

Pengembangan Perangkat Keras dan Perangkat Lunak Untuk Persiapan Sampel On-Line Menggunakan Analisis Sekuensial-Injection untuk Monitoring Produksi Alkohol

Oleh :

**Tri Mulyono, S.Si, M.Si,
Dwi Indarti, S.Si, MSi**

Abstraks

Tujuan penelitian ini adalah merancang perangkat lunak (software) dan perangkat keras (hardware) yang dikembangkan untuk implementasi perlakuan sampel awal yang dibantu microwave *on-line* dalam microwave dalam sistem analisis suntik sekuensial otomatis (SIA= sequential-injection analysis) untuk monitoring bioproses produksi alkohol. Pada penelitian ini aktifitas yang dilakukan adalah pembuatan program perangkat lunak (*software*) dan perangkat keras (*hardware*) yaitu *syringe pump* (pompa suntik) otomatis yang memungkinkan untuk mengaspirasi (menyedot) sampel dan reagen. Fungsi software ini untuk akuisisi dan manipulasi sinyal analitis dan juga untuk sinkronisasi dari aktuasi masing-masing komponen. Hasil Pengujian Kinerja Pompa Syringe injector menunjukkan bahwa persamaan laju alir pompa syringe : $y = 0,0019x - 0,0637$ (atau 1,9 uL) dengan simpangan deviasi sebesar 0,065. Sedangkan laju pompa pengencer mengikut persamaan : $y = 0,0333x - 0,2067$. Atau perbandingan laju penghisap dan pengencer adalah 1: 8.

Key word : alkohol, sequential ion injectanalysis, monitoring on-line

Executive Summary

Peneliti : Tri Mulyono

Dwi Indarti

Sumber Dana : Ditlitabmas Dikti 2015

Pengembangan Perangkat Keras dan Perangkat Lunak Untuk Persiapan Sampel On-Line Menggunakan Analisis Sekuensial-Injection untuk Monitoring Produksi Alkohol

Latar belakang

Monitoring secara langsung (*Real Time*) pada bioproses berguna untuk menjaga agar proses fermentasi tetap berjalan optimal sehingga konsentrasi suatu produk dan metabolit pada level yang tepat, yang mengarah ke peningkatan produksi biomassa. Selain itu, dapat digunakan ketika deteksi dan kuantifikasi produk seluler yang menjadi minat ilmiah atau kinetika pertumbuhan sel, perlu dipantau secara *real time* (J.C. MASINI, *at.all*, 2001). Untuk pemantauan bioproses industri, sensor kimia telah dikembangkan, tetapi untuk kebanyakan analit khusus alkohol belum ada sensor yang tepat, atau sensor tersebut tidak cukup kuat untuk diterapkan dalam lingkungan pabrik. Pada bioproses dalam banyak kasus lapisan penginderaan bagian sensor tidak tahan terhadap langkah sterilisasi dalam autoklaf. Ketika pemantauan *in situ* tidak ada sensor yang tersedia, analisis injeksi alir (FIA) telah terbukti menjadi cara yang layak untuk melakukan monitoring atau analisis kimia nutrisi *on-line* dan metabolit dalam fermentasi dengan menyampling media melalui filter tangensial yang dapat disterilkan. Kelemahan dari sistem FIA adalah kompleksitas manifold, bagian masing-masing reagen, standar, pengencer, dan lain-lainnya, membutuhkan saluran aliran terpisah, sehingga prosedur analisis dan kalibrasi sering dilakukan. Selain itu, jika kondisi yang berbeda dari analisis yang diperlukan, seperti peningkatan sensitivitas, atau pengenceran yang luas, manifold harus dilakukan pengaturan mekanis ulang.

Injeksi Analisis Sequential (SIA) adalah lebih pengembangan lebih lanjut FIA, diusulkan oleh Ruzicka dan Marshall (1990) sebagai teknik analisis aliran kompleks yang akan memenuhi persyaratan untuk kontrol proses industri, dengan kebutuhan minimal untuk pemeliharaan dan kalibrasi ulang. Sistem yang asli terdiri dari pompa jarum suntik yang dihubungkan dengan pipa (tubing) kumpanan ke port umum dari kanal katup multi-port. Port

umum dapat mengakses masing-masing salah satu port lain dengan aktuasi listrik, yang terhubung ke reagen, sampel, standar, reaktor tambahan dan detektor. Sistem ini seluruhnya dikontrol oleh komputer dan atas dasar operasi di mana program yang sesuai mengaspirasi secara berurutan sampel dan reagen ke dalam kumparan tubing. Dengan membalikkan aliran, zona campuran didorong melalui koil reaksi menuju detektor dan dibuang. Volume cairan pembawa, sampel dan reagen dikendalikan oleh waktu yang tepat dari pompa gerakan dengan menghemat sampel dan reagen, serta meminimalkan akumulasi residu beracun. Suatu keuntungan menarik dari SIA adalah bahwa kondisi yang berbeda dari analisis tercapai tanpa konfigurasi ulang sistem melainkan melalui keyboard komputer yang merubah parameter penting seperti laju aliran dan arah, volume sampel dan reagen dan waktu reaksi.

