

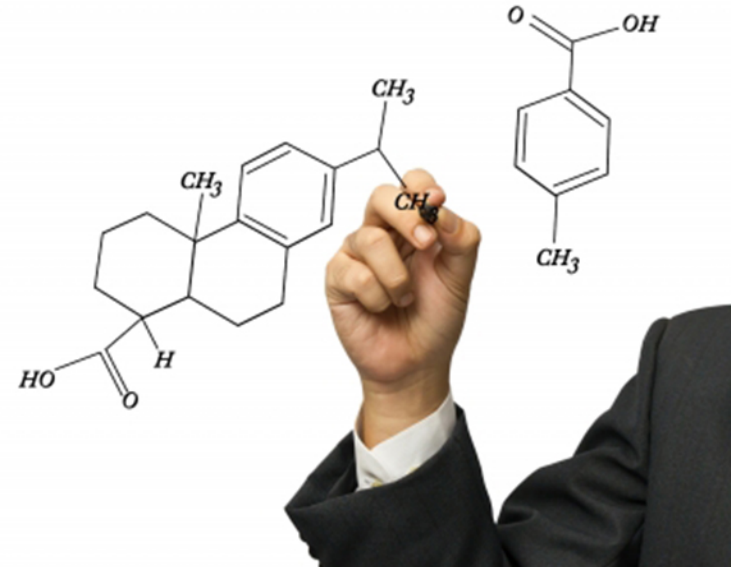


PROGRAM STUDI S-1 FARMASI
JURUSAN FARMASI
FAKULTAS KEDOKTERAN



Analisis Farmasi:

KROMATOGRAFI GAS



Outline

Kromatografi

Sejarah Kromatografi

Definisi Kromatografi Gas

Fungsi/Manfaat Kromatografi Gas

Aplikasi Kromatografi Gas

Konsep Teori Kromatografi Gas

Instrumentasi



KROMATOGRAFI

- Tswett, kromatografi, kolom 1900-t
- Martin & Synge, krom.penukar ion, 1940-t
- James & Martin, GC, 1950-t
- Lovelock, SFC, 1958-t
- Snyder, Huber mfl, HPLC, 1970-t

Dari bahasa Yunani:

- **Chroma** = warna & **graphein** = menulis

Analisis
Kromatografi

- Pemisahan/Separation
- Identifikasi
- Kuantitatif

Sejarah Chromatography



Mikhail Semenovich Tswett. Merupakan seorang pria kelahiran Italy sekitar tahun 1872 dan wafat sekitar tahun 1919.

Beliau memiliki menemukan teknik chromatography sekitar tahun 1900an pada penelitiannya yang berhubungan dengan pigmen pada tanaman.

Sejarah Chromatography



Fritz Prior. Merupakan seorang pria kelahiran German tahun 1921 dan tutup usia sekitar tahun 1996.

Karya tulis ilmiah yang terkenal berjudul :
“*Determination of Adsorption Heats of Gases and Vapors by the Application of the Chromatographic Method in the Gas Phase*”.

Sejarah Chromatography



Erika Cremer. Merupakan seorang wanita kelahiran German tahun 1900 dan tutup usia sekitar tahun 1996.

Beliau merupakan seorang ahli kimia dan salah satu profesor di universitas Innsbruck. Beliau juga orang penting yang mempelopori teknik gas chromatography.

Sejarah Chromatography



Archer John Porter Martin. Merupakan seorang pria kelahiran Inggris tahun 1910 dan tutup usia sekitar tahun 2002.

Dalam proses pengembangan chromatography beliau menggunakan kertas saring berpori.

Hal ini memungkinkan mengisolasi dan mengenali bahan kimia yang mirip asam amino.



Apa itu Kromatografi Gas? (GC)

- Kromatografi gas (GC) adalah teknik analitik yang berlaku untuk sampel gas, cair, dan padat (komponen yang diuapkan oleh panas).
- Jika campuran senyawa dianalisis menggunakan sistem GC, setiap senyawa dapat dipisahkan dan dikuantifikasi.

Kromatografi Gas

Pada kromatografi gas, fase Bergeraknya adalah gas dan zat terlarut terpisah sebagai uap

Pemisahan tercapai dengan partisi sampel antara fase gas Bergerak dan fase diam berupa cairan dengan titik didih tinggi (tidak menguap) yang terikat pada zat padat penunjangnya



Kromatografi Gas

GC=Gas Chromatography

Ada 2: GLC & GSC

- Fasa gerak: gas (Helium atau hidrogen)
- Fasa diam: cair atau padat

Fungsi Gas Chromatography



Pemisahan senyawa dalam suatu sample



Menghitung kadar senyawa dalam suatu sample



Pengujian kemurnian suatu senyawa

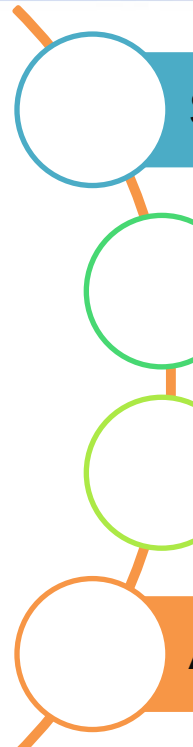


Identifikasi senyawa yang ada pada suatu sample



Menyiapkan suatu senyawa murni dari suatu sample

Aplikasi Kromatografi Gas



Senyawa Poliaromatik Hidrokarbon (PAH) dalam air dan sedimen.

Analisis Polutan Senyawa Organik Volatil dalam air dan sedimen (Benzene, toluen, dan xylene)

Senyawa Volatil dalam Biji Kopi

Analisis Polutan Pestisida dalam buah, sayur, dan air.

Aplikasi Kromatografi Gas

Beberapa aplikasi penggunaan instrument KG pada bidang penelitian diantaranya :

- Gasifikasi dan Pirolisa
- Produksi Biogas
- Sintesis Metanol

Pusat Teknologi Sumber Daya Energi dan Industri Kimia. <https://smesta.kemenkopukm.go.id/>



Kromatografi Gas

Arti Gas Pada Kromatografi. Gas Gas disini diartikan sebagai salah satu wujud materi, selain padat dan cair.

Beberapa contoh gas yang biasa digunakan pada proses kromatografi gas diantaranya:



Helium



Nitrogen



Argon



Hidrogen

Konsep Teori Kromatografi Gas

**Volume
retensi
(VR):**

Volume pembawa yang diperlukan untuk menggerakkan pita zat terlarut pada keseluruhan panjang suatu kolom

**Waktu
retensi
(tR):**

Waktu yang diperlukan masing-masing komponen untuk tinggal di dalam kolom

Konsep Teori Kromatografi Gas

Retensi relatif:

- Waktu retensi dibandingkan terhadap suatu zat referensi yang kedua-duanya dianalisis pada kondisi yang identik
- Dipengaruhi oleh temperatur
- Tidak tergantung pada: panjang kolom, laju aliran gas pembawa, faktor kompresibilitas dan perbandingan banyaknya cairan fase diam terhadap zat padat penunjang

Konsep Teori Kromatografi Gas

- Resolusi suatu kolom >>> merupakan efisiensi untuk pemisahan komponen tertentu
- Suatu kromatograf dengan puncak yang sempit menunjukkan resolusi yang baik

