

Verifikasi Metode Penentuan Patchouli Alcohol dalam Minyak Nilam dengan GC-FID Sesuai SNI 06-2385-2006

Yusuf Habibi^{1*}, Ida Ayu Sulistya¹, Dwi Erikawati¹

¹Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia

Jl Kaliurang Km 14,5 Sleman Yogyakarta

Email: yusuf.habibi@uii.ac.id

Abstract

Patchouli alcohol is a type of essential oil that contributes to export commodities from Indonesia. Patchouli alcohol is one of the important component in patchouli oil, so the concentration value is used to determine the quality of patchouli oil. SNI 06 06-2385-2006 is the Indonesian standard method for determining patchouli alcohol. Verification of the patchouli alcohol testing method needs to be carried out as a quality assurance test to obtain valid test results. Verify patchouli alcohol in patchouli oil by measuring linearity, accuracy, and precision value. From the standard patchouli alcohol, the correlation linearity value is 0,9992, this value meets the linearity quality requirements. The recovery value as an accuracy is 98,52%, this value is in accordance with the quality requirements of 80 – 110%. %RSD in determining precision is 0,329, this value is smaller than the 2/3 CV horwitz (0,796). Limit of detection and limit of quantitation have been determined with LOD results of 2,72% and LOQ 9,06%. Based on the results of verification research on patchouli alcohol in patchouli oil using GC-FID according to SNI 06-2385-2006, it can be concluded that this method is suitable for use as a test method for patchouli alcohol in patchouli oil.

Keywords : nilam, patchouli, verification

Abstrak

Minyak nilam merupakan salah satu jenis minyak atsiri yang menyumbang komoditi ekspor dari Indonesia. Salah satu komponen penting sebagai penentu kualitas minyak nilam adalah patchouli alcohol, sehingga nilai kadarnya digunakan untuk mengetahui kualitas minyak nilam. Metode yang dapat digunakan untuk penentuan patchouli alcohol adalah metode standar sesuai SNI 06-2385-2006. Untuk mendapatkan hasil pengujian yang valid, maka perlu dilakukan verifikasi metode pengujian patchouli alcohol sebagai penjaminan mutu pengujian. Verifikasi patchouli alcohol dalam minyak nilam dengan mengukur nilai linearitas, akurasi dan presisi. Dari linearitas standar patchouli alcohol didapatkan nilai korelasi 0,9992 sudah masuk dalam syarat mutu linearitas. Akurasi yang diukur didapatkan nilai recovery sebesar 98,52 % yang sudah masuk dalam syarat mutu 80 - 110 %. Presisi yang diukur adalah nilai % RSD yang dalam pengukuran didapatkan 0,329 lebih kecil daripada nilai 2/3 CV Horwitz yaitu 0,796. Batas deteksi dan batas kuantitasi telah ditentukan dengan hasil LOD 2,72% dan LOQ 9,06%. Berdasarkan hasil penelitian verifikasi patchouli alcohol dalam minyak nilam dengan GC-FID sesuai SNI 06-2385-2006, dapat disimpulkan bahwa metode ini sesuai digunakan sebagai metode uji patchouli alcohol dalam minyak nilam.

Kata Kunci : nilam, patchouli, verifikasi

PENDAHULUAN

Tanaman nilam merupakan salah satu tanaman penghasil minyak atsiri yang cukup penting sebagai komoditi ekspor Indonesia dan menyumbang devisa sekitar 60% dari total ekspor minyak atsiri nasional dan Indonesia merupakan pemasok minyak terbesar di dunia pada tahun 2021 dengan kontribusi 90% [1]. Minyak nilam mengandung beberapa senyawa antara lain benzaldehid, kariofilen, α -patchoulien, buenesen, dan patchouli alcohol. Kadar patchouli alcohol menjadi salah satu parameter kualitas minyak nilam dengan standar minimal 30% dan semakin tinggi kadar patchouli alcohol semakin tinggi pula kualitas minyak nilam [2].

