

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil minyak atsiri yang cukup besar di dunia. Alam Indonesia sangat kaya dengan tumbuh-tumbuhan yang mengandung minyak atsiri. Minyak atsiri dapat dihasilkan dari berbagai bagian tanaman salah satunya yaitu pada bagian buah. Minyak atsiri merupakan zat yang memberikan aroma khas pada tumbuhan. Minyak atsiri telah digunakan sebagai parfum, kosmetik, bahan tambahan makanan dan obat (Zamziah 2022). Minyak atsiri dikenal juga dengan nama minyak eteris atau minyak terbang (*ethereal oil*, *volatile oil*) yang dihasilkan oleh tumbuhan. Minyak tersebut mudah menguap pada suhu kamar tanpa mengalami dekomposisi, mempunyai rasa getir, berbau wangi sesuai dengan bau khas tumbuhan penghasilnya, umumnya larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air (Pratama 2016).

Buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.) adalah salah satu jenis buah-buahan yang banyak tumbuh di Indonesia dan digunakan sebagai bahan dasar dalam berbagai jenis kuliner dan minuman. Selain itu, buah ini juga diketahui memiliki kandungan minyak atsiri yang cukup tinggi. Buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.) memiliki potensi untuk digunakan sebagai bahan baku dalam industri kosmetik dan farmasi. Selain bermanfaat di bidang industri dan kuliner, buah jeruk purut memiliki manfaat bagi kesehatan. Kandungan senyawa penyusun yang terdapat dalam minyak atsiri jeruk purut, antara lain seperti *limonen* untuk meredakan radang tenggorokan, batuk, dan menghambat sel kanker. *Linalool* yang bersifat sebagai penenang,  *$\alpha$ -Pinene* sebagai penenang.  *$\beta$ -Phellandrene* dan *nerol* dapat dijadikan sebagai pewangi karena aromanya yang menyegarkan seperti aroma mint dan sedikit aroma citrus.  *$\beta$ -Pinene* sebagai insektisida pembunuh serangga.  *$\beta$ -Myrcene* sebagai bahan dasar pewangi (Cahyati *et al.* 2016).

Ekstraksi minyak atsiri dapat dilakukan dengan cara yang sederhana dan mudah yaitu dengan metode destilasi uap-air. Prinsip dasar metode destilasi adalah uap dari air digunakan untuk mengangkat minyak atsiri dari dalam jaringan jeruk

purut dan kemudian didinginkan dengan air mengalir. Distilasi atau penyulingan adalah suatu metode pemisahan bahan kimia berdasarkan perbedaan kecepatan atau kemudahan menguap (volatilitas) bahan (Iryani 2018).

Metode GC-MS merupakan salah satu metode yang paling efektif dan akurat dalam identifikasi kandungan senyawa dalam minyak atsiri. Metode ini mampu memisahkan dan mengidentifikasi senyawa-senyawa kompleks dalam minyak atsiri dengan tingkat keakuratan yang tinggi (Smith 2019). Metode GC-MS memungkinkan untuk mendapatkan profil senyawa secara menyeluruh dan mendetail dalam minyak atsiri. Dengan membandingkan waktu retensi dan spektrum massa senyawa dalam minyak atsiri dengan database referensi, kita dapat mengidentifikasi senyawa secara akurat dan memahami komposisi kimiawi yang ada (Lopez 2018). Metode GC-MS tidak hanya dapat mengidentifikasi senyawa-senyawa utama dalam minyak atsiri, tetapi juga memungkinkan untuk mendeteksi senyawa minor yang memiliki kontribusi terhadap aroma dan aktivitas biologis minyak atsiri tersebut (Johnson 2018).

Menurut penelitian yang dilakukan Ahmad (2018) minyak atsiri yang diperoleh dari kulit buah jeruk purut memiliki komponen-komponen yang sangat kompleks dan beragam. Dalam penelitian ini, minyak atsiri diperoleh melalui metode destilasi uap dan dianalisis menggunakan teknik kromatografi gas-spektrometri massa (GC-MS). Hasil analisis menunjukkan bahwa terdapat 28 senyawa dalam minyak atsiri buah jeruk purut, dengan *limonene*,  $\beta$ -*pinene*, dan *citronellal* sebagai senyawa-senyawa mayor.

