

PENGEMBANGAN METODE KROMATOGRAFI GAS DETEKTOR IONISASI NYALA UNTUK ANALISIS CO DAN CO₂ DI UDARA

Widhiani, A. A. K. S. T. D.¹, Cahyadi, K. D.¹, Widjaja, I N. K.¹

¹ Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Udayana

Korespondensi: Widhiani, A. A. K. S. T. D.

Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Udayana

Jalan Kampus Unud-Jimbaran, Jimbaran-Bali, Indonesia 80364 Telp/Fax: 0361-703837

Email: kepaon51@yahoo.com

ABSTRAK

Udara berperan penting bagi kehidupan makhluk hidup sehingga penilaian kualitas udara perlu dilakukan. Beberapa studi epidemiologi menunjukkan adanya hubungan yang erat antara tingkat pencemaran udara dengan angka kejadian penyakit pernafasan. Contoh senyawa pencemar udara yang perlu dipantau kadarnya adalah CO dan CO₂. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala untuk analisis CO dan CO₂ di udara yang spesifik dan presisi.

Pada tahap awal dicari metode untuk optimasi pemisahan CO dan CO₂, selanjutnya metode tersebut divalidasi, dan diaplikasikan pada pengukuran kuantitas CO dan CO₂. Sistem optimal yang didapat adalah laju alir kolom 1 mL/menit, gas pembawa Helium, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C.

Berdasarkan hasil yang diperoleh, metode kromatografi gas detektor ionisasi nyala yang dikembangkan memberikan Rs sebesar 2,440. KV uji presisi intraday dan interday untuk CO masing-masing sebesar 1,048% dan 4,962%. KV uji presisi intraday dan interday untuk CO₂ masing-masing sebesar 0,74% dan 4,099%. Linieritas dengan r² CO dan CO₂, yaitu 0,973 dan 0,994. Nilai LOD untuk CO sebesar 25,347 ng dan CO₂ sebesar 14,168 ng, serta nilai LOQ untuk CO sebesar 82,283 ng dan CO₂ sebesar 47,817 ng.

Kata kunci: udara, CO, CO₂, kromatografi gas, detektor ionisasi nyala

1. PENDAHULUAN

Udara merupakan salah satu sumber daya alam yang memiliki peran penting bagi kehidupan manusia serta makhluk hidup lainnya. Namun seiring dengan semakin meningkatnya aktivitas manusia, udara semakin tercemar terutama akibat terjadinya peningkatan emisi kendaraan bermotor. Di Indonesia, polusi udara yang disebabkan oleh emisi gas buang kendaraan bermotor mencapai 70-80 % (Maryanto, dkk., 2009). Peningkatan jumlah kendaraan bermotor secara langsung dapat meningkatkan emisi gas buang sehingga kadar pencemar udara juga dapat meningkat, seperti karbon monoksida (CO) dan karbon dioksida (CO₂) (Syahrani, 2006).

Terkait dengan upaya penentuan tingkat pencemaran udara, telah banyak dikembangkan penelitian-penelitian untuk menetapkan kadar komponen pencemar udara dengan berbagai metode (BLH Provinsi Bali, 2011; Sugiarta, 2008; Rensburg, 2007; Azari, et al., 2008). Metode yang digunakan mulai dari metode titrasi hingga metode kromatografi gas yang canggih.

Kelemahan dari metode titrasi adalah akurasi yang rendah, besarnya galat yang terjadi, diperlukan banyak pelarut dan waktu yang lama untuk proses analisis (Watson, 2005). Rensburg (2007) menggunakan metode gas chromatography-pulsed discharge helium ionization detector (GC-PDHID) yang dipasangkan dengan sistem dual column capillary dan Azari, et al. (2008) mengembangkan metode kromatografi gas detektor ionisasi nyala yang dilengkapi dengan Micro-Packed Injector (MPI). Kedua metode penelitian ini pengerjaannya sangat rumit dengan sistem rangkaian instrumentasi yang kompleks dan mahal yang sebagian besar kromatografi gas yang tersedia di Indonesia belum tentu dilengkapi dengan rangkaian alat tersebut.

Terkait dengan permasalahan tersebut, maka akan dilakukan pengembangan metode kromatografi gas tanpa dipasangkan dengan sistem lain yang kompleks yang spesifik dan presisi, dengan pengerjaannya yang sederhana,

biaya operasional yang lebih murah untuk analisis CO dan CO₂ di udara.

2. BAHAN DAN METODE

2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asam formiat 90% teknis (Brataco), asam sulfat pekat pro analisis (Merck), gas pembawa He, gas H₂, arang batok kelapa.