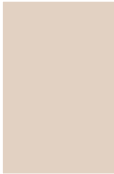
Instrumentasi



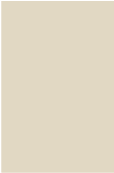
Regulator
tekanan



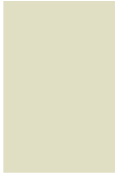
Sistem injeksi
sampel



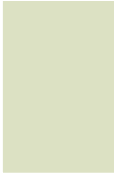
Kolom
kromatografi



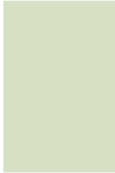
Penunjang
stasioner



Fase stasioner



Detektor



Pencatat
sinyal



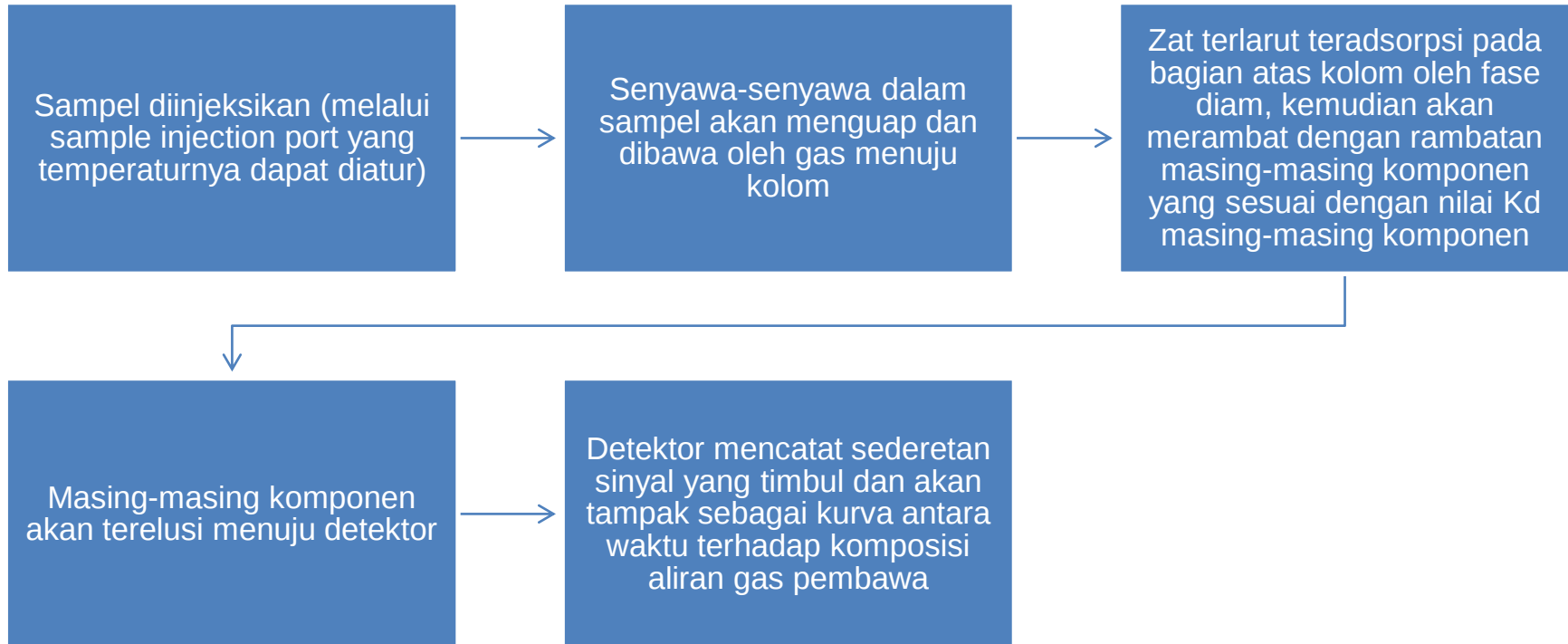
Kromatografi Gas

- **Eluent**, berfungsi sebagai fase gerak yang akan membawa sampel masuk ke dalam kolom pemisah.
- **Pompa**, berfungsi untuk mendorong eluent dan sampel masuk ke dalam kolom. Kecepatan alir ini dapat dikontrol dan perbedaan kecepatan bisa mengakibatkan perbedaan hasil.
- **Injektor**, tempat memasukkan sampel dan selanjutnya sampel dapat didistribusikan masuk ke dalam kolom.

Kromatografi Gas

- **Kolom pemisah**, berfungsi untuk memisahkan ion-ion yang ada dalam sampel. Keterpaduan antara kolom dan eluent bisa memberikan hasil/puncak yang maksimal, begitu pun sebaliknya, jika tidak ada "kecocokan", maka tidak akan memunculkan puncak.
- **Detektor**, berfungsi membaca ion yang lewat ke dalam detektor.
- **Rekorder data**, berfungsi merekam dan mengolah data yang masuk

Cara Kerja Kromatografi Gas



Kelebihan & Kelemahan Kromatografi Gas

Kelebihan

- Dapat menggunakan kolom yang lebih panjang untuk memperoleh efisiensi pemisahan yang tinggi
- Cuplikan dengan ukuran beberapa mikrogram sampai dengan ukuran 10-15 gram masih dapat dideteksi
- Viskositas gas dan uap rendah
- kesetimbangan partisi antara gas dan cairan berlangsung cepat
- Analisis relatif cepat
- Sensitivitasnya tinggi

Kelemahan

- Teknik ini terbatas untuk zat yang mudah menguap
- Komponen cuplikan harus mempunyai tekanan beberapa torr pada suhu kolom

Kelebihan kromatografi gas padat

- Adsorben lebih stabil
- Selektivitas GSC biasanya lebih besar dibandingkan GCL
- GSC juga sesuai untuk pemisahan gas-gas inorganik dan hidrokarbon
- Dapat menggunakan detektor dengan selektivitas tinggi

Kekurangan kromatografi gas padat

- Pilihan fase diam (adsorben) terbatas



Prinsip KG

Suatu fase gerak berbentuk gas mengalir dibawah tekanan melewati pipa yang dipanaskan dan disalut pada suatu penyangga padat.



Analit tersebut dimuatkan ke bagian atas kolom melalui suatu portal injeksi yang dipanaskan, tempat analit menguap.



Analit ini kemudian berkondensasi di bagian atas kolom tersebut, yaitu pada suhu yang lebih rendah. Suhu oven kemudian dijaga agar tetap konstan ataupun deprogram agar meningkat secara bertahap.



Ketika sudah berada didalam kolom, pemisahan suatu campuran yang terjadi bergantung pada lamannya waktu relative yang dibutuhkan oleh komponen-komponennya di dalam fase diam.



Pemantauan eluen kolom dapat dilakukan dengan berbagai detector.

Senyawa Cocok untuk Analisis KG

Komponen yang dapat dianalisis dengan KG memiliki tiga fitur utama sebagai berikut.

- Senyawa dengan titik didih hingga 400 °C
- Senyawa yang tidak terdekomposisi pada suhu penguapannya
- Senyawa yang terurai pada suhu penguapannya, tetapi selalu dengan jumlah yang sama. Ini disebut pirolisis KG.

Senyawa yang Tidak Dapat Dianalisis atau Sulit Dianalisis dengan GC

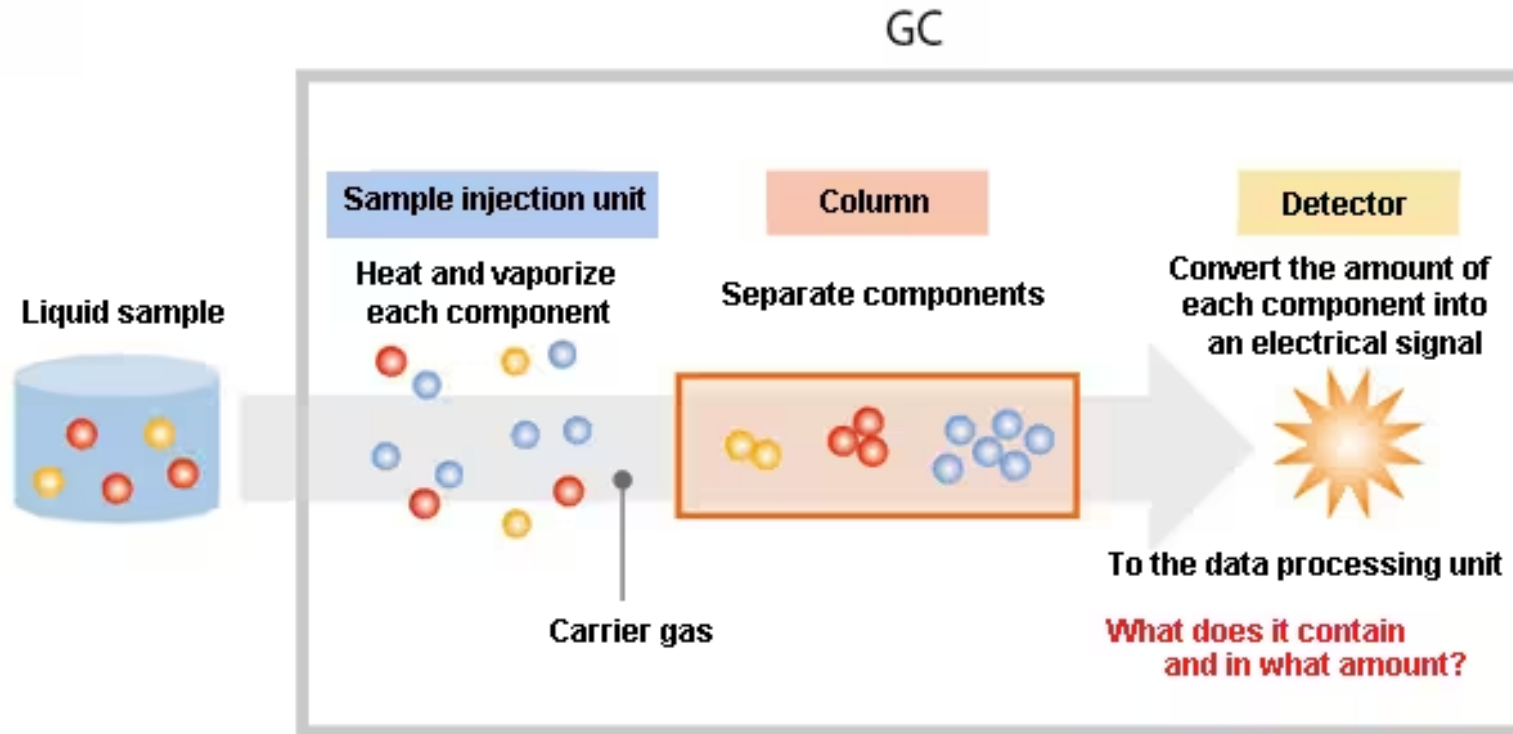
Senyawa Yang Tidak Dapat Dianalisis

- Senyawa yang tidak menguap (logam anorganik, ion, dan garam)
- Senyawa yang sangat reaktif dan senyawa yang tidak stabil secara kimiawi (asam fluorida dan asam kuat lainnya, ozon, NO_x, dan senyawa yang sangat reaktif lainnya)

Senyawa Yang Sulit Dianalisis

- Senyawa yang sangat menyerap (senyawa yang mengandung gugus karboksil, gugus hidroksil, gugus amino, atau belerang)
- Senyawa yang sampel standarnya sulit diperoleh (Analisis kualitatif dan kuantitatif sulit dilakukan.)

