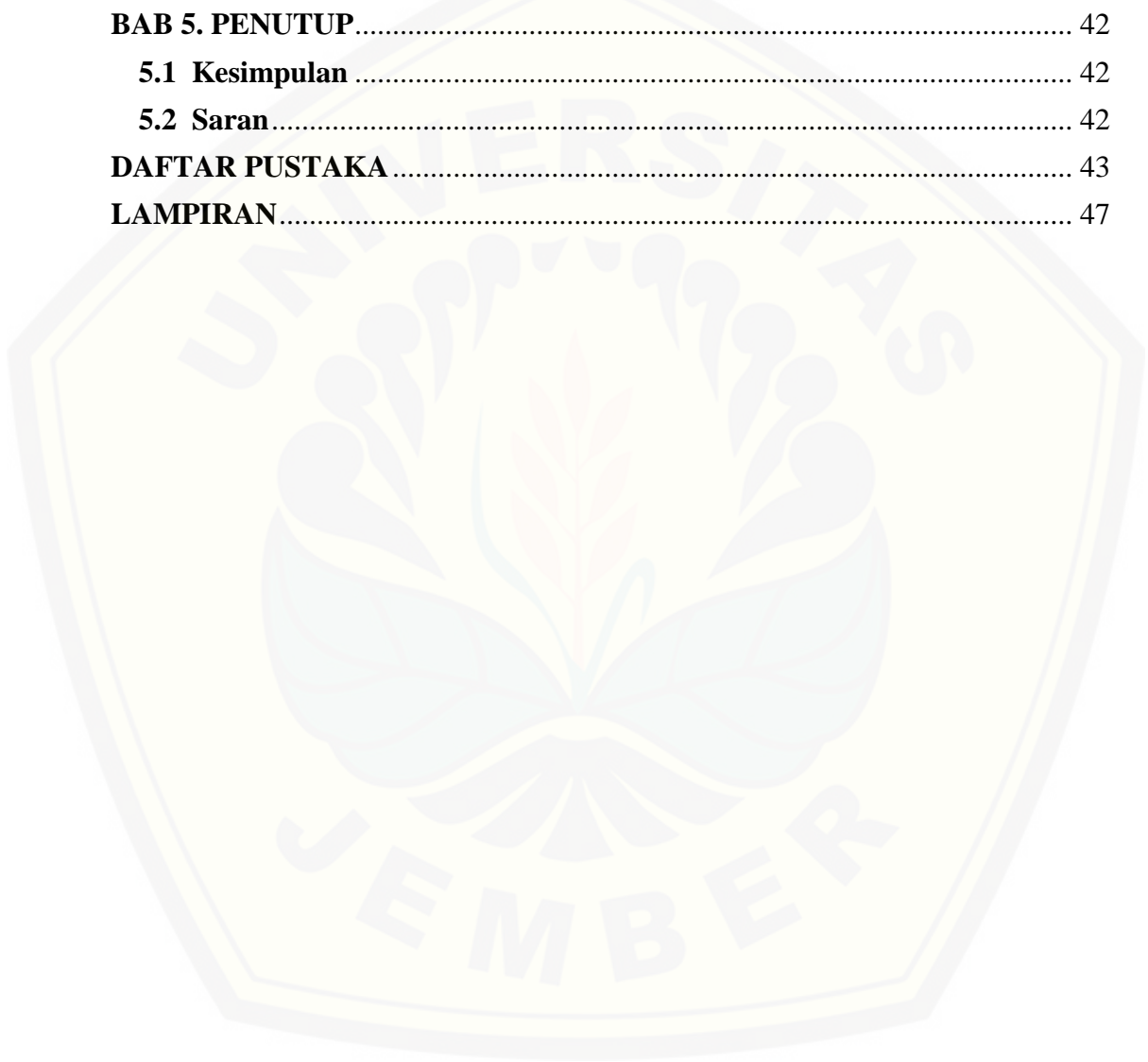
Penulis

**DAFTAR ISI**

<b>HALAMAN SAMPUL</b> .....	i
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	iii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iv
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN</b> .....	vi
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vii
<b>RINGKASAN</b> .....	viii
<b>PRAKATA</b> .....	x
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xvi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xviii
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Tujuan Penelitian</b> .....	3
<b>1.4 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Tinjauan tentang Kosmetika</b> .....	5
2.1.1 Definisi Kosmetika .....	5
2.1.2 Penggolongan Kosmetika .....	5
<b>2.2 Tinjauan tentang Sediaan Kosmetika Parfum</b> .....	6
2.2.1 Sejarah Parfum.....	6
2.2.2 Definisi dan Klasifikasi Parfum.....	7
<b>2.3 Tinjauan tentang Etanol</b> .....	8
<b>2.4 Tinjauan tentang Spektroskopi FTIR</b> .....	9
<b>2.5 Tinjauan tentang Kromatografi Gas</b> .....	12

<b>2.6 Tinjauan tentang Analisis Kemometrik dengan <i>The Unscrambler</i></b> .....	14
2.6.1 <i>Partial Least Square</i> (PLS).....	15
2.6.2 <i>Principal Component Regression</i> (PCR).....	15
2.6.3 <i>Support Vector Machine Regression</i> (SVR).....	16
<b>2.7 Tinjauan tentang Validasi Silang</b> .....	16
2.7.1 <i>Leave-One-Out-Cross Validation</i> (LOOCV).....	16
2.7.2 <i>2-Fold Cross-Validation</i> .....	17
<b>BAB III. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	18
<b>3.1 Jenis Penelitian</b> .....	18
<b>3.2 Tempat dan Waktu Penelitian</b> .....	18
<b>3.3 Variabel Penelitian</b> .....	18
3.3.1 Variabel Bebas .....	18
3.3.2 Variabel Terikat .....	18
3.3.3 Variabel Terkendali .....	18
<b>3.4 Definisi Operasional</b> .....	18
<b>3.5 Rancangan Penelitian</b> .....	19
<b>3.6 Alat dan Bahan Penelitian</b> .....	19
3.6.1 Alat Penelitian.....	19
3.6.2 Bahan Penelitian .....	20
<b>3.7 Alur Penelitian</b> .....	21
<b>3.8 Prosedur Penelitian</b> .....	22
3.8.1 Pengumpulan Bahan .....	22
3.8.2 Pembuatan Sampel Simulasi.....	22
3.8.3 Pengukuran Sampel Simulasi dengan Menggunakan Spektroskopi FTIR .....	24
3.8.4 Pembentukan Model Kalibrasi.....	24
3.8.5 Validasi Model Kemometrik .....	25
3.8.6 Aplikasi Sampel yang Beredar di Pasaran .....	25
3.8.7 Analisis Data.....	27
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	28
<b>4.1 Pengumpulan Sampel</b> .....	28
<b>4.2 Pembuatan Sampel Simulasi Parfum</b> .....	29

4.3 Spektrum IR sampel simulasi parfum <i>Training set</i> dan <i>Test set</i> .....	29
4.4 Pembentukan Model Kalibrasi .....	31
4.5 Validasi Model Kalibrasi .....	35
4.6 Penerapan Model Terpilih pada Sampel Nyata .....	37
4.7 Penentuan Kadar Etanol dengan Metode Kromatografi Gas.....	38
4.8 Analisis Data Menggunakan Program IBM SPSS .....	41
<b>BAB 5. PENUTUP</b> .....	42
<b>5.1 Kesimpulan</b> .....	42
<b>5.2 Saran</b> .....	42
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	43
<b>LAMPIRAN</b> .....	47



**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Daftar bilangan gelombang spektroskopi FTIR.....	10
Tabel 3.1 Komposisi sampel <i>training set</i> .....	23
Tabel 3.2 Komposisi sampel <i>test set</i> .....	24
Tabel 3.3 Komposisi larutan standar baku.....	26
Tabel 4.1 Sampel nyata dikumpulkan dari beberapa minimarket.....	28
Tabel 4.2 Hasil model kalibrasi sampel <i>training set</i> tanpa <i>preprocessing</i> .....	33
Tabel 4.3 Hasil model kalibrasi sampel <i>training set</i> dengan <i>preprocessing</i> .....	35
Tabel 4.4 Hasil validasi LOOCV model kalibrasi PLS <i>preprocessing</i> .....	36
Tabel 4.5 Nilai rata-rata, SD dan CV dari parfum sampel nyata .....	37
Tabel 4.6 Area standar baku pada kromatografi gas.....	38
Tabel 4.7 Hasil penentuan kadar etanol sampel nyata pada kromatografi gas .....	40
Tabel 4.8 Hasil penentuan kadar etanol pada sampel nyata.....	41



**DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1 Struktur Kimia Etanol .....	9
Gambar 2.2 Komponen dasar spektroskopi FTIR (Stuart, 2004) .....	11
Gambar 2.3 Skema interferometer FTIR (Christian, 1994) .....	11
Gambar 2.4 Prinsip ATR (Sun, 2008).....	12
Gambar 2.5 Skema kromatografi gas (Christian, 1994) .....	13
Gambar 3.1 Skema Alur Penelitian.....	21
Gambar 4.1 Spektra IR sampel simulasi parfum <i>Training Set</i> (a) dan <i>Test set</i> (b)	30
Gambar 4.2 Model PLS (a), Model PCR (b) dan Model SVR (c) tanpa menggunakan <i>preprocessing</i> .....	33
Gambar 4.3 Model PLS (a), Model PCR (b), dan Model SVR (c) menggunakan <i>preprocessing</i> .....	34
Gambar 4.4 Hasil metode validasi 2-FCV .....	37
Gambar 4.5 Kurva kalibrasi standar etanol pada kromatografi gas .....	39

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Alat Dan Bahan Yang Digunakan .....	47
A.1 Bahan-Bahan Sampel Simulasi Parfum .....	47
A.2 Sampel Parfum di Pasaran.....	47
A.3 Sampel <i>Training Set</i> dan <i>Test Set</i> .....	48
A.4 Larutan Standar, Larutan Sampel Nyata dan <i>n</i> -butanol .....	49
A.5 Kurva Kalibrasi Standar Baku Kromatografi Gas .....	49
A.6 Instrumen.....	50
A.7 Sertifikat Kemurnian Bibit Parfum .....	50
LAMPIRAN B. Spektra Hasil <i>Scanning</i> dengan FTIR .....	51
B.1 Spektrum Standar Etanol.....	51
B.2 Spektra Matriks .....	51
B.3 Spektra <i>Training Set</i> , <i>Test Set</i> dan Sampel Nyata .....	53
LAMPIRAN C. Perhitungan Sampel <i>Training Set</i> dan <i>Test Set</i> .....	56
C.1 Sampel <i>Training Set</i> .....	56
C.2 Sampel <i>Test Set</i> .....	58
LAMPIRAN D. Hasil Analisis dengan menggunakan Kemometrik .....	59
D.1 Model PLS <i>preprocessing</i> .....	59
D.2 Model PCR <i>preprocessing</i> .....	59
D.3 Model SCR <i>preprocessing</i> .....	59
D.4 Hasil dari Validasi Model Kalibrasi PLS LOOCV .....	60
D.5 Hasil dari Validasi Model Kalibrasi PLS 2-FCV.....	61
D.6 Hasil dari Prediksi Sampel Nyata Parfum di Pasaran .....	61
LAMPIRAN E. Perhitungan Preparasi Kurva Baku dan Sampel Nyata .....	65
E.1 Perhitungan Preparasi Kurva Baku.....	65
E.2 Perhitungan Preparasi Sampel Nyata .....	65
LAMPIRAN F. Hasil Penentuan Kadar etanol dengan Kromatografi Gas .....	66
F.1 Hasil Kurva Baku.....	66
F.2 Perhitungan Hasil Kadar Etanol Pada Sampel Nyata .....	67
LAMPIRAN G. Hasil Analisis Uji T Sampel Berpasangan .....	76
G.1 Hasil Uji Normalitas.....	76
G.2 Hasil Uji T Sampel Berpasangan .....	76

## BAB I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Di Indonesia kosmetik telah dipakai secara luas. Sejak 40 tahun belakangan ini, kosmetik berkembang sangat pesat. Kosmetik adalah sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh manusia, seperti: epidermis, rambut, kuku, bibir, kulit dll (Tranggono dan Latifah, 2007). Kosmetika adalah campuran bahan untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan atau disemprotkan, dipergunakan pada bagian tubuh untuk membersihkan, memelihara, dan menambah daya tarik tetapi tidak termasuk obat (Permenkes, 1976). Dari definisi ini, dapat dimaksudkan bahwa kosmetika tidak untuk mengobati dan menyembuhkan penyakit.

Produk kosmetik dibutuhkan oleh laki-laki maupun perempuan. Produk kosmetik tersebut dipakai berulang disetiap harinya pada bagian tubuh sehingga diperlukan syarat aman dalam pemakaian (Tranggono dan Latifah, 2007). Penggolongan kosmetik menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI Nomor : 045/C/SK/1977 ada 13 kelompok, salah satunya adalah preparat wangi-wangian misalnya parfum.

Parfum merupakan campuran dari minyak esensial harum dan senyawa aroma, fiksatif, serta pelarut. Parfum digunakan dalam berbagai aplikasi, yaitu pewangi tubuh, kosmetik, produk perawatan pribadi dan produk pembersih rumah tangga (Schreiber, 2005). Dahulu orang membuat wewangian menggunakan campuran dari tanaman herbal, rempah dan juga bunga. Pada abad ke-14, mulai diproduksi parfum modern yang terbuat dari campuran minyak wangi dan alkohol (Herz, 2011). Alkohol berfungsi sebagai pelarut dalam parfum. Adapun pelarut yang umum digunakan dalam parfum adalah aseton, benzena, sikloheksana, dietil ftalat, etanol, gliserol, gliseril, triasetat, n-heksana, isopropil alkohol dan air (Panda, 2010).

Salah satu alkohol yang umum digunakan sebagai pelarut pada parfum adalah etanol. Etanol adalah senyawa yang mempunyai gugus fungsional ( $-OH$ )

yang berikatan secara kovalen dengan atom karbon. Etanol berasal dari proses fermentasi enzimatik terkontrol dari pati, gula, atau karbohidrat lainnya (Rowe dkk., 2009). Etanol merupakan cairan yang mudah menguap, tidak berwarna, serta memiliki bau yang khas. Etanol memiliki kelarutan yang baik dalam air, eter, kloroform dan aseton (Liebenberg dkk., 2018). Etanol merupakan senyawa yang mudah terbakar. Paparan etanol pada tubuh memiliki beberapa efek buruk pada kesehatan mata, kulit dan pernafasan, serta dapat menyebabkan depresi sistem saraf pusat dan kanker (Liebenberg dkk., 2018).

Penentuan kadar etanol dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu metode Kromatografi gas, *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC), metode enzim dan metode hidrometer etanol (Primadevi dan Kresnadipayana, 2016). Adapun metode yang paling sering digunakan yaitu kromatografi gas, tetapi kromatografi gas mempunyai beberapa kekurangan yaitu pemisahannya hanya terbatas pada sampel yang mudah menguap, tidak cocok untuk sampel yang labil secara termal, sulit memisahkan campuran untuk sampel dalam jumlah besar, dan membutuhkan spektroskopi massa untuk konfirmasi identitas puncak (McNair dan Miller, 2009). Pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode penentuan kadar etanol dengan menggunakan spektroskopi FTIR (*Fourier transform infrared spectroscopy*) dan kemometrik.

FTIR (*Fourier transform infrared spectroscopy*) adalah teknik instrumental yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang ada dalam senyawa organik dan anorganik dengan mengukur penyerapan radiasi inframerah pada rentang panjang gelombang (Brian, 2011). Spektroskopi FTIR adalah teknik cepat, tidak merusak dengan persiapan sampel minimum yang diperlukan, dan preparasi sampel yang sederhana. Alat spektroskopi FTIR sangat baik untuk analisis kuantitatif dan juga penentuan kualitatif senyawa organik (Vlachos dkk., 2006). Kelebihan lain dari spektroskopi FTIR adalah sensitivitasnya tinggi, pemrosesan data spektrum yang ditawarkan FTIR sangat sempurna, pembacaan nilai absorbansi yang objektif sehingga gangguan absorbansi yang tidak diinginkan dapat diminimalkan, dan juga spektrum dapat dipanggil kembali untuk digunakan dalam jangka waktu yang panjang (Koenig, 1975).

Pengolahan data spektrum FTIR dilakukan dengan menggunakan metode statistik multivariat. Kelebihan dari metode statistik multivariat yaitu dapat mengekstrak informasi spektrum yang diperlukan dari spektrum inframerah dan menggunakan informasi spektrum ini sebagai aplikasi kuantitatif dan kualitatif. Metode statistik multivariat ini biasanya disebut metode kemometrik (Ritz dkk., 2011).

Analisis kuantitatif dapat dibentuk model kalibrasi multivariat misalnya dengan metode *Partial Least Squares* (PLS), *Support Vector Regression* (SVR), dan *Principal Component Regression* (PCR) untuk mengetahui kadar etanol pada model kalibrasi yang sudah dibuat. Hasil nilai kadar analisis secara kuantitatif yang didapatkan dengan spektroskopi FTIR akan dibandingkan dengan hasil nilai kadar pada analisis menggunakan kromatografi gas.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka rumusan masalah yang diperoleh adalah:

1. Apakah model kalibrasi spektroskopi FTIR dan Kemometrik dapat digunakan untuk menentukan kadar etanol pada parfum?
2. Apakah kadar etanol pada sampel nyata yang di tetapkan dengan metode Spektroskopi FTIR dan kemometrik memiliki nilai yang tidak berbeda signifikan jika dibandingkan dengan metode kromatografi gas?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian berdasarkan rumusan masalah diatas adalah:

1. Untuk mengetahui apakah model kalibrasi spektroskopi FTIR dan kemometrik yang terbentuk dapat digunakan untuk menentukan kadar etanol pada parfum.

2. Untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan antara kadar etanol yang ditetapkan dengan metode Spektroskopi FTIR dan kemometrik dibandingkan dengan metode kromatografi gas.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan pengetahuan dan juga informasi tentang metode analisis etanol yang lebih cepat, non-destruktif terhadap sampel, serta relatif sederhana dan mudah dalam menganalisis.
2. Memberikan pengetahuan tentang kandungan senyawa etanol yang terdapat pada beberapa parfum.
3. Bagi mahasiswa dapat mengasah kemampuan dan kreativitas di bidang kimia analisis dan instrument farmasi.

## BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tinjauan tentang Kosmetika

#### 2.1.1 Definisi Kosmetika

Asal mula kata kosmetik yaitu dari kata kosmetikos (Yunani) yang mempunyai arti “berhias”. Sejak dahulu kosmetik telah dikenal oleh manusia. Di daerah Mesir, tepatnya 3500 tahun Sebelum Masehi kosmetik sudah dibuat dari berbagai bahan alam misalnya dari tumbuhan, hewan ataupun bahan alami lainnya. (Tranggono dan Latifah, 2007). Kosmetik adalah sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh misalnya pada kulit, rambut, kuku, bibir, dan lain-lain. Ini dipergunakan untuk mewangikan, membersihkan, melindungi ataupun dipergunakan untuk memelihara tubuh. Namun, tidak dapat untuk menyembuhkan penyakit. Menurut peraturan kepala Badan POM RI Nomor 19 Tahun 2015, kalimat “tidak dapat untuk menyembuhkan penyakit” ini, diartikan bahwa kosmetik tidak mempengaruhi struktur pada kulit pengguna kosmetik. Namun, apabila kosmetik tersebut berbahan dasar kimia maka organ pada tubuh yang diberi misalkan pada kulit akan mengakibatkan reaksi atau perubahan pada kulit yang terpapar (Tranggono dan Latifah, 2007). Karena tidak ada yang tidak menimbulkan efek / bersifat *indeferens* pada bahan kimia.

#### 2.1.2 Penggolongan Kosmetika

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI Nomor: 045/C/SK/1977 tanggal 22 Januari 1977. Berdasarkan penggunaannya, kosmetik digolongkan menjadi 13 kelompok, yaitu preparat untuk bayi, preparat untuk mandi, preparat untuk mata, preparat untuk wangi-wangian, preparat untuk rambut, preparat pewarna rambut, preparat make up, preparat untuk kebersihan mulut, preparat untuk kebersihan badan, preparat kuku, preparat perawatan kulit, preparat cukur, preparat untuk suntan dan *sunscreen*.

## 2.2 Tinjauan tentang Sediaan Kosmetika Parfum

### 2.2.1 Sejarah Parfum

Parfum telah ada sejak 4000 tahun yang lalu pada zaman Mesopotamia dalam bentuk dupa. Kata parfum berasal dari bahasa latin “*per*” yang berarti melalui dan “*fumum*” yang berarti asap, sehingga *perfumum* memiliki arti melalui asap (Secondini, 1990). Seni membuat parfum berawal di Mesopotamia dan Mesir kuno, kemudian dikembangkan dan disempurnakan oleh Romawi dan Persia. Esens aromatik asli yang digunakan dalam wewangian adalah herba dan rempah-rempah seperti ketumbar dan *myrtle*. Pemakaian wangi-wangian secara pribadi pertama kali dicatat oleh orang Mesir yang memasukkan bunga, herba dan rempah-rempah ke dalam kerucut lilin yang mereka pakai di kepala. Saat lilin tersebut meleleh, campuran aromatik mengalir keluar dan mengeluarkan aroma harum (Herz, 2011).

Filsuf Persia dan dokter Avicenna pada tahun 980-1037 memperkenalkan proses ekstraksi minyak dari bunga dengan metode penyulingan, dan metode ini masih digunakan sampai sekarang. Parfum mulai masuk ke Eropa pada abad ke-14. Pada tahun 1307, Ratu Elizabeth dari Hongaria memerintahkan untuk memproduksi parfum modern yang terbuat dari campuran minyak wangi dan alkohol (Herz, 2011). Pada abad ke-16 dan ke-17, minat mewangikan segalanya begitu luas hingga hewan peliharaan dan perhiasan pun dipulas dengan wangian favorit pemiliknya. Memasuki abad ke-18, parfum menduduki fashion yang tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan adanya usulan dari seorang ahli parfum Prancis, yaitu kelas yang berbeda harus memiliki aroma atau wewangian yang berbeda. Ahli parfum Prancis tersebut membuat parfum mewah untuk kaum bangsawan, parfum borjuis untuk kelas menengah, dan disinfektan untuk kaum miskin. Namun, pada pertengahan abad ke-19 reputasi parfum hancur karena munculnya pemahaman bahwa segala jenis aroma membawa penyakit. Pada awal hingga pertengahan abad ke-20, laki-laki dengan posisi sosial yang kredibel tidak menggunakan wewangian sama sekali, sementara perempuan dengan status sosial yang terhormat menggunakan wewangian dengan aroma bunga yang ringan (Classen dkk., 1994).



### 2.2.2 Definisi dan Klasifikasi Parfum

Parfum merupakan campuran dari minyak esensial harum dan senyawa aroma, fiksatif, serta pelarut. Parfum digunakan dalam berbagai aplikasi, yaitu pewangi tubuh, kosmetik, produk perawatan pribadi dan produk pembersih rumah tangga (Schreiber, 2005). Parfum alami atau dapat disebut sebagai minyak esensial dihasilkan dari ekstraksi bunga, akar, buah, daun, kayu, kulit kayu, getah dan biji. Sementara itu, parfum sintetis dihasilkan dari sintesis bahan kimia. Setiap parfum mengandung ratusan bahan kimia aromatik yang menghasilkan karakteristik bau dan aroma sendiri (Tengku Ab Ghani dkk., 2014)

Parfum mengandung puluhan hingga ratusan bahan, diantaranya yaitu (1) minyak atsiri, bahan ini merupakan hasil dari ekstraksi tumbuhan aromatik dan/atau bahan kimia aromatik sintetis yang dikelompokkan berdasarkan kelompok struktural (misal ester, aldehida, atau terpena); (2) fiksatif, bahan ini dapat berupa bahan alami atau sintetis yang memiliki fungsi untuk mengurangi laju penguapan, meningkatkan kekuatan bau yang dirasakan, dan meningkatkan stabilitas; dan (3) pelarut, bahan ini merupakan cairan yang digunakan untuk melarutkan minyak parfum (Herz, 2011). Adapun pelarut yang umum digunakan dalam parfum adalah aseton, benzena, sikloheksana, dietil ftalat, etanol, gliserol, gliseril, triasetat, n-heksana, isopropil alkohol dan air (Panda, 2010).

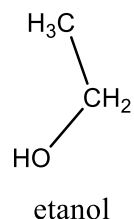
Secara umum, parfum diklasifikasikan menjadi 2 kelompok, yaitu modern dan tradisional. Parfum tradisional muncul pada awal abad ke-20 dan dikategorikan menjadi beberapa macam, diantaranya: (1) bunga tunggal, merupakan parfum yang memiliki aroma yang dominan hanya satu bunga; (2) buket bunga, merupakan parfum yang memiliki aroma kombinasi dari beberapa bunga; (3) oriental atau amber, merupakan parfum yang memiliki aroma manis dan sedikit hewani; (4) *woody*, merupakan parfum yang terbuat dari gaharu, cendana, cedarwood, dan vetiver yang memiliki aroma kayu; (5) *chypre*, merupakan parfum yang memiliki aroma bergamot, oakmoss, dan labdanum; (6) *fougère*, merupakan parfum dengan aroma herba dan kayu yang tajam menyerupai pakis. Parfum modern muncul setelah tahun 1945 dengan penemuan sintesis dan desain senyawa yang terbagi dalam beberapa kategori, diantaranya: (1) bright

floral, merupakan parfum yang dikombinasi dari kelompok parfum tradisional yaitu single floral dan floral bouquet; (2) Hijau, merupakan parfum dengan aroma rumput yang dipotong, daun hijai yang dihancurkan dan mentimun; (3) Aquatic/oceanic/ozonic, merupakan parfum dengan bahan dasar calone yang merupakan aroma sintesis yang memiliki nianan laut dan ozon; (4) jeruk, merupakan parfum dengan aroma berbasis jeruk; (5) fruity, merupakan parfum yang memiliki aroma buah-buahan selain jeruk; (6) gourmand, merupakan parfum dengan aroma makanan, seperti vanilla, tonka bean dan kumarin (Edward, 1983).

Tingkat konsentrasi minyak parfum dalam parfum menunjukkan bahwa semakin banyak konsentrasi minyak parfum, semakin kuat aroma dan semakin tahan lama. Menurut tingkat konsentrasi ini, parfum diklasifikasikan menjadi empat macam, yaitu parfum yang mengandung antara 15-30% senyawa aromatik, eau de parfum yang mengandung senyawa aromatik sebanyak 8-15%, eau de toilette dengan senyawa aromatik berkisar 4-8%, dan eau de cologne yang mengandung senyawa aromatik sebanyak 2-5%. Selain itu, parfum juga diklasifikasikan berdasarkan tipe aroma, antara lain *Chypre*, *Fougere*, *Marine/Ozonic*, *Oriental*, *Citrus*, *Green* dan *Gourmand* (Herz, 2011).

### 2.3 Tinjauan tentang Etanol

Etanol ( $C_2H_6O$ ) dapat disebut dengan etil alkohol atau etil hidroksida, merupakan senyawa yang dihasilkan dari proses fermentasi enzimatik terkontrol dari pati, gula, atau karbohidrat lainnya. Cairan hasil fermentasi tersebut mengandung etanol 15%, kemudian dilakukan distilasi fraksional agar diperoleh etanol 95% (Rowe dkk., 2009). Etanol merupakan pelarut organik, yang sering digunakan untuk pelarut dari minyak atsiri, parfum, antiseptik, dan digunakan dalam obat-obatan (Panda, 2010).



Gambar 2.1 Struktur Kimia Etanol

Struktur kimia etanol dapat dilihat pada gambar 2.1. Etanol merupakan cairan yang mudah menguap, tidak berwarna, serta memiliki bau yang khas. Etanol memiliki kelarutan yang baik dalam air, eter, kloroform dan aseton. Senyawa ini memiliki berat molekul (BM) 46,08 dengan berat jenis 0,789 g/ml. Titik didih etanol adalah 74-80°C, sedangkan titik lebur etanol adalah -130°C hingga -112°C (Liebenberg dkk., 2018).

Etanol memiliki sifat yang mudah terbakar. Paparan etanol pada tubuh memiliki beberapa efek buruk pada kesehatan mata, kulit dan pernafasan, serta dapat menyebabkan depresi sistem saraf pusat dan kanker. Paparan etanol pada mata dapat menyebabkan iritasi, mata kemerahan, nyeri, peradangan kornea hingga kerusakan kornea. Paparan etanol pada kulit secara berulang atau berkepanjangan dapat menyebabkan reaksi alergi seperti gatal, kemerahan, nyeri, peradangan, dan kemungkinan mengakibatkan infeksi sekunder (Liebenberg dkk., 2018). Preparat yang mengandung lebih dari 50% v/v etanol dapat menyebabkan iritasi pada kulit ketika terjadi kontak langsung antara preparat tersebut dengan kulit (Rowe dkk., 2009).

#### 2.4 Tinjauan tentang Spektroskopi FTIR

Spektroskopi FTIR (*Fourier transform infrared spectroscopy*) adalah teknik instrumental yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang ada dalam senyawa organik dan anorganik dengan mengukur penyerapan radiasi inframerah pada rentang panjang gelombang (Brian, 2011). Spektroskopi FTIR ini dapat secara serentak mengukur intensitas transmisi pada berbagai panjang gelombang sehingga hasil spektrum dapat diperoleh secara cepat, pada panjang gelombang yang luas dan dengan menggunakan sedikit sampel, energi yang

diperlukan hanya sedikit (Pomeranz dan Meloan, 1994). Daftar bilangan gelombang spektroskopi FTIR dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Daftar bilangan gelombang spektroskopi FTIR (Dachriyanus, 2004).

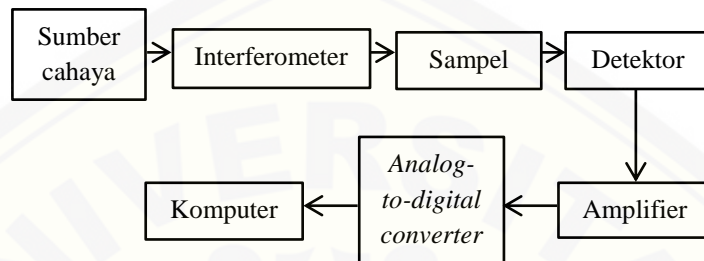
Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis Ikatan
3750-3000	O-H, N-H
3000-2700	-CH <sub>3</sub> , -CH <sub>2</sub> , C-H, C-H, dan aldehid
2400-2100	-C≡C-, C≡N
1900-1650	C=O
1675-1500	C=C (aromatic dan alifatik), C=N
1475-1300	C-H bending
1000-650	C=C-H, Ar-H bending

Komponen dari FTIR yaitu interferometer, jenis interferometer tertua dan yang paling umum digunakan saat ini adalah Interferometer Michelson. Dinamai setelah Albert Abraham Michelson yang pertama kali membangun interferometer di tahun 1880-an (Brian, 2011). Interferometer Michelson mampu menguraikan radiasi infra merah menjadi komponen-komponen frekuensi. Penggunaan dari Interferometer Michelson mempunyai banyak kelebihan dibandingkan dengan metode spektroskopi yang lainnya, seperti informasi dari struktur molekul yang diuji mampu didapatkan secara akurat dan mampu mengidentifikasi sampel dalam bentuk gas, cair maupun padat (Harmita, 2006). Interferometer Michelson ini dibedakan menjadi tiga bagian, diantaranya *beam splitter*, *moving mirror* dan *fixed mirror*. Dua bagian yaitu *moving mirror* dan *fixed mirror* saling tegak lurus, sedangkan *beam splitter* ini berguna untuk membagi berkas dari *moving mirror* dan *fixed mirror* menjadi 2 (Stuart, 2004). Hasil dari *scanning* interferometer yaitu interferogram yang tidak mampu untuk diinterpretasikan pada bentuk aslinya sehingga masih perlu untuk diolah kembali dengan proses matematika transformasi *Fourier* agar dapat menghasilkan spektrum IR (Pomeranz dan Meloan, 1994).

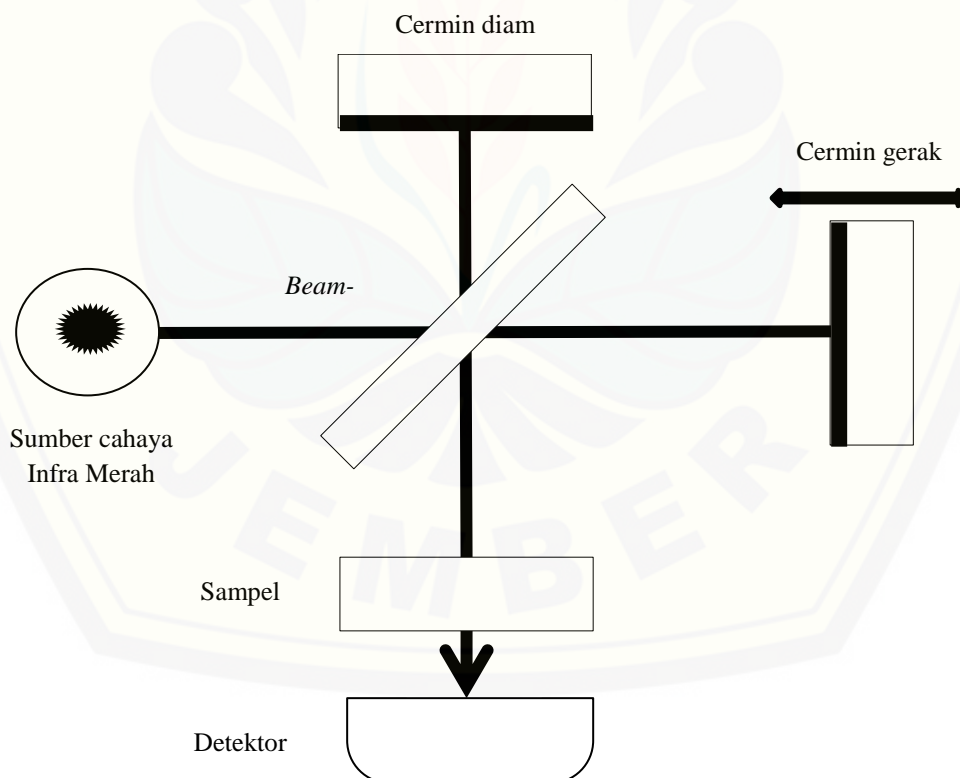
Komponen dasar FTIR adalah pertama sumber cahaya memancarkan radiasi melewati interferometer, kemudian menuju ke sampel dan diteruskan ke detektor. Selanjutnya amplifikasi sinyal, disini frekuensi yang tinggi sudah tereliminasi

oleh filter. Kemudian data dikonversi dalam bentuk digital oleh *analog-to-digital converter*, selanjutnya komputer mentransformasi *fourier* data digital dari *analog-to-digital converter* (Stuart, 2004).