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah alat kromatografi gas (GC-FID 2025 Shimadzu) dengan kolom Rtx-Wax, microliter syringe 10 µL (SGE), kantong plastik vakum, spuit 10 mL (OneMed), vial vakum, gelas beaker 50 mL (Pyrex), pipet ukur 2 mL (Pyrex), pipet ukur 10 mL (Pyrex), bola hisap, corong kaca besar (Pyrex), corong kaca kecil (Pyrex), bunsen, lempeng kawat, dan labu alas bundar 50 mL (Pyrex).

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Penyiapan Gas Baku

2.3.1.1 Penyiapan Gas Karbon Monoksida (CO)

Gas CO disiapkan dari reaksi dehidrasi asam formiat dengan asam sulfat pekat. Ditambahkan 20 mL asam formiat 90% dan 10 mL asam sulfat pekat ke dalam labu alas bundar yang telah ditempatkan di atas penangas dan dipanaskan pada suhu 100°C. Gas yang terbentuk ditampung dengan kantong plastik vakum.

2.3.1.2 Penyiapan Gas Karbon Dioksida (CO₂)

Gas CO₂ disiapkan dari arang batok kelapa yang dialasi dengan lempeng kawat, kemudian dibakar di atas api bunsen. Arang yang telah membara ditutup dengan corong gelas dalam posisi terbalik yang pada ujungnya diikatkan kantong plastik vakum untuk menampung gas yang terbentuk.

2.3.2 Optimasi Pemisahan CO dan CO₂ pada Sistem Kromatografi Gas

Dilakukan pengembangan metode kromatografi gas yang optimal untuk penentuan kadar gas CO dan CO₂ melalui pengaturan laju alir, tekanan, dan suhu dari injektor, kolom serta detektor. Sejumlah gas CO dan CO₂ baku diinjeksikan pada kromatografi gas detector ionisasi nyala. Sistem kromatografi gas diatur pada laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50,

suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom divariasikan dari 80°C hingga 120°C. Metode kromatografi gas yang optimal dipilih berdasarkan kemampuan sistem untuk memisahkan CO dan CO₂ paling baik dengan memberikan nilai resolusi 1,5 (Grob and Barry, 2004).

2.3.3 Optimasi Waktu Pengukuran Standar CO dan CO₂

Optimasi waktu pengukuran standar dilakukan dengan menginjeksikan standar CO dan CO₂ mulai dari awal pembuatan hingga 12 jam setiap selang waktu 3 jam dan diinjeksikan sebanyak 7 kali pengulangan. Dihitung AUC rata-rata yang diperoleh dan ditentukan persentase kadar standar setiap 3 jam terhadap 0 jam pembuatan.

2.3.4 Validasi Metode Kromatografi Gas

2.3.4.1 Spesifisitas

Pengujian spesifisitas dilakukan dengan menginjeksikan sampel udara, standar CO dan CO₂ masing-masing sebanyak 5 µL. Spesifisitas metode ditentukan melalui puncak kromatogram CO dan CO₂ yang dibandingkan dengan kromatogram sampel udara di sekitar laboratorium. Spesifisitas yang baik apabila kromatogram sampel udara tidak memberikan gangguan terhadap kromatogram standar CO dan CO₂. Selain itu, kromatogram CO dan CO₂ tidak saling mengganggu yang dapat dilihat dari nilai resolusi (Rs) yang dihasilkan. Nilai resolusi yang dapat diterima adalah 1,5 (Harmita, 2004).

2.3.4.2 Presisi (Keseksamaan)

Uji presisi dilakukan secara intraday dan interday pada standar CO dan CO₂. Uji intraday dilakukan dengan menginjeksikan standar CO dan CO₂ dengan pengulangan sebanyak 7 kali pada satu hari yang sama. Uji interday dilakukan dengan pembuatan standar yang diulang setiap harinya dan diinjeksikan sebanyak 7 kali pengulangan pada 3 hari yang berbeda. Dihitung standar deviasi (SD), koefisien variasi (KV) dari area under curve (AUC) kromatogram CO dan CO₂. Kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau KV kurang dari 11% untuk kadar ppm (Huber, 2007).

2.3.4.3 Linieritas dan Rentang

Penentuan linieritas dan rentang dilakukan dengan menginjeksikan 6 variasi volume gas standar CO dan CO₂, yaitu 5 µl, 6 µl, 7 µl, 8 µl, 9

µl, dan 10 µl. Dari data yang diperoleh, dibuat persamaan regresi linier $y = bx + a$ ($y = \text{AUC}$; $x = \text{volume injeksi masing-masing senyawa}$). Masing-masing injeksi diulang sebanyak 3 kali. Kemudian ditentukan koefisien determinasi (r^2). Suatu metode dikatakan linier jika diperoleh nilai $r^2 \geq 0,95$ (Lawson, 1996).

2.3.4.4 Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantification (LOQ)

Dari persamaan regresi yang diperoleh, ditentukan nilai limit of detection (LOD) dan limit of quantification (LOQ) yang didasarkan pada perhitungan simpangan baku residual.

