

## **ANALISIS RESIDU PELARUT HEKSANA MINYAK BIJI BUNGA MATAHARI DENGAN TEKNIK MIKROEKSTRAKSI FASE PADAT MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS-DETEKTOR IONISASI NYALA**

Bunga Adhelia Maharani, Dedi Hanwar\*  
Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta<sup>1</sup>  
Email\*: [dh278@ums.ac.id](mailto:dh278@ums.ac.id)

### **ABSTRAK**

Penggunaan pelarut organik seperti heksana dalam proses ekstraksi minyak biji bunga matahari dapat meninggalkan residu yang berpotensi membahayakan kesehatan jika melebihi batas maksimal residu yang ditetapkan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar residu pelarut heksana dalam minyak biji bunga matahari yang beredar di *e-commerce* dengan teknik Mikroekstraksi Fase Padat menggunakan Kromatografi Gas – Detektor Ionisasi Nyala. Validasi metode diuji dengan parameter linearitas, akurasi, keberulangan, batas deteksi (LOD), dan batas kuantifikasi (LOQ). Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode SPME-GC-FID memiliki linearitas yang baik dengan nilai  $R^2$  sebesar 0,99, LOD sebesar 0,01 ppm, LOQ sebesar 0,03 ppm, %*recovery* 100,81%, dan nilai RSD sebesar 0,58%. Analisis sampel menunjukkan bahwa kadar residu heksana pada minyak biji bunga matahari diperoleh sebesar 3,31 mg/kg pada sampel A, 0,49 mg/kg pada sampel B, dan 2,60 mg/kg pada sampel C. Hal tersebut menunjukkan bahwa kadar residu pelarut pada ketiga sampel melebihi batas maksimal residu yang ditetapkan oleh BPOM yaitu 0,1 mg/kg.

**Kata Kunci:** heksana, kromatografi gas, minyak bunga matahari, residu pelarut

### **ABSTRACT**

*The use of organic solvents such as hexane in the extraction process of sunflower seed oil can leave residues that may pose health risks if they exceed the maximum allowable limit. This study aims to determine the hexane solvent residue levels in sunflower seed oil available on e-commerce platforms using Solid Phase Microextraction (SPME) with Gas Chromatography – Flame Ionization Detector (GC-FID). Method validation was performed based on linearity, accuracy, repeatability, limit of detection (LOD), and limit of quantification (LOQ), parameters. The results showed that the SPME-GC-FID method exhibited good linearity with an  $R^2$  value of 0.99, LOD of 0.01 ppm, LOQ of 0.03 ppm, % recovery of 100.81%, and an RSD value of 0.58%. Sample analysis showed that the residual hexane levels in sunflower seed oil were 3.31 mg/kg in sample A, 0.49 mg/kg in sample B, and 2.60 mg/kg in sample C. This shows that the residual solvent levels in the three samples exceed the maximum residue limit set by BPOM, which is 0.1 mg/kg.*

**Keywords:** hexane, gas chromatography, sunflower seed oil, solvent residue

## PENDAHULUAN

Minyak nabati diperoleh melalui proses ekstraksi mekanik biji minyak yang sering kali membutuhkan penggunaan pelarut untuk meningkatkan hasil ekstraksi<sup>1,2</sup>. Salah satu pelarut yang umum digunakan adalah heksana, karena sifatnya yang inert, mudahnya ketercampuran dengan minyak, memiliki titik didid rendah (sekitar 68 °C), dan biaya yang relatif rendah<sup>3,4</sup>. Meskipun terdapat tahapan pemurnian dalam proses produksi, residu heksana dapat tertinggal dalam produk akhir. Residu pelarut yang tertinggal pada produk akhir ini berisiko bagi kesehatan manusia. Telah dilaporkan oleh Sparks *et al.* (2006) bahwa residu heksana ditemukan bersifat toksik bagi manusia dan hewan pada konsentrasi yang relatif rendah<sup>5</sup>. Oleh karena itu, pengendalian kualitas menjadi aspek yang krusial untuk memastikan kadar residu heksana tidak melebihi batas yang ditetapkan oleh BPOM yaitu 0,1 mg/kg<sup>6</sup>.