Komponen dasar spektroskopi FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan skema interferometer FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Komponen dasar spektroskopi FTIR (Stuart, 2004)

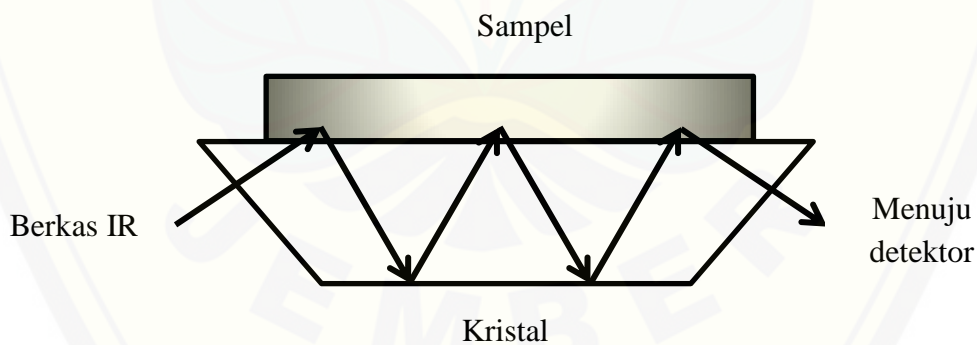


Gambar 2.3 Skema interferometer FTIR (Christian, 1994)

Pengembangan yang cukup menarik dari spektroskopi FTIR yaitu adanya teknik reflektans sederhana yang sering disebut *Attenuated Total Reflectance*

(ATR). ATR adalah teknik yang baik untuk sampling IR. ATR berfungsi untuk sampling permukaan bahan yang halus, diketahui bahwa bahan ini sangat tebal atau buram dalam pengukuran IR dengan transmisi. Teknik ATR sendiri bersifat *non-destruktif*, preparasi sampel sedikit atau dapat juga tidak memerlukan preparasi sampel, dan cepat. ATR ini dapat mengukur cairan (seperti pasta dan minyak), dapat juga mengukur padatan (seperti serbuk, kaca, daging, kertas, bahkan bahan yang berwarna gelap sekalipun), dan dapat mengukur bahan organik lainnya (Sun, 2008).

Saat berkas kontak dengan sampel, sistem ATR ini akan mengukur perubahan yang terjadi pada berkas IR yang terefleksi secara keseluruhan maupun internal. Radiasi dari *beam-splitter* akan menembus fraksi panjang gelombang diluar permukaan yang terefleksi. Berkas akan kehilangan energi, ketika sampel mengabsorpsi berkas secara selektif pada panjang gelombang tersebut. Berkas reflektan yang didapatkan, akan dibentuk dan diukur sebagai fungsi panjang gelombang oleh spektroskopi dan pada karakteristik spektrum absorbansi sampel akan dipengaruhi ketinggiannya (Stuart, 2004). Prinsip dari ATR ini dapat dilihat pada Gambar 2.4.

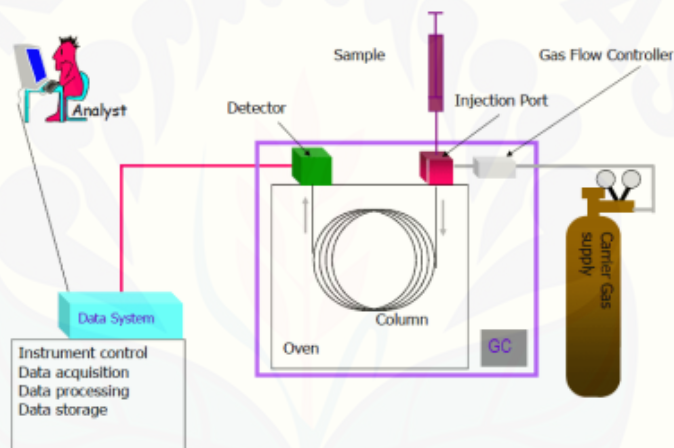


Gambar 2.4 Prinsip ATR (Sun, 2008)

## 2.5 Tinjauan tentang Kromatografi Gas

Pada tahun 1952 James dan Martin pertama kali memperkenalkan teknik kromatografi gas (Sparkman dkk., 2011). Kromatografi gas adalah salah satu teknik kromatografi yang mampu dipergunakan untuk mendeteksi senyawa yang

mudah menguap. Senyawa yang mudah menguap ini meliputi sebagian besar pelarut dan pestisida, berbagai komponen dalam rasa, minyak atsiri, bahan bakar hidrokarbon, Kriteria dalam menguap yaitu dalam kondisi vakum tinggi dan tekanan rendah mampu menguap serta mampu dipanaskan (Drozd, 1985). Kromatografi gas mempunyai 2 tipe, yaitu *gas-solid (adsorption) chromatography* (GSC) dan *gas-liquid (partition) chromatography* (GLC). Pada kromatografi gas-cair lebih sering digunakan, fase diamnya menggunakan kolom kapiler (Christian, 1994). Adapun skema kromatografi gas dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema kromatografi gas (Christian, 1994)

Pada kromatografi gas, fase gerak adalah gas yang inert atau tidak bereaksi, sedangkan fase diamnya adalah zat padat atau dapat juga zat cair (Khopkar, 2003). Cara kerja dari kromatografi gas adalah suatu fase gerak / gas pembawa yang biasanya digunakan hidrogen atau helium mengalir di bawah tekanan melewati pipa yang dipanaskan oleh fase diam cair pada suatu penyangga padat. Analit ini dimuatkan ke bagian atas kolom melalui suatu portal injeksi yang dipanaskan. Suhu oven diprogram agar meningkat secara bertahap. Terjadi pemisahan antar komponennya pada saat berada dalam kolom. Lamanya waktu relatif pemisahan ini tergantung yang dibutuhkan oleh semua komponen di fase diam (Sparkman dkk., 2011).

Derivatisasi adalah proses kimiawi guna mengubah suatu senyawa satu menjadi senyawa lain yang tidak merubah sifatnya agar menjadi lebih mudah menguap untuk dianalisis menggunakan kromatografi gas. Hal ini diberlakukan jika suatu senyawa sulit untuk menguap, misalnya karena adanya senyawa yang berat molekul besar, adanya gaya tarik-menarik inter molekuler antara gugus polar dan jika gugus polar ini ditutup maka cara derivatisasi ini dapat meningkatkan volatilitas senyawa (Drozd, 1985).

## 2.6 Tinjauan tentang Analisis Kemometrik dengan *The Unscrambler*

Spektrum IR mempunyai banyak informasi struktur molekuler yang terdiri dari vibrasi dan juga gerak rotasi. Molekul piliatom mempunyai banyak sekali gerakan molekuler dan membentuk serangkaian pita serapan yang spesifik untuk masing-masing molekul. Hal ini membuat spektroskopi FTIR menjadi metode analisis kuantitatif spektrum IR yang berguna, namun sulit dilakukan karena adanya spektrum serapan yang tumpang tindih dari molekul-molekul yang ditemukan di dalam sampel. Maka dari itu, agar dapat mengekstraksi informasi data spektrum IR yang sulit ini, diperlukan analisis multivariat yang biasa disebut metode kemometrik (Stchur dkk., 2002).

Metode kemometrik adalah metode matematik yang mampu mengatasi semua tipe permasalahan kimia (Miller dan Miller, 2010). Fungsi dari kemometrik adalah mencari korelasi statistik yang baik dari data spektrum dengan data parameter kimia untuk proses pengembangan model (Agustina dkk., 2015). Metode kemometrik sering diterapkan pada kondisi ketika tidak ada teori yang mampu untuk menyelesaikan atau mendiskripsikan suatu permasalahan, permasalahan ini menggunakan banyak variabel (multivariat). Kemudian terdapat hubungan tersembunyi antara data yang tersedia dengan informasi yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa metode kemometrik ini bertujuan untuk mendiskripsikan sistem permasalahan dan untuk menemukan hubungan tersembunyi tersebut (Gad dkk., 2013).



Terdapat perangkat lunak yang unggul dalam membantu menghasilkan laporan analisis, mampu bekerja pada kelompok data besar, dan memberikan kemajuan untuk memproses kalkulasi dalam metode analisis multivariat. Salah satu perangkat lunak tersebut adalah *The Unscrambler*. *The Unscrambler* adalah perangkat lunak yang spesifik dan baik untuk digunakan dalam analisis data multivariat. Tujuan dari *The Unscrambler* adalah untuk membantu menganalisis data multivariat dengan membentuk desain eksperimen. Terdapat juga satu permasalahan yang mampu diselesaikan oleh *The Unscrambler* yaitu mengklasifikasikan sampel yang belum diketahui ke dalam berbagai kategori (Miller dan Miller, 2005).

Metode multivariat dibagi dalam 2 jenis berdasarkan teknik analisisnya yaitu analisis kuantitatif dan kualitatif. Beberapa analisis kuantitatif seperti ; *Partial Least Square* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR) dan *Support Vector Regression* (SVR), sedangkan untuk analisis kualitatif seperti ; *Linier Discriminant Analysis* (LDA), *Principal Component Analysis* (PCA) dan *Soft Independent Modelling of Class Analogy* (SIMCA) (Roggo dkk., 2007). Metode analisis multivariat secara kuantitatif, tersebut di bawah ini ;

#### 2.6.1 *Partial Least Square* (PLS)

*Partial Least Square* (PLS) adalah salah satu metode kalibrasi yang sering digunakan dalam analisis kuantitatif dari data spektroskopi maupun yang lainnya (Abdollahi dkk., 2003). Penerapan dari metode PLS ini cukup mudah dan hasil dari model kalibrasinya sangat optimal (Amigo dkk., 2008). Data dengan jumlah banyak dan memiliki tingkat kolinearitas tinggi mampu dianalisis dengan metode ini (Kuno dan Matsuo, 2000). PLS bertujuan untuk menyusun hubungan antara dua matriks yang linear dan dapat membaca variabel spektrum data (X) dan nilai referensi (Y) (Roggo dkk., 2007) .

#### 2.6.2 *Principal Component Regression* (PCR)

*Principal Component Regression* (PCR) adalah metode analisis multivariat yang bekerja dengan cara mereduksi jumlah variabel komponen yang kemudian

dilanjutkan meregresi beberapa komponen utama yang baru kepada respon (Miller dan Miller, 2005). Prinsip dari PCR ini hampir sama secara keseluruhan dengan metode PLS, yang membedakannya yaitu cara penentuan komponen utamanya. Pada PCR, penentuan komponen utamanya ditentukan berdasarkan variasi maksimum data spektrum dan data respon (Roggo dkk., 2007).

### 2.6.3 *Support Vector Machine Regression (SVR)*

*Support Vector Machine Regression (SVR)* adalah metode kalibrasi yang digunakan pada pendekatan statistik untuk memprediksi seperti metode regresi (Basak dkk., 2007). Prinsip dari SVR didasari dari perhitungan fungsi regresi linear dalam ruang dimensi tinggi dan fungsi regresi nonlinearnya diinput dari data yang dipetakan (Basak dkk., 2007).

## 2.7 Tinjauan tentang Validasi Silang

Validasi silang (*cross validation*) adalah metode yang menggunakan data uji diluar data yang digunakan dalam penentuan regresi untuk menguji validitas model regresi (Pranowo dkk., 2010). Prinsip dari validasi silang ini berdasarkan pemisahan data, beberapa data digunakan untuk menyesuaikan masing-masing model yang bersaing dan data sisanya digunakan untuk mengukur kinerja prediksi model dengan kesalahan validasi. Model dengan keseluruhan kinerja terbaik yang akan dipilih. Ada beberapa tipe metode validasi silang yaitu *Leave-One-Out-Cross Validation (LOOCV)* dan *2-fold cross-validation* (Kohavi, 1995).

### 2.7.1 *Leave-One-Out-Cross Validation (LOOCV)*

*Leave-One-Out-Cross Validation (LOOCV)* berarti meninggalkan satu untuk validasi silang, yaitu dengan cara melibatkan beberapa sampel pengamatan tunggal dari sampel yang digunakan sebagai validasi data dan sampel yang tersisa dari pengamatan tunggal digunakan untuk *training set*. Validasi silang ini dilakukan secara berulang pada sampel dan juga digunakan sebagai data validasi (Kohavi, 1995).

### 2.7.2 2-Fold Cross-Validation

Metode *2-Fold Cross-Validation* ini sering dilakukan dengan cara membagi data sampel menjadi dua bagian yaitu *training set* dan test set. *Training set* digunakan untuk membuat model, sedangkan test set yang digunakan untuk memvalidasi model yang telah terbentuk (Kohavi, 1995).



### **BAB III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Penelitian ini termasuk dalam jenis penelitian *true experimental laboratories*. Tujuan dari penelitian ini untuk penetapan kadar etanol pada sampel parfum menggunakan metode spektroskopi FTIR dan kemometrik.

#### **3.2 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Fakultas Farmasi Universitas Jember. Waktu pelaksanaan mulai bulan april 2020 sampai selesai.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

##### **3.3.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas pada penelitian ini adalah sampel simulasi parfum dengan rentang konsentrasi etanol yang berbeda-beda.

##### **3.3.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat pada penelitian ini adalah nilai persentase (%) v/v kadar etanol yang terdapat dalam sampel parfum.

##### **3.3.3 Variabel Terkendali**

Variabel terkendali pada penelitian ini adalah metode penentuan kadar etanol menggunakan spektroskopi FTIR dan kemometrik serta Kromatografi Gas.

#### **3.4 Definisi Operasional**

1. Sampel bibit parfum diperoleh dari toko parfum di daerah Pasar Tanjung Jember.

2. Sampel nyata parfum pada penelitian ini dibeli dalam kondisi baru dari beberapa minimarket di daerah Jember yang komposisinya terdapat etanol.

### 3.5 Rancangan Penelitian

Langkah awal penelitian yaitu membuat sampel simulasi dengan cara mencampurkan bibit parfum, aquadest dan etanol pa dalam rentang konsentrasi etanol 0%; 5%; 10%; 15%; 20%; 25%; 30%; 35%; 40%; 45%; 50%; 55%; 60%; 65%; 70%; 75%; 80%; 85%; 90%; 95% untuk *training set* dan membuat sampel simulasi dengan cara mencampurkan bibit parfum, aquabidest dan etanol pa dalam rentang konsentrasi etanol 12,5%; 22,5%; 32,5%; 42,5%; 52,5%; 62,5%; 72,5%; 82,5%; dan 92,5% untuk *test set*, pembuatan sampel simulasi ini dilakukan kepada ketiga bibit parfum dengan konsentrasi yang sama. Tahap berikutnya dilakukan pembentukan model kalibrasi dan penetapan kadar etanol pada sampel parfum.

Pembentukan model kalibrasi dilakukan dengan metode spektroskopi FTIR dan Kemometrik. Model kalibrasi yang dibentuk meliputi PLS, PCR dan SVR. Model terpilih selanjutnya digunakan untuk penentuan kadar etanol dalam sampel nyata. Kadar yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan data kadar etanol menggunakan metode kromatografi gas.

### 3.6 Alat dan Bahan Penelitian

#### 3.6.1 Alat Penelitian

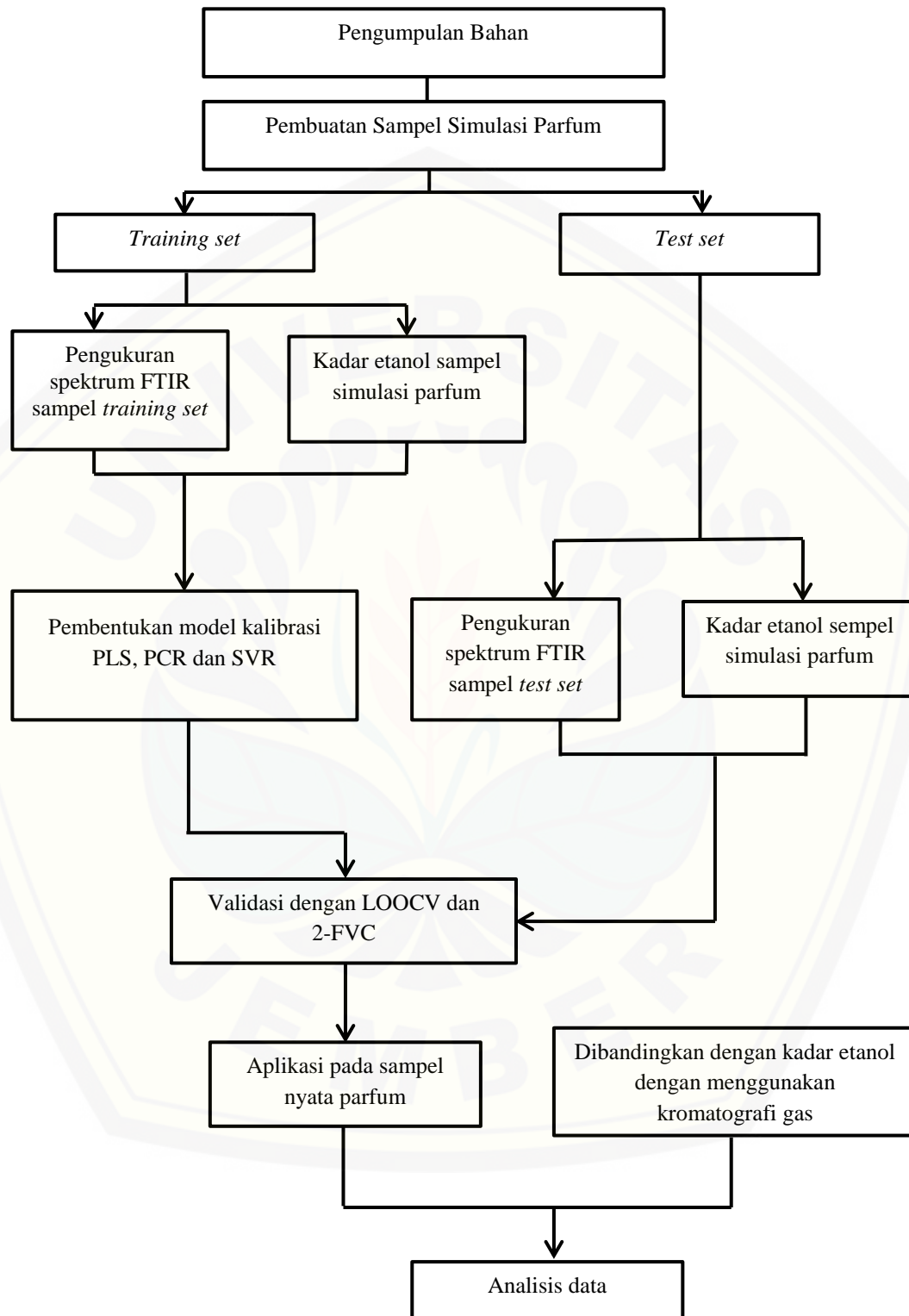
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Bruker Alpha* (Ettlingen, Germany), perangkat lunak OPUS (Ettlingen, Germany), perangkat lunak *The Unscrambler X 10.2* (Oslo, Norway), Kromatografi gas (GC-FID Thermo *Scientific-Trace 1300*), vial 10 mL, *micropipet* 1000  $\mu$ L, tisu, *beaker glass*.