Penentuan kadar patchouli alcohol dalam minyak nilam merupakan salah satu hal paling penting untuk menentukan kualitas atau mutu dari minyak nilam yang diproduksi. Kadar patchouli alcohol dapat diuji dengan menggunakan Gas Chromatography-Flame Ionization Detector sesuai metode SNI 06-2385-2006. Penggunaan metode standar perlu diverifikasi untuk menjamin kemampuan laboratorium melakukan pengujian tersebut menggunakan sumber daya yang dimiliki. Selain itu pelaksanaan verifikasi metode dapat digunakan sebagai penjaminan mutu laboratorium dalam hal validitas metode uji, sehingga diharapkan dengan metode yang valid akan mampu mendukung laboratorium dalam menghasilkan hasil uji yang valid.

Penentuan patchouli alcohol dalam minyak nilam sesuai dengan SNI 06-2385-2006 dilakukan dengan menggunakan gas chromatography - flame ionization detector (GC-FID). Selain untuk penentuan patchouli alcohol, GC-FID juga digunakan untuk penentuan kadar alpha copaene dalam nilam. Prinsip penentuannya adalah pemisahan patchouli alcohol dan alpha copaene dari campuran menggunakan kromatografi gas cair. Kadar patchouli alcohol dan alpha copaene dihitung dengan membandingkan luas puncaknya dengan jumlah luas seluruh komponen. Pada SNI 06-2385-2006 telah ditetapkan persyaratan mutu kualitas minyak nilam melalui beberapa parameter sebagai berikut^[3]

Tabel1. Persyaratan Mutu Minyak Nilam

No	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Warna	-	Kuning muda - coklat kemerahan
2	Bobot Jenis 25°C/25°C	-	0,950 - 0,975
3	Indeks Bias (n _{D20})	-	1,507 - 1,515
4	Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 20°C ± 3°C	-	Larutan jernih atau opalesensi ringan dalam perbandingan volume 1:10
5	Bilangan asam	-	Maks. 8
6	Bilangan ester	-	Maks. 20
7	Putaran optik	-	(-)48° - (-)65°
8	Patchouli alcohol (C ₁₅ H ₂₆ O)	%	Min. 30
9	Alpha copaene (C ₂₅ H ₂₄)	%	Maks. 0,5
10	Kandungan Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 25

Setiap hasil pengujian yang baik seharusnya memiliki penjaminan mutu yang baik. Salah satu cara penjaminan mutu pengujian yaitu meyakinkan bahwa metode pengujian yang digunakan merupakan metode yang telah divalidasi atau jika menggunakan metode standar maka metode tersebut telah diverifikasi untuk menjamin kelayakan metode tersebut diterapkan di suatu laboratorium serta menjamin validitas hasil uji. Verifikasi metode adalah proses atau percobaan penggunaan metode uji oleh laboratorium untuk membuktikan bahwa laboratorium tersebut mampu menggunakan metode baku/standar pada kondisi nyata laboratorium^[4]. Parameter verifikasi pengujian yang perlu dilakukan antara lain akurasi (ketelitian), presisi (ketepatan), linieritas, limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), dan bahan acuan^[5]. Selain parameter verifikasi tersebut, reliabilitas data merupakan syarat mutlak yang harus dipenuhi.

Reliabilitas data (kehandalan suatu data) adalah data yang benar dan sama atau berarti laboratorium berkualitas mampu menghasilkan data yang telah memenuhi aturan akurasi dan presisi yang tinggi sehingga data yang dihasilkan merupakan data uji yang handal dan dapat dipercaya^[6].

METODE

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: peralatan gelas, Syringe ukuran 10 uL dalam AutoInjector AOC Shimadzu, Kromatografi Gas FID 2010 Shimadzu dengan kolom Carbowax 20M. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: etanol pa, minyak nilam standar Patchouli Alkohol.

1. Optimasi Instrumen Kromatografi Gas sesuai SNI 06-2385-2006

- a. Panjang Kolom : Silica, 25mm, 0,25mm
- b. Isi kolom-fasadiam : carbawax 20M
- c. Fasa Gerak : nitrogen
- d. Kecepatan alir : 30mL/menit
- e. Detektor : Flame Ionization Detector
- f. Suhu Detector : 250°C
- g. Kec. alir hidrogen : 30 mL/menit
- h. Kec alir gas tekanan : 300 mL/menit
- i. Suhu injeksi : 200°
- j. Sistem kolom :
 - Suhu awal : 100°
 - Suhu akhir : 200°
 - Kenaikan suhu : 5°C/menit
 - Volume sampel : 0,1 mikroliter
 - Kecepatan kertas : 0,5 cm/menit

2. Linearitas

Dalam uji linearitas, digunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasinya antara 5 – 20% kadar analit dalam sampel. Jumlah sampel yang dianalisis sekurang-kurangnya delapan buah sampel. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $Y = a + bX$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter lain yang harus dihitung adalah simpangan baku residual (Sy). Dengan menggunakan kalkulator atau perangkat lunak komputer, semua perhitungan matematik tersebut dapat diukur.