Peneliti sebelumnya mengembangkan metode *static headspace-chromatography gas-*

*flame ionization detector* (SHS-GC-FID) dan *solid phase microextraction-chromatography gas-flame ionization detector* (SPME-GC-FID) untuk menguji keberadaan pelarut seperti aseton, n-heksana, benzena, dan toluena dalam berbagai minyak nabati dan dilaporkan bahwa metode ini dapat diterapkan dalam analisis residu pelarut dalam minyak nabati<sup>2,7</sup>.

Penelitian tentang residu heksana dalam minyak nabati masih terbatas. Studi oleh Housefi dan Hosseini (2017) mendapatkan hasil bahwa dari 40 sampel minyak konsumsi dari berbagai jenis yang diuji, sebanyak 36 sampel mengandung residu heksana dengan kadar di bawah ambang batas Uni Eropa (1 mg/kg)<sup>2</sup>. Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Samsuri *et al.* (2021) terdeteksi residu heksana yang melebihi batas regulasi Uni Eropa yaitu sebesar 2,688 mg/kg pada minyak biji bunga matahari<sup>8</sup>. Berdasarkan temuan ini, sampel yang diuji dalam penelitian ini adalah minyak biji bunga matahari.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kandungan residu

heksana pada minyak biji bunga matahari yang beredar di *e-commerce* menggunakan metode Kromatografi Gas serta melakukan validasi metode tersebut untuk menganalisis residu heksana.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kromatografi gas (Shimadzu GCMS-QP 2010s) dengan *Flame Ionization Detector* (FID), *hot plate stirrer Thermo Scientific* (Cimarec), SPME serat *polydimethylsiloxane- divinylbenzene* (PDMS-DVB) dan jarum 65 $\mu$ m 25 Ga (Supelco) serta alat-alat gelas. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah heksana *pro analysis* (Merck), heptana *pro analysis* (Merck), benzil alkohol *pro analysis* (Merck), dan minyak biji bunga matahari bebas heksana. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah tiga merk minyak biji bunga matahari yang dibeli dari *e-commerce* secara acak dari toko yang berbeda.

### Instrumentasi

Kromatografi gas dipasangkan

dengan *flame ionization detector* (FID). Pemisahan dilakukan dengan kolom Stabilwax-DA (Crossbond® Carbowax® Polyethylene glycol) (30 m x 0,25 mm, ID 0,25  $\mu$ m). Kondisi instrumentasi kromatografi gas dapat dilihat pada Tabel 1 berikut

**Tabel 1. Kondisi Instrumentasi GC-FID**

| Parameter          | Kondisi  |
|--------------------|--|
| Suhu kolom injeksi | 200°C  |
| Mode injeksi       | Split 1:5  |
| Suhu detektor      | 260°C  |
| Gas pembawa        | Helium   |
| Kecepatan alir     | 1,0 mL/menit   |
| Suhu kolom         | 40°C (dipertahankan 3 menit), dinaikkan 30 mL/menit hingga 200°C (dipertahankan 3 menit) |

### Teknik Ekstraksi

Teknik sampling yang dipilih adalah menggunakan SPME serat PDMS-DVB. Sampel minyak biji bunga matahari sebanyak 4 mL yang diambil dengan pipet volume ditambahkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan standar internal 1 mL, sehingga total volume *headspace* yang digunakan adalah 5 mL. Kemudian

vial dipanaskan dengan *hot plate stirrer* pada suhu dan waktu optimum yang didapatkan dari tahap optimasi lalu disuntikkan ke dalam kromatografi gas dan diamati puncak kromatogram yang muncul.

### **Optimasi SPME**

Sampel bebas heksana sebanyak 3 mL ditambahkan ke dalam vial 20 mL lalu ditambahkan standar internal 1 mL dan larutan standar heksana 1 mL. Vial dipanaskan dengan *hot plate stirrer* pada suhu 90, 100, dan 110°C selama 10, 20, dan 30 menit. Hasil optimasi akan digunakan untuk ekstraksi sampel.

### **Pembuatan Larutan Standar**

Pembuatan larutan standar heksana dilakukan dengan mengambil 1 mL dari larutan stok heksana p.a kemudian dilarutkan dalam 100 mL benzil alkohol sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 1.000 ppm. Larutan standar internal heptana dibuat dengan mengambil 0,1 mL larutan stok heptana p.a yang dilarutkan dalam 10 mL benzil alkohol sehingga didapatkan larutan konsentrasi 10.000 ppm. Kemudian larutan stok heptana p.a 10.000 ppm

diambil sebanyak 0,5 mL dan dilarutkan dalam 100 mL benzil alkohol sehingga didapatkan larutan konsentrasi 50 ppm. Larutan heptana konsentrasi 50 ppm akan digunakan sebagai standar internal dalam penelitian ini.