### 3.6.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah etanol p.a, *n*-butanol, aluminium foil, 5 sampel parfum (kriteria: mengandung etanol) yang dijual di minimarket, aquabidest, 3 bibit parfum yang dibuat sampel simulasi 20 konsentrasi etanol untuk *training set* dan 9 konsentrasi etanol untuk *test set* sehingga jika dijumlahkan menjadi 60 sampel *training set* dan 27 sampel *test set*.



### 3.7 Alur Penelitian



Gambar 3.1 Skema Alur Penelitian

### 3.8 Prosedur Penelitian

#### 3.8.1 Pengumpulan Bahan

Sampel parfum dan komposisi bahan sampel simulasi seperti bibit parfum, etanol p.a, aquabidest dan sampel nyata dikumpulkan dari beberapa minimarket yang berada di daerah Jember.

#### 3.8.2 Pembuatan Sampel Simulasi

Pembuatan sampel simulasi dilakukan dengan mencampurkan bibit parfum, aquabidest dan etanol p.a. Komposisi yang digunakan yaitu bibit parfum, aquabidest dan etanol p.a dengan total volume 5 mL. Sampel simulasi disiapkan berupa campuran dari bibit parfum, aquabidest dan etanol p.a.

Sampel parfum simulasi dibagi menjadi 2 kelompok, yaitu:

##### a. *Training set*

*Training set* terdiri atas sampel yang telah diketahui penggolongannya dan selanjutnya akan digunakan untuk membuat model kalibrasi kemometrik (Berrueta dkk., 2007). 20 sampel simulasi dengan menggunakan 3 bibit parfum, etanol pa, dan aquabidest disiapkan sehingga jika ditotal menjadi 60 sampel simulasi sebagai *training set*. 20 sampel simulasi campuran dengan rentang konsentrasi etanol 0%; 5%; 10%; 15%; 20%; 25%; 30%; 35%; 40%; 45%; 50%; 55%; 60%; 65%; 70%; 75%; 80%; 85%; 90%; 95% (total campuran: 5 ml). Komposisi yang digunakan untuk sampel *training set* dapat dilihat pada Tabel 3.1.



Tabel 3.1 Komposisi sampel *training set*

Bibit Parfum (mL)	Aquabidest (mL)	Etanol p.a (mL)	Konsentrasi Etanol (%)
1,000	4,000	0,000	0
1,000	3,750	0,250	5
1,000	3,500	0,500	10
1,000	3,250	0,750	15
1,000	3,000	1,000	20
1,000	2,750	1,250	25
0,750	2,750	1,500	30
0,750	2,500	1,750	35
0,750	2,250	2,000	40
0,750	2,000	2,250	45
0,750	1,750	2,500	50
0,750	1,500	2,750	55
0,750	1,250	3,000	60
0,400	1,350	3,250	65
0,400	1,100	3,500	70
0,400	0,850	3,750	75
0,400	0,600	4,000	80
0,250	0,500	4,250	85
0,250	0,250	4,500	90
0,250	0	4,750	95

Ket : Volume total 5 mL

#### b. *Test set*

*Test set* ini terdiri atas sampel yang telah diketahui penggolongannya namun digunakan untuk megevaluasi reabilitas yang telah dibentuk oleh *training set* (Berrueta dkk., 2007). 9 sampel simulasi dengan menggunakan 3 bibit parfum, etanol p.a, dan aquabidest disiapkan sehingga jika ditotal menjadi 27 sampel simulasi sebagai *test set*. 9 sampel simulasi campuran dengan rentang konsentrasi etanol 12,5%, 22,5%, 32,5%, 42,5%, 52,5%, 62,5%, 72,5%, 82,5%, dan 92,5% disiapkan sebagai *test set*, (total campuran : 5 ml). Komposisi yang digunakan untuk sampel *test set* dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Komposisi sampel *test set*

Bibit Parfum (mL)	Aquabidest (mL)	Etanol p.a (mL)	Konsentrasi Etanol (%)
1,000	3,375	0,625	12,5
1,000	2,875	1,125	22,5
0,750	2,625	1,625	32,5
0,750	2,125	2,125	42,5
0,750	1,625	2,625	52,5
0,400	1,475	3,125	62,5
0,400	0,975	3,625	72,5
0,250	0,625	4,125	82,5
0,250	0,125	4,625	92,5

Ket : Volume Total 5 mL

### 3.8.3 Pengukuran Sampel Simulasi dengan Menggunakan Spektroskopi FTIR

Parfum campuran diletakan pada *plate* ATR kemudian tuas ATR diputar sampai menyentuh sampel parfum capuran pada *plate* ATR. Pengukuran *background* dilakukan apabila akan melakukan *scanning*. Satu set komputer yang sudah dilengkapi dengan perangkat lunak OPUS digunakan untuk mengontrol kerja dari spektroskopi FTIR dengan kisaran  $4000 - 700 \text{ cm}^{-1}$  dengan resolusi sebesar  $4 \text{ cm}^{-1}$  dan masing-masing dilakukan *scanning* sebanyak 32 kali. Spektrum yang disimpan berupa data absorbansi dalam format OPUS (.own) dengan tiga kali replikasi dengan tiga kali penembakan setiap replikasi pada *training set* dan *test set*.

### 3.8.4 Pembentukan Model Kalibrasi

PLS, PCR dan SVR dipilih untuk membentuk model kalibrasi. Membentuk model kalibrasi PLS, PCR dan SVR menggunakan data absorbansi sampel diolah dengan menggunakan program *The Unscrambler X 10.2*. Nilai dari absorbansi ditandai dengan prediktor (variabel x) dan nilai dari konsentrasi ditandai dengan respon (variabel y). Langkah pertama adalah membuka *software The Unscrambler X 10.2*. Kemudian data dimasukkan dengan cara memilih file, import data lalu memilih *Opus* sehingga muncul tampilan data yang menunjukkan masing-masing panjang gelombang. Kemudian membuat kategori objek dengan memilih kolom 1,

insert lalu memilih “*Row(s)/Column(S)*”. Mencantumkan konsentrasi pada setiap kolom pada kolom 1 sesuai dengan konsentrasi simulasi awal. Objek dikelompokkan dengan cara mengklik *define range* dan *column range* diisi dengan nilai konsentrasi pada kolom 1 dan absorbansi pada kolom lain. Model kemudian dibuat dengan cara memilih *task, analyze*, kemudian *Partial Least Square Regression (PLS)*, *Principal Component Regression (PCR)* dan *Support Vector Machine Regression (SVR)*. Kriteria atau parameter untuk membentuk model kalibrasi meliputi nilai  $R^2$ , RMSEC (*Root Mean Square Error of Callibration*), RMSECV (*Root Mean Square Error of Cross Validation*). Model kalibrasi dinyatakan baik dan memiliki prediksi yang terbaik, apabila nilai korelasi  $R^2$  yang semakin besar (mendekati 1) dan nilai RMSEC serta RMSECV yang semakin kecil.

### 3.8.5 Validasi Model Kemometrik

#### a. *Leave-One-Out-Cross Validation (LOOCV)*

Set validasi ini dibuat untuk mengevaluasi data dengan mengambil satu set data sampel dari *training set*, selanjutnya data tersebut digunakan sebagai set validasi. Sedangkan data yang tersisa digunakan untuk membentuk model baru, demikian seterusnya hingga semua data digunakan sebagai set validasi.

#### b. *2-Fold Cross-Validation*

Set validasi ini dibuat dengan preparasi sampel *test set*. Penetapan data FTIR dilakukan dengan *scanning* sampel *test set* hingga menghasilkan data spektrum yang kemudian diolah dengan menggunakan *software The Unscrambler X 10.2*.

### 3.8.6 Aplikasi Sampel yang Beredar di Pasaran

#### a. Penentuan kadar etanol pada parfum menggunakan Spektroskopi FTIR dan Kemometrik

Sampel yang didapatkan dilakukan *scanning* menggunakan spektroskopi FTIR seperti pada subbab 3.8.3. Hasil data spektrum yang diperoleh diprediksi menggunakan model kalibrasi yang telah dipilih.

b. Penentuan kadar etanol pada parfum menggunakan kromatografi gas

Disiapkan larutan standar etanol dengan cara mengencerkan larutan induk etanol sehingga didapatkan konsentrasi larutan etanol 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, dan 90%. Sampel disiapkan berupa lima parfum yang beredar dipasaran, selanjutnya menambahkan *n*-butanol sebanyak 2% sebagai standar internal pada masing-masing larutan standar etanol dan sampel parfum (Sudhaker dan Jain, 2016). Komposisi yang digunakan untuk standar baku dapat dilihat Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Komposisi larutan standar baku

Etanol p.a (mL)	Aquabidest (mL)	<i>n</i> -butanol (mL)	Konsentrasi Etanol (%)
0,500	4,400	0,100	10
1,000	3,900	0,100	20
1,500	3,400	0,100	30
2,000	2,900	0,100	40
2,500	2,400	0,100	50
3,000	1,900	0,100	60
3,500	1,400	0,100	70
4,000	0,900	0,100	80
4,500	0,400	0,100	90

Analisis etanol dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas pada suhu injektor 200°C, suhu detektor 300°C, sampel diinjeksi langsung sebanyak (1µL) dilakukan pada mode split dengan rasio 1:143. Suhu awal kolom 40°C ditahan tiga menit pada suhu tersebut, ditingkatkan secara bertahap sebesar 5°C/menit sampai suhu mencapai 65°C dan kemudian ditingkatkan secara bertahap sebesar 50°C/menit sampai suhu mencapai 200°C. Tekanan gas pembawa (hidrogen 4,5 FID, White Martins) di kepala kolom adalah 60 kPa. Fluks gas untuk pengumpanan detektor adalah 30 mL/menit untuk hidrogen, 300 mL/menit untuk udara sintesis, dan 1,0 mL/menit untuk gas pembawa (Gomes dkk., 2016).

Data konsentrasi dan luas area standar dibuat persamaan regresi. Kemudian dihitung persamaan regresinya dengan konsentrasi (x) dan luas area (y) yang dihasilkan dari kurva baku sehingga didapatkan nilai koefisien korelasi (r),

intersept (a) dan slope (b). Hasil slope dan intersept dimasukkan ke persamaan 3.1.

$$y = bx + a \dots \dots \dots (3.1)$$

Pembuatan sampel nyata dengan komposisi yaitu parfum yang beredar dipasaran ditambahkan dengan *n*-butanol sebanyak 2%. Diambil sampel nyata sebanyak 4,900 mL dan ditambahkan *n*-butanol sebanyak 0,100 mL sehingga didapatkan total volume 5 mL. Selanjutnya sampel dibagi rata dan dimasukkan kedalam 5 vial khusus kromatografi gas untuk diujikan pada alat kromatografi gas sehingga akan didapatkan 5 replikasi.

Penentuan kadar etanol pada parfum dilakukan dengan cara hasil area dari replikasi sampel parfum yang didapat dimasukkan ke persamaan (y) dalam persamaan regresi linear dan kadar (x) pada setiap replikasi sampel akan didapatkan. Hasil replikasi kadar setiap sampel di rata-rata, kemudian dibuat perhitungan CV dan SD dari setiap parfum.

### 3.8.7 Analisis Data

Hasil kadar etanol menggunakan spektroskopi FTIR dan kemometrik dibandingkan dengan hasil kadar etanol menggunakan kromatografi gas. Kemudian dilakukan uji T sampel berpasangan pada kedua metode tersebut. Hasil perbandingan dianggap bermakna apabila nilai sig. (*2-tailed*) < 0,05 dengan tingkat kepercayaan sebesar 95%.

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Kadar etanol pada sampel parfum dapat ditentukan dengan metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan kemometrik menggunakan model kalibrasi yang terpilih yaitu PLS (*Partial Least Square*) dengan *preprocessing* (*Task, Transform, Smoothing, Median Filter*, parameter 15) menghasilkan  $R^2$  sebesar 0,999; nilai RMSE kalibrasi sebesar 0,584; nilai *offset* sebesar 0,0189; dan nilai *slope* sebesar 0,999. Model kalibrasi PLS juga telah memenuhi persyaratan dua uji validasi yaitu LOOCV ( $R^2 > 0,98$  dan  $RMSE < 0,9$ ) beserta dengan metode 2-FCV ( $R^2 = 0,992$  dan  $RMSE = 2,420$ )
2. Kadar etanol yang ditentukan dari kedua metode spektroskopi FTIR dan kemometrik dengan kromatografi gas tidak memiliki perbedaan yang signifikan karena pada uji T sampel berpasangan dihasilkan nilai signifikansi sebesar 0,682 ( $> 0,05$ ).

### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian ini, maka penulis menyarankan bahwa masih perlu dibentuk model kalibrasi dengan parameter nilai  $R^2$ , RMSEC dan RMSECV yang lebih baik dengan memperbanyak sampel bibit parfum yang mempunyai aroma mirip dengan sampel nyata yang beredar dipasaran serta dapat dilakukan penentuan kadar etanol pada produk parfum lainnya yang beredar dipasar online maupun produk impor dari luar negeri.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Abdollahi, H., P. Shariat, dan R. Muhammad. 2003. Simultaneous spectrophotometric determination of iron, conalt, and copper by partial least square calibration method in micellar medium. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*. 2(4):207–212.
- Agustina, S., Y. Purwanto, dan I. Budiastara. 2015. Prediksi kandungan kimia mangga arumanis selama penyimpanan dengan spektroskopi nir. *Jurnal Keteknik Pertanian*. 3(1):21705.
- Amigo, J. M., J. Cruz, M. Bautista, S. Maspoch, J. Coello, dan M. Blanco. 2008. Study of pharmaceutical samples by nir chemical-image and multivariate analysis. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*. 27(8):696–713.
- Basak, D., S. Pal, dan D. C. Patranabis. 2007. Support vector regression. *Neural Information Processing*. 11(10):203–224.
- Berrueta, L. A., R. M. Alonso-Salces, dan K. Héberger. 2007. Supervised pattern recognition in food analysis. *Journal of Chromatography A*. 1158(1–2):196–214.
- Brian, S. C. 2011. *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. Edisi second. London and New York: Taylor & Francis Group LLC.
- Christian, D. G. 1994. *Analytical Chemistry*. USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Classen, C., D. Howes, dan A. Synnott. 1994. *Aroma: The Cultural History of Smell*. London and New York: Routledge.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK Universitas Andalas.
- Drozd, J. 1985. *Chemical Derivatization in Gas Chromatography*. Edisi 1st. Elsevier Inc.
- Edward, M. 1983. History of Perfume. <http://www.historyofperfume.net/perfume-facts/perfume-classification-and-fragrance-notes/> [Diakses pada July 8, 2020].
- Gad, H. A., S. H. El-Ahmady, M. I. Abou-Shoer, dan M. M. Al-Azizi. 2013. Application of chemometrics in authentication of herbal medicines: a review. *Phytochemical Analysis*. 24(1):1–24.
- Gomes, C. L., A. C. A. de Lima, A. R. Loiola, A. B. R. da Silva, M. C. L.