3. HASIL

3.1 Penyiapan Gas Standar

4.1.1 Penyiapan dan Identifikasi Standar CO

Gas yang dihasilkan dari reaksi dehidrasi asam format tidak berwarna dan tidak berbau. Identifikasi selanjutnya dilakukan dengan memberikan sumber api terhadap gas tersebut dan menghasilkan nyala api biru. Gas diinjeksikan langsung pada kromatografi gas dan menghasilkan satu puncak dengan waktu retensi 1,879 menit.

4.1.2 Penyiapan dan Identifikasi Standar CO₂

Gas yang dihasilkan dari pembakaran arang tidak berwarna. Identifikasi selanjutnya dengan menggunakan larutan Ba(OH)₂ dan larutan menjadi keruh. Gas diinjeksikan langsung pada kromatografi gas dan menghasilkan satu puncak dengan waktu retensi 1,767 menit.

4.1.3 Penampungan Standar CO dan CO₂

Standar ditampung dalam vial vakum. Udara dalam vial vakum kosong diinjeksikan dan tidak terdapat puncak yang dihasilkan.

3.2 Optimasi Pemisahan CO dan CO₂ pada Sistem Kromatografi Gas

Berdasarkan data pengamatan pada tabel B.1, semakin tinggi suhu kolom, semakin rendah nilai Rs yang dihasilkan. Kromatogram yang simetris hanya dimiliki oleh CO untuk seluruh suhu, sedangkan kromatogram CO₂ yang simetris hanya diberikan pada suhu kolom 100°C. Hal ini ditentukan dari nilai tailing factor (TF) yang dihasilkan dari setiap kromatogram. Untuk kromatogram CO, nilai TF untuk seluruh suhu adalah 1. Untuk kromatogram CO₂, nilai TF pada suhu 100°C yang paling mendekati 1, yaitu 1,278.

3.3 Uji Stabilitas Standar CO dan CO₂ Terhadap Waktu Pengukuran

Berdasarkan data yang ditunjukkan pada tabel B.2, setelah 3 jam pengujian didapatkan bahwa kadar CO turun menjadi 98,783% dan kadar CO₂ turun menjadi 99,744%. Setelah 12 jam pengujian, kadar CO turun hingga 77,764% dan kadar CO₂ turun menjadi 94,419%.

3.4 Validasi Metode Kromatografi Gas

3.4.1 Spesifisitas

Sampel udara yang diinjeksikan tidak menghasilkan puncak. Standar campuran CO dan CO₂ yang diinjeksikan menghasilkan dua puncak dengan Rs 2,440. Data ini dapat dilihat pada gambar A.2.

3.4.2 Presisi

Uji presisi intraday dilakukan dengan 7 kali pengulangan, dan diperoleh nilai KV sebesar 1,048% untuk CO dan 0,74% untuk CO₂. Untuk uji presisi interday selama 3 hari yang berbeda, diperoleh nilai KV 4,962% untuk CO dan 4,099% untuk CO₂. Hasil pengamatan dapat dilihat pada tabel B.3 dan B.4.

3.4.3 Linieritas dan Rentang

Kurva kalibrasi yang didapat (gambar A.3), persamaan regresi liniernya adalah $y = 21120x + 1308$ untuk CO dengan rentang 120,7-241,4 ng ($r^2 = 0,973$) dan $y = 12613x - 6,533$ untuk CO₂ dengan rentang 177,1-318,8 ng ($r^2 = 0,994$). Data pengamatan dapat dilihat pada tabel B.5.

4. PEMBAHASAN

4.1 Penyiapan Gas Standar

4.1.1 Penyiapan dan Identifikasi Standar CO

Secara fisik, gas CO tidak berwarna dan tidak berbau sama seperti gas yang dibuat (Peng, 1990). Nyala api biru yang menandakan bahwa adanya karbon monoksida yang terbakar sempurna dengan adanya oksigen (Furutani, et al., 2001). Gas yang diinjeksikan langsung pada kromatografi gas bertujuan untuk memastikan bahwa gas yang dihasilkan merupakan gas CO tunggal. Hasil ini menunjukkan bahwa gas yang dihasilkan merupakan gas CO dan untuk analisis selanjutnya, waktu retensi CO mengacu pada hasil uji ini.

4.1.2 Penyiapan dan Identifikasi Standar CO₂

Sifat fisika dari gas karbon dioksida adalah tidak berwarna seperti gas yang dibuat (Shakhashiri, 2008). Arang merupakan senyawa

karbon yang dibuat dari pembakaran tidak sempurna material organik. Pembakaran dikatakan sempurna dan dapat dihentikan hingga arang yang dibakar telah berubah menjadi abu putih (Tarwiyah, 2001). Adanya CO₂ dapat diidentifikasi dengan mengalirkan gas CO₂ dalam larutan Ba(OH)₂ yang menghasilkan endapan putih BaCO₃ yang menyebabkan larutan menjadi keruh (Harrison, et al., 2006). Gas yang diinjeksikan langsung pada kromatografi gas bertujuan untuk memastikan bahwa gas yang dihasilkan merupakan gas CO₂ tunggal. Hasil ini menunjukkan bahwa gas yang dihasilkan merupakan gas CO₂ dan untuk analisis selanjutnya, waktu retensi CO₂ mengacu pada hasil uji ini.