### **Kurva Baku**

Dibuat 7 seri larutan kurva baku dengan pengenceran bertingkat. Larutan stok heksana 1.000 ppm dipipet 1 mL lalu ditambahkan benzil alkohol p.a hingga 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi 100 ppm. Lalu dipipet 0,64 mL dari larutan 100 ppm kemudian ditambahkan benzil alkohol p.a hingga 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi 6,4 ppm. Kemudian dipipet 5 mL dari larutan induk dengan konsentrasi satu tingkat di atasnya kemudian ditambahkan benzil alkohol p.a hingga 10 mL dan lakukan sebanyak 6 kali sehingga didapatkan larutan konsentrasi 3,2; 1,6; 0,8; 0,4; 0,2; dan 0,1 ppm. Ketujuh seri larutan baku diambil sebanyak 4 mL dan dimasukkan ke dalam vial 20 mL lalu ditambahkan standar internal heptana 50 ppm sebanyak 1 mL dan kemudian dipanaskan diekstraksi dengan teknik

SPME lalu dibaca menggunakan kromatografi gas.

### **Validasi Metode**

Validasi prosedur analisis adalah proses sistematis yang dilakukan studi laboratorium untuk memastikan bahwa kinerja suatu prosedur memenuhi persyaratan yang ditetapkan sesuai dengan tujuan penggunaannya<sup>9</sup>. Parameter validasi yang diuji dalam penelitian ini yaitu linearitas, LOD, LOQ, keberulangan, dan akurasi.

### **Linearitas**

Linearitas ditetapkan nilainya melalui analisis statistik dengan regresi linier yang dihitung nilai koefisien korelasinya. Jika nilai  $R^2 > 0,99$  maka prosedur ini dianggap linier dalam rentang konsentrasi yang ditentukan<sup>10</sup>.

### **LOD dan LOQ**

LOD dan LOQ dihitung nilainya secara statistik dari regresi linier yang didapatkan dari linearitas dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$LOD = 3 \frac{SD}{S}$$

$$LOQ = 10 \frac{SD}{S}$$

### **Akurasi dan Keberulangan**

Akurasi dan keberulangan ditentukan dengan pengukuran penetapan kadar pada hari yang sama (*intra-day*) sebanyak 9 kali yang diambilkan dari 3 konsentrasi yang berbeda (0,4; 1,6; dan 6,4 ppm) dengan 3 kali replikasi<sup>11</sup>. Pada penelitian ini diambil sebanyak 3 mL sampel minyak biji bunga matahari bebas heksana kemudian ditambahkan larutan standar heksana 0,4; 1,6; dan 6,4 ppm sebanyak 1 mL. Lalu ditambahkan standar internal heptana 1 mL. Kemudian dilakukan ekstraksi sampel menggunakan teknik SPME pada suhu dan waktu optimum dengan metode *headspace*. Setelah itu dilakukan pembacaan dengan kromatografi gas serta dihitung RSD dan %*recovery*.

### **Penetapan Kadar**

Sampel minyak biji bunga matahari dipipet sebanyak 4 mL lalu dimasukkan ke dalam vial 20 mL dan ditambahkan standar internal heptana 1 mL. Sampel diekstraksi menggunakan teknik SPME dengan

dipanaskan pada suhu dan waktu optimum dengan metode *headspace* lalu dibaca pada kromatografi gas. Pembacaan sampel direplikasi sebanyak 3 kali.

### **Analisis Data**

Analisis kuantitatif dilakukan dengan menghitung luas *peak area* yang muncul setelah melakukan pembacaan dengan kromatografi gas. Analisis statistik berupa perhitungan SD, RSD, persamaan regresi linier, dan pembuatan grafik dilakukan dengan menggunakan Microsoft Excel 2019.

