

PENGGUNAAN HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC) DALAM PROSES ANALISA DETEKSI ION

Retno Ardianingsih

Peneliti Bidang Material Dirgantara, PUSTERAPAN, LAPAN

RINGKASAN

Proses pemurnian NaCl di LAPAN membutuhkan perlakuan analisa deteksi ion, yang mempunyai tujuan untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi ion (khususnya kation) yang terkandung di dalam larutan NaCl sebelum dan sesudah dimurnikan. Dalam proses analisa ini, di antara sekian banyak metode kromatografi yang ada, LAPAN menggunakan metode *Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)* atau lebih populer disebut dengan istilah *High Performance Liquid Chromatography (HPLC)*. Pemilihan teknik kromatografi ion ini didasarkan pada kemampuan lebihnya untuk melakukan pendeteksian secara simultan, mudah dalam pengoperasian, mempunyai kecepatan analisis dan akurasi hasil yang cukup tinggi serta memiliki kolom pemisah yang cukup stabil sehingga dapat digunakan kembali.

1 PENDAHULUAN

Salah satu bahan baku propelan yang dikembangkan oleh LAPAN saat ini adalah *Ammonium Perkhlorat (AP)*. Sedangkan bahan baku utama dari *Ammonium Perkhlorat* adalah garam dapur (NaCl) yang akan mengalami proses elektrolisis dan dilanjutkan dengan proses amoniasi hingga menjadi *Ammonium Perkhlorat*.

Saat ini LAPAN masih menggunakan NaCl pro analis (pa) yang kadar kemurniaannya sangat tinggi, karena larutan NaCl yang akan diumpankan ke dalam sel elektrolisis harus terbebas dari *impurities* (pengotor) yang bisa mengganggu jalannya proses elektrolisis. Sedangkan NaCl teknis belum cukup murni untuk digunakan sebagai bahan baku proses produksi *Ammonium Perkhlorat*, karena masih cukup banyak mengandung *impurities* seperti ion Ca, Ba, dan Mg.

Akan tetapi kekurangan dari NaCl (pa) tersebut harganya masih jauh lebih mahal bila dibandingkan dengan NaCl teknis. Padahal kontinuitas ketersediaan bahan baku garam dapur di Indonesia cukup bagus, sehingga sangat disayangkan apabila hal tersebut tidak kita manfaatkan untuk kepentingan produksi *Ammonium Perkhlorat*. Oleh karena itu, dalam

rangka memanfaatkan realitas yang ada, dikembangkan teknik pemurnian NaCl teknis yang masih mengandung banyak *impurities* seperti Ca, Mg dan Ba untuk dihilangkan kandungan impuritis-nya.

Untuk mengetahui seberapa banyak kandungan *impurities* mula-mula di dalam senyawa NaCl teknis dan kandungan *impurities* setelah proses pemurnian NaCl, maka perlu dilakukan analisa terhadap contoh sampel larutan NaCl keduanya. Untuk melakukan analisa tersebut, tentu dibutuhkan suatu metode dan instrumen yang dapat melakukan pendeteksian adanya *kation* atau *anion* dalam suatu sampel tertentu.

2 TINJAUAN UMUM

Secara umum, anion dan kation selalu dipisahkan dan dideteksi secara terpisah dengan menggunakan sistem analisis yang terpisah (*different systems*) pula. Padahal sangat penting dilakukan pendeteksian secara serempak (*simultaneous*) antara anion dan kation dalam sekali injeksi (*injection*) untuk sebuah contoh sampel. Beberapa kelebihan pendeteksian secara serempak di antaranya dapat menekan biaya operasional (*operational cost*), memperkecil jumlah limbah (*waste*) saat analisis berlangsung,

memperpendek waktu analisis (*short time analysis*) serta dapat memaksimalkan hasil yang diinginkan.

Selama ini, semua teknik yang digunakan baik yang konvensional ataupun klasik mempunyai pendeteksian yang terbatas (*limited detection*), memberikan keakuratan hasil analisis yang rendah serta membutuhkan waktu yang lama untuk menentukan konsentrasi suatu ion tertentu dalam sampel. Dikatakan lama karena pendeteksiannya dilakukan dengan sistem per ion/logam.

3 PENGERTIAN KROMATOGRAFI

Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan perambatan komponen dalam medium tertentu. Istilah kromatografi berasal dari gabungan kata "chroma" (warna) dan "graphein" (menuliskan).