Sementara itu pengembangan metodologi analisis dengan otomatisasi tingkat tinggi berkembang terus seiring dengan kemajuan mikroelektronika dan perangkat lunak (Gates, S. 1989.). Kecenderungan ini telah berkembang dengan ketersediaan katup injeksi untuk sampel gas dan cair terkait dengan konektor, tabung, dan perangkat lain.

Terkait dengan pengembangan analisis otomatis, analisis injeksi (SIA) telah menjadi analisis alternatif yang berguna untuk otomatisasi prosedur analitis (Fang, Z. 1993). Teknik ini memerlukan volume rendah sampel dan reagen dan ditandai dengan akurasi yang cocok, presisi, dan frekuensi analitis. Semua langkah dari prosedur analitis kecuali untuk persiapan sampel ditingkatkan mengadopsi strategi otomatis. Saat ini, fokusnya adalah pada otomatisasi persiapan sampel dalam sistem aliran. Hal ini jelas bahwa meskipun semua kemajuan dalam instrumentasi modern, persiapan sampel tetap menjadi kelemahan dari prosedur analitis. Bahkan prosedur mikrowave modern dibatasi oleh jumlah kanal saluran reagen dan sampel yang dapat digunakan secara bersamaan [12]. Salah satu alternatif yang menarik yang perlu mendapatkan perhatian adalah menggabungkan kapasitas sistem aliran untuk manajemen larutan dan energi microwave untuk pemanasan cepat reaktor on-line, baru-baru ini ditunjukkan dalam dua publikasi yang melibatkan aliran sistem otomatis untuk monitoring dan analisis bioproses (Oliveira, 1998).

Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah untuk merancang perangkat lunak untuk akuisisi dan pengolahan data dan perangkat keras untuk otomatisasi sistem SIA guna mempermudah dan mempercepat digesti sampel pada bioproses yang dibantu microwave secara *on-line*. Hasil

rancangan atau penelitian ini akan diaplikasikan untuk monitoring bioproses pada produksi alkohol. Pemantauan ini sangat penting untuk menjaga agar proses fermentasi tetap berjalan optimal.