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

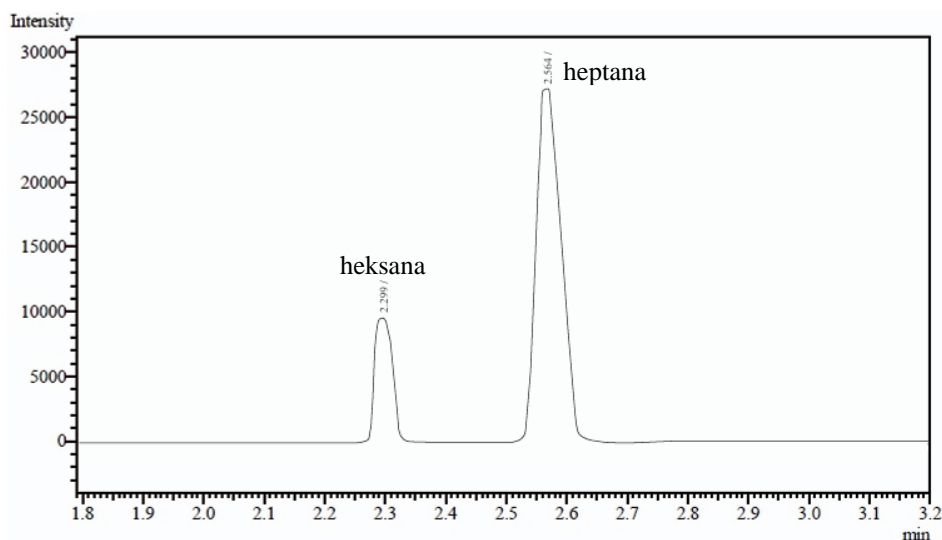
Metode ekstraksi SPME ada dua, yaitu *direct immersion* dan *headspace*. Metode yang diterapkan dalam penelitian ini adalah *headspace*, karena metode *direct immersion* hanya dapat dilakukan pada sampel dengan kejernihan tinggi. Selain itu kontak secara langsung dengan sampel yang memiliki matriks kompleks dapat

menyebabkan *flogging* dan kerusakan SPME<sup>12</sup>.

Mekanisme kerja *Solid Phase Microextraction* dengan teknik *headspace* diawali dengan penyerapan analit oleh serat SPME setelah serat diekspos pada fase uap di atas matriks sampel selama jangka waktu tertentu. Ekstraksi dianggap selesai ketika kesetimbangan partisi antara fase uap, matriks sampel, dan serat SPME tercapai. Setelah itu serat SPME ditempatkan pada injektor kromatografi gas untuk melepaskan analit yang telah teradsorpsi, sehingga dapat dianalisis<sup>13</sup>.

### **Waktu Retensi Larutan Standar**

Larutan standar heksana dan heptana diinjeksikan ke dalam sistem kromatografi dan didapatkan waktu retensi 2,299 untuk heksana dan 2,564 untuk heptana dengan bentuk kromatogram yang dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.



**Gambar 1. Kromatogram Standar Heksana dan Heptana**

### **Optimasi Suhu dan Ekstraksi SPME**

Optimasi suhu pemanasan dan waktu ekstraksi SPME dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh hasil ekstraksi yang optimum. Peningkatan suhu pada ekstraksi SPME akan mempercepat pelepasan analit dari matriks sampel dan meningkatkan koefisien difusi analit sehingga analit mencapai partisi kesetimbangan antara fase sampel dan serat SPME sebelum akhirnya teradsorpsi dengan cepat<sup>12</sup>. Waktu ekstraksi juga menjadi parameter yang penting karena semakin meningkatnya waktu ekstraksi dapat mendorong penyerapan senyawa volatil yang lebih

besar pada serat SPME sehingga terjadi kesetimbangan partisi analit lebih cepat antara serat SPME dan sampel<sup>12,14</sup>. Akan tetapi, jika suhu yang diatur terlalu tinggi, penyerapan analit oleh serat akan mengalami penurunan. Hal tersebut terjadi karena suhu yang terlalu tinggi dapat mengurangi koefisien difusi analit antara serat SPME dan sampel. Selain itu, jika waktu ekstraksi dilakukan terlalu lama akan mempengaruhi desorpsi senyawa yang teradsorpsi pada serat SPME dan menyebabkan adsorpsi analit kembali ke fase diam serat<sup>12,15</sup>.

