



Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS)

<http://lppt.ugm.ac.id>
Monthly Newsletter
Januari 2022

Instrumen Liquid Chromatography Tandem-Mass Spectrometry (LC-MS/MS)



Liquid Chromatography Tandem-Mass Spectrometry (LC-MS/MS) merupakan instrumen analitik kombinasi antara kekuatan pemisahan senyawa kimia menggunakan kromatografi cair dengan kemampuan spektrometer massa untuk mendeteksi dan mengonfirmasi identitas suatu molekul secara selektif. Spektrometer massa merupakan salah satu alat analisis molekul yang paling sensitif dan mempunyai selektifitas yang tinggi. Spektrometer massa menyediakan informasi berat molekul sebagaimana pola fragmentasi dari molekul analit. Informasi yang diperoleh dari spektrometer massa sangat berguna untuk mengonfirmasi identitas dari molekul analit.

Aplikasi dari LC-MS/MS lebih luas dibandingkan dengan Gas Chromatography Tandem-Mass Spectrometry (GC-MS/MS) dilihat dari kemampuannya menganalisis senyawa kimia dengan berat molekul lebih dari 500 Da. Selain itu, LC-MS/MS tidak hanya dapat digunakan untuk analisis senyawa volatil saja seperti pada GC-MS/MS, namun juga dapat mengukur analit yang sangat polar tanpa menderivatisasi sampel analit.

Berbagai disiplin ilmu seperti farmasi, kimia, dan lain sebagainya, memanfaatkan metode LC-MS/MS dalam mengonfirmasi dan mengkuantifikasi suatu senyawa dari hasil isolasi maupun sintesis. Seperti pada bidang farmasi, LC-MS/MS dapat digunakan untuk mengkuantifikasi zat aktif pengisi suatu obat dengan didasarkan pada perbandingan antara standar tunggal zat aktif yang akan dikuantifikasi dengan sampel obat yang dianalisis. Pada bidang kimia, penggunaan metode LC-MS/MS lebih beragam. Pada sampel hasil isolasi, data massa molekul dan pola fragmentasi dapat digunakan sebagai salah satu acuan identifikasi senyawa yang biasanya didukung oleh data hasil NMR bila isolat tersebut merupakan senyawa organik.

Prinsip Kerja LC-MS/MS

Pada dasarnya prinsip kerja dari LC-MS/MS adalah suatu analit dipisahkan dalam kolom kromatografi cair kemudian diionisasi dan dipisahkan lagi berdasarkan perbandingan massa dengan muatan (m/z) dari masing-masing ion, sebelum diteruskan pada spektrometer massa yang selanjutnya akan dibaca oleh detektor dan divisualisasi dalam bentuk kromatogram dan fragmentasi senyawa. Ion-ion hasil pemisahan tersebut dapat diidentifikasi dan dikuantifikasi pada *electron multiplier detector*. Oleh karena itu, proses ionisasi dan sumber pengionisasi menjadi sangat penting dalam metode LC-MS/MS.

Terdapat beberapa metode ionisasi yang dapat digunakan pada LC-MS/MS, antara lain:

- *Electron Spray Ionization (ESI)*
- *Atmospheric Pressure Chemical Ionization (APCI)*
- *Atmospheric Pressure Photo-Ionization (APPI)*
- *New Dual Source (ESI/APCI atau APCI/APPI)*
- *Matrix Assisted Laser Desorption/Ionization (MALDI)*

Pemilihan sumber pengionisasi didasarkan pada sifat kimia dari senyawa analit (contoh polar atau non-polar). Sampel analit yang telah dipisahkan dalam kolom kromatografi cair kemudian diionisasi pada *Ion Sources*, lalu diteruskan ke *quadrupole* pertama di mana akan dihasilkan ion *precursor* hasil dari pemisahan ion-ion berdasarkan m/z nya. Ion *precursor* yang melewati filter pertama (Q1) kemudian difragmentasi dengan menumbukkan ion-ion pada permukaan cahaya pada *quadrupole* kedua (Q2). Hasil fragmentasi kemudian masuk pada filter massa *quadrupole* ketiga (Q3) menghasilkan ion produk yang kemudian diteruskan ke detektor dan divisualisasi pada monitor komputer.



Gambar. Teknisi memasukan sampel LC-MS/MS

Spesifikasi Instrumen LC-MS/MS

LC-MS/MS the Waters Xevo TQD (Tandem Quadrupole Detector) merupakan detektor spektrometer massa ganda, dengan beberapa pilihan teknik ionisasi yang meliputi Atmospheric Pressure Photo Ionization (APPI), Atmospheric Pressure Gas Chromatography (APGC), dan Atmospheric Solids Analysis Probe (ASAP).

Spesifikasi LC-MS/MS yang dimiliki LPPT:

- *Mass analyzer: High-resolution, high stability quadrupole analyzer (MS1/MS2), plus pre-filters* untuk memaksimalkan resolusi dan transmisi, serta mencegah kontaminasi alat analisis utama.
- *Detector: Low-noise, off-axis, long-life photomultiplier detector, digital dynamic range.*



Gambar. LC-MS/MS merk Waters di LPPT

Parameter yang dapat dianalisis dengan LC-MS/MS di LPPT UGM

Daftar parameter yang dapat diuji menggunakan Instrumen LC-MS/MS di LPPT UGM antara lain:

- Asam amino
- Karbamat (pestisida)
- *Screening targeted compound*
- Parasetamol (zat aktif pada obat)
- *Screening untargeted compound*
- Vitamin A, B1, B12, B2, B6, B9, C, dan E.

Jumlah Sampel Parameter Instrumen LC-MS/MS di LPPT UGM

Berikut adalah tabel jumlah sampel parameter instrumen LC-MS/MS di LPPT UGM:

Parameter	Jumlah Sampel Parameter				
	2017	2018	2019	2020	2021
Karbamat (Karbofuran)	49	65	53	3	10
Vitamin A	-	-	-	-	3
Vitamin B1	11	15	6	-	-
Vitamin B2	1	18	6	-	-
Vitamin B6	15	4	7	-	-
Vitamin B9	-	-	-	-	6
Vitamin B12	11	15	6	-	6
Vitamin C	6	10	6	-	9
Vitamin E	-	-	-	-	3
Paracetamol	1			9	-
Screening dengan LCMS	49	117	152	47	130
Asam Amino	57	158	81	42	45
Konfirmasi Senyawa	-	1	-	4	-
Screening MS dari Hasil LCMS	-	-	4	-	-

Pelatihan LC-MS/MS di LPPT UGM

LPPT UGM secara rutin mengadakan pelatihan-pelatihan terkait instrumen analitik dan layanan yang ada di LPPT. Salah satunya adalah pelatihan instrumen LC-MS dan LC-MS/MS yang telah selesai diselenggarakan pada hari Rabu, 09 Juni 2021 secara daring. Pelatihan LC-MS/MS selanjutnya akan diumumkan melalui *website* LPPT.

Gambar. Poster pelatihan instrumen LC-MS/MS LPPT tahun 2021