Gambaran Umum Analisis GC



Komponen Kromatografi Gas

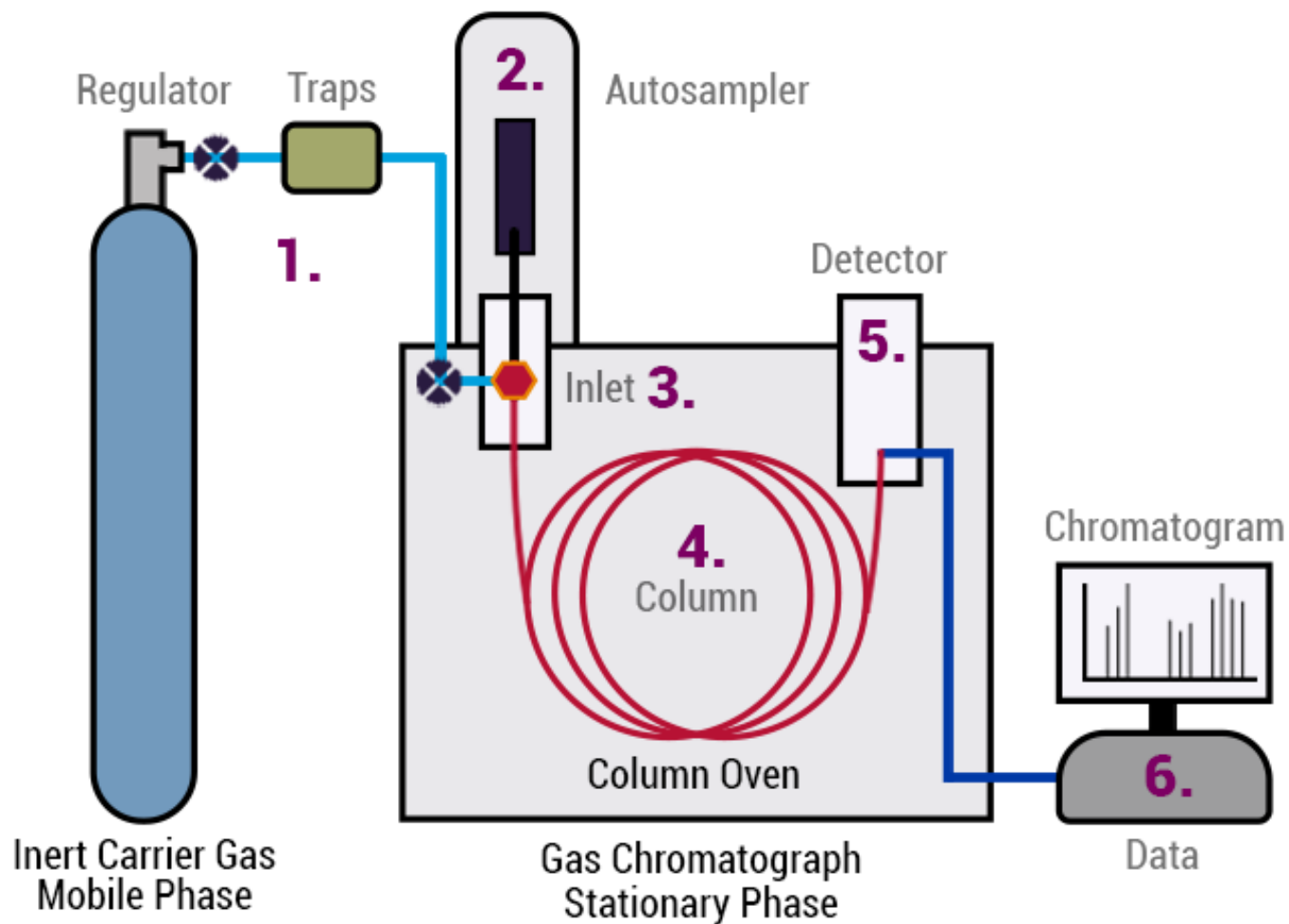
Instruksi

- Tentukan nama bagian/komponen dari instrumen Kromatografi Gas !
- Buka tautan berikut
<https://learningapps.org/display?v=ppy1rhcsn23>
- Durasi waktu pengerjaan 5 menit



Pindai QR-Code :

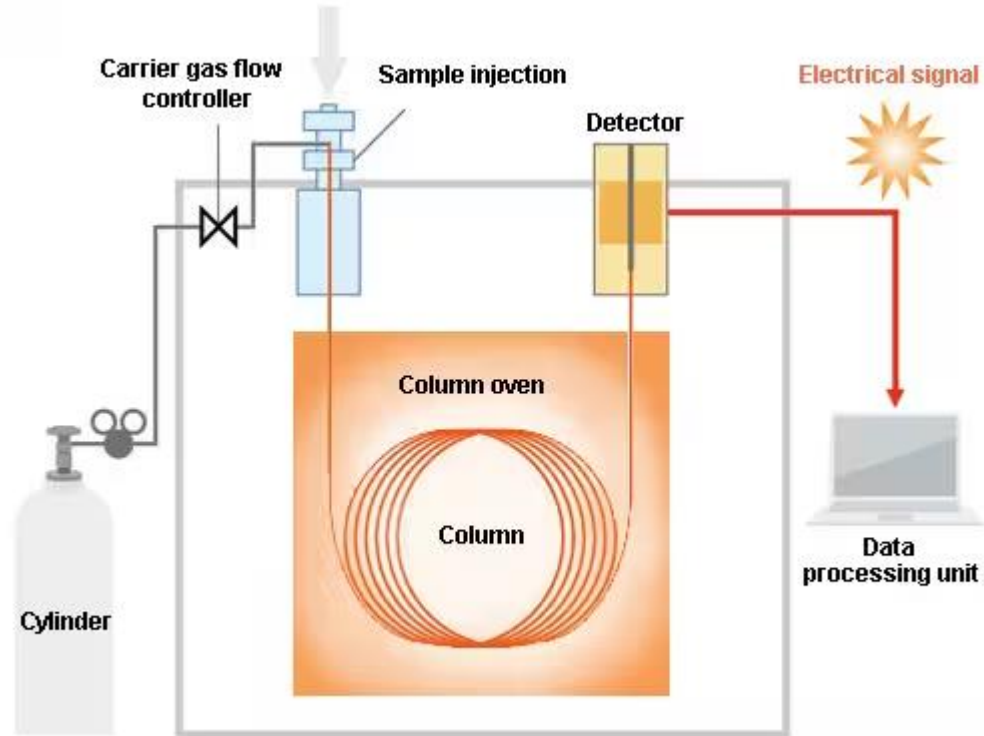




Konfigurasi Sistem GC

Konfigurasi sistem KG sangat sederhana. Ada tiga komponen utama sistem KG:

- **Unit injeksi sampel**, yang memanaskan sampel cair dan menguapkannya;
- **Kolom** yang digunakan untuk memisahkan setiap senyawa;
- **Detektor**, yang mendeteksi senyawa dan mengeluarkan konsentrasinya sebagai sinyal listrik.



Types of Connectors Used In The GC Oven

Advantages

Limitations

Metal Fittings



Packed columns,
reliable

Not inert, no ferrule
for capillary columns

Press Fit Glass



Low dead volume,
inert, low cost

Difficult to assemble,
comes apart

Graphite



High temperature

Sheds active graphite
particles into sample
path

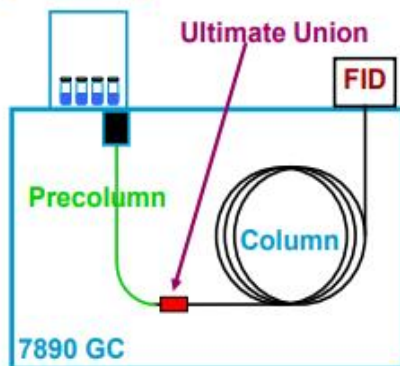
Polyimide



Low initial leakage

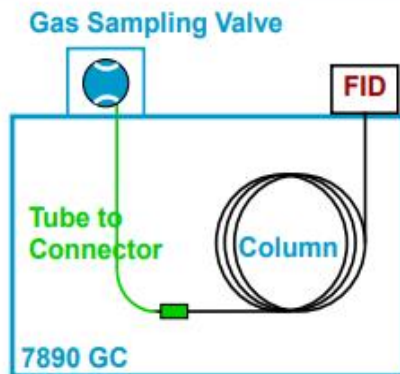
Loosens and leaks
with oven cycling,
solvent tailing