- Cândido, dan R. F. Nascimento. 2016. Multivariate classification of original and fake perfumes by ion analysis and ethanol content. *Journal of Forensic Sciences*. 61(4):1074–1079.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya*. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA-UI.
- Harmita. 2006. *Analisis Fisika Kimia*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA-UI.
- Herz, R. 2011. *Perfume*. In: *Gottfried JA, Editor. Neurobiology of Sensation and Reward*. Francis: CRC Press/Taylor.
- Khopkar, S. M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press.
- Koenig, J. L. 1975. Application of fourier transform infrared spectroscopy to chemical systems. *Applied Spectroscopy*. 29(4):293–309.
- Kohavi, R. 1995. A study of cross-validation and bootstrap for accuracy estimation and model selection. *International Joint Conference of Artificial Intelligence*. 2(0):1137–1143.
- Kuno, A. dan M. Matsuo. 2000. Nondestructive speciation of solid mixtures by multivariate calibration of x-ray absorption near-edge structure using artificial neural networks and partial least-squares. *Analytical Sciences*. 16(6):597–602.
- Liebenberg, D. D., L. Mudaly, dan G. Bregovits. 2018. Materials safety data sheet (msds): ethanol. *NCP Alcohols*. 11.
- Mcnair, H. M. dan J. M. Miller. 2009. *Basic Gas Chromatography*. Edisi Second. Hoboken, Canada: John Wiley & Sons, Inc.
- Miller, J. M. dan J. C. Miller. 2005. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. Edisi fifth. England: Ashford Colour Press Ltd.
- Miller, J. N. dan J. C. Miller. 2010. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. Edisi Sixth. Harlow: Pearson Education.
- Naes, T., T. Isakson, T. Fearn, dan T. Davies. 2002. *A User-Friendly Guide to Multivariate Calibration and Classification*. Chichester: NIR Publications.
- Panda, H. 2010. *Perfumes and Flavours Technology Handbook*. India: Asia Pacific Business Press.
- Permenkes. *PERMENKES NO.220 THN 1976*. 1976



- Pomeranz, Y. dan C. E. Meloan. 1994. *Food Analysis : Theory and Practice*. Edisi third. USA: Chapman dan Hall.
- Pranowo, H. D., I. Tahir, dan A. Widiatmoko. 2010. Quantitative relationship of electronic structure and inhibition activity of curcumin analogs on ethoxyresorufin o-dealkylation (erod) reaction. *Indonesian Journal of Chemistry*. 7(1):78–82.
- Primadevi, S. dan D. Kresnadipayana. 2016. Penetapan kadar etanol pada minuman beralkohol berbagai merek melalui pengukuran berat jenis”. *Biomedika*. 9(1):71–74.
- Ritz, M., L. Vaculíková, dan E. Plevová. 2011. Application of infrared spectroscopy and chemometric methods to identification of selected minerals. *Acta Geodynamica et Geomaterialia*. 8(1):47–58.
- Roggo, Y., P. Chalus, L. Maurer, C. Lema-Martinez, A. Edmond, dan N. Jent. 2007. A review of near infrared spectroscopy and chemometrics in pharmaceutical technologies. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 44(3):683–700.
- Rowe, R. C., P. J. Sheskey, dan M. E. Quinn. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Edisi 6. London: The Pharmaceutical Press.
- Schreiber, W. L. 2005. *Perfumes*. Dalam Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. Canada: John Wiley & Sons.
- Secondini, O. 1990. *Handbook of Perfumes and Flavors*. New York: Chemical Publishing.
- Sparkman, O. D., Z. Penton, dan F. Kitson. 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A Practical Guide*. Edisi Second. USA: Elsevier Inc.
- Stchur, P., D. Cleveland, J. Zhou, dan R. Michel. 2002. A review of recent applications of near infrared spectroscopy, and the characteristics of a novel pbs ccd array-based near infrared spectrometer. *Appl Spect Rev* 37. 383–428.
- Stuart, B. 2004. *Infrared Spectroscopy: Fundamental and Application*. Philadelphia: Saunders Collage Publishing.
- Sudhaker, S. dan R. Jain. 2016. Effect of using propanol as internal standard on quantitative determination of ethanol in different biological matrices by head space-gas chromatography-flame ionization detector. *Madridge Journal of Analytical Sciences and Instrumentation*. 1(1):1–3.
- Sun, D. 2008. *Modern Technique for Food Authentication*. Kanada: Elsevier Inc.

- Tengku Ab Ghani, T. F., H. Maarof, dan M. N. Hassan. 2014. Classification of perfume products using gas chromatography-mass spectrometry and pattern recognition. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*. 10(3):124–128.
- Tranggono, R. I. dan F. Latifah. 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Jakarta: Gramedia.
- Vlachos, N., Y. Skopelitis, M. Psaroudaki, V. Konstantinidou, A. Chatzilazarou, dan E. Tegou. 2006. Applications of fourier transform-infrared spectroscopy to edible oils. *Analytica Chimica Acta*. 573–574(2006):459–465.
- Yuwono, B. 2010. Image smoothing menggunakan mean filtering, median filtering, modus filtering dan gaussian filtering. *Telematika*. 7(1):65–75.
- Yuwono, M. dan G. Indrayanto. 2005. Validation of chromatographic methods of analysis. *Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*. 32(05):241–260.

## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A. Alat Dan Bahan Yang Digunakan

#### A.1 Bahan-Bahan Sampel Simulasi Parfum



Etanol pa dan Aquabidest

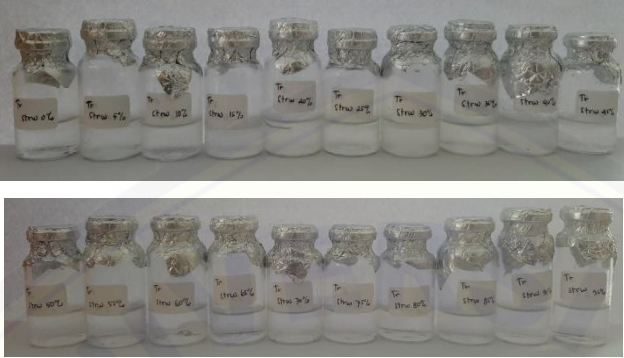
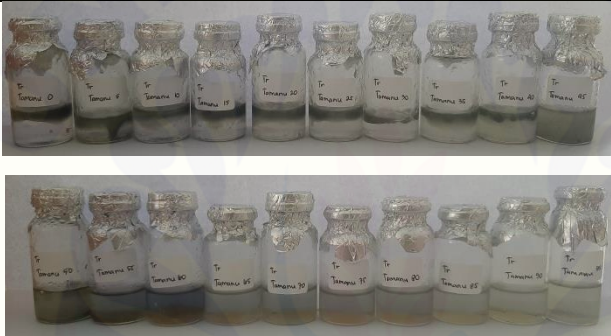
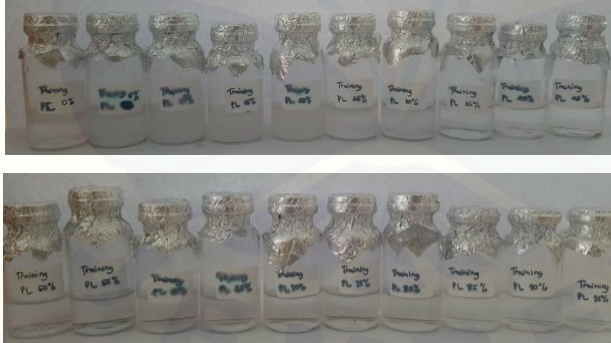
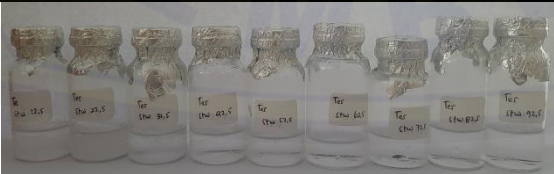



Bibit parfum murni

#### A.2 Sampel Parfum di Pasaran



A.3 Sampel *Training Set* dan *Test Set*

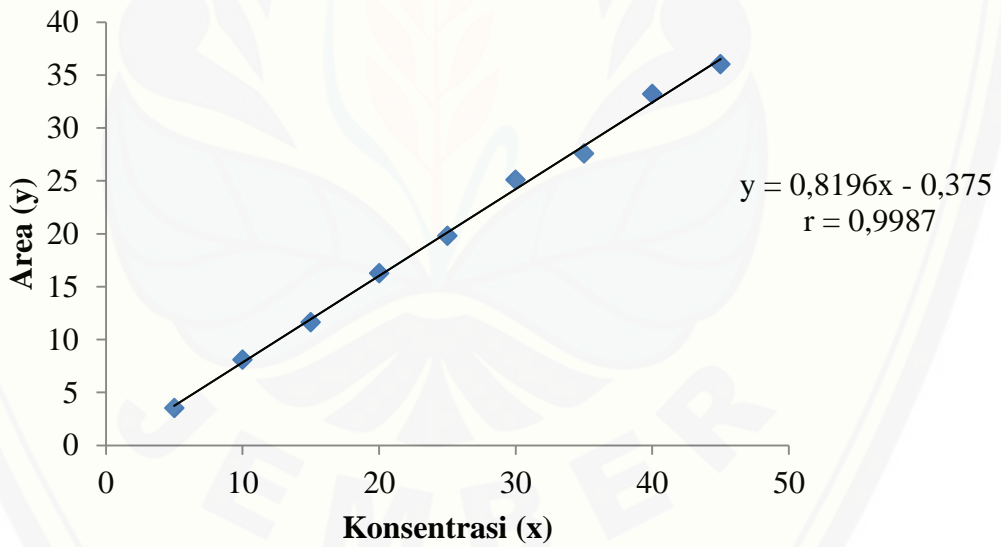
Gambar Sampel	Identifikasi Sampel
	<p><i>Training Set</i> Strawberry</p>
	<p><i>Training Set</i> Tamanu</p>
	<p><i>Training Set</i> Purple Lotus</p>
	<p><i>Test Set</i> Strawberry</p>
	<p><i>Test Set</i> Tamanu</p>



A.4 Larutan Standar, Larutan Sampel Nyata dan *n*-butanol



A.5 Kurva Kalibrasi Standar Baku Kromatografi Gas



A.6 Instrumen



a. Spektroskopi FTIR



b. Kromatografi gas

A.7 Sertifikat Kemurnian Bibit Parfum



Importer of Essential Oils, Absolutes, and Carrier Oils  
 Jakarta, Indonesia Customessentialsol@gmail.com Phone 081295037988

**Certificate of Analysis**

Product	Tamamu Oil	
Batch No.	HAPPY - 1985	
Appearance	Fluid to semi viscous liquid	
Color	Dark green	
Odor	Conforms to standard	
CAS	223748-12-7	
EINECS	310-127-6	

Physico-Chemical Properties:-	Specification	Results
Specific Gravity at 20°	0.910 – 0.960	0.916
Refractive Index at 20°	1.300 – 1.500	1.460

**Chemical composition:**

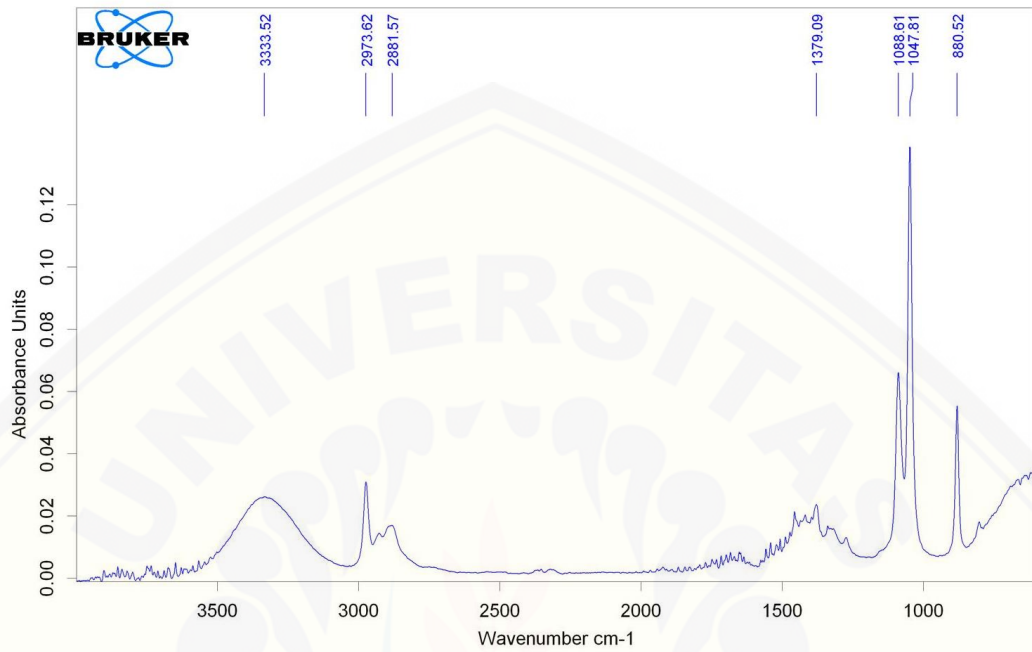
Palmitic acid (C16:0)	14.6%
Palmitoleic (C16:1)	0.2%
Stearic acid (C18:0)	14.1%
Oleic acid (C18:1)	40.2%
Linoleic acid (C18:2)	30.8%
Arachidic acid (C20:0)	0.7%

The above test results have been obtained by our manufacturer/supplier and/or our quality control laboratory.

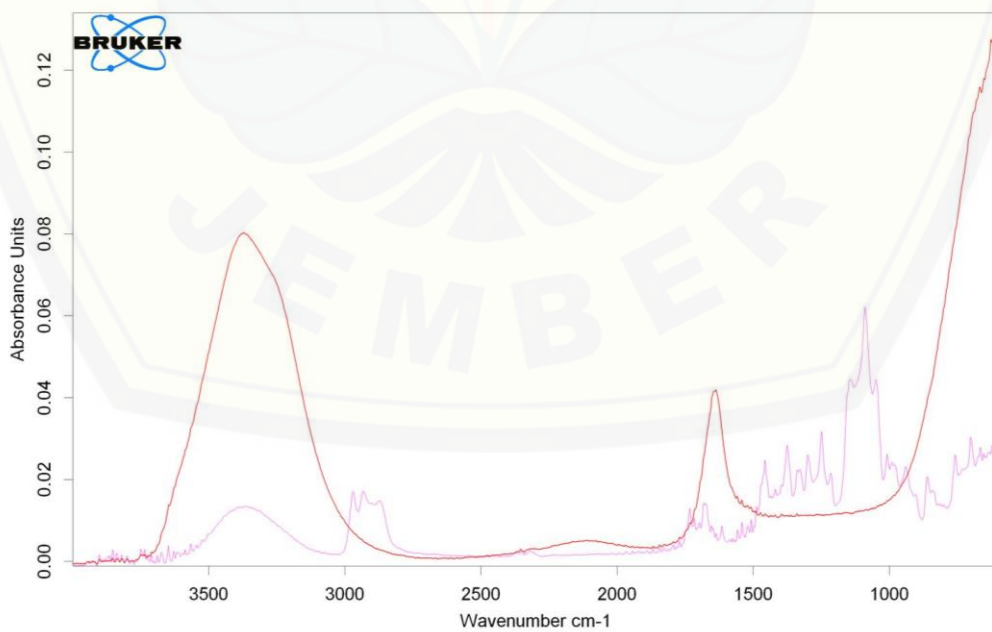
**DISCLAIMER:**  
 The information contained in this Certificate of Analysis is obtained from current and reliable sources. The information is correct at the time of testing, and the results may vary depending on batch and time of testing. Happy Green shall not be liable for any errors or delays in the content, or for any actions taken in reliance thereon. The information remains property of Happy Green and should not be propagate or used for any other purpose.