4.1.3 Penampungan Standar CO dan CO₂

Untuk memastikan bahwa dalam vial vakum yang digunakan tidak terdapat komponen udara yang dapat mengganggu pembacaan kromatogram standar, maka udara dalam vial vakum kosong diinjeksikan dan dibandingkan dengan kromatogram standar CO maupun CO₂. Berdasarkan hasil penelitian, udara dalam vial vakum dapat diabaikan sehingga tidak mengganggu pembacaan kromatogram standar CO dan CO₂.

4.1.4 Kadar Standar CO dan CO₂

Kadar gas yang dibuat dapat ditentukan dari kerapatan gas (m/v) dengan satuan kg/m³ yang dihitung berdasarkan persamaan gas ideal, $PV = nRT$, P adalah tekanan (1 atm), V adalah volume gas yang dihasilkan (L), n adalah jumlah mol gas yang dihasilkan (mol), R adalah konstanta gas universal (0,082 L.atm/mol.K), dan T adalah suhu dari tempat pembuatan gas, yaitu 30°C (Anderson and Wu, 2005). Berdasarkan perhitungan didapatkan kerapatan untuk gas CO sebesar 1,207 kg/m³ dan gas CO₂ sebesar 1,771 kg/m³. Hasil ini mendekati kerapatan CO dan CO₂ yang diukur pada keadaan STP (0°C, 1 atm), yaitu 1,250 kg/m³ dan 1,842 kg/m³ (Boushehri, et al., 1987). Pada perhitungan ini digunakan suhu 30°C (303 K) sesuai dengan suhu ruangan di laboratorium tempat pembuatan gas.

4.2 Optimasi Pemisahan CO dan CO₂ pada Sistem Kromatografi Gas

Sistem yang paling optimal dipilih berdasarkan resolusi (Rs) yang diberikan, yaitu Rs 1,5 (Harmita, 2004). Berdasarkan hasil yang diperoleh, semakin rendah nilai Rs yang

dihasilkan seiring dengan kenaikan suhu kolom. Hal ini disebabkan dengan kenaikan suhu, laju alir antara CO dan CO₂ tidak sama yang ditandai dengan perubahan waktu retensi dari CO dan CO₂ yang berbeda. Semakin tinggi suhu kolom, semakin kecil selisih waktu retensi antara CO dan CO₂, dan semakin rendah nilai resolusi yang dihasilkan. Pemilihan sistem juga didasarkan pada bentuk kromatogram. Nilai TF sebesar 1 menunjukkan kromatogram yang simetris. Nilai TF > 1 menunjukkan kromatogram mengalami tailing (Grob and Barry, 2004). Berdasarkan nilai Rs dan TF, maka sistem kromatografi gas detektor ionisasi nyala selanjutnya dikerjakan pada suhu kolom 100°C seperti ditunjukkan pada gambar A.1. Berdasarkan hasil tersebut sistem kromatografi gas yang optimal adalah laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C.

4.3 Uji Stabilitas Standar CO dan CO₂ Terhadap Waktu Pengukuran

Berdasarkan hasil yang diperoleh, semakin lama penyimpanan sampel, kadarnya semakin menurun. Untuk menjaga kadar standar maksimal turun hingga 2%, maka pengukuran harus dilakukan sebelum 3 jam dari pembuatan.

4.4 Validasi Metode Kromatografi Gas

4.4.1 Spesifisitas

Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan bahwa CO dan CO₂ termasuk komponen-komponen lainnya, tidak memberikan pengaruh terhadap kromatogram CO dan CO₂ standar. Hal ini dapat disebabkan karena detektor ionisasi nyala tidak dapat mendeteksi senyawa organik yang tidak mengandung atom karbon, sedangkan CO dan CO₂ tidak memberikan puncak diduga karena kadarnya di sampel udara terlalu rendah untuk dapat dideteksi oleh detektor. Dengan demikian, puncak-puncak kromatogram yang sudah terpisah dengan baik (Rs 2,440) pada injeksi standar sangat spesifik untuk CO dan CO₂.

4.4.2 Presisi

Berdasarkan hasil uji presisi, metode yang dikembangkan telah memenuhi syarat presisi karena nilai KV yang dihasilkan jauh dibawah yang dipersyaratkan.