Capillary Flow Technology Devices



Ultimate Union

Reliable precolumn
connector



Tube Connector

Easy valve to capillary
column connector

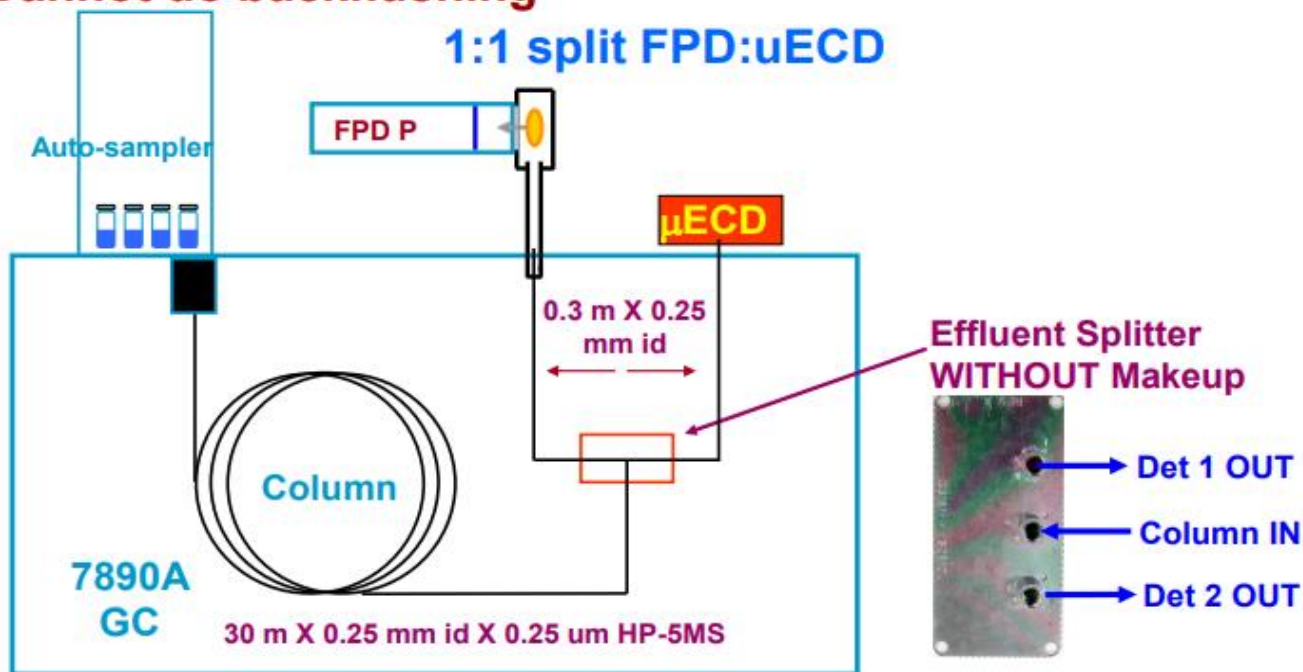
Tube is 0.25 mm id and
is deactivated



Splitters: Unpurged Tee

Simultaneous detection with 2 detectors (but NOT MSD)

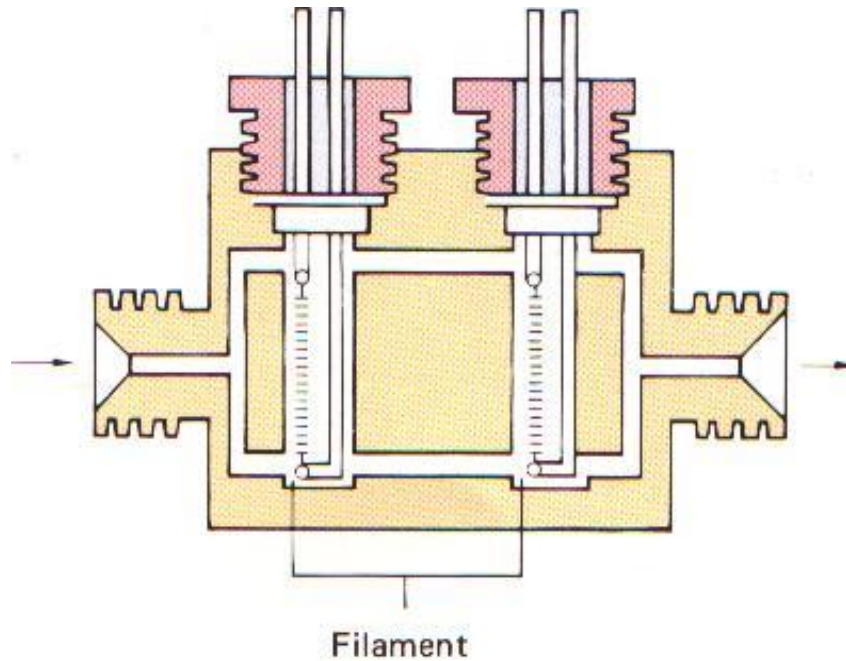
Cannot do backflushing



SISTEM DETEKSI (DETEKTOR)

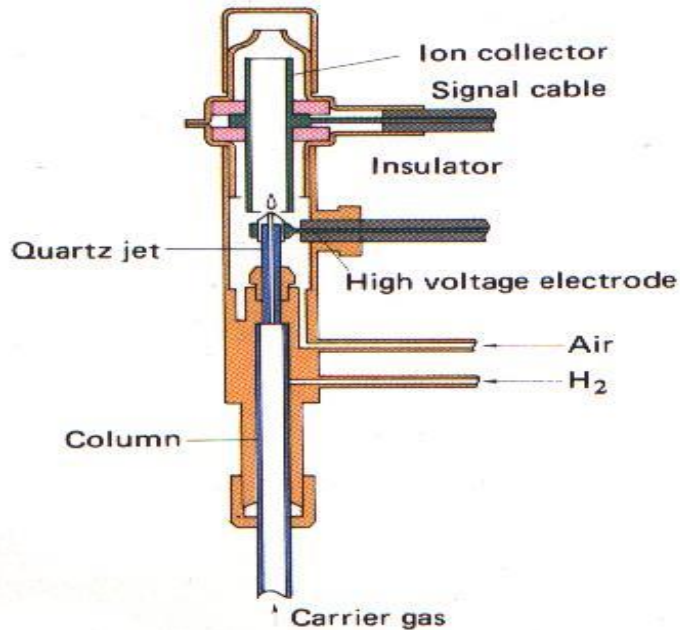
Detektor	Senyawa yang terdeteksi	Jumlah minimum
TCD	Semua senyawa kecuali gas pembawa	10 ppm (10 ng)
FID	Senyawa organik	0,1 ppm (0,1 ng)
ECD	Senyawa halogen/logam organik	0,1 ppb (0,1 pg)
FTD	Senyawa nitrogen/fosfor organik	1 ppb (1 pg)/ 0,1 ppb (0,1 pg)
FPD	Senyawa sulfur/fosfor organik	10 ppb (10 ng)/ 50 ppb (50 pg)

THERMAL CONDUCTIVITY DETECTOR (TCD)



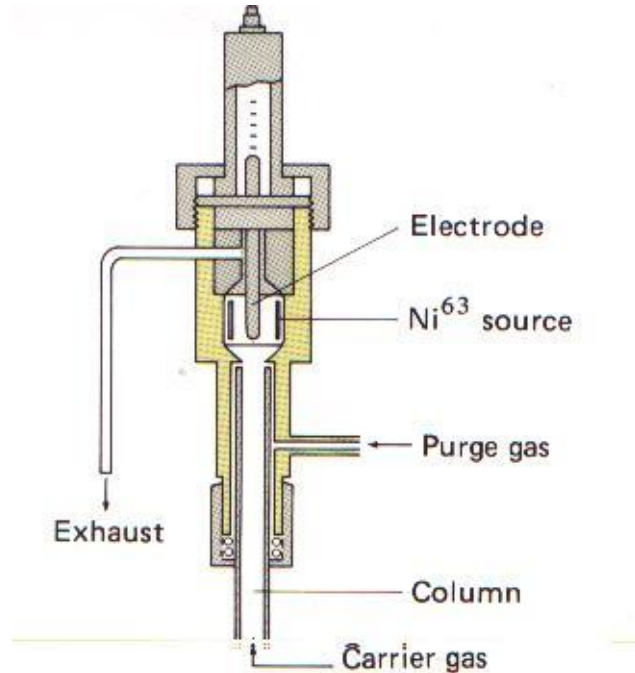
Mendeteksi semua senyawa yang memiliki perbedaan bahan dengan gas pembawa.

FLAME IONIZATION DETECTOR (FID)



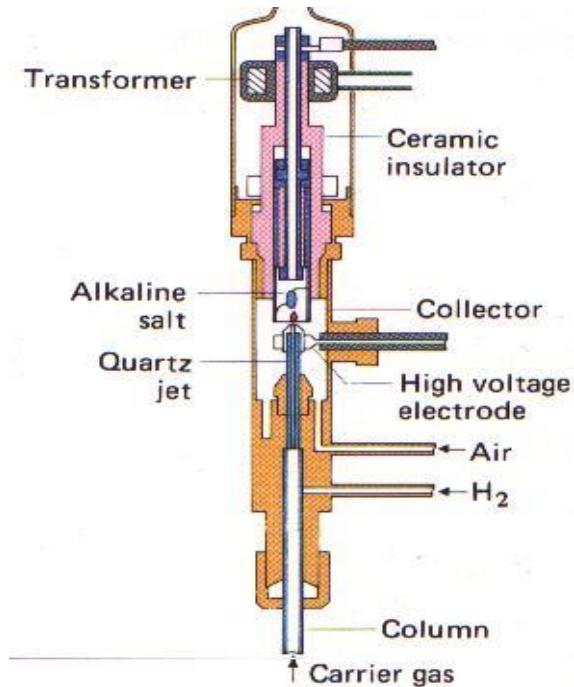
Sensitif terhadap senyawa-senyawa organik pada umumnya.