Penelitian yang dilakukan oleh Sari (2019) juga menunjukkan bahwa minyak atsiri kulit buah jeruk purut memiliki kandungan senyawa yang cukup kompleks dan beragam. Dalam penelitian ini, minyak atsiri diperoleh melalui metode ekstraksi menggunakan pelarut etanol dan dianalisis menggunakan teknik GC-MS. Hasil analisis menunjukkan bahwa terdapat 28 senyawa dalam minyak atsiri buah jeruk purut, dengan *limonene*, *citronellal*, dan  $\gamma$ -*terpinene* sebagai senyawa-senyawa mayor. Berdasarkan hasil penelitian di atas, dapat disimpulkan bahwa minyak atsiri buah jeruk purut memiliki kandungan senyawa yang kompleks dan beragam. Senyawa-senyawa yang terkandung dalam minyak atsiri

buah jeruk purut memiliki potensi untuk digunakan dalam berbagai aplikasi industri, terutama dalam industri kosmetik, makanan, dan farmasi. Serta dapat disimpulkan bahwa metode GC-MS merupakan metode yang sangat penting dan efektif dalam identifikasi kandungan senyawa dalam minyak atsiri buah jeruk purut. Metode ini memberikan informasi yang akurat dan mendalam mengenai profil senyawa, yang dapat digunakan dalam berbagai aplikasi industri seperti kosmetik, farmasi, dan makanan.

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik untuk melakukan penelitian berjudul “Identifikasi Kandungan Minyak Atsiri Buah Jeruk Purut (*Citrus hystrix* DC.) dengan Metode GC-MS” untuk mengetahui komponen senyawa penyusun pada minyak atsiri buah jeruk purut dengan menggunakan keseluruhan bagian buah jeruk purut (*Citrus hystrix*) sebagai sampel dari penelitian ini.

### 1.2 Rumusan Masalah

- 1) Apakah komponen yang teridentifikasi pada minyak atsiri buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.) dengan metode GC-MS?
- 2) Bagaimana urutan 5 komponen tertinggi pada minyak atsiri buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.)?



### 1.3 Tujuan Penelitian

- 1) Untuk mengetahui komponen yang teridentifikasi pada minyak atsiri buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.)
- 2) Untuk mengetahui urutan 5 komponen tertinggi senyawa pada minyak atsiri buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.)

### 1.4 Manfaat Penelitian

#### 1.4.1 Manfaat Teoritis

Hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat bagi peneliti berikutnya untuk dapat mengembangkan penelitian tentang bahan alam penghasil minyak atsiri yang banyak terdapat di Indonesia dengan memberikan informasi senyawa penyusun minyak atsiri dari buah jeruk purut.

#### 1.4.2 Manfaat Praktis

Hasil penelitian ini diharapkan dapat berguna bagi masyarakat untuk mengetahui kandungan yang terdapat pada minyak atsiri buah jeruk purut (*Citrus hystrix* DC).



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Tanaman Jeruk Purut

##### 2.1.1 Klasifikasi Tanaman Jeruk Purut

Tanaman jeruk purut mempunyai klasifikasi ilmiah secara taksonomi sebagai berikut (Swastika 2009) :

Kingdom	: <i>Plantae</i> (Tumbuhan)
Subkingdom	: <i>Tracheobionta</i> (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi	: <i>Spermatophyta</i> (Menghasil biji )
Divisi	: <i>Magnoliophyta</i> (Tumbuhan Berbunga)
Kelas	: <i>Magnoliopsida</i> (Berkeping dua/ dikotil)
Ordo	: <i>Sapindales</i>
Suku	: <i>Rutaceae</i>
Marga	: <i>Citrus</i> L.
Jenis	: <i>Citrus hystrix</i> DC.



Sumber: Dokumentasi Pribadi (2022)

Gambar 2.1: Buah Jeruk Purut

### 2.1.2 Deskripsi Jeruk Purut

Tanaman Jeruk (*Citrus sp*) termasuk dalam famili *Rutaceae*. Famili *Rutaceae* memiliki 150 genus, diantaranya ada yang tumbuh liar dan adapula yang dibudidayakan oleh masyarakat. Jeruk (*Citrus sp*) merupakan tanaman tahunan yang berasal dari Asia, Cina dipercaya sebagai tempat pertama kali jeruk tumbuh. Jeruk purut (*Citrus hystrix*) adalah sejenis tanaman perdu yang memiliki banyak sekali manfaat terutama buahnya. Selain dimanfaatkan untuk penyedap masakan, *Citrus hystrix* mempunyai manfaat bagi kesehatan tubuh maupun kecantikan wajah. Jeruk purut (*Citrus hystrix*) memiliki senyawa bioaktif yang penting bagi kesehatan yang terdapat dalam daun jeruk adalah vitamin C, flavonoid, karotenoid, limonoid, dan mineral (Indah 2022)

Tanaman jeruk purut memiliki tinggi batang mencapai kurang lebih 5 meter berbentuk bulat, bengkok, bersudut, agak kecil dan bercabang rendah. Permukaan batang kasar dan berduri serta memiliki warna coklat. Bentuk daun tunggal, lonjong berlekuk pada bagian tengah daun, pangkal dan ujung daun meruncing bagian lekukan membulat licin dan mengkilap. Permukaan daun dan tepi daun berlekuk dan bergerigi kecil. Warna daun hijau tua dan aroma daun harum menyengat. Buah jeruk purut berbentuk bulat, memiliki permukaan yang berkerut, kulit tebal dan berwarna hijau, warna daging buah kuning, bentuk biji bulat, aroma buah kuat menyengat, dan memiliki rasa asam pahit (Indah 2022).