4.4.3 Linieritas dan Rentang

Dalam pembuatan kurva kalibrasi, volume yang digunakan merupakan volume setelah dikalikan dengan rasio split yang digunakan, yaitu 1:50. Hal ini menunjukkan bahwa dari 1 satuan volume yang diinjeksikan, hanya 1/50 yang masuk ke dalam kolom. Berdasarkan hasil yang diperoleh, kurva kalibrasi yang didapatkan telah memenuhi syarat linieritas.

4.4.4 Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantification (LOQ)

Dari persamaan regresi linier yang diperoleh, nilai LOD 25,347 ng untuk CO dan 14,168 ng untuk CO₂. Nilai LOQ yang didapat sebesar 82,283 ng untuk CO dan 47,817 ng untuk CO₂. Data pengamatan dapat dilihat pada tabel B.6.

5. KESIMPULAN

Sistem optimal metode kromatografi gas detektor ionisasi nyala yang dikembangkan untuk analisis CO dan CO₂ di udara adalah laju alir kolom 1 mL/menit, gas pembawa Helium, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C. Hasil validasi dari sistem ini memberikan Rs sebesar 2,440. KV uji presisi intraday dan interday untuk CO masing-masing sebesar 1,048% dan 4,962%. KV uji presisi intraday dan interday untuk CO₂ masing-masing sebesar 0,74% dan 4,099%. Linieritas dengan r² CO dan CO₂, yaitu 0,973 dan 0,994. Nilai LOD untuk CO sebesar 25,347 ng dan CO₂ sebesar 14,168 ng, serta nilai LOQ untuk CO sebesar 82,283 ng dan CO₂ sebesar 47,817 ng.

UCAPAN TERIMA KASIH

Seluruh dosen pengajar beserta staf pegawai di Jurusan Farmasi Fakultas MIPA Universitas Udayana, orang tua, saudara, serta teman-teman seangkatan penulis atas segala ide, saran, serta dukungannya.

DAFTAR PUSTAKA

Anderson, C. R. and W. Wu. (2005). Analysis of Carbon Monoxide in Commercially Treated Tuna (*Thunnus spp.*) and Mahi-Mahi (*Coryphaena hippurus*) by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Washington: U.S. Food and Drug Administration.

Azari, M. R., M. R. M. Nejad, and S. Motesadi. (2008). A New Sampler and Analysis

Method for BTEX in Ambient Air. *Tanaffos* 7 (3): 47-52.

BLH Provinsi Bali. (2011). Laporan Analisis Kualitas Udara. Denpasar.

Boushehri, A., J. Bzowski, J. Kestin, and E. A. Mason. (1987). Equilibrium and Transport Properties of Eleven Polyatomic Gases at Low Density. *J. Phys. Chem. Ref. Data*. 16 (3): 445-466.

Furutani, M., Y. Ohta, and M. Nose. (2001). Carbon Monoxide Generation/Consumption in Blue-Flame Period During Hydrocarbon Compression Ignition. *Journal of Kones, Combustion Engines*, (B): 1-2.

Grob, R. L. and E. F. Barry. (2004). *Modern Practice of Gas Chromatography*. (4th Edition). USA: A John Wiley & Sons, Inc. Publication. pp: 65-127.

Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian* 1 (3): 117-135.

Harrison, Tim., D. Shallcross, and S. Henshaw. (2006). *Carbon Dioxide Related Experiments* York. Bristol: University of Bristol.

Huber, L. (2007). *Validation and Qualification in Analytical Laboratories*. USA: Informa Healthcare USA, Inc.

Maryanto, D., S. A. Mulasari, dan D. Suryani. (2009). Penurunan Kadar Emisi Gas Buang Karbon Monoksida (CO) dengan Penambahan Arang Aktif pada Kendaraan Bermotor di Yogyakarta. *KES MAS* 3 (3): 162-232.

Peng, Chen. (1990). Quantitative GC Determination of Carbon Monoxide by Calibration via the Production of CO from Formic Acid. *Chromatographia* 29 (7/8): 347-350.

Rensburg, M. J. van. (2007). Analysis of Trace Amounts of Oxygen, Carbon Monoxide, and Carbon Dioxide in Nitrogen Using Gas Chromatography (thesis). Pretoria: Faculty of Natural and Agricultural Sciences University of Pretoria.

Shakhashiri. (2008). *Carbon Dioxide, CO₂. General Chemistry Revised*: 6 Feb.