Prinsip pemisahan kromatografi yaitu adanya distribusi komponen-komponen dalam fase diam dan fase gerak berdasarkan perbedaan sifat fisik komponen yang akan dipisahkan.

Kromatografi dapat digunakan untuk analisa kualitatif dan kuantitatif. Pada dasarnya semua cara kromatografi menggunakan dua fase yaitu fase diam (*stationer*) dan fase bergerak (*mobile*).

Persyaratan utama kromatografi adalah:

- Ada fase diam dan fase gerak. Fase diam tidak boleh bereaksi dengan fase gerak.
- Komponen sampel (contoh) harus larut dalam fase gerak dan berinteraksi dengan fase tetap (diam).
- Fase gerak harus bisa mengalir melewati fase diam, sedangkan fase diam harus terikat kuat di posisinya.

4 KLASIFIKASI KROMATOGRAFI

Komponen utama kromatografi adalah fase diam dan fase gerak. Kromatografi dibagi menjadi beberapa jenis bergantung pada jenis fase gerak, fase diam dan mekanisme

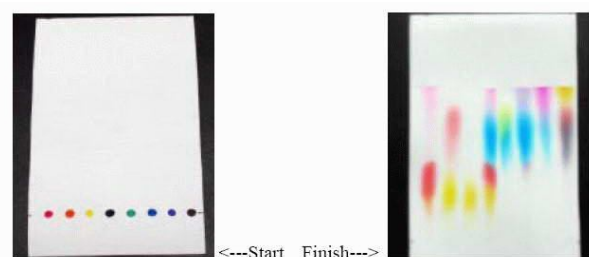
pemisahannya, seperti ditunjukkan pada Tabel 4-1.

Tabel 4-1: KLASIFIKASI KROMATOGRAFI

Kriteria	Jenis Kromatografi
Fase gerak	Kromatografi cair, gas, partisi, adsorbs
Mekanisme	Kromatografi pertukaran ion
Fase diam	Kromatografi kolom, lapis tipis, kertas

Berikut ini adalah beberapa contoh kromatografi yang sering digunakan untuk analisa di laboratorium :

- Kromatografi partisi
Dalam kromatografi partisi, ekstraksi terjadi berulang dalam satu kali proses. Contoh khas kromatografi partisi adalah kromatografi kolom yang digunakan luas karena sangat efisien untuk pemisahan senyawa organik.
- Kromatografi kertas
Kromatografi kertas diterapkan untuk analisis campuran asam amino. Asam amino memiliki sifat yang sangat mirip, dan asam-asam amino larut dalam air dan tidak mudah menguap (tidak mungkin didistilasi). Karena pemisahan asam amino merupakan masalah yang cukup sulit, maka penemuan kromatografi kertas merupakan berita baik bagi para kimiawan.



Gambar 4-1: Contoh hasil kromatografi kertas pigmen

- Kromatografi gas
Campuran gas dapat dipisahkan dengan kromatografi gas. Metode ini sangat baik untuk analisis senyawa organik yang mudah menguap seperti hidrokarbon dan ester. Analisis minyak mentah dan minyak atsiri dalam buah telah dengan sukses dilakukan dengan teknik ini.

- HPLC

Ciri teknik ini adalah penggunaan tekanan tinggi untuk mengirim fase gerak ke dalam kolom. Dengan memberikan tekanan tinggi, laju dan efisiensi pemisahan dapat ditingkatkan dengan besar. Kromatografi penukar ion telah berhasil digunakan untuk analisis kation, anion dan ion organik. (Veronika, R.M, 1999)



Gambar 4-2: Dua buah kolom pemisah kation dan anion

5 PENGGUNAAN HPLC

Akhir-akhir ini, untuk pemurnian (misalnya untuk keperluan sintesis) senyawa organik skala besar, teknik kromatografi HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*) lebih sering digunakan. Beberapa kelebihan yang dimiliki kromatografi HPLC sehingga menjadikannya sebagai "the best choice" dalam dunia penentuan/pemisahan ion/logam, di antaranya:

- Kecepatan (*speed*)

Kecepatan dalam analisis suatu sampel menjadi aspek yang sangat penting dalam hal analisis ion yaitu untuk mengurangi biaya, bisa menghasilkan data analisis yang akurat dan cepat dan bisa mengurangi limbah (*waste*) yang dihasilkan dari penggunaan eluen.