### 2.2 Penelitian Sebelumnya

Jeruk purut (*Citrus hystrix*) merupakan tanaman yang telah dikenal masyarakat memiliki banyak kegunaan. Hampir setiap bagian dari jeruk purut dapat dimanfaatkan mulai dari daun, kulit buah dan rantingnya. Umumnya jeruk purut digunakan sebagai flavour alami pada berbagai produk makanan dan minuman. Flavour yang dihasilkan jeruk purut berasal dari minyak atsiri yang dikandungnya (Jamaluddin 2017).

Menurut Apriliana (2017) minyak atsiri dalam jeruk purut dapat terdistribusi di beberapa bagian tanaman, seperti daun, buah, dan ranting tanaman. Kompleksitas komposisi minyak atsiri dapat dikaitkan dengan reaksi biosintesis

yang terjadi pada jaringan masing-masing bagian tanaman. Secara umum minyak atsiri jeruk purut tersusun atas monoterpen hidrokarbon dan monoterpen yang mengandung oksigen, keduanya dapat berbentuk siklis maupun asiklis.

Penelitian Warsito (2017) menyatakan bahwa minyak atsiri kulit buah jeruk purut mengandung komponen utama *β-pinene* (21,44%), *citronellal* (20,91%), *limonene* (12,59%), sedangkan pada minyak atsiri ranting jeruk purut komponen utamanya tersusun atas *citronellal* (81,52%), *linalool* (6,10%), dan *citronelil aasetat* (3,62%). Pada minyak atsiri daun jeruk purut memiliki komponen utama *citronellal* (85,07%), *linalool* (3,46%) dan *sabinene* (2,79%). Pada penelitian Murniati (2020) senyawa utama yang ditemukan pada kulit buah jeruk purut dengan luas area yang cukup tinggi yaitu *α-pinene* sebesar 18,99% pada waktu retensi 8,451 menit dan *citronellal* dengan luas area 15,44% pada waktu retensi 21,002 menit. Pada hasil penelitian Irayani (2018) dimana menunjukkan data dari GC-MS teridentifikasi 27 komponen contohnya seperti *α-pinene*, *sabinene*, *β-pinene*, *limonene*, *D-carane*, *γ-terpinene*, *α-terpinole*, *linalool*, *cyclohexen*, *citronellal* pada minyak kulit jeruk purut dengan 5 komponen dengan puncak tertinggi yaitu *limonene* sebesar 16,45%, *Sabinene* sebesar 11,13%, *β-citronellol* sebesar 8,25% dan *citronellal* sebesar 7,64%, *α-farnesene* sebesar 4,69%.

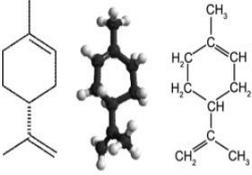
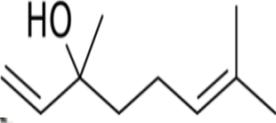
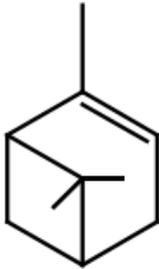
Yang dapat membedakan antara penelitian yang akan dilakukan dengan penelitian-penelitian sebelumnya adalah terletak pada pemakaian bahan yang digunakan, dimana penelitian yang akan dilakukan menggunakan keseluruhan bagian buah jeruk purut.

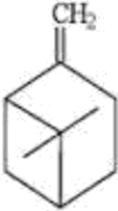
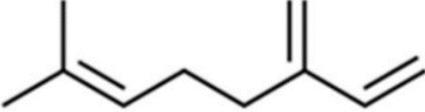
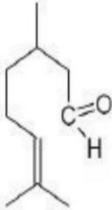
### 2.3 Kandungan Minyak Atsiri Jeruk Purut

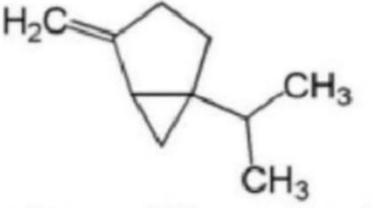
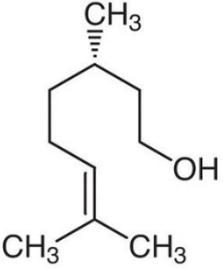
Minyak atsiri adalah salah satu metabolit sekunder dari tanaman yang berbentuk minyak dengan karakteristik yaitu mudah menguap (*volatile*). Beberapa tanaman yang ada di Indonesia merupakan tanaman penghasil minyak atsiri. Salah satu contoh penggunaan minyak atsiri yaitu dalam pembuatan produk kosmetik, untuk pengobatan, pengharum, sekaligus zat *additif* yang aman untuk makanan. Minyak atsiri ini diperoleh hampir dari seluruh bagian tanaman, diantaranya adalah bunga, daun, biji, kulit kayu, buah, akar, atau rimpang (Pratama 2016).