**LAMPIRAN B. Spektra Hasil *Scanning* dengan FTIR**

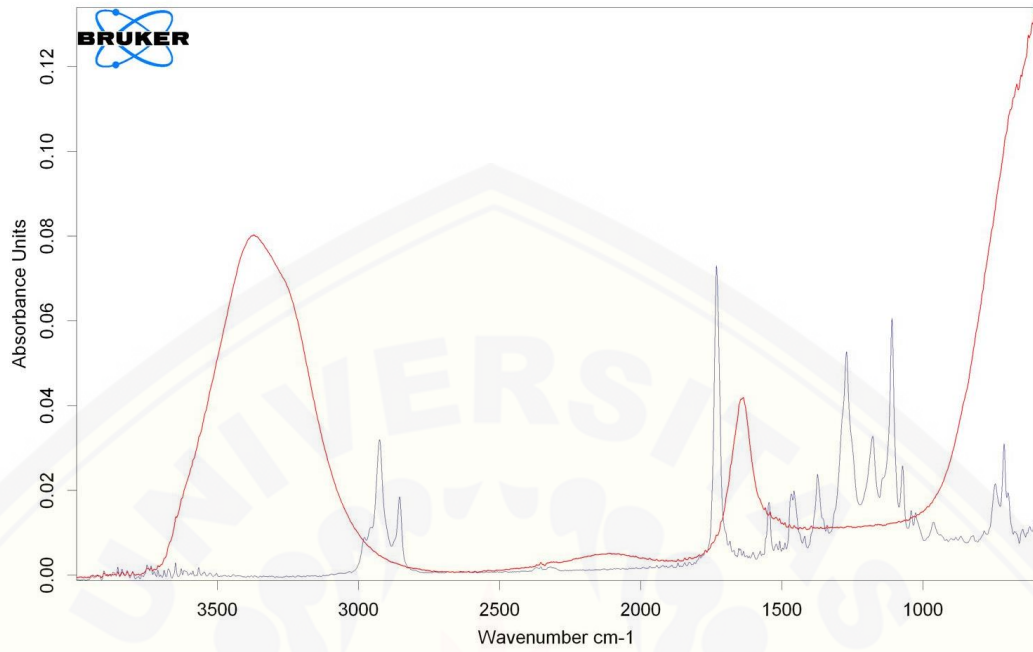
**B.1 Spektrum Standar Etanol**



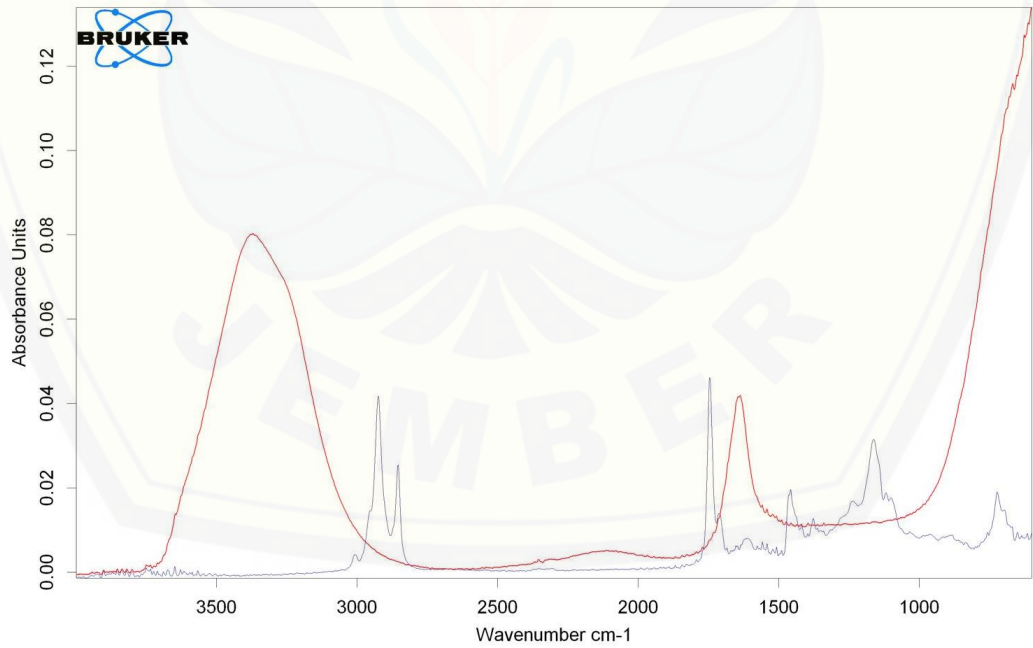
**B.2 Spektra Matriks**



D:\16-141 Kharisma\Baru\Aquabidest 1-3.0	Aquabidest 1-3	Instrument type and / or accessory	7/7/2020
D:\16-141 Kharisma\Baru\Purple Lotus Murni 1-1.0	Purple Lotus Murni 1-1	Instrument type and / or accessory	7/7/2020



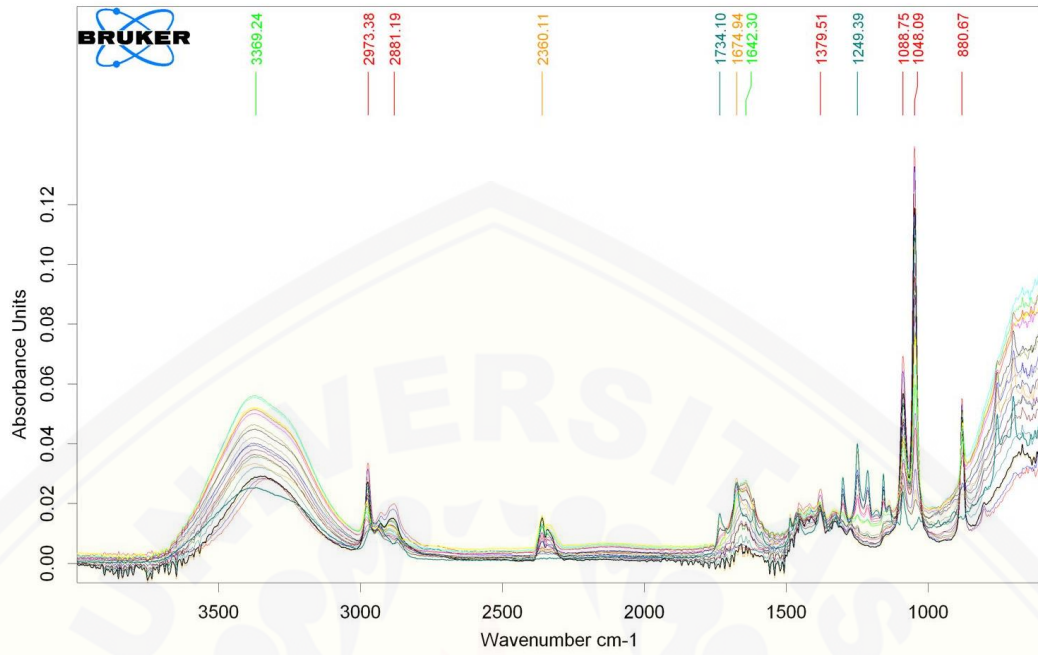
D:\16-141 Kharisma\Baru\Aquabidest 1-3.0	Aquabidest 1-3	Instrument type and / or accessory	7/7/2020
D:\16-141 Kharisma\Baru\Strawberry Murni 1-1.0	Strawberry Murni 1-1	Instrument type and / or accessory	7/7/2020



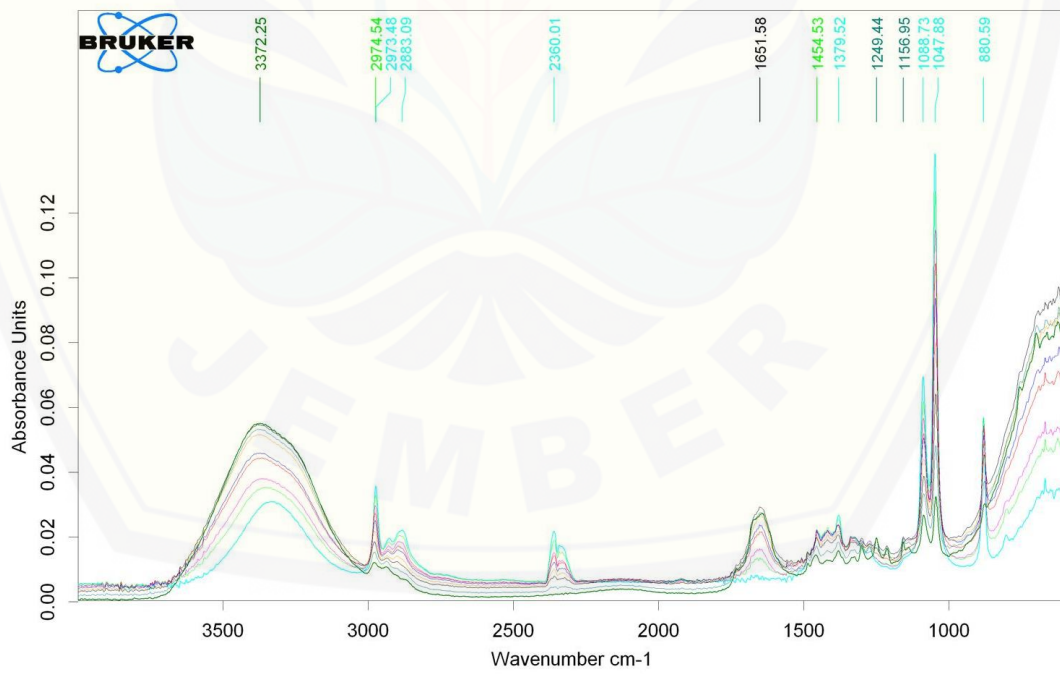
D:\16-141 Kharisma\Baru\Aquabidest 1-3.0	Aquabidest 1-3	Instrument type and / or accessory	7/7/2020
D:\16-141 Kharisma\Baru\Tamanu Murni 1-1.0	Tamanu Murni 1-1	Instrument type and / or accessory	7/7/2020



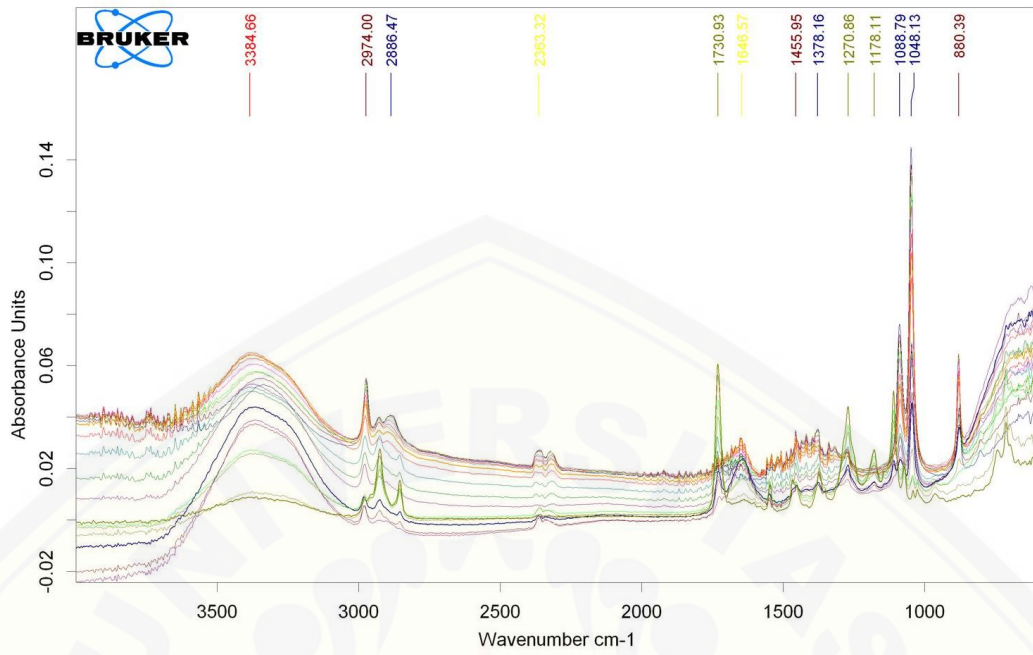
B.3 Spektra *Training Set*, *Test Set* dan Sampel Nyata



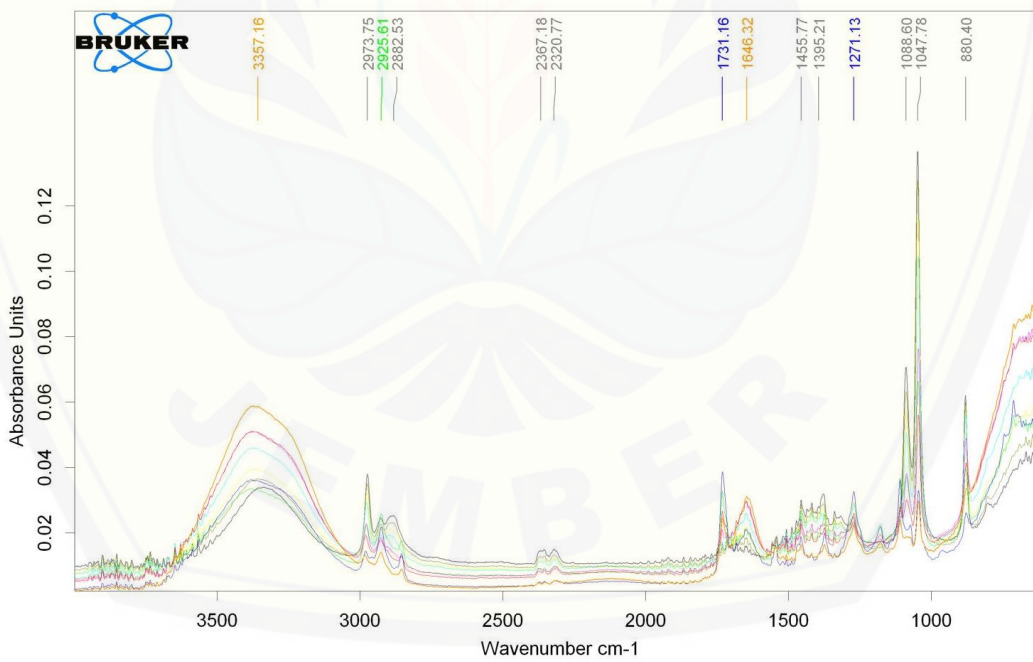
Ket : *Training Set Purple Lotus*



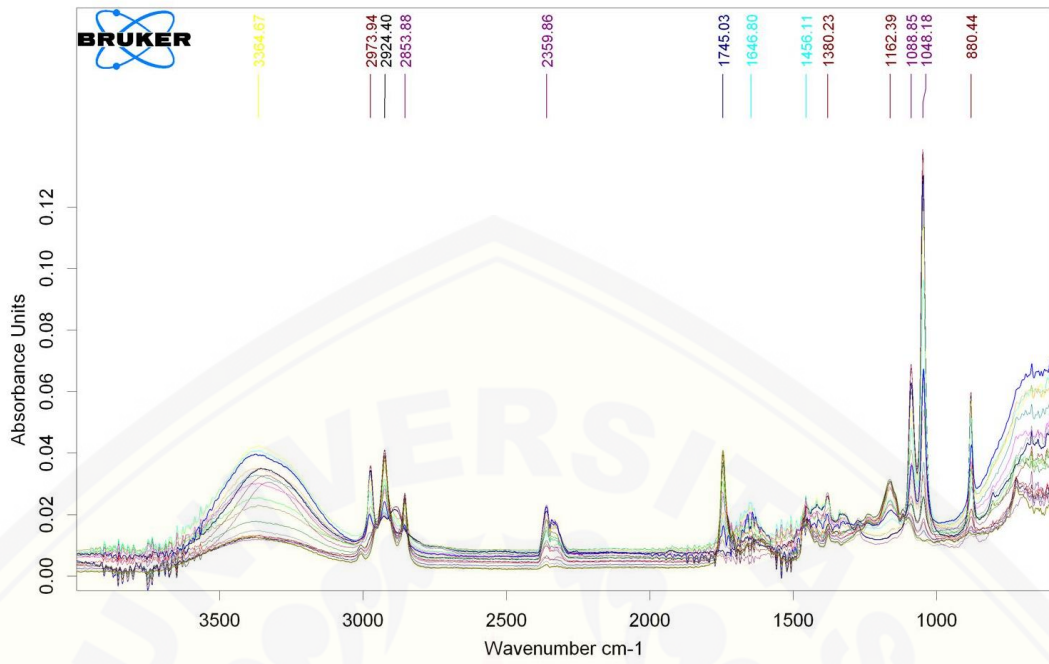
Ket : *Test Set Purple Lotus*



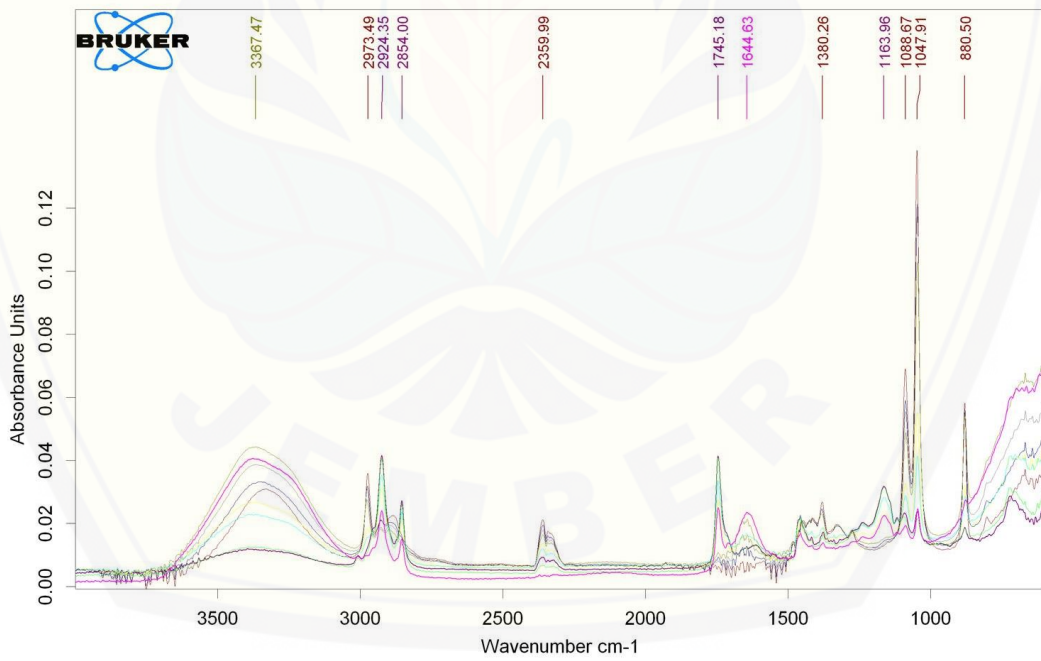
Ket : *Training Set Strawberry*



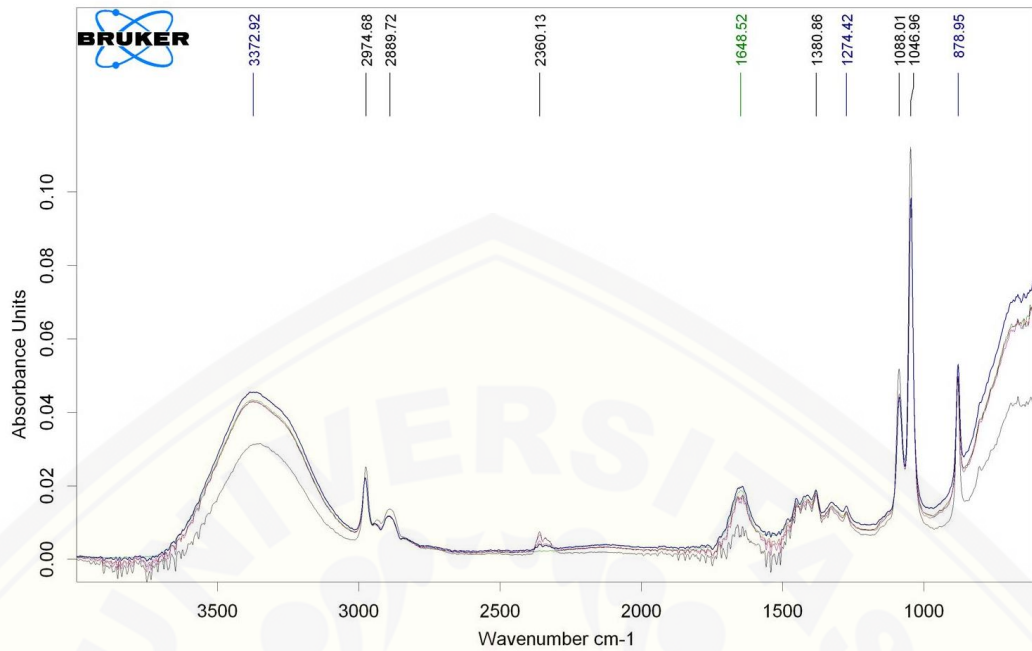
Ket : *Test Set Strawberry*



Ket : *Training Set Tamanu*



Ket : *Test Set Tamanu*



D:\16-141 Kharisma\Sampel Nyata Baru\Sampel Nyata Fres 1-1.0	Sampel Nyata Fres 1-1	Instrument type and / or accessory	6/18/2020
D:\16-141 Kharisma\Sampel Nyata Baru\Sampel Nyata Izzi 1-1.0	Sampel Nyata Izzi 1-1	Instrument type and / or accessory	6/18/2020
D:\16-141 Kharisma\Sampel Nyata Baru\Sampel Nyata Vitalis 1-1.0	Sampel Nyata Vitalis 1-1	Instrument type and / or accessory	6/18/2020
D:\16-141 Kharisma\Sampel Nyata Baru\Sampel Nyata Casablanca 1-2.0	Sampel Nyata Casablanca 1-2	Instrument type and / or accessory	6/18/2020
D:\16-141 Kharisma\Sampel Nyata Baru\Sampel Nyata Evangeline 1-3.0	Sampel Nyata Evangeline 1-3	Instrument type and / or accessory	6/18/2020