ELECTRON CAPTURE DETECTOR (ECD)



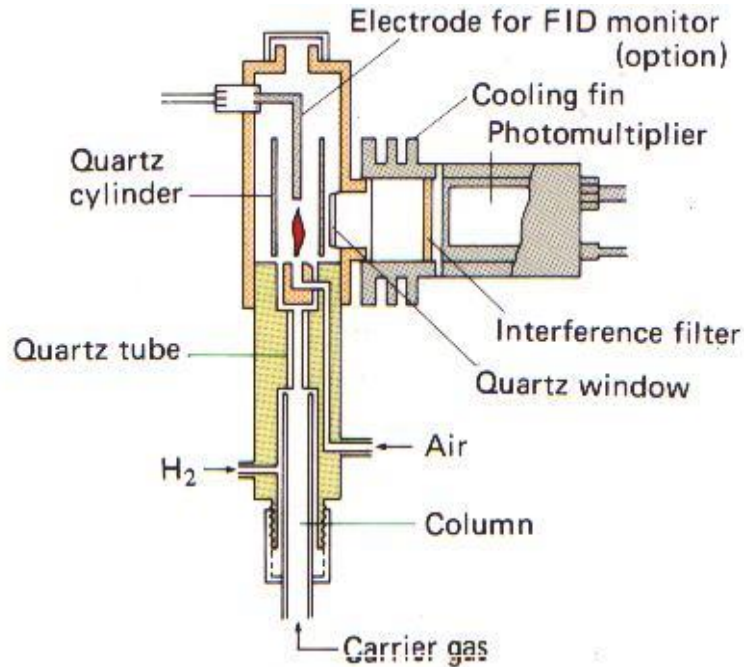
- Sensitif terhadap senyawa-senyawa halogen dan logam organik.
- Biasanya untuk analisis pestisida organoklorin

FLAME THERMIONIC DETECTOR (FTD /NPD)



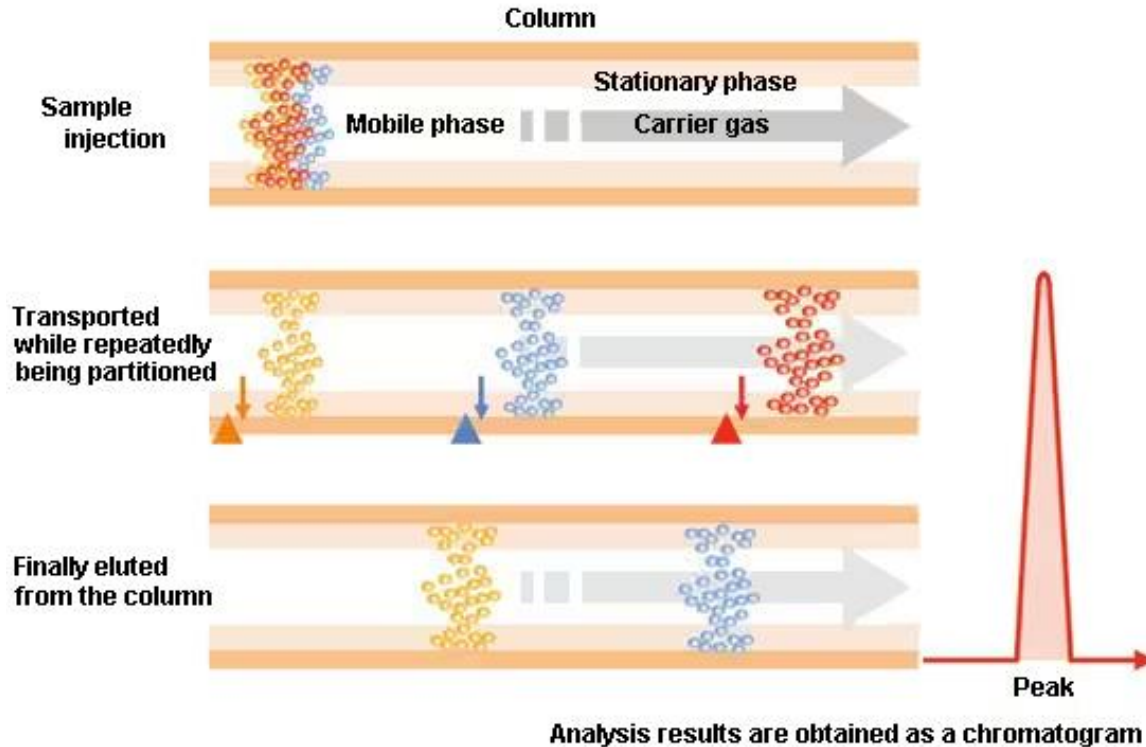
- Sensitif terhadap senyawa fosfor organik dan nitrogen organik.
- Biasanya untuk analisis pestisida dan produk medikal.

FLAME PHOTOMETRIC DETECTOR (FPD)

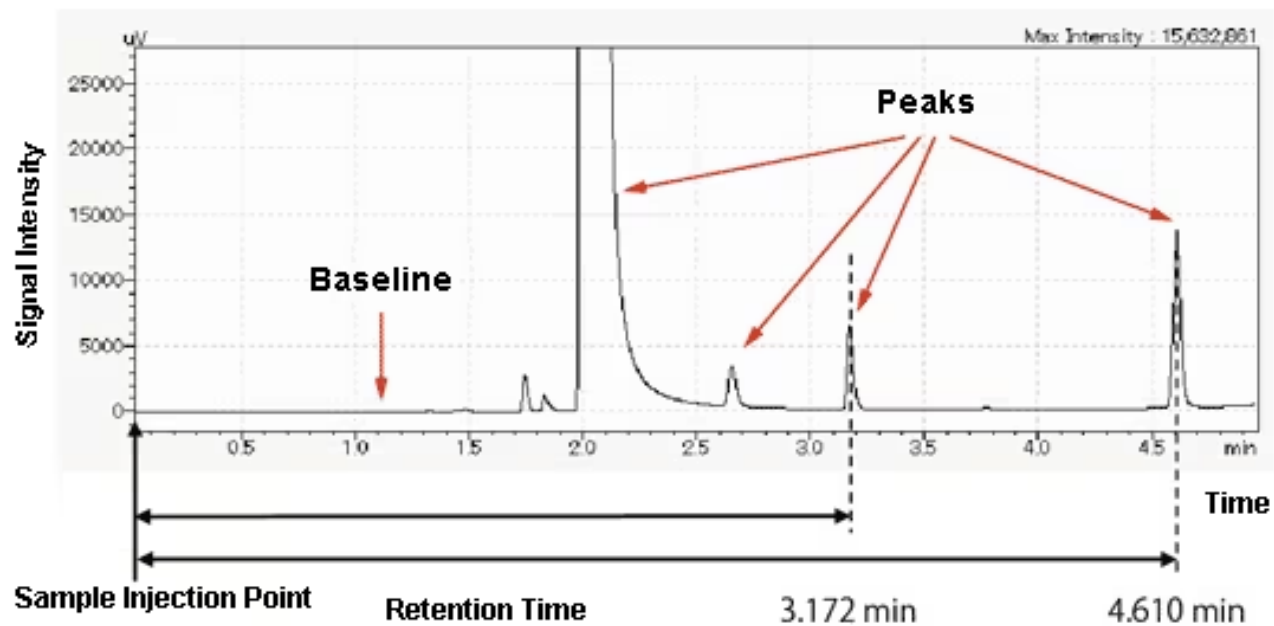


- Sensitif terhadap senyawa-senyawa fosfor organik, sulfur organik dan timah organik.
- Biasanya untuk analisis pestisida dan flavour.

Pemisahan Kromatografi Gas



Analysis Results—Chromatogram



Jenis/Tipe Kromatografi



Jenis/Tipe Kromatografi



Jenis/Tipe Kromatografi



GC



GC-MS

How GC Columns Work



Compound Separation:

- Compounds separate according to volatility and polarity
- As compounds elute they are quantified by the detector

Retention Time	Compound
03:44 min	Methprylon
03:44 min	Butalbital
03:44 min	Amobarbital
03:44 min	Meprobamate
03:44 min	Gluthethimide
03:44 min	Phenobarbital
03:44 min	Methaqualone
03:44 min	Primidone