Pada penelitian ini, optimasi dilakukan pada suhu 90, 100, dan

110°C serta dilakukan optimasi waktu ekstraksi dengan variasi waktu pemanasan yaitu 10, 20, dan 30 menit. Berdasarkan penelitian, suhu dan waktu optimum didapatkan pada suhu 100°C dengan waktu 30 menit. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Oh *et al* (2005) yang melaporkan bahwa 5 ppm heksana yang ditambahkan ke minyak biji bunga matahari mencapai suhu dan waktu ekstraksi terbaik pada suhu

100°C dengan waktu 30 menit<sup>16</sup>. Sedangkan penelitian oleh Jeong *et al* (2017) menunjukkan hasil bahwa perbedaan puncak heksana yang dihasilkan pada waktu kesetimbangan 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit tidak terlihat signifikan, sehingga pada penelitian ini dipilih waktu ekstraksi selama 30 menit<sup>11</sup>. Data hasil optimasi ditampilkan pada Tabel 2 sebagai berikut.

**Tabel 2. Hasil Optimasi Suhu dan Waktu Ekstraksi SPME**

| Suhu<br>(°C) | Waktu<br>(menit) | Retention Time |         | Peak Area |          | Rasio<br>Heksana/ SI<br>(Heptana) |
|--------------|------------------|----------------|---------|-----------|----------|-----------------------------------|
|              |                  | Heksana        | Heptana | Heksana   | Heptana  |                                   |
| 90           | 10               | 2,329          | 2,596   | 68619,7   | 155272,1 | 0,4419                            |
|              | 20               | 2,292          | 2,559   | 151745,5  | 195538,2 | 0,7760                            |
|              | 30               | 2,299          | 2,564   | 177904,3  | 236174,7 | 0,7533                            |
| 100          | 10               | 2,333          | 2,601   | 186362,0  | 260480,7 | 0,7155                            |
|              | 20               | 2,328          | 2,597   | 245967,1  | 303219,3 | 0,8112                            |
|              | 30               | 2,327          | 2,596   | 575116,5  | 449649,8 | 1,2790                            |
| 110          | 10               | 2,297          | 2,561   | 358230,4  | 415663,9 | 0,8618                            |
|              | 20               | 2,303          | 2,570   | 362073,4  | 469569,8 | 0,7711                            |
|              | 30               | 2,299          | 2,564   | 380971,8  | 557120,6 | 0,6838                            |

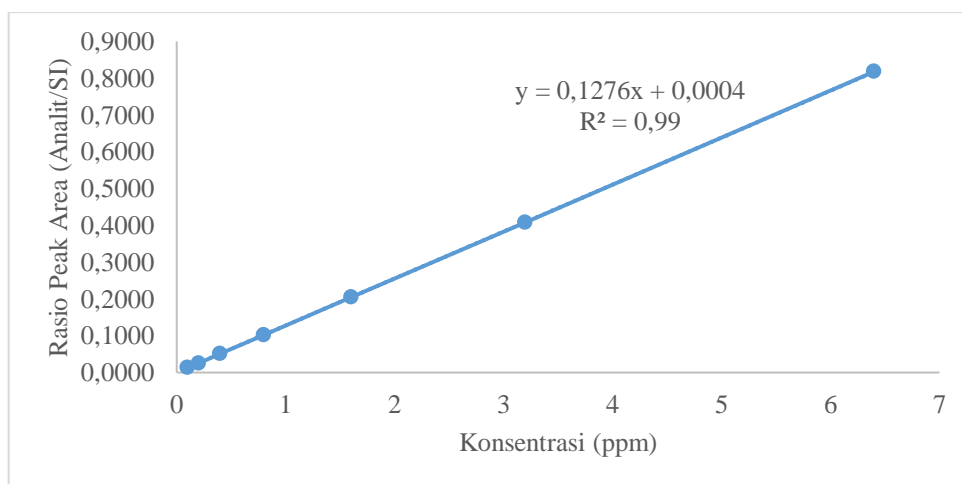
### Hasil Kurva Kalibrasi Larutan Baku dan Linearitas

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan mengukur tujuh seri

larutan baku dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,6; 3,2; dan 6,4 ppm pada suhu 100°C dengan waktu ekstraksi 30 menit yang kemudian

diinjek ke kromatografi gas untuk didapatkan nilai *peak area* (area puncak) dan dihitung persamaan regresi liniernya. Dari penelitian yang

sudah dilakukan, didapatkan persamaan  $Y = 0,1276x + 0,0004$ . Hasil ini dapat diamati pada Gambar 2 berikut.