Minyak atsiri jeruk purut (*Citrus hystrix* DC.) memiliki berbagai komponen penyusun. Komponen penyusun pada minyak atsiri buah jeruk purut dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2.1 Komponen Utama Minyak Atsiri Buah Jeruk Purut

Metabolit sekunder	Penjelasan	Gambar
<i>Limonene</i>	Limonene merupakan sebuah hidrokarbon yang diklasifikasikan sebagai siklus terpene. Limonene adalah cairan berwarna pada suhu kamar dengan bau yang sangat kuat dari jeruk (Hidayati 2012).	 <p>Sumber: Cahyati et al. (2016, Gambar 5)</p> <p>Gambar 2.2: Struktur Dasar Limonen</p>
<i>Linalool</i>	Linalool adalah senyawa organik yang terdapat pada minyak atsiri dan termasuk dalam golongan monoterpene teroksigenasi. Linalool memiliki rumus molekul $C_{10}H_{18}O$ dengan titik didih $198 - 199^{\circ}C$ serta berat molekul 154 g/mol (Sipahelut 2012).	 <p>Sumber : Apriliana. (2022, Gambar 1)</p> <p>Gambar 2.3: Struktur Dasar Linalool</p>
<i><math>\alpha</math>-pinene</i>	Senyawa $\alpha$ -pinene dengan rumus molekul $C_{10}H_{16}$ . Rumus struktur $\alpha$ -pinene terdiri atas dua cincin yaitu siklobutana, sikloheksana. Senyawa $\alpha$ -pinene merupakan senyawa organik dari golongan senyawa terpen dan termasuk ke dalam senyawa alkena yang mengandung cincin reaktif karena adanya ikatan rangkap (Wijayati 2021).	 <p>Sumber : Wijayati (2021, Gambar 4.2)</p> <p>Gambar 2.4: Struktur Dasar <math>\alpha</math>-pinene</p>

Metabolit sekunder	Penjelasan	Gambar
<i>β-pinene</i>	<p><i>β</i>-Pinene adalah senyawa organik yang ditemukan pada tanaman dan termasuk monoterpen. Monoterpen (C-10) termasuk minyak yang sangat penting dan terdapat pada tumbuh tumbuhan (Hakim et al. 2019).</p>	 <p>Sumber : Khikmah &amp; Utami (2019, Gambar 1)</p> <p>Gambar 2.5: Struktur Dasar <i>β</i>-pinene</p>
<i>β-myrcene</i>	<p><i>β</i>-myrcene merupakan monoterpen tidak tersubstitusi memiliki bau harum yang terdapat dalam tanaman (Surendran et al.2021).</p>	 <p>Sumber : Surendran et al. (2021, Gambar 2.1)</p> <p>Gambar 2.6: Struktur Dasar <i>β</i>-myrcene</p>
<i>Citronellal</i>	<p><i>Citronellal</i> dengan rumus kimia <math>C_{10}H_{18}O</math> yang memiliki nama kimia 3,7-dimetyl-6-octenal merupakan cairan yang tak berwarna dari golongan monoterpen</p>	 <p>Sumber: Bota. (2015, Gambar 6)</p> <p>Gambar 2.7: Struktur Dasar <i>Citronellal</i></p>

Metabolit sekunder	Penjelasan	Gambar
<i>Sabinene</i>	<p>Sabinene adalah senyawa monoterpen bisiklik alam yang memiliki formula molekul <math>C_{10}H_{16}</math> banyak ditemukan pada berbagai jenis minyak atsiri (Wibowo &amp; Komarayati 2015).</p>	 <p>Sumber: wibowo &amp; komarayanti. (2015, Gambar 6)</p> <p>Gambar 2.8: Struktur Dasar Sabinene</p>
<i><math>\beta</math>-citronellol</i>	<p><i><math>\beta</math>-citronellol</i> adalah senyawa yang memiliki rumus molekul <math>C_{10}H_{20}O</math>. Banyak ditemukan pada berbagai jenis minyak atsiri (Irayani 2018).</p>  <p>UNMAS DENPASAR</p>	 <p>Sumber: bota. (2015, Gambar 7)</p> <p>Gambar 2.9: Struktur Dasar <i><math>\beta</math>-citronellol</i></p>

## 2.4 Metode Ekstraksi

Beberapa metode ekstraksi untuk memperoleh minyak atsiri pada tanaman diantaranya seperti destilasi dengan air, destilasi uap, destilasi uap air dapat dilihat pada tabel dibawah ini (Agoes 2009).

