

Nama : Karimah

NPM : 1954121001

MK : Teknik Laboratorium dan Hortikultura (Tugas Resume)

PS : Agroteknologi

a. Resume Materi HPLC

HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*) atau KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi) merupakan metode analisis sampel yang kerap digunakan dalam industri maupun laboratorium analisis farmasi. HPLC memiliki prinsip dasar. Umumnya, HPLC menggunakan prinsip kromatografi untuk mengukur sampel. Dalam kromatografi tersebut, analisis dilakukan dengan cara memisahkan molekul berdasarkan perbedaan struktur ataupun komposisinya. Pemisahan tersebut terjadi saat sampel bergerak melewati fase diam (dapat berupa zat padat atau cair) karena terbawa oleh fase gerak (dapat berupa zat cair atau gas).

HPLC memiliki perbedaan yang cukup penting dibandingkan dengan kromatografi yang lainnya. Sebagai salah satu metode kromatografi cair (*liquid chromatography*), HPLC menggunakan zat cair sebagai fase geraknya. Sampel yang telah dilarutkan dapat dipisahkan dan dihitung konsentrasi zat spesifik yang terkandung di dalamnya. Sebagai contoh, kandungan kafein dalam sampel minuman dapat diukur dengan HPLC berdasarkan afinitas kafein terhadap fase diam pada kolom yang digunakan.

HPLC memiliki instrumentasi yang terdiri atas beberapa komponen utama yang dapat digunakan dalam analisis sampel. Komponen-komponen tersebut terdiri dari:

1. Fase Gerak dan Reservoir Pelarut

Fase gerak pada HPLC harus menggunakan pelarut dengan kemurnian sangat tinggi. Reservoir pelarut merupakan wadah penyimpanan fase gerak, biasanya berbentuk botol kaca dengan selang penghubung.

2. Pompa

Pompa yang digunakan dalam HPLC harus menggunakan pompa bertekanan tinggi agar dapat mendorong fase gerak dalam reservoir menuju kolom fase

diam dan melewati detektor. Tekanan yang digunakan beragam tergantung dari dimensi kolom, ukuran partikel fase diam, serta laju alir dan komposisi dari fase gerak yang akan dipakai.

3. Injektor

Injektor merupakan tempat masuknya sampel ke dalam sistem HPLC. Proses injeksi dapat dilakukan secara manual dengan syringe atau dengan menggunakan sistem injeksi otomatis. Injektor pada HPLC harus dapat menampung sampel cairan dalam kisaran volume 0.1-100 mL.

4. Sampel

Sampel yang dapat dianalisis menggunakan HPLC harus bersifat bening dan tidak ada endapan, untuk itu preparasi sampel diperlukan sebelum dianalisis, misalnya dengan melakukan filtrasi sampel.

5. Kolom HPLC

Aktivitas utama dalam HPLC terjadi di dalam kolom sebagai fase diam. Di dalam kolom akan terjadi pemisahan komponen sampel yang kemudian dapat dihitung waktu retensi masing-masing komponennya oleh detektor. Kolom HPLC tersedia dalam panjang serta packing material yang berbeda-beda tergantung dari jenis HPLC yang hendak digunakan.

6. Detektor

Alat ini berfungsi untuk mendeteksi keberadaan komponen yang telah melewati kolom dan memberikan sinyal elektronik pada pengolah data.

7. Pengolah Data

Pengolah data menampilkan output visual hasil analisis yang terbaca oleh detektor dalam bentuk kromatogram. Kromatogram menggambarkan jumlah komponen pada sampel dilihat dari jumlah puncak (peak) yang dihasilkan.