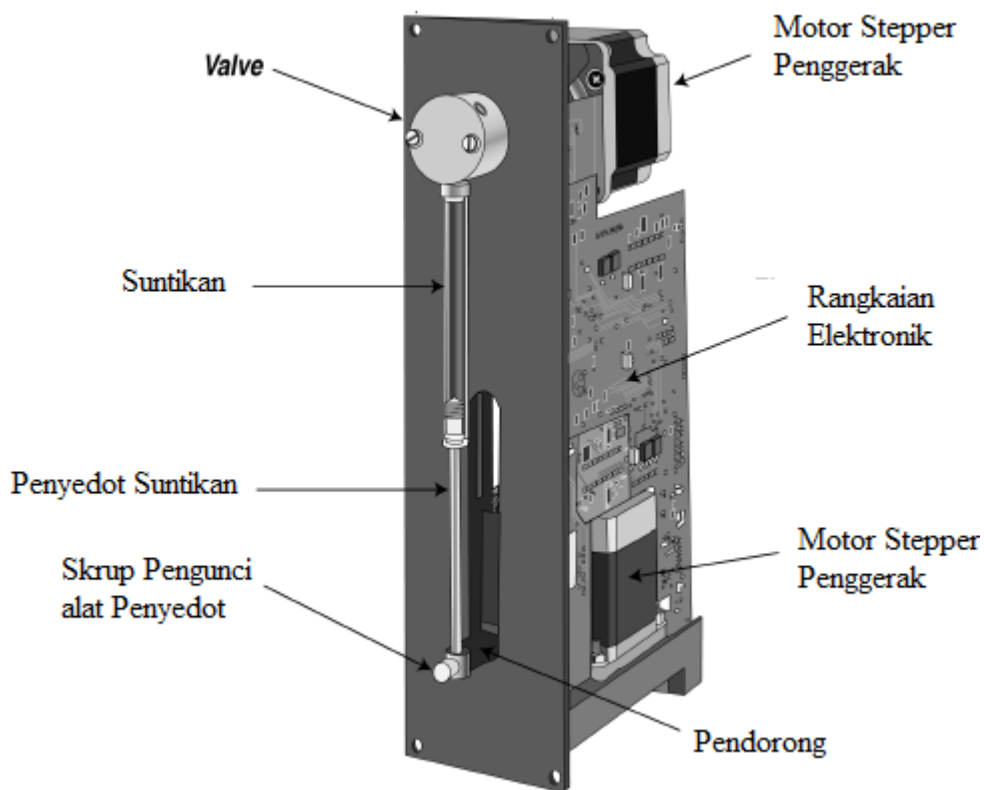
3 Urgensi (Keutamaan) Penelitian

Penggunaan strategi pengendalian proses menggambarkan pergeseran signifikan pemikiran dari para insinyur yang menangani banyak kontrol bioproses. Peningkatan tekanan pada manufaktur industri kimia untuk menghasilkan produk berkualitas tinggi dari bioproses dalam hal cara ekonomis dan ramah lingkungan yang dapat diterima telah meningkatkan persyaratan untuk mempertahankan kontrol ketat kondisi pabrik di seluruh bioproses produksi.

Instrumentasi canggih fasilitas laboratorium sepertinya tidak mungkin cocok untuk lingkungan manufaktur, dan karenanya, sistem berdedikasi dan handal menawarkan ketergantungan jangka panjang harus dikembangkan. Permintaan untuk mekanis sederhana dan kuat, metodologi injeksi alir telah menjadi kekuatan pendorong dalam mengembangkan teknik injeksi sekuensial-(SIA). Karena kesederhanaan manifold SI dan kebutuhan rendah akan pemeliharaan membuat teknik ini menjadi sebuah alat yang ideal dalam analisis bioproses. Ketika miniaturisasi dan pengurangan reagen konsumsi juga merupakan tujuan akhir dalam penginderaan kimia, maka hal ini berguna untuk melakukan *cara inovatif* untuk penggunaan injeksi gabungan dan aliran terprogram sebagai isu sentral dalam merancang sensor kimia dan penyederhanaan alat analisis kimia secara struktural.

Ekstraksi, pemisahan, prekonsentrasi, dialisis (penghilangan matriks), titrasi, dan metode pengenceran disesuaikan dalam penggunaan manifold SI (sequential Injection). Kolorimetri, elektrokimia, dan detektor lainnya, dilengkapi dengan aliran sel yang sesuai, juga dimasukkan ke dalam manifold. Sebuah lingkup baru dari manifold analisis injeksi sekuensial dikembangkan untuk digunakan baik dalam aplikasi industri bioproses serta di laboratorium.

Bagian-bagian Pompa Syringe



Gambar 1. Hardware pompa syringe

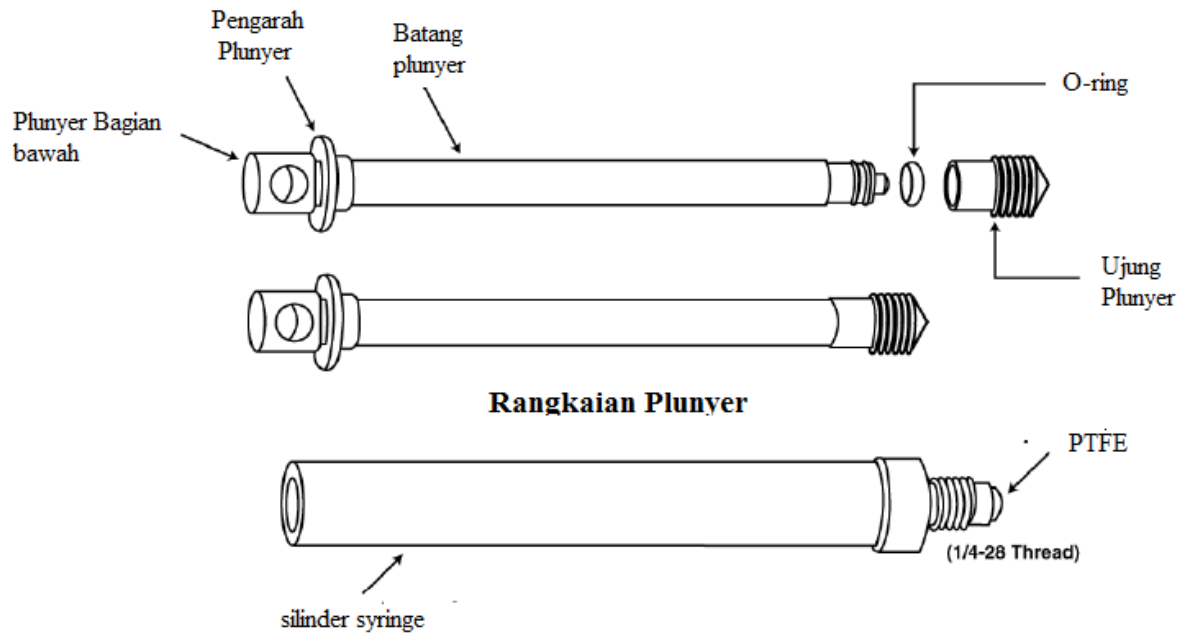
Plunyer suntik bergerak dalam laras suntik diarahkan oleh sekrup pengarah yang digerakkan dengan motor stepper 1.8° dan quadrature encoder untuk mendeteksi langkah yang telah berlalu.