Tabel 2.2 Jenis-jenis Ekstraksi

Metode Ekstraksi	Cara Kerja	Kelebihan	Kekurangan
<b>Ekstraksi Cara Panas</b>			
Destilasi dengan air	Bahan yang akan disuling dihubungkan langsung dengan air mendidih atau dengan kata lain merebus tanaman secara langsung.	kelebihannya adalah alatnya sederhana dan waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan minyak atsiri sebentar	Ekstraksi tidak dapat berlangsung dengan sempurna, komponen minyak yang bertitik didih tinggi dan senyawa yang bersifat larut dalam air tidak dapat menguap secara sempurna, sehingga minyak yang disuling mengandung komponen yang kurang dan kehilangan sejumlah minyak atsiri
Destilasi dengan air dan uap	Bahan yang digunakan tidak kontak langsung dengan air namun diberi sekat antara air dan bahan yang biasa disebut angsang atau sarangan. Prinsipnya air mendidih dan uap air akan membawa partikel minyak atsiri untuk dialirkan ke kondensor	Kelebihan destilasi uap-air yaitu alatnya sederhana tetapi bisa menghasilkan minyak atsiri dalam jumlah yang cukup banyak sehingga efisien dalam penggunaan, minyak yang dihasilkan tidak mudah menguap karena pembawanya adalah air yang tidak mudah menguap pada suhu kamar.	Kelemahannya metode ini tidak cocok untuk minyak atsiri yang rusak oleh panas uap air, serta membutuhkan waktu destilasi yang lebih panjang untuk hasil yang lebih banyak.



Metode Ekstraksi	Cara Kerja	Kelebihan	Kekurangan
<b>Ekstraksi Cara Panas</b>			
	kemudian ke alat pemisah secara otomatis air dan minyak akan terpisah		
Destilasi dengan uap	Prinsipnya uap air yang dihasilkan oleh steam generator akan mengalir ke wadah simplisia dan membawa minyak atsiri bersama dengan uap air tersebut.	dapat menghasilkan minyak atsiri dengan kualitas yang tinggi karena tidak bercampur dengan air.	Memerlukan suhu tinggi dan relatif lebih mahal dibandingkan metode destilasi air dan destilasi uap-air

### 2.5 Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)

Metode GC-MS merupakan pemisahan sampel dengan metode kromatografi gas (*Gas Chromatography*) dan MS (*Mass spectrometry*). Kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah berbagai campuran komponen dalam sampel sedangkan spektrometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing komponen yang telah dipisahkan pada kromatografi gas (Dessywinarsi 2016).

Metode GC-MS memiliki sensitivitas tinggi sehingga dapat memisahkan senyawa yang saling bercampur dan mampu menganalisis berbagai senyawa walaupun dalam kadar/ konsentrasi yang rendah. Penggunaan kromatografi gas dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang mudah menguap pada kondisi vakum tinggi dan tekanan rendah jika dipanaskan. Sedangkan spektrometri massa untuk menentukan bobot molekul dan rumus molekul (Hotmian 2021).

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Sharaf (2019), GC-MS adalah salah satu teknik yang paling sering digunakan dalam analisis senyawa-senyawa organik dalam berbagai jenis sampel. Dalam penelitian ini, GC-MS digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam minyak atsiri dari tanaman *Rosmarinus officinalis*. Hasil analisis menunjukkan bahwa GC-MS mampu mengidentifikasi 29 senyawa dalam minyak atsiri tersebut.

Penelitian yang dilakukan oleh Martono (2018) juga menunjukkan bahwa GC-MS adalah teknik yang sangat efektif dalam mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam minyak atsiri dari tanaman *Pogostemon cablin*. Dalam penelitian ini, GC-MS digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam minyak atsiri dari daun *Pogostemon cablin* yang telah diekstraksi menggunakan metode hidrodestilasi. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa terdapat 19 senyawa dalam minyak atsiri tersebut.