Ket : Sampel Nyata

### LAMPIRAN C. Perhitungan Sampel Training Set dan Test Set

#### C.1 Sampel Training Set

Konsentrasi Etanol (%)	Pemipetan		Perhitungan
	Bibit Parfum + Aquabidest (mL)	Etanol pa (mL)	
0	5	0	0%
5	4,750	0,250	$\frac{0,250}{(0,250 + 4,750)} \times 100\% = 5\%$
10	4,500	0,500	$\frac{0,500}{(0,500 + 4,500)} \times 100\% = 10\%$
15	4,250	0,750	$\frac{0,750}{(0,750 + 4,250)} \times 100\% = 15\%$
20	4,000	1,000	$\frac{1,000}{(1,000 + 4,000)} \times 100\% = 20\%$

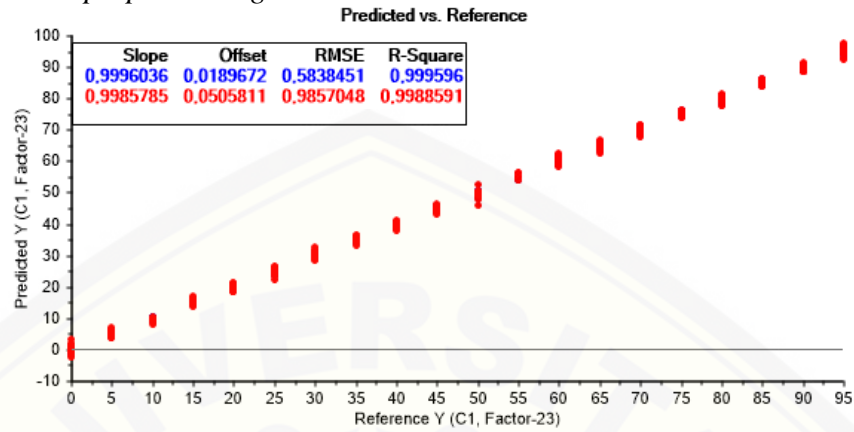
25	3,750	1,250	$\frac{1,250}{(1,250 + 3,750)} \times 100\% = 25\%$
30	3,500	1,500	$\frac{1,500}{(1,500 + 3,500)} \times 100\% = 30\%$
35	3,250	1,750	$\frac{1,750}{(1,750 + 3,250)} \times 100\% = 35\%$
40	3,000	2,000	$\frac{2,000}{(2,000 + 3,000)} \times 100\% = 40\%$
45	2,750	2,250	$\frac{2,250}{(2,250 + 2,750)} \times 100\% = 45\%$
50	2,500	2,500	$\frac{2,500}{(2,500 + 2,500)} \times 100\% = 50\%$
55	2,250	2,750	$\frac{2,750}{(2,750 + 2,250)} \times 100\% = 55\%$
60	2,000	3,000	$\frac{3,000}{(3,000 + 2,000)} \times 100\% = 60\%$
65	1,750	3,250	$\frac{3,250}{(3,250 + 1,750)} \times 100\% = 65\%$
70	1,500	3,500	$\frac{3,500}{(3,500 + 1,500)} \times 100\% = 70\%$
75	1,250	3,750	$\frac{3,750}{(3,750 + 1,250)} \times 100\% = 75\%$
80	1,000	4,000	$\frac{4,000}{(4,000 + 1,000)} \times 100\% = 80\%$
85	0,750	4,250	$\frac{4,250}{(4,250 + 0,750)} \times 100\% = 85\%$
90	0,500	4,500	$\frac{4,500}{(4,500 + 0,500)} \times 100\% = 90\%$
95	0,250	4,750	$\frac{4,750}{(4,750 + 0,250)} \times 100\% = 95\%$

C.2 Sampel *Test Set*

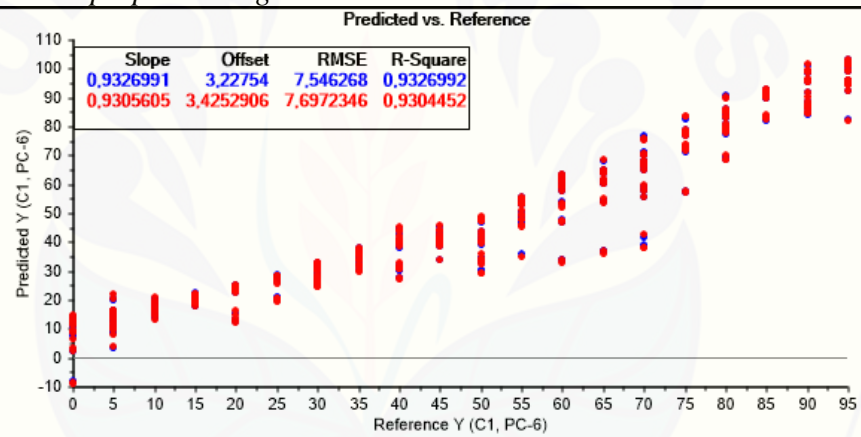
Konsentrasi Etanol (%)	Pemipetan		Perhitungan
	Bibit parfum + Aquabidest (mL)	Etanol p.a (mL)	
12,5	4,375	0,625	$\frac{0,625}{(0,625 + 4,375)} \times 100\% = 12,5\%$
22,5	3,875	1,125	$\frac{1,125}{(1,125 + 3,875)} \times 100\% = 22,5\%$
32,5	3,375	1,625	$\frac{1,625}{(1,625 + 3,375)} \times 100\% = 32,5\%$
42,5	2,875	2,125	$\frac{2,125}{(2,125 + 2,875)} \times 100\% = 42,5\%$
52,5	2,375	2,625	$\frac{2,625}{(2,625 + 2,375)} \times 100\% = 52,5\%$
62,5	1,825	3,125	$\frac{3,125}{(3,125 + 1,875)} \times 100\% = 62,5\%$
72,5	1,325	3,625	$\frac{3,625}{(3,625 + 1,325)} \times 100\% = 72,5\%$
82,5	0,875	4,125	$\frac{4,125}{(4,125 + 0,875)} \times 100\% = 82,5\%$
92,5	0,375	4,625	$\frac{4,625}{(4,625 + 0,350)} \times 100\% = 92,5\%$

**LAMPIRAN D. Hasil Analisis dengan menggunakan Kemometrik**

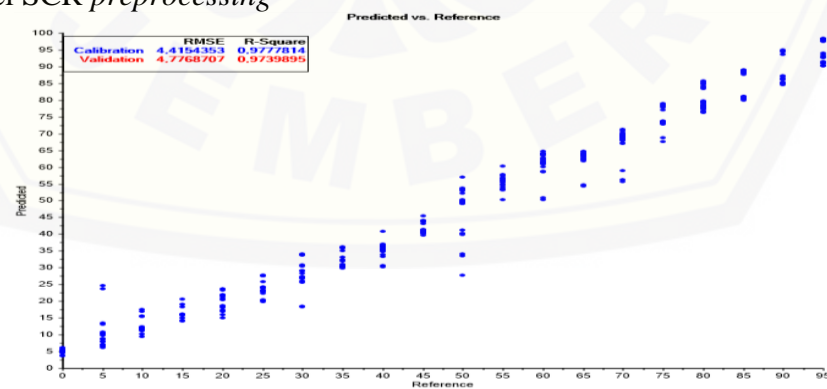
**D.1 Model PLS preprocessing**



**D.2 Model PCR preprocessing**

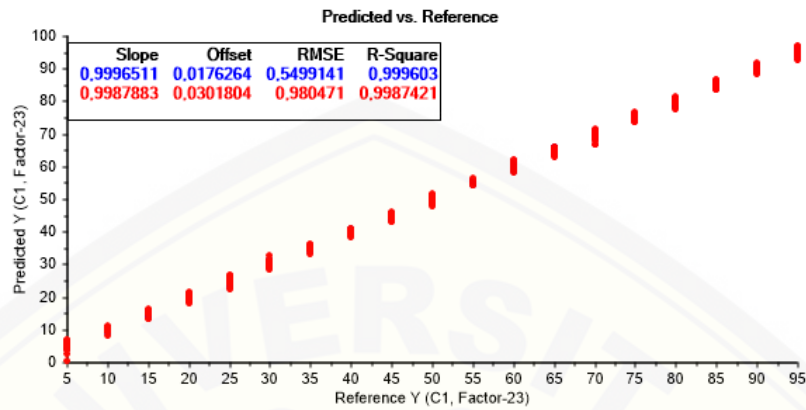


**D.3 Model SCR preprocessing**

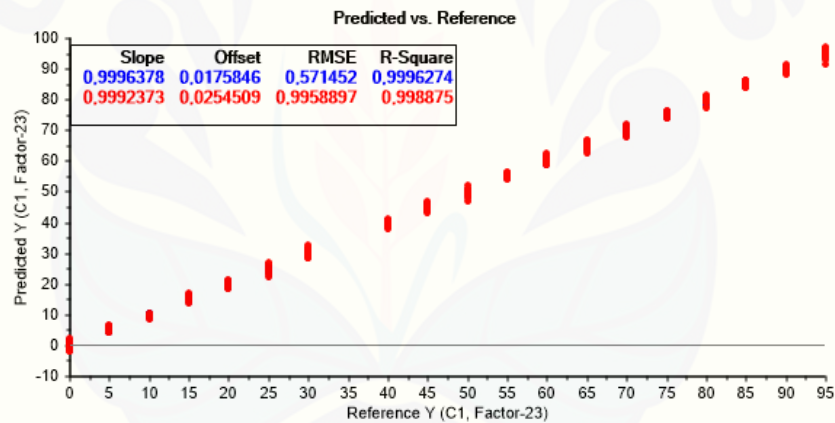


D.4 Hasil dari Validasi Model Kalibrasi PLS LOOCV

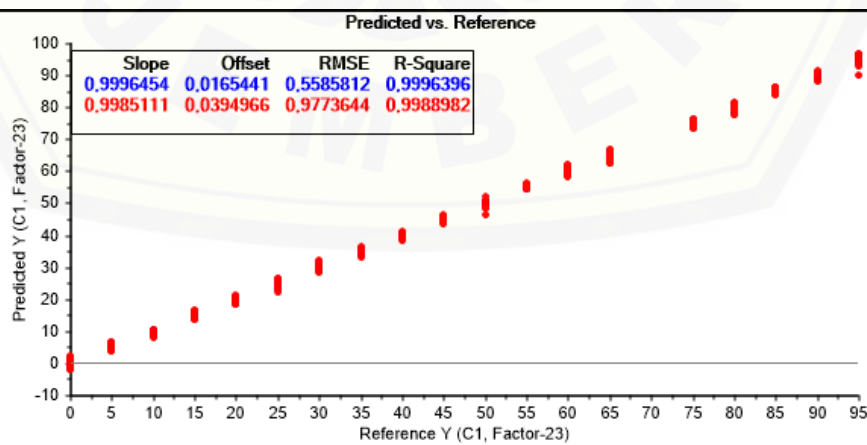
a) Sampel simulasi dengan konsentrasi etanol 0% dikeluarkan



b) Sampel simulasi dengan konsentrasi etanol 35% dikeluarkan

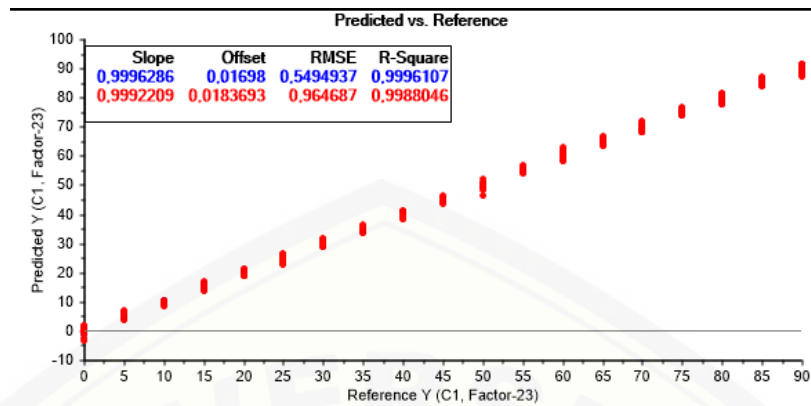


c) Sampel simulasi dengan konsentrasi etanol 70% dikeluarkan

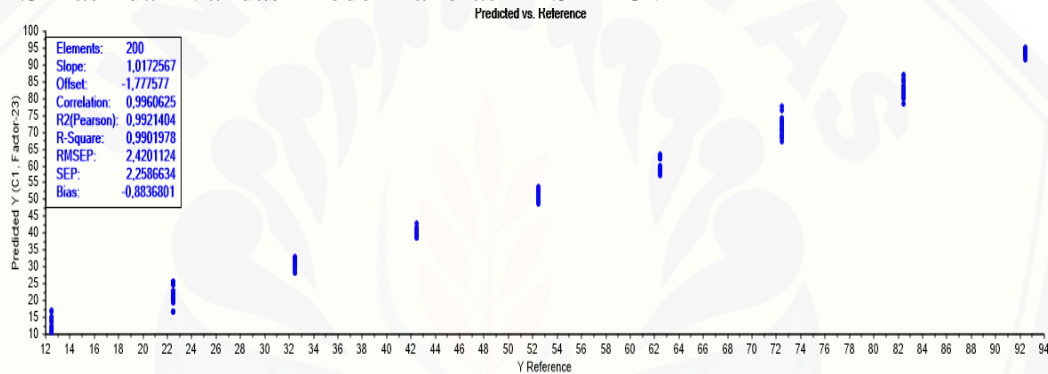




d) Sampel simulasi dengan konsentrasi etanol 95% dikeluarkan



D.5 Hasil dari Validasi Model Kalibrasi PLS 2-FCV



D.6 Hasil dari Prediksi Sampel Nyata Parfum di Pasaran

Predicted Y (C1,	Predicted	Deviation	Reference
<b>Vitalis 1</b>	64,1783	2,3872	
<b>Vitalis 2</b>	64,1094	2,5649	
<b>Vitalis 3</b>	65,9173	2,5296	
<b>Vitalis 4</b>	64,7268	2,6094	
<b>Vitalis 5</b>	64,1684	2,5618	
<b>Vitalis 6</b>	63,9356	2,7400	
<b>Vitalis 7</b>	64,9347	2,4410	
<b>Vitalis 8</b>	65,6949	2,5215	
<b>Vitalis 9</b>	64,2295	2,4453	

- Perhitungan kadar rata-rata, SD dan CV sampel vitalis

Kadar rata-rata :

$$\frac{64,1783+64,1094+65,9173+64,7268+64,1684+63,9356+64,9347+65,6949+64,2295}{9}$$

$$= 64,655 \%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{4,2184}{8}}$$

$$SD = \sqrt{0,5273}$$

$$SD = 0,726\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,726}{64,655} \times 100\% = 1,123 \%$$

Predicted Y (C1)	Predicted	Deviation	Reference
<b>Evangeline 1</b>	64,9036	16,8468	
<b>Evangeline 2</b>	64,8465	16,8635	
<b>Evangeline 3</b>	64,0957	16,8040	
<b>Evangeline 4</b>	63,9614	17,1197	
<b>Evangeline 5</b>	63,6763	17,0426	
<b>Evangeline 6</b>	63,0658	17,0373	
<b>Evangeline 7</b>	63,5697	17,1268	
<b>Evangeline 8</b>	64,4612	17,0956	
<b>Evangeline 9</b>	63,7061	17,0778	