Penggerak Jarum suntik memiliki panjang perjalanan 60 mm dan pertambahan dengan resolusi 6.000 (48.000 bertahap dalam modus microstep). Bila daya tidak diterapkan untuk pompa, drive jarum suntik dapat dihapus dengan melepaskan pin perakitan.

Dasar plunger jarum suntik dijaga pada penggerak dengan sekrup yang partel. Bagian atas laras jarum suntik melekat katup pompa oleh *fitting* 1/4-28.

Hasil Penelitian

Komponen Syring.



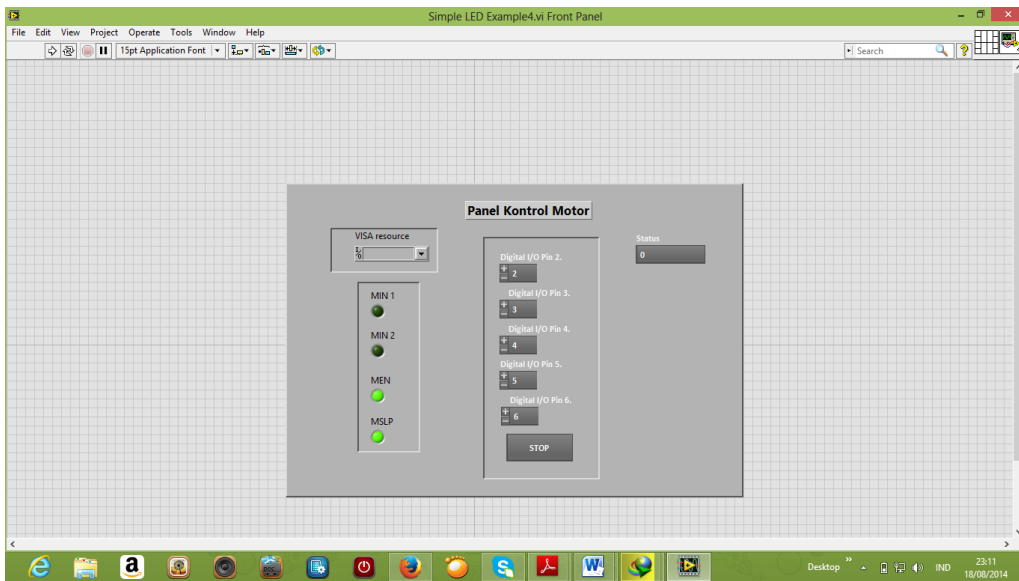
Gambar 2. Bagian-bagian komponen pompa syringe

Software:

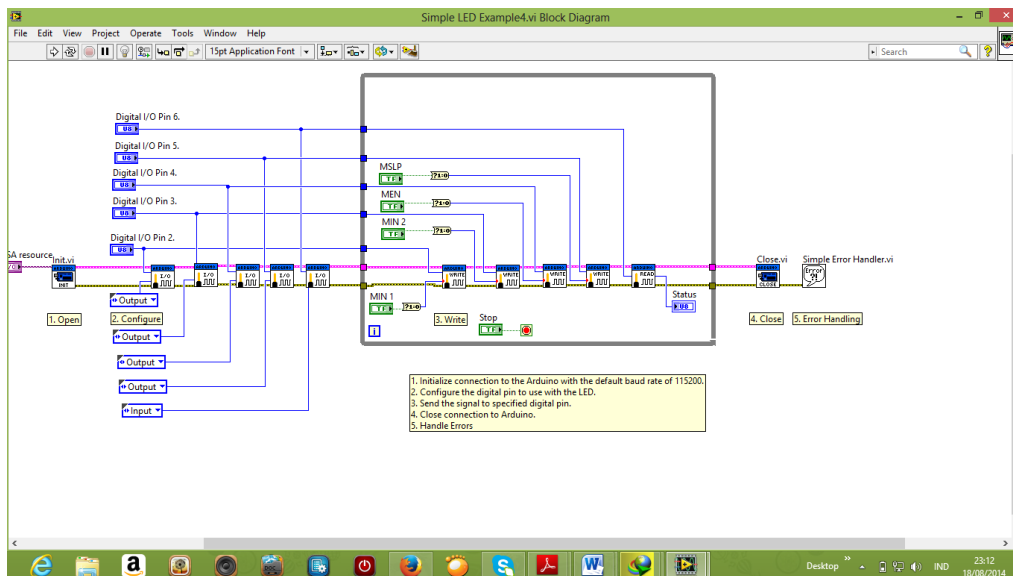
Menggunakan protokol DT dengan Microsoft Windows:

Pompa syringe dapat dikontrol dalam modus protokol DT langsung dari terminal aksesoris Windows Microsoft. Untuk berkomunikasi dengan pompa syringe yang menggunakan Windows, ikuti langkah-langkah :

1. Hubungkan pompa syringe ke port komunikasi PC (misalnya, COM1).
2. Dari jendela manajer Program Microsoft, pilih Terminal dari Jendela grup aksesoris.
3. Pilih menu **Settings**, dan memilih **Communications**.
4. Pilih baud rate 9600, 8 data bit, 1 stop bit, no parity, communications port connector, dan No Flow Control.
5. Klik OK
6. Set alamat pompa ke 0.
7. Hidupkan pompa



Gambar 3. Front panel tampilan kontrol motor syringe



Gambar 4. Blok diagram kontrol pompa syringe

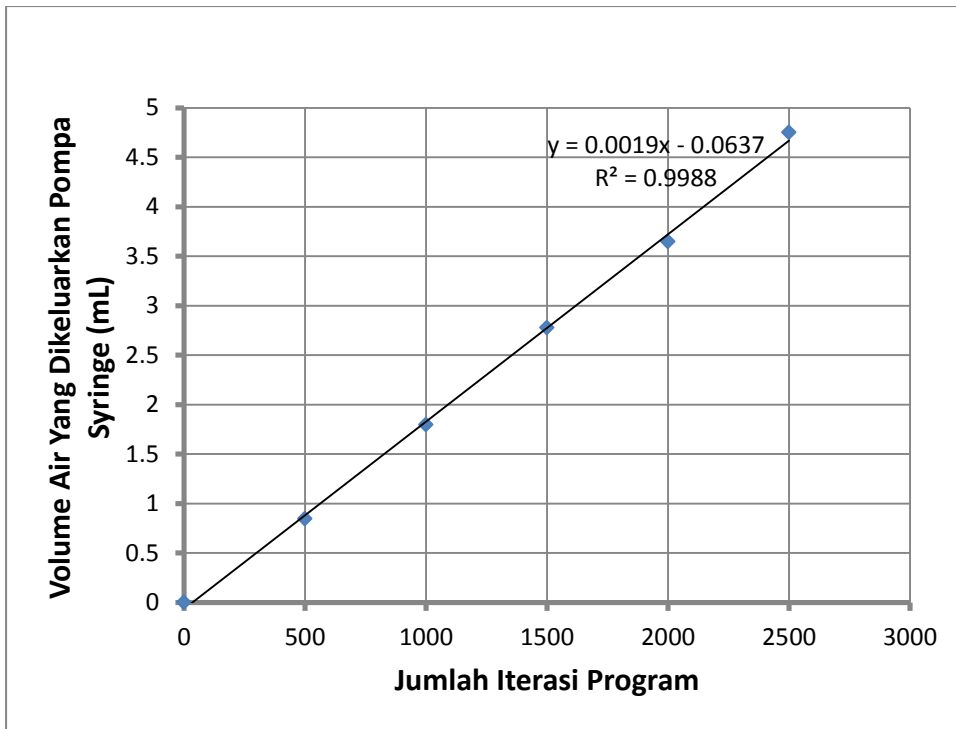
Pengujian Kinerja Pompa Syringe injector