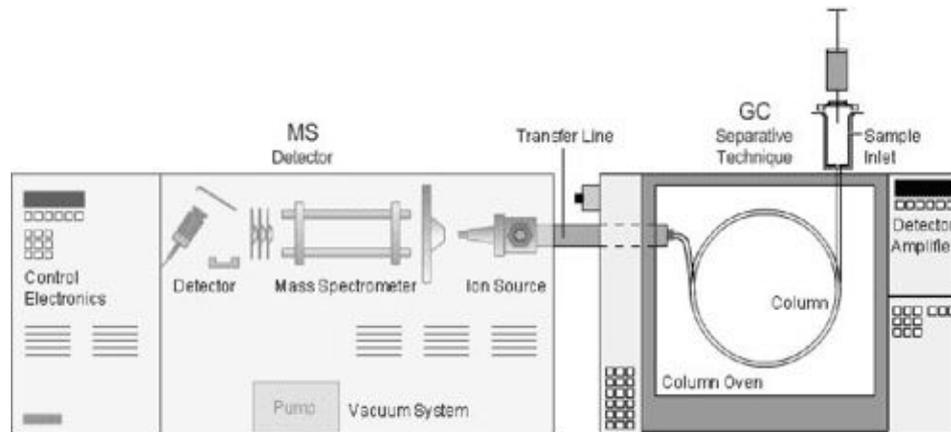
Berdasarkan penelitian di atas, dapat disimpulkan bahwa GC-MS adalah teknik yang sangat efektif dalam mengidentifikasi senyawa-senyawa organik dalam berbagai jenis sampel. Keunggulan dari GC-MS adalah kemampuannya untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa secara spesifik dan sensitif, sehingga dapat digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang sangat kompleks dalam sebuah sampel.



Sumber : Agilent. (2020, Gambar 1)

Gambar 2.10: Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)

### 2.5.1 Komponen Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)



Sumber : slideshare.net (2013, Gambar 2.2)

Gambar 2.11: Komponen *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS)

*Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS) memiliki komponen utama yaitu :

#### 1. *Gas Chromatography*

*Gas Chromatography* (GC) adalah teknik analisis kimia yang digunakan untuk memisahkan dan mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam suatu campuran. Prinsip dasar GC adalah senyawa-senyawa dalam sampel dipisahkan menggunakan kolom kromatografi gas, dengan menggunakan gas pembawa sebagai pengangkut sampel. Senyawa-senyawa kemudian dideteksi menggunakan detektor. *Gas Chromatography* berfungsi untuk alat pemisah pada berbagai komponen campuran berdasarkan perbedaan polaritas campuran komponen-komponen sampel, sifat-sifat fisik dan kimia seperti massa molekul, titik didih, dan afinitas terhadap media pemisah (Hermanto 2008). Berikut komponen pada *Gas Chromatography*.

##### a) Gas pembawa/pengangkut

Gas pembawa/pengangkut adalah gas yang digunakan untuk membawa sampel melalui kolom kromatografi gas. Gas pembawa yang dapat digunakan contohnya seperti helium dan hidrogen. Kegunaan dari gas pembawa adalah untuk membawa sampel ke dalam kolom kromatografi dan memindahkannya melalui kolom kromatografi gas menuju detektor. Tujuan utama dari gas pembawa adalah untuk membawa sampel melalui kolom. Gas pembawa adalah fase gerak dan *inert* tidak

berinteraksi secara kimiawi dengan sampel. Tujuan kedua adalah menyediakan matriks yang cocok untuk detektor untuk mengukur komponen sampel. Gas pengangkut atau pembawa harus memenuhi persyaratan yaitu harus *inert* (bersifat tidak menyerap sampel). Helium sejauh ini merupakan gas pembawa yang paling umum digunakan dalam GC dan kompatibel dengan semua detektor meskipun harganya lebih mahal. Sedangkan hidrogen memiliki harga yang lebih ekonomis namun memiliki kekurangan yaitu dapat potensi kebakaran dan ledakan lebih tinggi dari helium (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

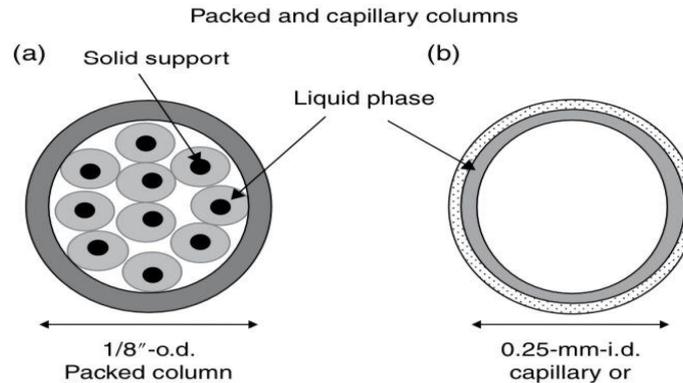
### **b) Injektor**

Injektor adalah bagian dari GC yang digunakan untuk memasukkan sampel ke dalam sistem GC. Sampel biasanya diinjeksikan ke dalam sistem GC melalui injektor, yang kemudian akan menguapkan sampel dan mengirimkannya ke kolom kromatografi gas. Injektor terdiri atas saluran gelas yang kecil atau tabung logam yang dilengkapi karet atau septum pada satu ujung untuk mengakomodasi injeksi dengan *macro syringe*. Sampel diinjeksi dengan *macro syringe* ke dalam ruang injeksi yang berupa lubang ditutupi dengan pemisah karet (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