- Perhitungan kadar rata-rata, SD dan CV sampel evangeline

Kadar rata-rata :

$$\frac{64,9036+64,8465+64,0957+63,9614+63,6763+63,0658+63,5697+64,4612+63,7061}{9}$$

$$= 64,031 \%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{2,9963}{8}}$$

$$SD = \sqrt{0,3745}$$

$$SD = 0,612\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,612}{64,031} \times 100\% = 0,956 \%$$

Predicted Y (C1,	Predicted	Deviation	Reference
Casablanca 1	57,9525	7,9548	
Casablanca 2	58,4314	7,9621	
Casablanca 3	58,7156	8,1238	
Casablanca 4	58,0287	7,8806	
Casablanca 5	57,8991	7,5683	
Casablanca 6	58,4744	7,7764	
Casablanca 7	57,7724	7,8249	
Casablanca 8	57,6758	7,5850	
Casablanca 9	57,6958	7,8553	

- Perhitungan kadar rata-rata, SD dan CV sampel casablanca

Kadar rata-rata :

$$\frac{57,9525+58,4314+58,7156+58,0287+57,8991+58,4744+57,7724+57,6758+57,6958}{9}$$

$$= 58,072 \%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{1,1396}{8}}$$

$$SD = \sqrt{0,14245}$$

$$SD = 0,377\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,377}{58,072} \times 100\% = 0,649 \%$$

Predicted Y (C1,	Predicted	Deviation	Reference
Fres 1	62,3363	3,2915	
Fres 2	62,1482	3,2177	
Fres 3	60,8896	3,2939	
Fres 4	62,2451	3,2869	
Fres 5	61,2054	3,4446	
Fres 6	61,3996	3,2691	
Fres 7	62,0275	3,5877	
Fres 8	60,8442	3,4494	
Fres 9	60,9730	3,4143	

- Perhitungan kadar rata-rata, SD dan CV sampel Fres

Kadar rata-rata :

$$\frac{62,3363+62,1482+60,8896+62,2451+61,2054+61,3996+62,0275+60,8442+60,9730}{9}$$

$$= 61,563\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{3,0942}{8}}$$

$$SD = \sqrt{0,3867}$$

$$SD = 0,622\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,622}{61,563} \times 100\% = 1,010 \%$$

Predicted Y (C1)	Predicted	Deviation	Reference
Izzi 1	55,5700	4,8282	
Izzi 2	54,7428	4,8856	
Izzi 3	54,1081	4,9275	
Izzi 4	54,7053	5,0470	
Izzi 5	54,3978	5,0031	
Izzi 6	56,7275	5,3778	
Izzi 7	56,2327	5,2652	
Izzi 8	55,3849	5,3487	
Izzi 9	54,5847	5,3643	

- Perhitungan kadar rata-rata, SD dan CV sampel Fres

Kadar rata-rata :

$$\frac{55,5700+54,7428+54,1081+54,7053+54,3978+56,7275+56,2327+55,3849+54,5847}{9}$$

$$= 55,161\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{6,2256}{8}}$$

$$SD = \sqrt{0,7782}$$

$$SD = 0,882\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,882}{55,161} \times 100\% = 1,598 \%$$

**LAMPIRAN E. Perhitungan Preparasi Kurva Baku dan Sampel Nyata****E.1 Perhitungan Preparasi Kurva Baku**

Konsentrasi (%)	Pemipetan			Perhitungan
	N-Butanol (mL)	Aquabidest (mL)	Etanol pa (mL)	
10	0,100	4,400	0,500	$\frac{0,5}{(0,1 + 4,4 + 0,5)} \times 100\% = 10\%$
20	0,100	3,900	1,000	$\frac{1,0}{(0,1 + 3,9 + 1,0)} \times 100\% = 20\%$
30	0,100	3,400	1,500	$\frac{1,5}{(0,1 + 3,4 + 1,5)} \times 100\% = 30\%$
40	0,100	2,900	2,000	$\frac{2,0}{(0,1 + 2,9 + 2,0)} \times 100\% = 40\%$
50	0,100	2,400	2,500	$\frac{2,5}{(0,1 + 2,4 + 2,5)} \times 100\% = 50\%$
60	0,100	1,900	3,000	$\frac{3,0}{(0,1 + 1,9 + 3,0)} \times 100\% = 60\%$
70	0,100	1,400	3,500	$\frac{3,5}{(0,1 + 1,4 + 3,5)} \times 100\% = 70\%$
80	0,100	0,900	4,000	$\frac{4,0}{(0,1 + 0,9 + 4,0)} \times 100\% = 80\%$
90	0,100	0,400	4,500	$\frac{4,5}{(0,1 + 0,4 + 4,5)} \times 100\% = 90\%$

**E.2 Perhitungan Preparasi Sampel Nyata**

Perhitungan preparasi sampel nyata dengan memipet semua sampel nyata sejumlah 4,900 mL dan masing-masing dimasukkan ke vial 10 mL yang berbeda-beda, kemudian ditambahkan N-butanol 2% atau sebanyak 0,100 mL dan di homogenkan.

**LAMPIRAN F. Hasil Penentuan Kadar etanol dengan Kromatografi Gas****F.1 Hasil Kurva Baku****- Standar Baku 10%**

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,26	158,697	2592,342	77,87	60,2	9,9448
2	Butanol	9,265	45,091	1714,061	22,13	39,8	n.a.
Total:			203,788	4306,403	100	100	

**- Standar Baku 20%**

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,29	272,915	3556,399	88,99	72,37	18,6261
2	Butanol	9,245	33,75	1357,955	11,01	27,63	n.a.
Total:			306,665	4914,354	100	100	

**- Standar Baku 30%**

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,322	402,57	4454,774	92,07	76,24	28,4806
2	Butanol	9,24	34,661	1387,952	7,93	23,76	n.a.
Total:			437,232	5842,727	100	100	

**- Standar Baku 40%**

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,362	589,795	5426,385	94,2	78,97	42,7108
2	Butanol	9,243	36,33	1445,357	5,8	21,03	n.a.
Total:			626,125	6871,742	100	100	

**- Standar Baku 50%**

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,383	711,823	5977,098	95,19	80,94	51,9857
2	Butanol	9,238	35,969	1407,3	4,81	19,06	n.a.
Total:			747,792	7384,398	100	100	

## - Standar Baku 60%

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,383	790,055	6316,19	96,16	83,13	57,9317
2	Butanol	9,222	31,515	1281,808	3,84	16,87	n.a.
Total:			821,57	7597,998	100	100	

## - Standar Baku 70%

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,41	956,62	6946,2	96,5	83,38	70,5917
2	Butanol	9,222	34,721	1384,217	3,5	16,62	n.a.
Total:			991,341	8330,417	100	100	

## - Standar Baku 80%

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,438	1115,929	7478,804	97,07	84,81	82,7001
2	Butanol	9,222	33,633	1339,663	2,93	15,19	n.a.
Total:			1149,562	8818,467	100	100	

## - Standar Baku 90%

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,442	1172,878	7683,769	97,3	85,52	87,0285
2	Butanol	9,21	32,587	1301,384	2,7	14,48	n.a.
Total:			1205,465	8985,153	100	100	

## F.2 Perhitungan Hasil Kadar Etanol Pada Sampel Nyata

## - Vitalis Replikasi 1

No.	Peak Name	Retention Time Min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,393	927,553	6842,19	96,16	82,34	68,3824
2		6,73	0,138	2,81	0,01	0,03	n.a.
3		8,503	0,717	23,163	0,07	0,28	n.a.
4		8,753	0,06	2,128	0,01	0,03	n.a.
5	Butanol	9,218	36,104	1439,737	3,74	17,33	n.a.
Total:			964,572	8310,028	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{927,553}{36,104} = 0,8196 x - 0,375$$

$$25,691 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 31,803 \qquad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$31,803 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \qquad x \text{ etanol} = 63,606\%$$

- Vitalis Replikasi 2

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,383	781,685	6296,197	96,19	84,13	57,2955
2		6,742	0,118	2,237	0,01	0,03	n.a.
3		8,208	0,128	0,627	0,02	0,01	n.a.
4		8,518	0,682	19,175	0,08	0,26	n.a.
5	Butanol	9,217	30,055	1166,047	3,7	15,58	n.a.
Total:			812,668	7484,283	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{781,685}{30,055} = 0,8196 x - 0,375$$

$$26,008 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 32,190 \qquad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$32,190 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \qquad x \text{ etanol} = 64,380\%$$

- Vitalis Replikasi 3

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,4	874,99	6644,326	96,25	83,53	64,3873
2		6,745	0,134	2,679	0,01	0,03	n.a.
3		8,215	0,115	0,549	0,01	0,01	n.a.
4		8,517	0,745	22,226	0,08	0,28	n.a.
5	Butanol	9,222	33,143	1284,8	3,65	16,15	n.a.

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{874,99}{33,143} = 0,8196 x - 0,375$$



$$26,400 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 32,668 \quad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$32,668 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \quad x \text{ etanol} = 65,336 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{63,606\% + 64,380\% + 65,336\%}{3} = 64,441\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{1,5159}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,75795}$$

$$SD = 0,8706\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,8706}{64,441} \times 100\% = 1,351 \%$$

- Evangeline Replikasi 1

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,413	945,601	6880,919	95,73	82,29	69,7541
2		6,7	0,427	10,153	0,04	0,12	n.a.
3		7,592	0,334	8,051	0,03	0,1	n.a.
4		8,555	0,265	4,86	0,03	0,06	n.a.
5		8,973	5,039	99,336	0,51	1,19	n.a.
6	Butanol	9,217	36,159	1358,781	3,66	16,25	n.a.
Total:			987,824	8362,1	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y1}{y2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{945,601}{36,159} = 0,8196 x - 0,375$$

$$26,151 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 32,365 \quad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$32,365 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \quad x \text{ etanol} = 64,730\%$$

## - Evangeline Replikasi 2

No.	Peak Name	Retention Time min	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,62	3092,248	12266,257	95,77	78,79	n.a.
2		6,732	1,53	37,335	0,05	0,24	n.a.
3		7,615	1,202	30,207	0,04	0,19	n.a.
4		8,505	8,496	35,856	0,26	0,23	n.a.
5		8,938	6,102	62,278	0,19	0,4	n.a.
6	Butanol	9,263	119,142	3136,117	3,69	20,14	n.a.
Total:			3228,719	15568,051	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{3092,248}{119,142} = 0,8196 x - 0,375$$

$$25,954 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 32,124$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$32,124 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 64,248\%$$

## - Evangeline Replikasi 3

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,83	6184,044	16974,993	95,81	74,91	n.a.
2		6,798	3,105	69,933	0,05	0,31	n.a.
3		7,672	2,424	57,216	0,04	0,25	n.a.
4		9,022	23,611	451,341	0,37	1,99	n.a.
5	Butanol	9,337	241,062	5106,633	3,73	22,54	n.a.
Total:			6454,246	22660,115	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{6184,044}{241,062} = 0,8196 x - 0,375$$

$$25,653 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 31,757$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$31,757 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 63,514 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{64,730\% + 64,248\% + 63,514\%}{3} = 64,164\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,7499}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,37495}$$

$$SD = 0,6123\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,6123}{64,164} \times 100\% = 0,9543 \%$$

- Casablanca Replikasi 1

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,390	768,769	6233,654	95,90	83,14	56,314
2	Butanol	9,223	32,5739	1278,11	4,10	16,86	n.a.
Total:			801,3429	7511,764	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{768,769}{32,5739} = 0,8196 x - 0,375$$

$$23,6007 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 29,2529$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$29,2529 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 58,506\%$$

- Casablanca Replikasi 2

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,707	4276,674	14303,287	95,76	75,5	n.a.
2		6,8	0,322	7,942	0,01	0,04	n.a.
3		8,218	0,418	3,501	0,01	0,02	n.a.
4		8,463	2,919	67,311	0,07	0,36	n.a.
5		9,037	5,103	119,15	0,11	0,63	n.a.
6	Butanol	9,348	180,502	4443,128	4,04	23,45	n.a.
Total:			4465,939	18944,318	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{4276,674}{180,502} = 0,8196 x - 0,375$$

$$23,6932 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 29,3658 \quad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$29,3658 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \quad x \text{ etanol} = 58,732\%$$

- Casablanca Replikasi 3

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,852	6625,875	17582,809	95,85	73,82	n.a.
2		6,85	0,451	11,297	0,01	0,05	n.a.
3		8,483	2,232	90,401	0,03	0,38	n.a.
4	Butanol	9,427	283,894	6135,338	4,11	25,76	n.a.
Total:			6912,453	23819,844	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{6625,875}{283,894} = 0,8196 x - 0,375$$

$$23,3392 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 28,9338 \quad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$28,9338 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \quad x \text{ etanol} = 57,868 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{58,506\% + 58,732\% + 57,868\%}{3} = 58,369\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,4015}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,20075}$$

$$SD = 0,448\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,448}{58,369} \times 100\% = 0,768\%$$

## - Fres Replikasi 1

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,4	890,094	6720,838	96,01	83,19	65,5353
2		6,742	0,14	2,743	0,02	0,03	n.a.
3		8,22	0,107	0,526	0,01	0,01	n.a.
4		8,513	0,788	22,746	0,09	0,28	n.a.
5	Butanol	9,22	35,926	1331,709	3,88	16,48	n.a.
Total:			927,055	8078,562	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{890,094}{35,926} = 0,8196 x - 0,375$$

$$24,7757 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 30,6865$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$30,6865 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 61,373\%$$

## - Fres Replikasi 2

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,425	1181,693	7681,622	96,19	81,61	87,6985
2	Butanol	9,228	46,828	1731,263	3,81	18,39	n.a.
Total:			1228,521	9412,885	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{1181,693}{46,828} = 0,8196 x - 0,375$$

$$25,2347 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 31,2465$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$31,2465 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 62,493\%$$

## - Fres Replikasi 3

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,393	826,458	6444,447	96,02	83,36	60,6985
2		6,745	0,131	2,538	0,02	0,03	n.a.
3		8,22	0,139	0,669	0,02	0,01	n.a.
4		8,517	0,732	21,064	0,08	0,27	n.a.
5	Butanol	9,22	33,293	1262,036	3,87	16,32	n.a.
Total:			860,752	7730,754	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{826,458}{33,293} = 0,8196 x - 0,375$$

$$24,8237 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 30,7451 \quad x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$30,7451 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%} \quad x \text{ etanol} = 61,490\%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{61,373\% + 62,493\% + 61,490\%}{3} = 61,785\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,7580}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,379}$$

$$SD = 0,616\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{x} \times 100\% \quad CV = \frac{0,616}{61,785} \times 100\% = 0,997\%$$

## - Izzi Replikasi 1

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,377	801,902	6332,253	95,65	82,06	58,8322
2	Butanol	9,217	36,439	1384,387	4,35	17,94	n.a.
Total:			838,341	7716,64	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y_1}{y_2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{801,902}{36,439} = 0,8196 x - 0,375$$

$$22,0066 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 27,3079$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$27,3079 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 54,616\%$$

- Izzi Replikasi 2

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,378	809,783	6391,191	95,58	81,55	59,4312
2		5,737	0,086	2,607	0,01	0,03	n.a.
3	Butanol	9,215	37,188	1440,843	4,39	18,38	n.a.
4		9,52	0,155	2,864	0,02	0,04	n.a.
Total:			847,211	7837,504	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y1}{y2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{809,783}{37,188} = 0,8196 x - 0,375$$

$$21,7753 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 27,0257$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$27,0257 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 54,051\%$$

- Izzi Replikasi 3

No.	Peak Name	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %	Amount %
1	Etanol	5,372	767,715	6238,95	95,57	81,81	56,2337
2		5,737	0,085	2,435	0,01	0,03	n.a.
3		8,215	0,106	0,562	0,01	0,01	n.a.
4	Butanol	9,213	35,287	1383,345	4,39	18,14	n.a.
5		9,497	0,096	1,264	0,01	0,02	n.a.
Total:			803,289	7626,556	100	100	

$$y = bx + a$$

$$\frac{y1}{y2} = 0,8196 x - 0,375$$

$$\frac{767,715}{35,287} = 0,8196 x - 0,375$$

$$21,7563 = 0,8196 x - 0,375$$

$$x = 27,0025$$

$$x = \frac{x \text{ etanol}}{x \text{ butanol}}$$

$$27,0025 = \frac{x \text{ etanol}}{2\%}$$

$$x \text{ etanol} = 54,005\%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{54,616\% + 54,051\% + 54,005\%}{3} = 54,224\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,2315}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,11575}$$

$$SD = 0,340\%$$

$$\text{RSD (CV)} = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$\text{CV} = \frac{0,340}{54,224} \times 100\% = 0,627\%$$

## LAMPIRAN G. Hasil Analisis Uji T Sampel Berpasangan

### G.1 Hasil Uji Normalitas

Tests of Normality

	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
FTIR	.196	5	.200*	.923	5	.547
GC	.208	5	.200*	.900	5	.412

\*. This is a lower bound of the true significance.

a. Lilliefors Significance Correction

### G.2 Hasil Uji T Sampel Berpasangan

Paired Samples Statistics

	Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1 FTIR	60.69660	5	4.032931	1.803582
GC	60.59660	5	4.315388	1.929900

Paired Samples Correlations

	N	Correlation	Sig.
Pair 1 FTIR & GC	5	.995	.000



## Paired Samples Test

	Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference				
				Lower	Upper			
Pair 1 FTIR - GC	.100000	.507647	.227027	-.530327	.730327	.440	4	.682