Dalam pengaturan pompa syringe yang akan digunakan untuk mengambil sejumlah volume tertentu perlu dilakukan pencarian hubungan antara jumlah iterasi program dengan volume yang dipindahkan. Hubungan ini telah menghasilkan persamaan garis lurus seperti yang ditunjukkan pada gambar 3. Persamaan garis lurus tersebut dinyatakan dengan persamaan :

$$y = 0,0019x - 0,0637$$

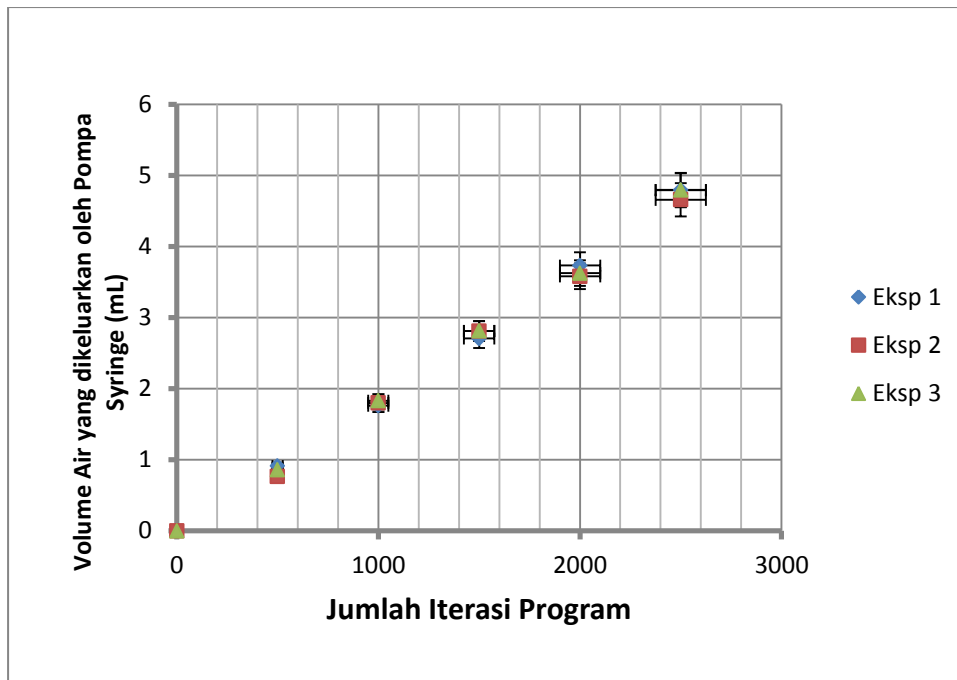
Persamaan ini mengungkapkan bahwa alat pompa syringe mempunyai laju mengalirkan cairan (air) sebesar 0,0019 mL/waktu iterasi. Dengan diketahui

persamaan ini sejumlah volume tertentu misalkan kelipatan 0,0019 mL (atau 1,9 uL) bisa diinjeksikan ke dalam sistem alir.



Gambar3. Hubungan antara jumlah iterasi program dengan volume cairan yang dipindahkan

Disamping itu gambar 3 juga memberikan informasi bahwa kinerja pompa syringe yang telah dibuat dalam penelitian sangat bagus karena memberikan korelasi linier sebesar $r^2 = 0,9988$ atau mendekati nilai 1. Dengan melihat hasil pengujian ini dapat disimpulkan bahwa pompa syring tersebut bisa digunakan sebagai injektor untuk analisis sistem alir.



Gambar 4. Hubungan antara pengulangan eksperimen dengan deviasi pengukuran volume

Hasil pengamatan beberapa kali memperlihatkan bahwa penyimpangan semakin besar terjadi bila waktu iterasi semakin lama. Hal ini ditunjukkan pada gambar 4.

Permasalahan ini muncul karena perjalanan tempuh plunyer berpengaruh terhadap jumlah cairan yang dikeluarkan.

Tabel 1. Penyimpangan hasil dalam rentangan iterasi.