### **c) Kolom kromatografi**

Kolom kromatografi adalah bagian dari GC yang terdiri dari tabung kaca atau logam yang berisi fase pemisah yang dipilih untuk memisahkan senyawa-senyawa dalam sampel. Fase pemisah ini didasarkan pada pemisahan diantara dua fase yaitu fase diam (padat atau cair) dan fase gerak (gas). Bila fase diam berupa zat padat yang aktif, maka dikenal istilah kromatografi penyerapan (*adsorption chromatography*). Bila fase diam berupa zat cair, maka teknik ini disebut kromatografi pembagian (*partition chromatography*). Fase gerak merupakan sistem kromatografi yang berfungsi untuk mendorong agar komponen – komponen cuplikan tidak dapat bergerak sedangkan fase diam adalah sistem kromatografi yang berfungsi untuk mempengaruhi komponen – komponen cuplikan tetap diam pada posisinya. Fase gerak merupakan pembawa analit yang bersifat inert. Kolom merupakan jantung kromatografi gas, dimana terjadi pemisahan komponen-komponen cuplikan. Terbuat dari tabung yang dibuat berbentuk spiral terbuka.

Terdapat 2 jenis kolom yaitu kemas atau *packed column* dan kolom kapiler atau *capillary column* (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).



Sumber : McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. (2019, Gambar 1.10)

Gambar 2.12: Kolom Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)

#### 1. Kolom kemas

Kolom yang dikemas biasanya memiliki panjang 1–2 m dan diameter dalam 0,2–0,4 cm dan dalam kolom kemas fase diam dikemas dalam rongga kolom. Kolom kemas membutuhkan sampel dalam jumlah besar (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

#### 2. Kolom kapiler

Terbuat dari leburan silika dan merupakan tabung terbuka biasanya panjang 10–100 m dan diameter dalam 0,1–0,53 mm. Permukaan dalam dinding kapiler dilapisi oleh fase diam, dengan ketebalan 0,1–5  $\mu\text{m}$ . Kolom kapiler hanya membutuhkan sedikit sampel (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

#### d) Detektor

Detektor adalah bagian dari GC yang digunakan untuk mendeteksi senyawa-senyawa dalam sampel yang keluar dari kolom kromatografi gas. Detektor yang paling umum digunakan adalah detektor nyala, yang bekerja dengan membakar senyawa-senyawa yang keluar dari kolom kromatografi gas dan menghasilkan sinyal yang dapat direkam. Detektor merupakan komponen yang ditempatkan pada ujung kolom GC yang menganalisis aliran gas yang keluar dan memberikan data kepada perekam data yang menyajikan hasil kromatogram secara grafik. Detektor ionisasi nyala (FID) memiliki karakteristik sensitivitas tinggi, jangkauan linier yang

luas, dan batas deteksi rendah, namun relatif sederhana dan murah. Terdapat detektor lainnya seperti konduktivitas termal (TCD) dan detektor penangkap elektron (ECD) (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

#### e) Oven

Oven adalah bagian dari GC yang digunakan untuk mengontrol suhu kolom kromatografi gas. Suhu ini dapat disesuaikan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang berbeda dalam sampel. Termostat (oven) adalah tempat penyimpanan kolom. Suhu kolom harus dikontrol karena suhu memiliki peran penting dalam pemisahan. Dalam kontrol suhu isothermal suhu oven dipertahankan pada nilai konstan selama analisis, temperatur diatur sekitar titik tengah rentang didih sampel. Pada mode terprogram suhu mengacu pada kenaikan suhu secara bertahap secara terus-menerus pada laju yang telah ditentukan dalam analisis sampel, suhu terprogram memiliki keunggulan seperti terbentuknya peningkatan puncak (McNair Harold M., Miller James M. & Snow Nicholas H. 2019).

### 2. *Interface/ antarmuka*

*Interface* atau antarmuka adalah bagian dari GC yang menghubungkan kolom kromatografi gas dengan mass spectrometer. *Interface* ini memungkinkan senyawa-senyawa yang keluar dari kolom kromatografi gas untuk masuk ke dalam mass spectrometer, yang kemudian akan menghasilkan spektrum massa. *Interface* bertujuan untuk menghilangkan gas pembawa tanpa menghilangkan analit (Candraningrat 2021).

### 3. *Mass Spectrometer*

*Mass spectrometer* adalah alat yang digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam sampel berdasarkan massa molekulnya. *Mass spectrometer* terdiri dari beberapa komponen, termasuk ionisator, analisis massa, dan detektor. Ketika senyawa-senyawa dalam sampel masuk ke dalam *mass spectrometer*, ionisator akan mengionisasi senyawa-senyawa tersebut, sehingga senyawa-senyawa tersebut dapat dipisahkan berdasarkan massa molekulnya di dalam analisis massa. Detektor kemudian akan merekam sinyal dari senyawa-senyawa tersebut, yang kemudian dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa. Senyawa tersebut ditentukan massa molekul relatifnya

berdasarkan dengan rasio massa terhadap muatan ( $m/z$ ) dan mendeteksinya secara kualitatif dan kuantitatif (Candraningrat 2021).