**Gambar 2. Hubungan Konsentrasi dengan Rasio Peak Area Analit banding Standar Internal**

Linearitas digunakan untuk mengukur seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan respon (y) dengan konsentrasi (x). Data diproses dengan metode kuadrat terkecil, agar nantinya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya<sup>17</sup>. Berdasarkan perhitungan seperti yang tertera pada Gambar 2, diperoleh nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,99. Harga koefisien korelasi ( $R^2$ ) yang tinggi atau mendekati 1 menunjukkan korelasi yang linier antara konsentrasi dan *peak area* yang muncul. Hal ini sesuai kriteria keberterimaan nilai

koefisien korelasi ( $R^2$ ) menurut AOAC ( $R^2$ ) > 0,99<sup>10</sup>.

#### **LOD dan LOQ**

Batas deteksi (LOD) diartikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas kuantifikasi (LOQ) didefinisikan sebagai konsentrasi terendah analit dalam sampel yang dapat diukur dengan tingkat presisi dan akurasi yang memenuhi kriteria yang ditetapkan pada kondisi operasional metode yang digunakan<sup>17</sup>. Nilai LOD dan LOQ yang didapatkan setelah melakukan

perhitungan yaitu 0,01 dan 0,03 ppm.

### Akurasi dan Keberulangan

Akurasi adalah ketelitian metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima atau nilai sebenarnya. Akurasi ditentukan berdasarkan persentase perolehan kembali dari analit dengan jumlah tertentu yang ditambahkan dan diketahui jumlahnya ke dalam sampel atau sebagai selisih

antara hasil rata-rata dengan hasil benar yang diterima bersama dengan batas kepercayaannya<sup>9,17</sup>. Keberulangan dapat didefinisikan sebagai tingkat kesesuaian antara hasil pengujian individu ketika prosedur yang sama diterapkan secara berulang pada sampling ganda atau sampel yang homogen<sup>9</sup>. Hasil pengujian keberulangan dinyatakan dengan nilai RSD.

**Tabel 3. Hasil Pengujian Akurasi dan Keberulangan**

| Konsentrasi (ppm) | SD   | RSD  | %Recovery | Rata-Rata %Recovery |
|-------------------|------|------|-----------|---------------------|
| 0,4               | 0,01 | 0,80 | 101,61    | 101,24              |
|                   |      |      | 101,79    |                     |
|                   |      |      | 100,31    |                     |
| 1,6               | 0,01 | 0,10 | 99,88     | 99,82               |
|                   |      |      | 99,87     |                     |
|                   |      |      | 99,70     |                     |
| 6,4               | 0,05 | 0,83 | 100,61    | 101,37              |
|                   |      |      | 101,23    |                     |
|                   |      |      | 102,28    |                     |
| Rata-Rata Total   |      | 0,58 |           | 100,81              |

Berdasarkan data yang ditampilkan pada Tabel 3, hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki tingkat keakuratan baik yang dibuktikan dari hasil nilai perolehan

kembali yang didapatkan dari penelitian ini sebesar 100,81% sehingga memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh AOAC yaitu sebesar 75-120% untuk konsentrasi 1-10 ppm<sup>10</sup>. Metode ini juga dapat

dikatakan mempunyai keterulangan (*repeatability*) yang baik sebagaimana ditunjukkan oleh nilai RSD sebesar 0,58% sehingga memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh AOAC yaitu 6-8% untuk konsentrasi 1-10 ppm.

#### **Penetapan Kadar Residu Heksana**

Heksana adalah salah satu pelarut yang umum digunakan pada industri minyak makanan, obat herbal, dan produksi komponen bioaktif<sup>2,11</sup>. Penggunaannya dalam proses ekstraksi bertujuan untuk meningkatkan efisiensi dalam memperoleh senyawa aktif tertentu. Pelarut tersebut seharusnya dihilangkan, tetapi apabila tidak dapat dihilangkan, residu atau turunannya dalam produk akhir perlu memenuhi batas maksimal residu agar tidak menimbulkan risiko terhadap kesehatan<sup>6</sup>. Berdasarkan PerBPOM Nomor 20 Tahun 2020, batas maksimal residu heksana yang diperbolehkan berada dalam produk akhir sebesar 0,1 mg/kg<sup>6</sup>. Apabila melebihi batas tersebut dapat meningkatkan risiko toksik bagi konsumen seperti menyebabkan

kelemahan otot, sakit kepala, pusing, dan mual<sup>8</sup>.