3. Pengukuran Kecermatan (accuracy) dan presisi

Pengukuran akurasi dan presisi dan ketepatan dilakukan dengan menginjeksikan minyak nilam

sebanyak 0,1 µL dengan replikasi sebanyak 3x. Setelah memperoleh data dihitung standar deviasi (SD), koefisien variasi (KV) dan area under curve (AUC) dari kromatogram yang dihasilkan.

4. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko dan formula di bawah ini dapat digunakan untuk perhitungan:

Dengan:

$Q = LOD$ (batas deteksi) atau LOQ (batas kuantitasi)
 $K = 3$ untuk batas deteksi atau 10 untuk batas kuantitasi

S_b = simpangan baku respon analitik dari blanko
 S_1 = arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon terhadap konsentrasi atau sama dengan nilai slope (b pada persamaan garis $y = a + bx$)
 Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier $y = a + bx$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (S_y/x .)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode uji dilakukan sesuai dengan SNI 06-2385-2006 yang dituliskan dalam optimasi instrument kromatografi gas pada prosedur kerja laporan ini. Berikut adalah hasil dari penelitian yang telah dilakukan:

1. Linieritas

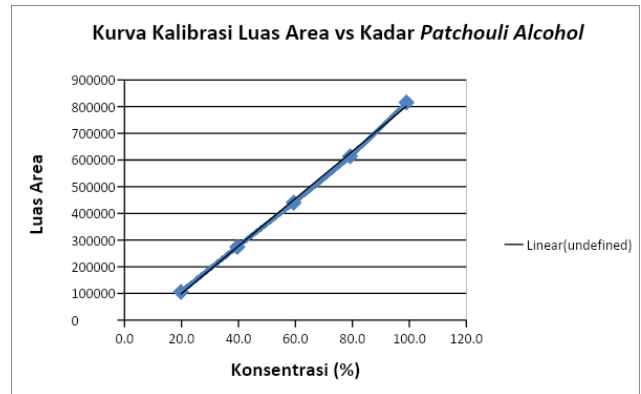
Penentuan linieritas melalui kurva kalibrasi menggunakan larutan standar patchouli alcohol. Berikut adalah data yang diperoleh dari penentuan luas area kromatogram 5 deret larutan standar:

Tabel 2. Data Luas Area dan Kadar Patchouli Alcohol

No	Patchouli Alcohol (%)	Luas Area
1	19,8	105871
2	39,6	274524
3	59,4	440123
4	79,2	613539
5	99,0	815503

Melalui data pada Tabel 2 selanjutnya dibuat grafik kalibrasi sebagai berikut:

Gambar 4. Kurva Kalibrasi Standart Patchouli Alcohol



Hasil dari pembacaan kromatogram yang telah ditampilkan melalui Tabel 2 dan dibuat grafik persamaan garis linear pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi patchouli alcohol berbanding lurus dengan lebih besarnya nilai luas area. Melalui grafik tersebut diperoleh nilai koefisien korelasi 0,9992. Nilai koefisien korelasi yang dihasilkan menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang dihasilkan dan diuji dengan metode terkait memiliki linieritas yang baik, yaitu mendekati 1.

2. Pengukuran Kecermatan (Accuracy) dan Presisi
 Pengukuran kecermatan (accuracy) dilakukan menggunakan standar patchouli alcohol yang diuji menggunakan GC-FID dengan pengulangan sebanyak 7 kali dan ditentukan konsentrasinya menggunakan data kurva kalibrasi sesuai Gambar 4. Berikut data hasil pengukuran kecermatan:

Tabel 3. Data Penentuan Akurasi Patchouli Alcohol

No	Konsentrasi Hitung (%)	Luas Area Uji	Konsentrasi Uji (%)
1	59,4	443851	58,717
2	59,4	437586	58,012
3	59,4	447114	59,085
4	59,4	441809	58,488
5	59,4	441612	58,465
6	59,4	445064	58,854
7	59,4	437590	58,012
Rata-Rata Konsentrasi =			58,519
%Recovery =			98,52