- Sensitivitas (*sensitivity*)

Perkembangan teknologi mikro prosesor yang dikombinasikan dengan efisiensi kolom pemisah, mulai ukuran diameter dalam milimeter sampai skala mikro yang biasa juga disebut *microcolumn*, membuat pendeteksian ion dalam sampel menjadi lebih baik, meskipun jumlah sampel yang diinjeksikan ke dalam kolom pemisah sangat sedikit.

- Selektivitas (*selectivity*)

Dengan sistem ini, bisa dilakukan pemisahan berdasarkan keinginan, misalnya kation/anion organik saja atau kation/anion anorganik yang ingin dipisahkan. Itu dapat dilakukan dengan memilih kolom pemisah yang tepat.

- Pendeteksian yang serempak (*simultaneous detection*)

Teknik pendeteksian sekali injeksi untuk sebuah sampel seperti ini penting untuk dilakukan karena tentunya mempunyai sejumlah kelebihan dibanding pemisahan terpisah. Sebagaimana telah diulas di atas, beberapa kelebihan di antaranya dapat menekan biaya operasional, memperkecil jumlah limbah saat analisis berlangsung, memperpendek waktu analisis (*short time analysis*) serta dapat memaksimalkan hasil yang diinginkan.

- Kestabilan pada kolom pemisah (*stability of the separator column*)

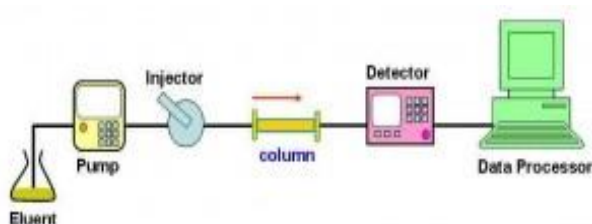
Walaupun sebenarnya, ketahanan kolom ini berdasarkan pada paking (*packing*) material yang diisikan ke dalam kolom pemisah. Namun kebanyakan, kolom pemisah bisa bertahan pada perubahan yang terjadi pada sampel, misalnya konsentrasi suatu ion terlalu tinggi, tidak akan mempengaruhi kestabilan material penyusun kolom. Namun, diakui bahwa ada juga kolom pemisah yang mempunyai waktu penggunaan yang tidak terlalu lama, dikarenakan kemasan kolom yang kurang baik atau karena faktor internal lainnya. (download November 2009)

Gambar 5-1 memperlihatkan rangkaian alat atau komponen dasar yang biasa dipakai dalam teknik kromatografi ion, yang terdiri atas:

- *Eluent*, yang berfungsi sebagai fase gerak yang akan membawa sampel tersebut masuk ke dalam kolom pemisah;

- Pompa, yang berfungsi untuk mendorong *eluent* dan sampel tersebut masuk ke dalam kolom. Kecepatan alir ini dapat dikontrol dan perbedaan kecepatan bisa mengakibatkan perbedaan hasil;

- Injektor, tempat memasukkan sampel dan kemudian sampel dapat didistribusikan masuk ke dalam kolom;
- Kolom pemisah ion, 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, yang berfungsi membaca ion yang lewat ke dalam detektor;
- Rekorder data, berfungsi untuk merekam dan mengolah data yang masuk. (Weiss. J, 1995)



Gambar 5-1: Rangkaian dasar komponen kromatografi

6 PENUTUP

Dalam melakukan analisa deteksi ion (kation maupun anion) terhadap hasil penelitian larutan sampel NaCl, LAPAN telah menggunakan teknik kromatografi HPLC karena HPLC memiliki keunggulan sebagai berikut:

- Mampu memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran.
- Mudah dalam pengoperasian instrumennya.
- Memiliki kecepatan analisis dan kepekaan yang tinggi.
- Dapat dihindari terjadinya dekomposisi/kerusakan bahan yang dianalisis.
- Memiliki resolusi yang baik.
- Dapat menggunakan bermacam-macam detektor.
- Kolom dapat digunakan kembali.
- Mudah melakukan "sample recovery".

DAFTAR RUJUKAN

- Lindsay, S; John Wiley & Sons, 1992. *High Performance Liquid Chromatography. 2nd (ed)*, Chischer, New York, Toronto, Singapore.
- Situs Kimia Indonesia Artikel, 2009. <http://www.chem-is-try.org>, download November 2009.
- Veronika R. Meyer; John Wiley & Sons, 1999. *Practical High Performance Liquid Chromatography. 3rd (ed)*, ISBN 0-471-98373-X.
- Weiss. J, 1995. *Ion Chromatography, 2nd edition*, VCH, Weinheim.