Hasil penelitian yang dipaparkan pada Tabel 4 menunjukkan bahwa ketiga sampel minyak biji bunga matahari yang diuji mengandung residu heksana dengan konsentrasi 3,31 mg/kg pada sampel A, 0,49 mg/kg pada sampel B, dan 2,60 mg/kg pada sampel C. Dari hasil tersebut, terlihat bahwa semua sampel memiliki kandungan residu heksana yang melebihi batas residu maksimum yang ditetapkan oleh BPOM. Sampel A dan C memiliki kadar residu yang jauh lebih tinggi dari batas maksimum yang diperbolehkan yaitu sebesar 3,31 mg/kg dan 2,60 mg/kg. Sementara itu, sampel B memiliki kadar residu yang lebih rendah dibandingkan kedua sampel lainnya yakni 0,49 mg/kg, akan tetapi nilai tersebut masih berada di atas ambang batas regulasi.

Kandungan residu heksana yang cukup tinggi dalam sampel A dan C mengindikasikan bahwa proses pemurnian minyak biji bunga matahari pada produk tersebut belum optimal. Hal tersebut dapat disebabkan oleh beberapa faktor, seperti metode

ekstraksi yang digunakan, durasi dan suhu pemanasan saat pemurnian, serta efisiensi proses penghilangan pelarut. Dalam industri minyak nabati, proses distilasi atau evaporasi sering digunakan untuk menghilangkan residu pelarut, namun efektivitasnya dapat bervariasi tergantung pada parameter proses yang diterapkan.

Adanya kandungan residu heksana pada sampel produk minyak biji bunga matahari menunjukkan bahwa produk yang beredar di pasaran belum sepenuhnya memenuhi standar keamanan pangan yang diterapkan. Hal ini berpotensi menimbulkan risiko kesehatan bagi konsumen bagi konsumen apabila dikonsumsi secara terus-menerus dalam jangka waktu yang panjang. Oleh karena itu, diperlukan pengawasan yang lebih ketat dari

pihak produsen dan regulator untuk memastikan bahwa produk yang dipasarkan telah melalui proses pemurnian yang optimal sehingga kandungan residu pelarut pada produk berada dalam batas yang aman.

Penelitian lebih lanjut diperlukan untuk mengevaluasi metode yang lebih efektif dalam mengurangi residu heksana dalam minyak biji bunga matahari. Alternatif seperti penggunaan pelarut yang lebih ramah lingkungan atau metode ekstraksi yang lebih efisien juga dapat menjadi pertimbangan untuk mengurangi risiko residu pelarut yang tertinggal dalam produk akhir. Dengan demikian, dapat dihasilkan produk yang lebih aman untuk dikonsumsi dan sesuai dengan standar yang telah diregulasikan.

**Tabel 4. Hasil Pengujian Penetapan Kadar Residu Heksana**

| Sampel | Rasio (Analit/SI) | Kadar (mg/kg) | Rata-Rata Kadar (mg/kg) |
|--------|-------------------|---------------|-------------------------|
| A      | 0,3513            | 3,23          | 3,31                    |
|        | 0,3696            | 3,40          |                         |
|        | 0,3598            | 3,30          |                         |
| B      | 0,0573            | 0,52          | 0,49                    |
|        | 0,0533            | 0,48          |                         |
|        | 0,0523            | 0,48          |                         |

|   |        |      |      |
|---|--------|------|------|
| C | 0,2793 | 2,57 | 2,60 |
|   | 0,2880 | 2,64 |      |
|   | 0,2812 | 2,58 |      |