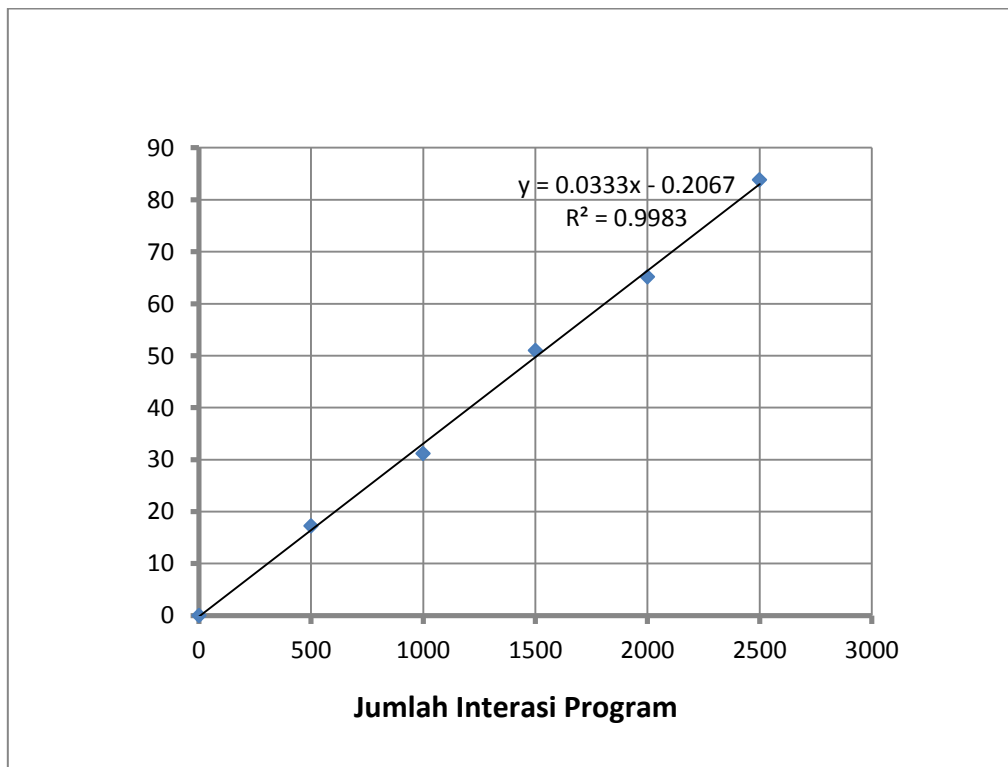
Iterasi	Percobaan I	Percobaan II	Percobaan III	Rata-rata	Deviasi
0	0	0	0		
500	0,9126	0,765	0,8609	0,846167	0,074895
1000	1,7606	1,8	1,8309	1,797167	0,035236
1500	2,7066	2,811	2,8119	2,7765	0,060537
2000	3,7336	3,581	3,6269	3,647167	0,078293
2500	4,7946	4,659	4,7959	4,749833	0,078667
Simpangan Rata-rata					0,065525

Pengujian Kinerja Pompa Pengencer

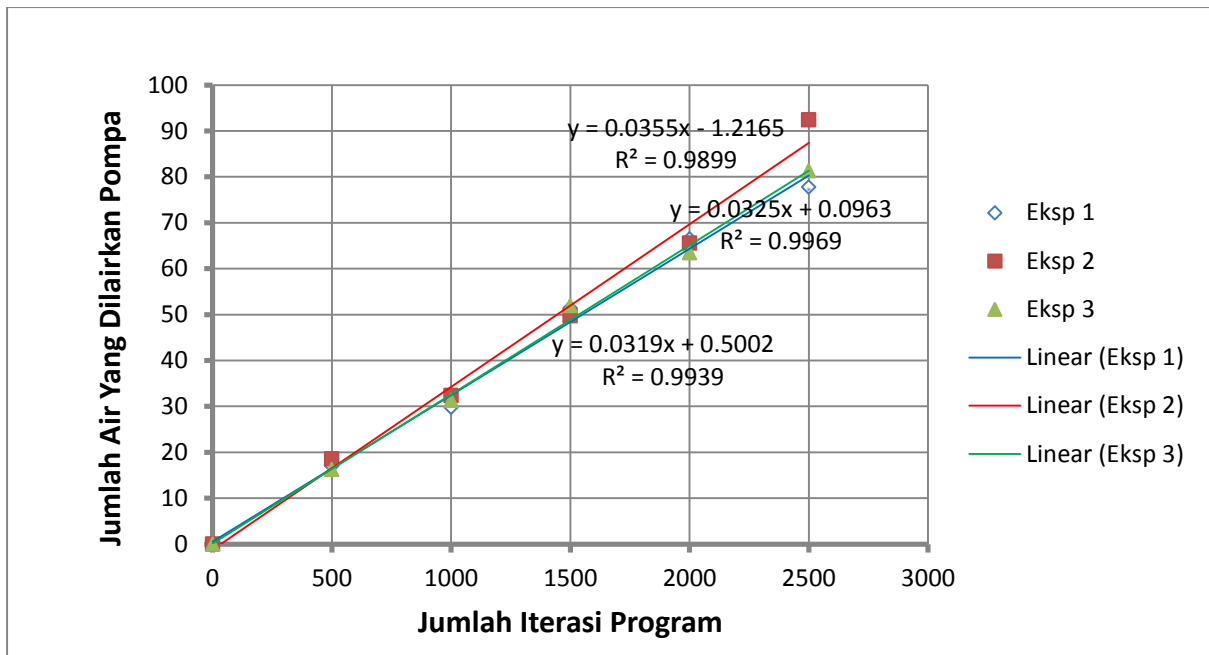
Pompa pengencer menggunakan pompa DC dan diameter tubing yang lebih besar dibandingkan dengan diameter yang digunakan pada pompa syringe. Sehingga laju alir yang diperoleh akan memiliki laju alir yang lebih besar pula. Perbandingan laju alir pompa syringe dan pompa pengencer adalah :