Pada praktikum digunakan jurnal mengenai alat HPLC ini untuk menganalisis gula pada buah Goji Berry. Studi ini menyajikan metode HPLC analitis untuk analisis simultan dan kuantifikasi gula utama dalam goji berry. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa metode ini cocok untuk memisahkan dan mengukur fruktosa, glukosa, dan sukrosa tanpa derivatisasi dalam waktu kurang dari 15 menit. Persamaan regresi mengungkapkan hubungan linier yang baik ($r^2 = 0,9981-0,9998$) dalam rentang pengujian. Selain itu, LOD dan LOQ untuk analit

yang dipertimbangkan berada dalam kisaran 1.0–1.2 μ g dan 3,0–3,6 μ g, masing-masing. Hasil analisis yang dilakukan pada enam belas sampel goji sesuai dengan yang diperoleh sebelumnya oleh penulis lain. Kemudian, metode HPLC-ELSD yang diusulkan dapat digunakan untuk mengukur fruktosa, glukosa, dan sukrosa secara simultan dalam buah goji.

b. Resume Materi GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*)

GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*) atau juga dikenal kromatografi gas spektrometri massa merupakan metode yang mengkombinasikan kromatografi gas (GC) dan spektrometri massa (MS) untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda dalam analisis sampel. Pada prinsipnya, ada dua blok utama dalam instrumen GCMS, yaitu GC dan MS. GC menggunakan kolom kapiler yang tergantung pada dimensi kolom (panjang, diameter, ketebalan film) serta sifat fase. Perbedaan sifat kimia antara molekul-molekul yang berbeda dalam suatu campuran dapat dipisahkan dengan melewati sampel sepanjang kolom.

Molekul-molekul tersebut memerlukan waktu yang berbeda (waktu retensi) untuk keluar dari GC. Berdasarkan data waktu retensi yang sudah diketahui dari literatur, bisa diketahui kandidat senyawa apa saja yang ada dalam sampel. Hasil yang didapat dari GC kemudian dimasukkan dalam instrumen MS, sehingga dapat diperoleh informasi mengenai massa molekul relatif dari senyawa sampel tersebut. Setiap senyawa memiliki keunikan, yaitu memiliki waktu retensi dan berat molekul yang berbeda.

Tidak semua senyawa dapat dianalisis dengan GCMS. Umumnya, senyawa yang dapat dianalisis dengan GCMS adalah senyawa yang dapat diuapkan (<350 °C) dan tidak terdekomposisi, contohnya sebagian besar solvent, pestisida, flavor, hidrokarbon, obat-obatan, dan lain-lain. Keunggulan instrumen GCMS adalah resolusi dan sensitivitas tinggi, spesifik, fleksibel (mudah digabung dengan instrumen fisika/kimia lainnya), dapat memberikan informasi struktur, dan efisien (membutuhkan jumlah sampel sedikit, waktu pemisahan yang dibutuhkan relatif cepat). Sedangkan, kelemahan dari GCMS adalah kurang cocok untuk analisa senyawa labil pada suhu tinggi karena akan terdekomposisi pada awal pemisahan.

Dalam bidang pertanian, GCMS banyak digunakan untuk menganalisis POPs (Polutan Organik Persisten) seperti pestisida yang terkandung dalam bahan pangan, bahan kimia industri, produk yang tidak sengaja dihasilkan PCDD (*Poly Chlorinated Dibenzop-Dioxins*), PCDF (*Poly Chlorinated Dibenzo Furans*), PCB (*Poly Chlorinated Biphenyl*), karakterisasi tanaman (lignin, inositol, lemak, asam lemak, karbohidrat, flavonoid, antioksidan), metabolomics (fitohormon), analisa flavor, dan lain sebagainya.

Pada umumnya, metode analisa menggunakan GC MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*) dapat mengukur jenis dan kandungan senyawa dalam suatu sampel baik secara kualitatif dan kuantitatif. Instrumen ini merupakan perpaduan dari dua buah instrumen, yaitu kromatografi gas yang berfungsi untuk memisahkan senyawa menjadi senyawa tunggal dan spektroskopi massa yang berfungsi mendeteksi jenis senyawa berdasarkan pola fragmentasinya.

GC MS memiliki prinsip kerja. Prinsip kerja dari alat ini pertama-tama sampel yang diinjeksikan ke dalam Kromatografi Gas akan diubah menjadi fasa uap dan dialirkan melewati kolom kapiler dengan bantuan gas pembawa. Kemudian, pemisahan senyawa campuran akan menjadi senyawa tunggal yang terjadi berdasarkan perbedaan sifat kimia dan waktu yang diperlukan bersifat spesifik untuk masing-masing senyawa. Setelah itu, pendeteksian akan berlangsung di dalam spektroskopi massa dengan mekanisme penembakan senyawa oleh elektron menjadi molekul terionisasi dan pencatatan pola fragmentasi yang terbentuk dibandingkan dengan pola fragmentasi senyawa standard yang diindikasikan dengan presentase *Similarity Index* (SI).