Penentuan presisi metode uji patchouli alcohol sesuai SNI 06-2385-2006 dilakukan menggunakan minyak nilam yang diuji sebanyak 7 kali. Berikut hasil penentuan presisi dari minyak nilam:

Tabel 4. Data Penentuan Presisi Minyak Nilam

No	Luas Area	Konsentrasi (%)
1	24273908	31,036
2	23555343	30,856
3	23443598	30,817
4	23365365	30,799

5	22848312	30,717
6	23067771	30,812
7	23424202	30,763
	Rata-Rata Konsentrasi	30,829
	SD	0,101
	%RSD	0,329
	LogC	1,489
	0,5LogC	0,744
	1-0,5LogC	0,256
	%CV Horwitz	1,194
	2/3 CV Horwitz	0,796

Pengukuran kecermatan dilakukan dengan menggunakan standar patchouli alcohol dengan volume inject pada GC-FID sebanyak 0,3 µL. Hasil luas area yang diperoleh dari kromatogram GC-FID selanjutnya dihitung konsentrasinya dengan menggunakan rumus persamaan garis linier pada Gambar 4 yaitu $y = 8880,2x - 77572$. Hasil dari penentuan akurasi yang ditampilkan melalui Tabel 3 diperoleh nilai recovery 98,52%. Nilai recovery atau perolehan kembali didapatkan dengan perhitungan menggunakan rumus berikut:

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Uji}}{\text{Konsentrasi Target}} \times 100\%$$

Konsentrasi uji adalah konsentrasi hasil dari inject pengujian. Konsentrasi target merupakan konsentrasi dari hasil perhitungan. Melalui Tabel 6 dapat diamati

bahwa untuk inject dengan volume 0,3 µL memiliki konsentrasi atau dapat disebut dengan konsentrasi target 59,4%. Hasil nilai recovery 98,52% menunjukkan bahwa pengujian yang dilakukan teliti. Pengambilan keputusan teliti berdasarkan dari nilai perolehan kembali dalam rentang 80-110% [7]. Presisi metode pengujian ditentukan menggunakan rumus horwitz sebagai berikut:

Dimana c adalah konsentrasi dalam %. Melalui aturan horwitz suatu pengujian dapat disimpulkan memiliki presisi yang baik jika nilai dari %RSD lebih kecil disbanding 2/3 CV Horwitz ($\%RSD < 2/3 \text{ CV Horwitz}$). Berdasarkan Tabel 4 ditampilkan hasil untuk % RSD adalah 0,329 dan 2/3 CV Horwitz adalah 0,796. Nilai dari %RSD lebih kecil dari pada nilai 2/3 CV Horwitz sehingga metode pengujian patchouli alcohol dalam minyak nilam sesuai SNI 06-2385-2006 yang dilakukan di laboratorium peneliti memiliki presisi yang baik.

3. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi
 Batas deteksi yang biasa disebut Limit of Detection (LOD) dan batas kuantitasi yang biasa disebut Limit of Quantitation (LOQ) dihitung menggunakan kurva kalibrasi sesuai pada Gambar 4. Berikut hasil perhitungan dari LOD dan LOQ dari metode pengujian patchouli alcohol dalam minyak nilam:

Tabel 5. Data Penentuan LOD dan LOQ

No	Konsentrasi	Yi	Yc	Yi-Yc	(Yi-Yc) ²
1	19,8	105.871	98.256	7.615	57.985.179
2	39,6	274.524	274.084	440	193.512
3	59,4	440.123	449.912	-9.789	95.824.521
4	79,2	613.539	625.740	-12.201	148.861.961
5	99,0	815.503	801.568	13.935	194.189.799
	$S(y/x)^2 =$	64.729.933,01			
	$S(y/x) =$	8.045,49			
	LOD =	2,72 %			
	LOQ =	9,06 %			

Batas Deteksi atau disebut dengan LOD (Limit of Detection) dan batas kuantitasi atau disebut dengan LOQ (Limit of Quantitation) ditentukan menggunakan persama kurva kalibrasi standar yang ditampilkan pada Gambar 4. Hasil penentuan LOD dan LOQ yang ditampilkan pada tabel 5 diperoleh melalui rumus berikut:

$$S_{\frac{y}{x}} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_c)^2}{n - 2}}$$