$$\frac{0,0019}{0,0333} \approx \frac{1}{18}$$

Pompa pengencer dengan laju alir besar diharapkan waktu yang diperlukan mengencerkan sampel lebih cepat. Dengan pengaturan ini diharapkan laju analisa juga semakin cepat. Adapun persamaan yang menunjukkan hubungan jumlah cairan yang dialirkan oleh pompa alir dengan jumlah iterasim bisa dituliskan sebagai berikut:



Gambar 5. Hubungan antara jumlah cairan yang dialirkan dengan jumlah iterasi pada pompa pengencer.



Gambar 6. Hubungan antara jumlah iterasi dengan konsistensi jumlah cairan yang dialirkan.

Ketiga kurva pada gambar 6 memperlihatkan bahwa ketiga grafik menunjukkan kelinieran sebesar 0,98-0,99. Eksperimen kedua memberikan penyimpangan semakin besar pada jumlah iterasi yang semakin besar. Diduga ini disebabkan peletakan ujung tubing yang berubah sehingga mempengaruhi hasil pengukuran.

Kesimpulan

Berdasarkan uraian di atas dapat diambil kesimpulan bahwa:

- a. Telah berhasil dibuat hardware dan software untuk mengendalikan motor penggerak pompa syringe dan pompa pengencer sampel
- b. Pengujian kinerja kedua pompa baik pompa syringe maupun pompa pengencer menunjukkan hasil yang baik dengan korelasi kelinieran sebesar 0,99.

DAFTAR PUSTAKA

- Abate, G., dos Santos, L.B.O., Colombo, S.M. & Masini, J.C. (2006). *J. Braz. Chem. Soc.* 17, 491-496
- Adcock, J.L., Francis, P.S., Agg, K.M., Marshall, G.D. & Barnett, N.W. (2007). *Anal. Chim. Acta* 600, 136-141
- Cladera, A., Tomàs, C., Gómez, E., Estela, J. M. & Cerdà, V. (1995). *Anal. Chim. Acta* 302, 297-308.
- Fang, Z. 1993, "Flow Injection Separation and Preconcentration", VCH Publishers: New York,.
- Gates, S. C.; Becker, (1989) ,"J. Laboratory Automation Using the IBM_ PC" ; Prentice Hall: Englewood Cliffs, NJ,
- Hansen, E.H. & Wang, J. (2005). *Anal.Lett.* 37, 345-359.
- Ivaska, A. & Ruzicka, J. (1993). *Analyst* 118, 885-889
- J.C. MASINI*, M. RIGOBELLO-MASINI,, A. SALATINO and E. AIDAR, (2001), "Bioprocess Monitoring By Sequential Injection Analysis", 31:463-468
- Kingston, H. M.; Haswell, (1997) S. J., eds. *Microwave Enhanced Chemistry: Fundamentals and Applications*; Washington DC: American Chemical Society,
- Krug, F.J., Bergamin Filho, H. & Zagatto, E.A.G. (1986). *Anal. Chim.Acta* 179, 103-118
- Kubán, V. (1992). *Crit. Rev.Anal.Chem.* 23, 15-53
- Luque de Castro, M.D. (1992). *Microchim. Acta* 109, 165-168
- Oliveira, C. C.; Zagatto, E. A. G.; Arau' djo, A. N.; Costa Lima, J. L. F. (1998), "Anal Chim Acta", 371, 57.
- Pollema, C.H., Ruzicka, J., Christian, G.D. & Lemmark, A. (1992). *Anal. Chem.* 64, 1356-1361.
- Prados-Rosales, R.C., Luque-García, J.L. & Luque de Castro, M.D. (2002). "Anal.Chim. Acta", 461, 169-180.
- Ruzicka, J., and G.D. Marshall, (1990), "Sequential Injection: A new concept for chemical sensors, process analysis and laboratory assays," *Anal. Chim. Acta* **237**, 329-343.