### 2.5.2 Prinsip Kerja *Gas Chromatography Mass Spectrometer* (GC-MS)

Prinsip kerja kromatografi gas dimulai dari persiapan sampel, injeksi dan pemisahan pada kolom GC. Sampel yang akan diidentifikasi diinjeksi melalui tempat injeksi yang mempunyai suhu lebih tinggi dari titik didih sampel, sehingga komponen yang terpisahkan akan terdeteksi oleh detektor. Molekul yang meninggalkan kolom memasuki ruang ionisasi yang akan mengionisasi dan memecah beberapa molekul. Ion dipercepat dan sortir dengan cepat menurut rasio massa terhadap muatan. Proses selanjutnya dicetak oleh rekorder sehingga akan menghasilkan kromatogram (Lovestead *et al.*2018). Berikut ini adalah prinsip kerja GC-MS secara lebih rinci :

#### 1. Injeksi Sampel

Sampel ditempatkan di injektor, sampel yang diinjeksikan memiliki kriteria mudah menguap atau *volatile*, di mana sampel menguap dan dimasukkan ke dalam kolom kromatografi gas oleh gas pembawa/pengangkut. Penggunaan injektor yang akurat sangat penting untuk memastikan sampel diinjeksikan dengan benar (Lovestead *et al.*2018).

#### 2. Kolom Kromatografi Gas

Senyawa-senyawa dalam sampel kemudian bergerak melalui kolom kromatografi gas, yang terdiri dari suatu media pemisah seperti kromatografi fase terbalik atau kromatografi gas-liquid. Senyawa-senyawa ini dipisahkan sesuai dengan sifat-sifat fisik dan kimia mereka, seperti massa molekul, titik didih, dan afinitas terhadap media pemisah (Lovestead *et al.*2018).

#### 3. Deteksi

Setelah senyawa-senyawa dalam sampel dipisahkan di dalam kolom kromatografi gas, mereka melewati detektor, yang mendeteksi senyawa-senyawa tersebut. Detektor dapat berupa detektor nyala atau detektor non-nyala seperti detektor konduktivitas termal. Detektor akan merekam sinyal dari

senyawa-senyawa yang lewat dan menghasilkan kromatogram, yang menunjukkan intensitas sinyal detektor sebagai fungsi waktu (Lovestead *et al.*2018).

#### 4. *Mass Spectrometer*

Senyawa-senyawa yang telah dipisahkan di dalam kolom kromatografi gas kemudian melewati interface atau antarmuka, yang menghubungkan kolom kromatografi gas dengan mass spectrometer. Interface ini memungkinkan senyawa-senyawa untuk masuk ke dalam mass spectrometer, di mana senyawa-senyawa ini diionisasi dan dipisahkan berdasarkan massa molekulnya (Lovestead *et al.*2018).

#### 5. Analisis Data

Data yang dihasilkan oleh GC-MS kemudian diolah oleh komputer, dan dianalisis oleh program pengolah data. Hasil analisis dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam sampel, menghitung konsentrasi senyawa-senyawa tersebut, dan membandingkan hasil dengan standar referensi (Lovestead *et al.*2018).

#### 2.5.3 Keunggulan Gas Chromatography Mass Spectrometer (GC-MS)

GC-MS adalah teknik yang sangat sensitif dan akurat untuk mengidentifikasi senyawa-senyawa dalam sampel. Dengan kombinasi dari kromatografi gas dan spektrometri massa, GC-MS dapat digunakan untuk analisis sampel yang sangat kompleks dengan jumlah senyawa-senyawa yang kecil. GC-MS telah digunakan dalam banyak aplikasi, seperti analisis minyak atsiri, farmasi, pengujian bahan makanan, penelitian forensik, dan ilmu lingkungan. Penggunaan GC-MS juga dapat digunakan dalam analisis pestisida dan obat-obatan, di mana analisis yang tepat sangat penting untuk kesehatan manusia dan lingkungan (Hermanto 2008).

Keunggulan metode GC-MS antara lain efisien, resolusi tinggi sehingga dapat digunakan untuk menganalisis partikel yang sangat kecil, aliran gas sangat terkontrol dan kecepatannya tetap, analisis cepat biasanya hanya beberapa menit,

sehingga dapat memisahkan berbagai senyawa yang saling bercampur serta mampu menganalisis berbagai senyawa yang tercampur meskipun dengan kadar/konsentrasi rendah, pembacaan berat molekul didasarkan pada library sehingga dapat diprediksi dengan pasti (Hermanto 2008).