Nilai (Yi-Yc)² telah tertampil dalam tabel 5 dan n adalah jumlah data. Selanjutnya LOD dan LOQ ditentukan menggunakan nilai dari Sy/x dan slope dari persamaan garis linier atau dengan rumus berikut:

$$LOD = \frac{3 \times S_{\frac{y}{x}}}{Slope}$$

$$LOQ = \frac{10 \times S_{\frac{y}{x}}}{Slope}$$

Nilai LOD hasil dari penelitian ini adalah 2,72% dan LOQ adalah 9,06% artinya kemampuan minimal laboratorium untuk mendeteksi patchouli alcohol dengan berbagai faktor ujinya adalah 2,72%. Sementara nilai LOQ adalah 9,06 menyatakan bahwa hasil uji dengan kualitas terbaik jika berada di atas nilai LOQ. Hasil pelaporan untuk patchouli alcohol dapat dituliskan jika berada nilai LOQ nya, sementara jika hasil uji dibawah LOQ dapat dituliskan dengan lebih kecil dari LOQ atau dituliskan dengan < 9,06%.

KESIMPULAN

Verifikasi patchouli alcohol dalam minyak nilam dengan mengukur nilai linearitas, akurasi dan presisi. Dari linearitas standar patchouli alcohol didapatkan nilai korelasi 0,9992 sudah masuk dalam syarat mutu linearitas. Akurasi yang diukur didapatkan nilai recovery sebesar 98,52 % yang sudah masuk dalam syarat mutu 80 - 110 %. Presisi yang diukur adalah nilai % RSD yang dalam pengukuran didapatkan 0,329 lebih kecil daripada nilai $\frac{1}{3}$ CV Horwitz yaitu 0,796. Batas deteksi dan batas kuantitasi telah ditentukan dengan hasil LOD 2,72% dan LOQ 9,06%. Berdasarkan hasil penelitian verifikasi patchouli alcohol dalam minyak nilam dengan GC-FID sesuai SNI 06-2385-2006, dapat disimpulkan bahwa metode ini sesuai digunakan sebagai metode uji patchouli alcohol dalam minyak nilam.

SARAN

Hasil verifikasi patchouli alcohol dalam minyak nilam ini menunjukkan bahwa metode SNI 06-2385-2006 ini dapat diterapkan dan digunakan di lingkungan pengujian di Laboratorium Terpadu UII yang dapat bertindak sebagai jaminan hasil pengujian khususnya pengukuran patchouli alcohol dalam minyak nilam sesuai. Selanjutnya dari penelitian ini perlu dilakukan

pemantauan metode sesuai kemutahiran metode yang di rilis oleh Badan Sertifikasi Nasional sebagai jaminan mutu khususnya untuk komoditas Minyak Nilam

UCAPAN TERIMA KASIH

Tim Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat dan Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia yang telah mendukung terselenggaranya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Ginting, Z., Ishak & M. Ilyas. (2021). Analisa Kandungan Patchouli Alcohol dalam Formulasi Sediaan Minyak Nilam Aceh Utara (Pogostemon Cablin Benth) sebagai Zat Pengikat Pada Parfum (Eau De Toilette). *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. 10 (1) : 12-23
- Badan Standardisasi Nasional. (2006). SNI 06-2385-2006 Minyak Nilam. Jakarta. Badan Standardisasi Nasional
- Kartika, R. (2021). Verifikasi dan Validasi Metode Uji Kualitas Udara. Yogyakarta : KBM Indonesia
- Putri, A.S & Windy Z. (2021). Studi Literatur Isolasi Minyak Nilam (Pogostemon Cablin Benth) dari Beberapa Metode Distilasi. *Jurnal Teknologi Separasi Distilat*. 7 (2) : 552-560
- Rizalina, H., dkk. (2018). Optimasi Penentuan Kadar Metanol dalam Darah Menggunakan Gas Chromatography. *Indonesia Journal of Chemical Science*. 7(3) : 255 – 261
- Riyanto. (2014). Validasi & Verifikasi Metode Uji. Yogyakarta : Deepublish
- Utami, A.R. & Catur W. (2019). Verifikasi Metode Pengujian Timbal (Pb) dan Cadmium *Cd) dalam Air Limbah dengan Menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2019*

: 8 - 20