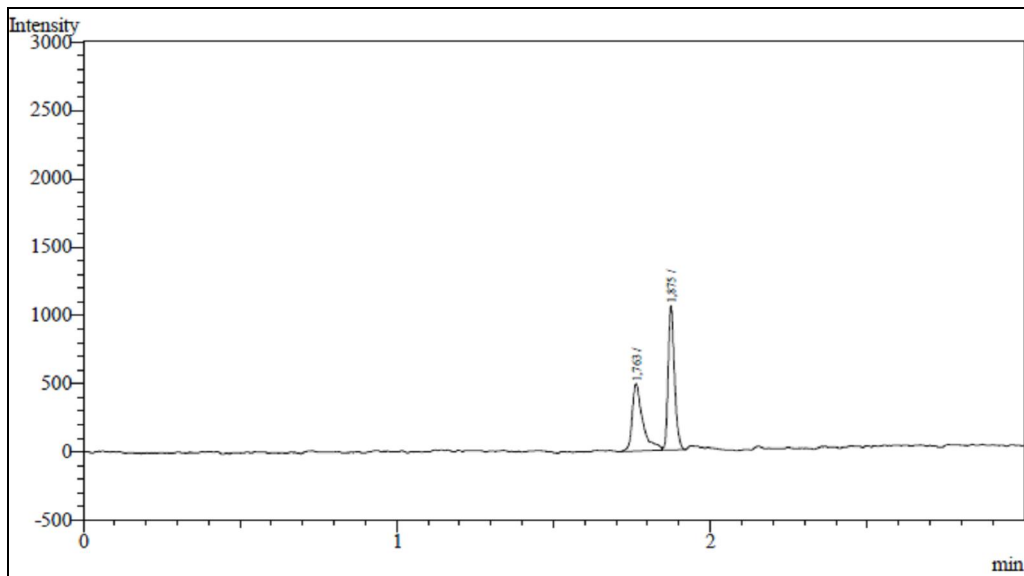
Sugiarta, A. A. G. (2008). Dampak Bising dan Kualitas Udara pada Lingkungan Kota Denpasar. *Jurnal Bumi Lestari* 8 (2): 162-167.

Syahrani, Awal. (2006). Analisa Kinerja Mesin Bensin Berdasarkan Hasil Uji Emisi. *Jurnal SMARTek* 4 (4): 260-266.

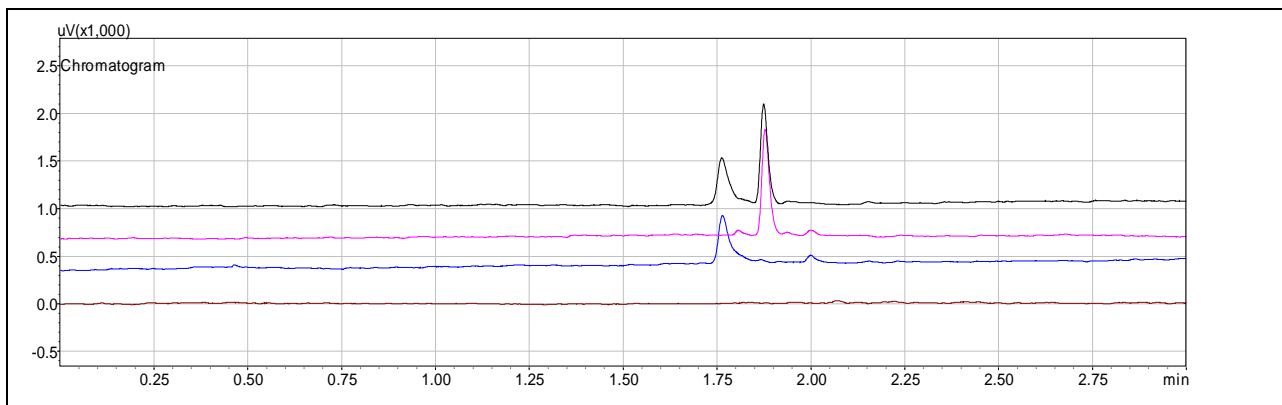
Tarwiyah, Kemal. (2001). Arang Tempurung Kelapa. Jakarta: Deputi Menegristek Bidang Pendayagunaan dan Pemasyarakatan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi.

Watson, D.G. (2005). Analisis Farmasi. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.