Pada saat praktikum, kelompok saya memngkaji jurnal mengenai materi alat ini yang berjudul “Penggunaan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) Teknik Analisis Senyawa Alami Bioaktif Beberapa Tanaman”.dalam jurnal dijelaskan bahwa kromatografi adalah istilah yang digunakan untuk menggambarkan teknik pemisahan molekul berdasarkan perbedaan pola pergerakan antara fase gerak dan fase diam untuk memisahkan komponen yang berada pada larutan. Kromatografi gas (GC) memiliki bidang aplikasi yang sangat

luas. Namun, area penggunaan yang utama adalah dalam pemisahan dan analisis campuran multi komponen seperti minyak atsiri, hidrokarbon, dan pelarut.

Prinsip kromatografi gas adalah adsorpsi dan partisi. Dalam kelompok metode berbasis kromatografi, kromatografi gas (GC) adalah salah satu teknik yang paling banyak digunakan. GC-MS telah menjadi alat yang sangat direkomendasikan untuk memantau dan melacak polutan organik di lingkungan. GC-MS secara eksklusif digunakan untuk analisis ester, asam lemak, alkohol, aldehida, terpen dll. Sebagai teknologi yang unik dan kuat, GC-MS memberikan kesempatan langka untuk melakukan analisis senyawa baru untuk karakterisasi dan identifikasi senyawa yang disintesis atau diturunkan.

Di dalam jurnal ini bertujuan untuk mengetahui manfaat, aplikasi, dan keuntungan penggunaan aplikasi Kromatografi gas-Spektrometri massa (GS-MS) pada tanaman, sekaligus pada berbagai bidang. Sehingga kesimpulan pada hasil yang diperoleh dari jurnal ini ialah diketahui bahwa GC-MS banyak digunakan dalam industri farmasi untuk penelitian dan pengembangan analitis, kontrol kualitas, jaminan kualitas, produksi, departemen pabrik percontohan untuk bahan farmasi aktif (API), obat massal dan formulasi. Ini digunakan untuk proses dan pengembangan metode, identifikasi kotoran di API. Ini adalah bagian integral dari penelitian yang terkait dengan kimia obat (sintesis dan karakterisasi senyawa), analisis farmasi (pengujian stabilitas, profil pengotor), farmakognosi, kontrol proses farmasi dan bioteknologi farmasi.

c. Resume Materi ASS (*Atomic Absorption Spectroscopy*)

Analisis Spektrofotometri Serapan Atom (ASS) merupakan suatu metoda analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan (absorpsi) radiasi oleh atom bebas unsur tersebut. Perkembangan yang sudah dicapai hingga kini meliputi instrument, sumber radiasi resonans, nyala yang lebih stabil, suhu pengatoman yang lebih tinggi, efisiensi pengatoman lebih tinggi, dan sebagainya serta usaha untuk dapat menentukan lebih banyak unsur dari sistem periodik.

Pada praktikum kelompok saya mengkaji jurnal yang berjudul “Element Content of Some Ethnomedicinal Ziziphus Linn. Species Using Atomic Absorption Spectroscopy Technique”. Di dalam jurnal ini dibahas mengenai alat ini serta banyak hal mengenai Ziziphus. Selain itu, dijelaskan bahwa tanaman ini termasuk ke dalam tanaman obat. Tanaman obat mengandung konstituen organik dan anorganik, dan banyak tanaman obat ditemukan kaya akan satu atau lebih elemen individu, sehingga memberikan kemungkinan hubungan dengan tindakan terapeutik obat. Sebagian besar tanaman ini ditemukan kaya akan satu atau lebih elemen individu, sehingga memberikan kemungkinan hubungan dengan tindakan terapeutik obat.