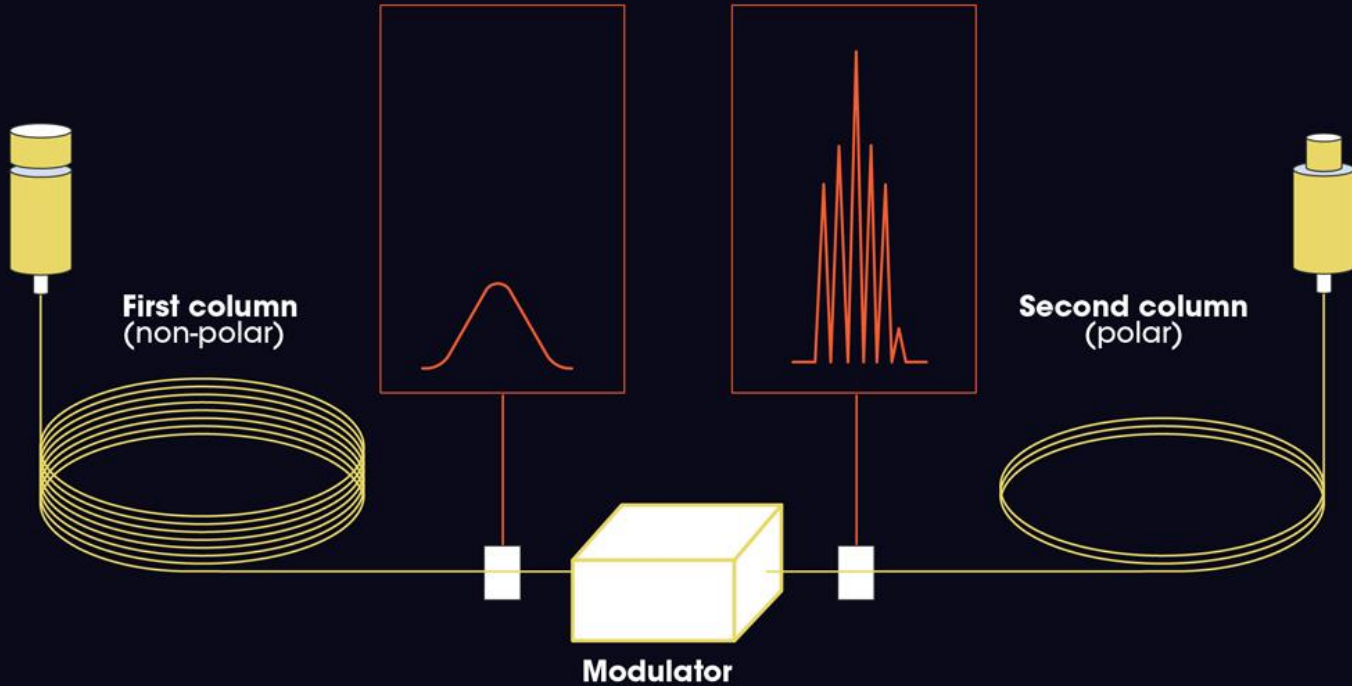
<https://www.youtube.com/watch?v=q0pM-k0SvOQ>

Kromatografi Gas



<https://youtu.be/uSG8ANBTaN0>

A narrow cut is taken from the first column and reinjected into the second column

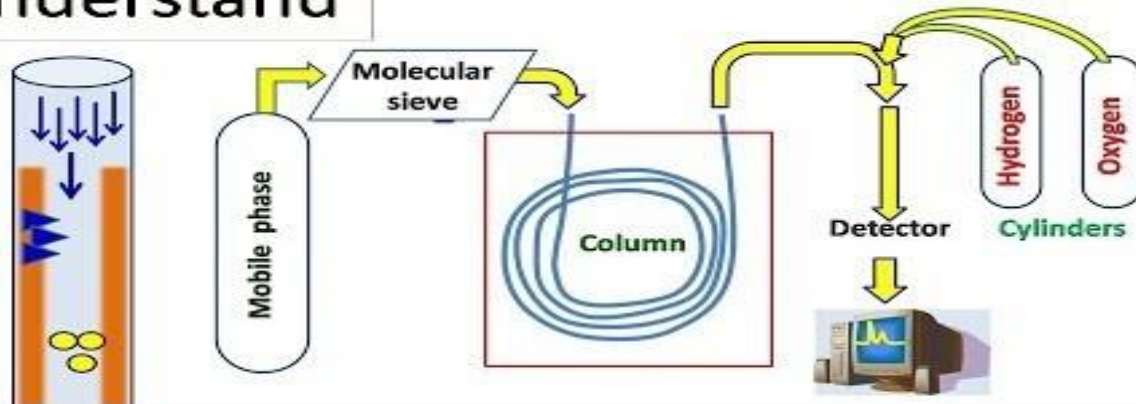


Simplified diagram of GC x GC analysis.