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa analisis residu pelarut heksana pada minyak biji bunga matahari menggunakan SPME dapat dilakukan pada suhu 100°C selama 30 menit. Pada ketiga sampel yang dianalisis terbukti mengandung residu pelarut heksana di atas batas maksimal residu dari BPOM (0,1 mg/kg) yaitu sebesar 3,31 mg/kg pada sampel A, 0,49 mg/kg pada sampel B, dan 2,60 mg/kg pada sampel C.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti menyampaikan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah berperan dan membantu dalam menyelesaikan penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Mirghani MES, Che Man YB. Determination of Hexane Residues in Vegetable Oils With FTIR Spectroscopy. *JAOCS, J Am Oil Chem Soc.* 2003;80(7):619–23.
- Yousefi M, Hosseini H. Evaluation of Hexane Content in Edible Vegetable Oils Consumed in Iran. *J Exp Clin Toxicol.* 2017;1(1):27–30.
- Utomo S. Pengaruh Konsentrasi Pelarut (n-Heksana) Terhadap Rendemen Hasil Ekstraksi Minyak Biji Alpukat Untuk Pembuatan Krim Pelembab Kulit. *J Konversi.* 2016;5(1):39–47.
- Cravotto C, Fabiano-Tixier AS, Claux O, Abert-Vian M, Tabasso S, Cravotto G, et al. Towards Substitution of Hexane as Extraction Solvent of Food Products and Ingredients with No Regrets. *Foods.* 2022;11(21).
- Sparks D, Hernandez R, Zappi M, Blackwell D, Fleming T. Extraction of Rice Bran Oil Using Supercritical Carbon Dioxide and Propane. *JAOCS, J Am Oil Chem Soc.* 2006;83(10):885–91.
- BPOM RI. Peraturan BPOM Nomor 20 Tahun 2020 Tentang Perubahan Atas Peraturan BPOM Nomor 28 Tahun 2019 Tentang Bahan Penolong Dalam Pengolahan Pangan. Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2020.

7. Ligor M, Buszewski B. The Comparison of Solid Phase Microextraction-GC and Static Headspace-GC for Determination of Solvent Residues in Vegetable Oils. *J Sep Sci*. 2008;31(2):364–71.
8. Samsuri AH, Ang MY, Ng SY. Optimization of Residual Hexane in Edible Oils Analysis Using Static Headspace Gas Chromatography. *Int J Anal Chem*. 2021;2021:1–6.
9. Depkes RI. *Farmakope Indonesia Edisi VI*. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia; 2020. 2371 p.
10. AOAC. AOAC Guidelines for Single Laboratory Valaidation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals. In: *AIOAC Guidelines*. 2002. p. 1–38.
11. Jeong EJ, Lee SH, Kim BT, Lee G, Yun SS, Lim HS, et al. An Analysis Method for Determining Residual Hexane in Health Functional Food Products Using Static Headspace Gas Chromatography. *Food Sci Biotechnol*. 2017;26(2):363–8.
12. Hanwar D, Arsanti TN, Primaharinastiti R, Yuwono M. Analysis of Residual Solvents in Co-amoxiclav Coated Tablets Using Solid Phase Microextraction–Gas Chromatography [Internet]. Vol. 3, Proceedings of the 4th International Conference Current Breakthrough in Pharmacy (ICB-Pharma 2022). Atlantis Press International BV; 2023. 240–247 p. Available from: [http://dx.doi.org/10.2991/978-94-6463-050-3\\_20](http://dx.doi.org/10.2991/978-94-6463-050-3_20)
13. Abdulra'uf LB, Hammed WA, Tan GH. SPME Fibers for the Analysis of Pesticide Residues in Fruits and Vegetables: A Review. *Crit Rev Anal Chem*. 2012;42(2):152–61.
14. Zhao G, Song S, Wang C, Wu Q, Wang Z. Solid-Phase Microextraction With A Novel Graphene-Coated Fiber Coupled With High-Performance Liquid Chromatography For the Determination of Some Carbamates in Water Samples. *Anal Methods*. 2011;3(12):2929–35.
15. Chmiel T, Kupska M, Wardencki W, Namieśnik J. Application of Response Surface Methodology to Optimize Solid-Phase Microextraction Procedure for Chromatographic Determination of Aroma-Active Monoterpenes in Berries. *Food Chem* [Internet]. 2017;221:1041–56. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.11.057>
16. Oh CH, Kwon YK, Jang YM, Lee DS, Park JS. Headspace Analysis for Residual Hexane

in Vegetable Oil. Food Sci  
Biotechnol. 2005;14(4):456–  
60.

17. Gandjar IG, Rohman A. Kimia Farmasi Analisis. XVIII. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 2019. 487 p.