Studi yang berhubungan dengan tanaman terapeutik bertujuan untuk mengkarakterisasi komponen aktif tanaman untuk bukti ilmiah dari sifat terapeutiknya. Sejumlah teknik seperti spektrometri serapan atom (AAS), voltametri, spektrometri emisi atom plasma berpasangan induktif (ICP-AES) dan analisis aktivasi neutron instrumental (INAA) secara rutin digunakan untuk menentukan elemen dalam tanaman obat. Di antara berbagai unsur yang terdeteksi pada tanaman yang berbeda dari genus Ziziphus digunakan dalam penyembuhan berbagai penyakit. Data yang diperoleh dalam penelitian ini akan membantu dalam sintesis obat modern dengan berbagai kombinasi tanaman. Ada kebutuhan untuk mempelajari aktivitas farmakologi lebih lanjut karena mereka adalah obat alternatif yang ideal terutama di negara-negara berkembang.

d. Resume Materi Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM merupakan jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar sampel dengan memindai permukaan dengan sinar elektron yang terfokus dengan perbesaran hingga skala tertentu. Elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, menghasilkan berbagai sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan dan komposisi sampel. Sedangkan, *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) digunakan untuk analisis elemental kimia bahan. Kemampuan karakterisasi sebagian besar disebabkan oleh prinsip dasar bahwa setiap elemen memiliki struktur atom yang unik yang memungkinkan serangkaian puncak unik pada

spektrum emisi elektromagnetiknya (yang merupakan prinsip utama spektroskopi).

Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpengaruh oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

Aplikasi dari teknik SEM – EDS dirangkum sebagai berikut:

1. Topografi: Menganalisa permukaan dan tekstur (kekerasan, reflektivitas dsb)
2. Morfologi: Menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel
3. Komposisi: Menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif.

Kelemahan dari teknik SEM antara lain:

1. Memerlukan kondisi vakum
2. Hanya menganalisa permukaan
3. Resolusi lebih rendah dari TEM

4. Sampel harus bahan yang konduktif, jika tidak konduktor maka perlu dilapis logam seperti emas.

Pada saat praktikum, kelompok saya mengkaji jurnal yang berjudul “A Sustainable of Nitrate Adsorption From Water Using Palm Oil Agricultural Waste”. Pada jurnal ini dijelaskan bahwa cangkang inti sawit merupakan salah satu limbah samping yang dihasilkan dari proses pengolahan minyak sawit, juga dapat dimodifikasi untuk meningkatkan afinitas terhadap anion. Dalam pembuatan adsorben dari cangkang inti sawit, merserisasi (yaitu, perlakuan awal hidroksil sebelum pencangkakan) sangat penting. Namun, merserisasi bahan organik adalah fenomena yang kompleks.

Dalam merserisasi cangkang sawit, sangat penting untuk mempertimbangkan parameter dasar seperti konsentrasi hidroksida dan waktu kontak untuk proses kuarterisasi selanjutnya. Dalam penelitian ini, cangkang sawit diuji kesesuaiannya untuk menghilangkan nitrat dari air pada rentang suhu, pH, konsentrasi nitrat, dan dosis adsorben yang luas tanpa menggunakan katalis. Jadi Scanning Electron Microscope, Electron Dispersive X-Ray dan Fourier Transform Infrared (FT-IR) digunakan untuk memberikan bukti modifikasi kimia yang dilakukan pada cangkang inti sawit dan adsorpsi nitrat selanjutnya.

Sehingga diperoleh hasil data yang rinci dan dapat ditarik sebuah kesimpulan dari penelitian yang dilakukan. Kesimpulan yang dikemukakan dalam jurnal tersebut ialah dijelaskan bahwa sebuah bioadsorben efektif (CMPKS) berhasil disiapkan dengan merserisasi cangkang sawit dengan kuarterisasi berikutnya menggunakan CHMAC. CMPKS memiliki kapasitas yang luar biasa untuk menghilangkan nitrat dari larutan berair (kapasitas penghilangan dan efisiensi 54,18 mg/g dan 79,6%, masing-masing). Model Langmuir, Freundlich isotherm dan Redlich-Peterson menggambarkan adsorpsi nitrat oleh sumur CMPKS (dengan R^2 nilai masing-masing 0,995, 0,982, dan 0,994); namun, model Langmuir sedikit lebih cocok dengan model Freundlich tetapi Redlich-Peterson memberikan deskripsi konklusif berdasarkan nilai Chi kuadrat serta hubungan tiga parameter.