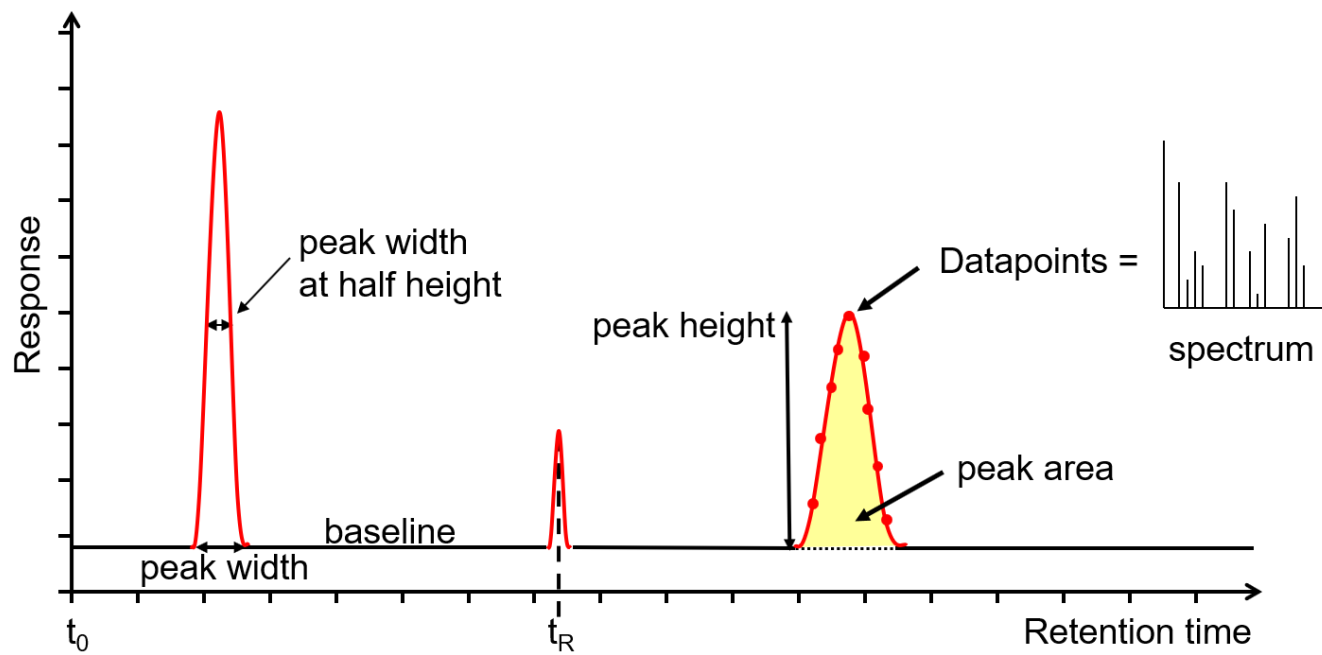
Kromatografi Gas

Quickly
understand

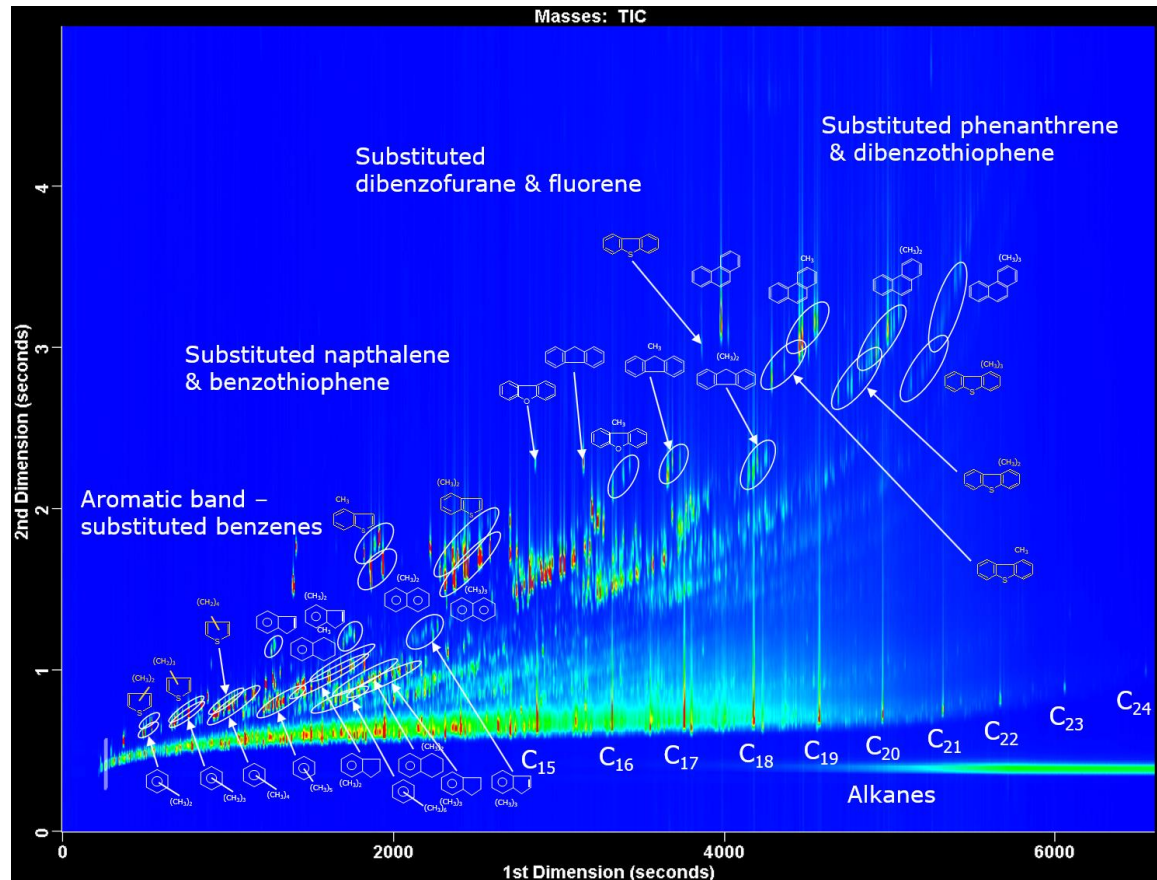
Gas Chromatography



<https://youtu.be/UycPljfrnWo>

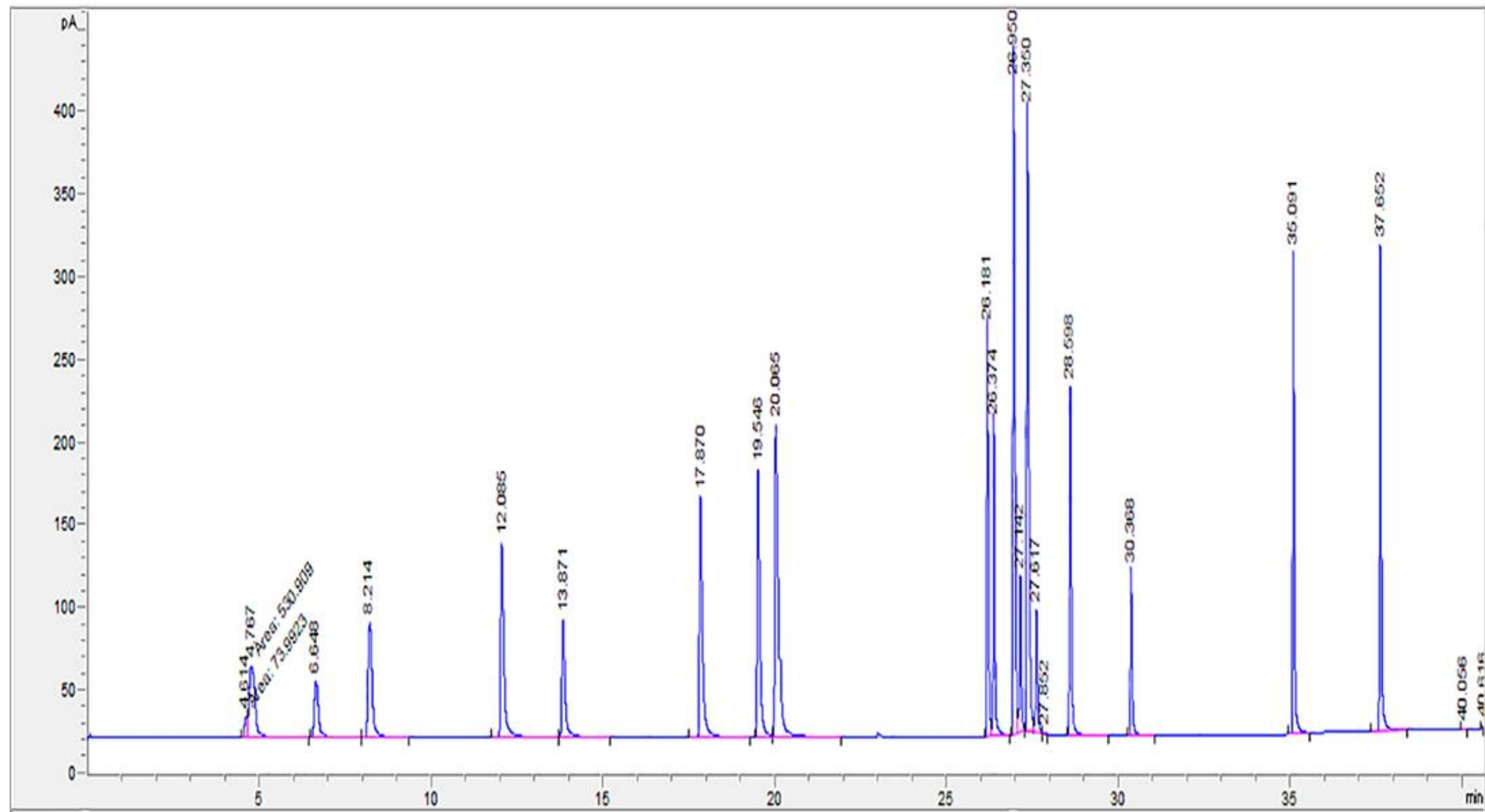


Chromatogram output from a GC or GC-MS. Credit: Anthias Consulting.



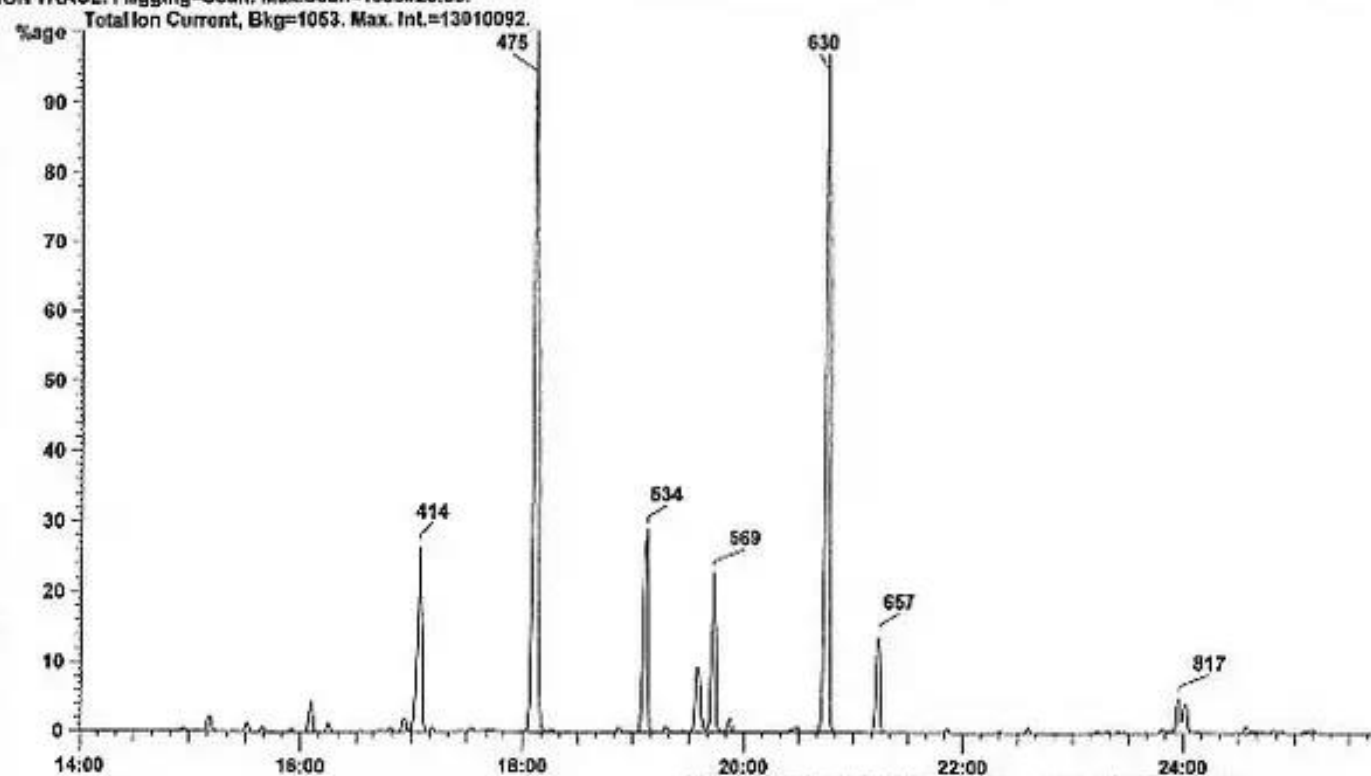
GC x GC contour plot of diesel showing the different chemical classes separated. 1st dimension column is non-polar and 2nd dimension column is mid-polar. Credit: Anthias Consulting.

<https://www.technologynetworks.com/analysis/articles/gas-chromatography>

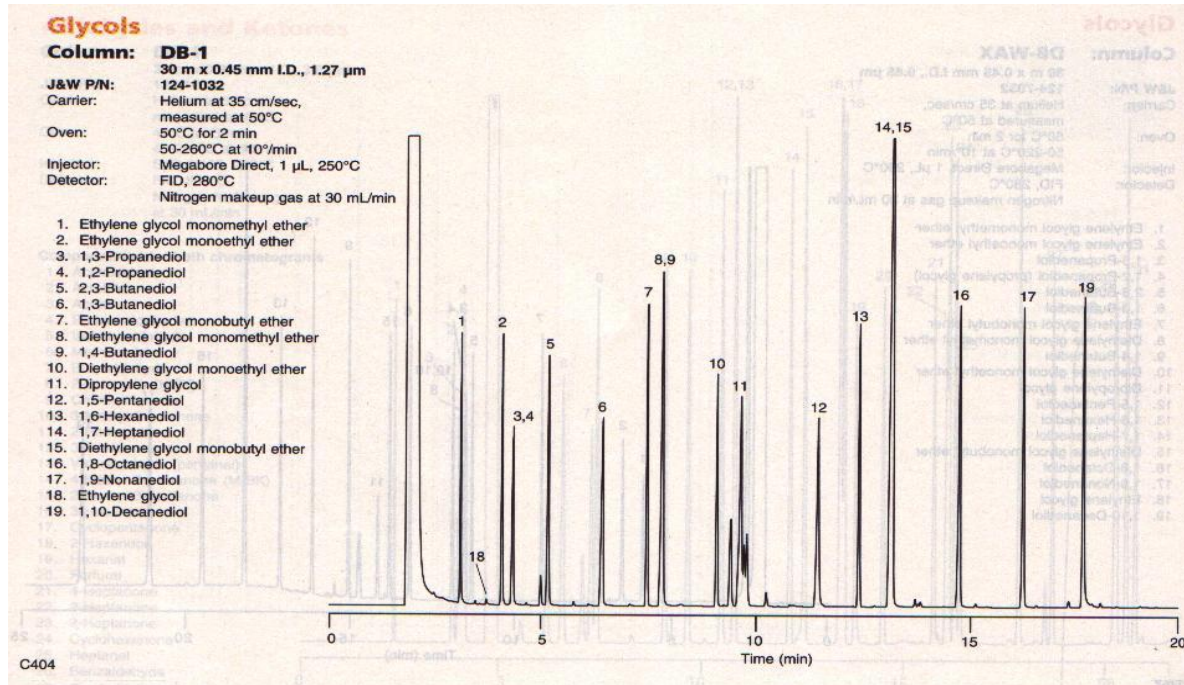


File Title : Lavender Provence LOPROG96Z
Operator :
Instrument : VG70E
Notes : CB5 1.2u 50M 40(5)>250@10. 10psi 10m/m split Inj 220
Source 220 Gain 1.2x10⁻⁵
10mg in 1ml DCM 1ul in