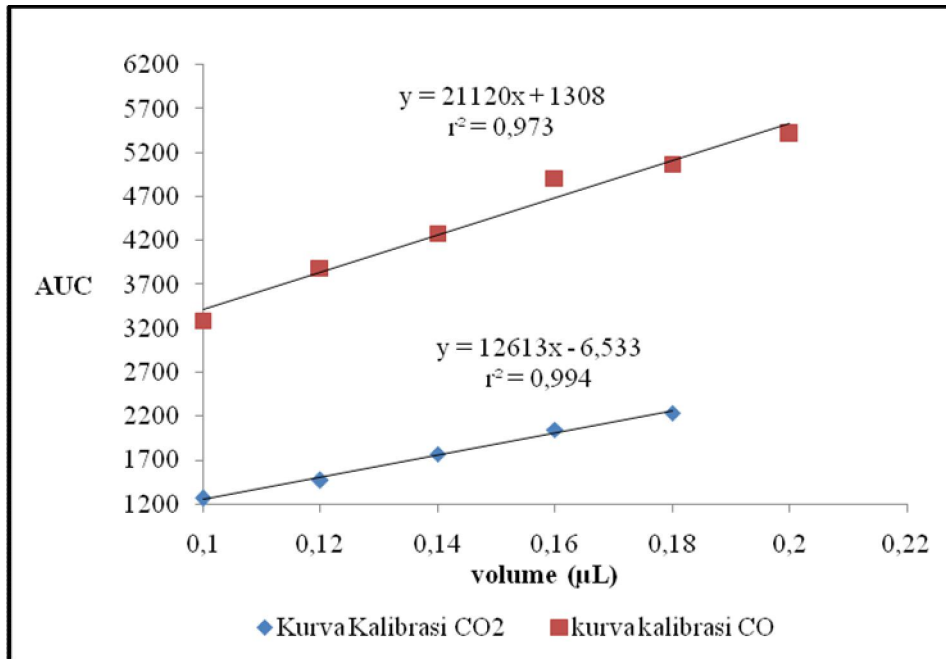
APENDIK A.



Gambar A.1 Kromatogram CO dan CO₂ pada Suhu Kolom 100°C
Keterangan: peak 1 = CO₂ (Rt 1,763 menit; TF 1,278), peak 2 = CO (Rt 1,875 menit; TF 1,000)



Gambar A.2 Kromatogram CO dan CO₂
Keterangan: — = blanko udara, — = standar CO₂, — = standar CO, — = campuran standar CO dan CO₂



Gambar A.3 Kurva Kalibrasi CO dan CO₂

Keterangan: r^2 CO₂ = 0,994, r^2 CO = 0,973; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C

APENDIK B.

Tabel B.1 Hasil Optimasi Pemisahan CO dan CO₂ pada Sistem Kromatografi Gas

Suhu Kolom	Kromatogram			
	Rt CO (min)	Rt CO ₂ (min)	Rt	Rs
80°C	1,861	1,685	0,176	4,598
90°C	1,868	1,727	0,141	3,633
100°C	1,875	1,763	0,112	2,440
110°C	1,888	1,795	0,093	2,118
120°C	1,902	1,824	0,078	1,581

Keterangan: Rt = waktu retensi, Rs = resolusi, Rt = selisih waktu retensi antara CO dan CO₂; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom divariasikan dari 80°C hingga 120°C

Tabel B.2 Hasil Optimasi Waktu Pengukuran Standar

Senyawa	Jam ke-	AUC	% kadar
CO	0	3285,429 ± 50,487	100,000
	3	3245,429 ± 17,897	98,783
	6	2894,714 ± 42,303	88,108
	9	2816,286 ± 112,451	85,720
	12	2554,286 ± 56,949	77,764
CO ₂	0	1341,286 ± 27,855	100,000
	3	1337,857 ± 49,985	99,744
	6	1326,429 ± 79,912	98,892
	9	1325,714 ± 43,908	98,839
	12	1266,429 ± 36,225	94,419

Keterangan: volume injeksi 5µL untuk setiap jam pengukuran; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C

Tabel B.3 Hasil Pengukuran untuk Uji Presisi Intraday

Senyawa	Volume Injeksi (µL)	Pengulangan ke-	AUC
Standar CO	5	1	3556
		2	3610
		3	3547
		4	3512
		5	3567
		6	3547
		7	3618
		AUC rata-rata	3565,286
		Standar Deviasi	37,362
		Koefisien Variasi	1,048%
Standar CO ₂	5	1	1258
		2	1253
		3	1253
		4	1269
		5	1239
		6	1255
		7	1247
		AUC rata-rata	1253,429
		Standar Deviasi	9,271
		Koefisien Variasi	0,74%

Keterangan: volume injeksi 5µL untuk setiap jam pengukuran; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C

Pengembangan Metode Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala untuk Analisis Co Dan Co₂ di Udara (Widhiani, A. A. K. S. T. D., Cahyadi, K. D., Widjaja, I N. K.

Tabel B.4 Hasil Pengukuran untuk Uji Presisi Interday

Senyawa	Volume Injeksi (µL)	Hari ke-	Pengulangan ke-	AUC	AUC rata-rata /hari
Standar CO	5	1	1	3556	3565,286
			2	3610	
			3	3547	
			4	3512	
			5	3567	
			6	3547	
			7	3618	
		2	1	3286	3266,429
			2	3287	
			3	3292	
			4	3240	
			5	3248	
			6	3159	
			7	3353	
		3	1	3269	3285,429
			2	3251	
			3	3286	
			4	3295	
			5	3242	
			6	3263	
			7	3392	
				AUC rata-rata	3372,381
				Standar Deviasi	167,33
				Koefisien Variasi	4,962%
Standar CO ₂	5	1	1	1258	1253,429
			2	1253	
			3	1253	
			4	1269	
			5	1239	
			6	1255	
			7	1247	
		2	1	1298	1247,571
			2	1211	
			3	1254	
			4	1239	
			5	1245	
			6	1273	
			7	1213	
		3	1	1396	1341,286
			2	1330	
			3	1334	
			4	1359	
			5	1324	
			6	1313	
			7	1333	
				AUC rata-rata	1280,762
				Standar Deviasi	52,497
				Koefisien Variasi	4,099%

Keterangan: volume injeksi 5µL untuk setiap jam pengukuran; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C

Pengembangan Metode Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala untuk Analisis Co Dan Co₂ di Udara (Widhiani, A. A. K. S. T. D., Cahyadi, K. D., Widjaja, I N. K.