ION TRACE. Flagger=Scan. Max.Scan=1056#28:03.

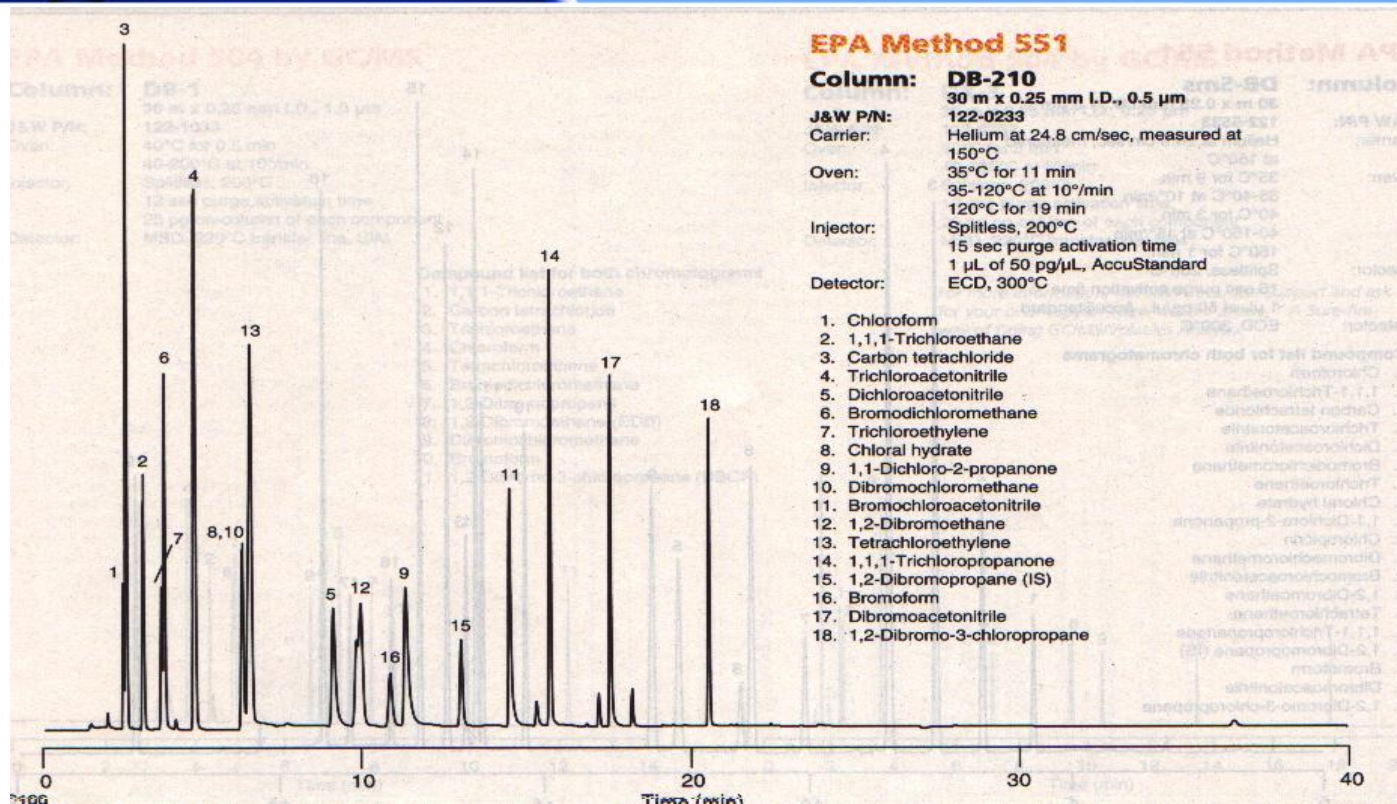


KROMATOGRAFI GAS HASIL



KROMATOGRAFI GAS

HASIL



KROMATOGRAFI GAS

HASIL

Lemon Oil

Column: DB-5

60 m x 0.25 mm I.D., 0.25 μ m

J&W P/N: 122-5062

Carrier: Helium at 25 cm/sec (0.73 mL/min)

Oven: 75°C for 8 min
75-200°C at 4°/min
200°C for 5 min

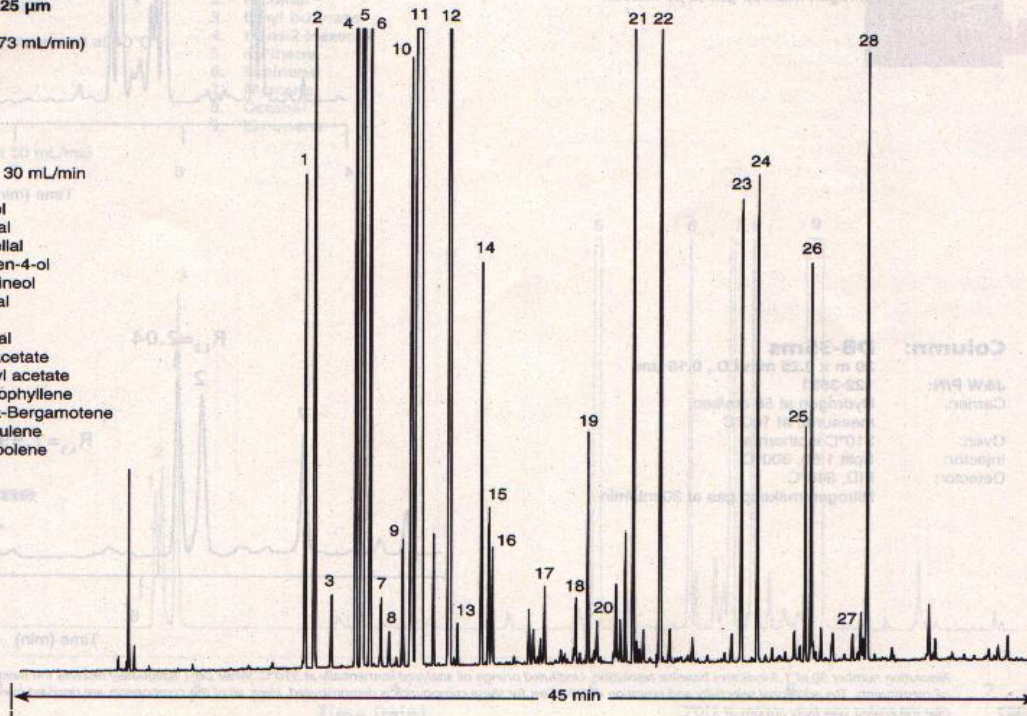
Injector: Split 1:150, 270°C

Detector: FID, 270°C

Nitrogen makeup gas at 30 mL/min

- | | |
|---------------------------|--|
| 1. α -Thujone | 15. Linalool |
| 2. α -Pinene | 16. Nonanal |
| 3. Camphene | 17. Citronellal |
| 4. Sabinene | 18. Terpinen-4-ol |
| 5. β -Pinene | 19. α -Terpineol |
| 6. Myrcene | 20. Decanal |
| 7. Octanal | 21. Neral |
| 8. α -Phellandrene | 22. Geranial |
| 9. α -Terpinene | 23. Neryl acetate |
| 10. <i>p</i> -Cymene | 24. Geranyl acetate |
| 11. δ -Limonene | 25. β -Caryophyllene |
| 12. γ -Terpinene | 26. <i>trans</i> - α -Bergamotene |
| 13. Octanol | 27. α -Humulene |
| 14. Terpinolene | 28. β -Bisabolene |

Thanks to:
Mr. William Faas of A.M. Todd Company for
providing the sample and assisting with peak
identification.



Focus Group Discussion

Instruksi

- 1) Buatlah 10 kelompok, tiap kelompok terdiri atas 9-10 personil anggota.
- 2) Tontonlah video terkait kromatografi gas pada tautan berikut : <https://s.id/1Mf1s>
- 3) Buatlah resume catatan antar kelompok
- 4) Alokasi waktu pengerjaan 15 menit
- 5) Presentasikan didepan kelas



Pindai QR-Code :





TERIMA KASIH