Tabel B.5 Hasil Pengukuran untuk Penentuan Linieritas dan Rentang

Senyawa	Volume Injeksi (µL)	Volume Masuk Kolom (µL)	Pengulangan ke-	AUC	AUC rata-rata
Standar CO	5	0,1	1	3309	3291
			2	3239	
			3	3325	
	6	0,12	1	3805	3890
			2	3936	
			3	3929	
	7	0,14	1	4156	4281,667
			2	4304	
			3	4385	
	8	0,16	1	4961	4908,667
			2	4953	
			3	4812	
	9	0,18	1	5135	5073,333
			2	5122	
			3	4963	
10	0,2	1	5312	5412,333	
		2	5556		
		3	5369		
Persamaan Regresi Linier					$y = 21120x + 1308$
				r^2	0,973
Standar CO ₂	5	0,1	1	1253	1266,333
			2	1299	
			3	1247	
	6	0,12	1	1497	1470,667
			2	1407	
			3	1508	
	7	0,14	1	1817	1773
			2	1749	
			3	1753	
	8	0,16	1	2021	2047,333
			2	2081	
			3	2040	
	9	0,18	1	2271	2239,333
			2	2260	
			3	2187	
Persamaan Regresi Linier					$y = 12613x - 6,533$
				r^2	0,994

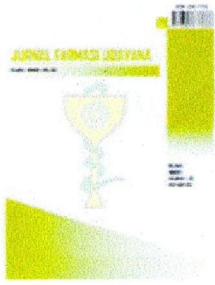
Keterangan: volume injeksi 5µL untuk setiap jam pengukuran; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C

Pengembangan Metode Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala untuk Analisis Co Dan Co₂ di Udara (Widhiani, A. A. K. S. T. D., Cahyadi, K. D., Widjaja, I N. K.

Tabel B.6 Hasil Pengukuran untuk Penentuan LOD dan LOQ

Senyawa	Volume Injeksi (μL)	Volume Masuk Kolom (μL)	AUC rata-rata (y)	y''
Standar CO	5	0,1	3291	3420
	6	0,12	3890	3842,4
	7	0,14	4281,667	4264,8
	8	0,16	4908,667	4687,2
	9	0,18	5073,333	5109,6
	10	0,2	5412,333	5532
			Sy/x	144,81
			LOD (μL)	0,021
			LOQ (μL)	0,069
			LOD (ng)	25,347
			LOQ (ng)	83,283
Standar CO ₂	5	0,1	1266,333	1254,8
	6	0,12	1470,667	1507,0
	7	0,14	1773	1759,3
	8	0,16	2047,333	2011,5
	9	0,18	2239,333	2263,8
			Sy/x	34,271
			LOD (μL)	0,008
			LOQ (μL)	0,027
			LOD (ng)	14,168
			LOQ (ng)	47,817

Keterangan: volume injeksi 5μL untuk setiap jam pengukuran; sistem kromatografi gas: laju alir kolom 1 mL/menit, tekanan kolom 110 kPa, mode injeksi split dengan rasio 1:50, suhu injektor 100°C, suhu detektor 250°C, dan suhu kolom 100°C



JURNAL FARMASI UDAYANA

JURUSAN FARMASI-FAKULTAS MIPA-UNIVERSITAS UDAYANA

BUKIT JIMBARAN - BALI
• (0361) 703837

• Email: jurnalfarmasiudayana@gmail.com

SURAT PERNYATAAN PERSETUJUAN PEMBIMBING

Yang bertandatangan di bawah ini, menyatakan bahwa :

Artikel dengan judul : Pengembangan Metode Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala untuk Analisis CO dan CO₂

Disusun oleh : A.A. Kt. Sri Trisna Dewi Widhiyani

NIM : 0908705072

Email mahasiswa : kapaon51@yahoo.com

Telah kami setuju untuk dipublikasi pada "Jurnal Farmasi Udayana".

Demikian surat pernyataan ini kami buat, agar dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Bukit Jimbaran, 04 Juli 2013
Pembimbing Tugas Akhir

Dr. I N. Kadijeng Widjaja, M.Si., Apt.

NIP. 19511114 1978031002