

OPTIMASI METODE ANALISIS INJEKSI ALIR PADA ANALISIS SURFAKTAN ANIONIK

Hanumi Oktiyani Rusdi, M. Bachri Amran

Jurusan Kimia, FMIPA
Universitas Negeri Malang
hanumi.rusdi.fmipa@um.ac.id

Abstrak

Surfaktan merupakan bahan aktif yang terdapat pada detergen, sabun, shampo dan lain-lain. Penggunaan surfaktan dalam jumlah besar berdampak pada tercemarnya lingkungan, seperti pencemaran air. Untuk itu perlu dilakukan penentuan kadar surfaktan dalam air yang tercemar. Penentuan kadar surfaktan umumnya dilakukan dengan spektrofotometri sinar tampak yang melibatkan proses ekstraksi. Namun metode ini membutuhkan waktu yang lama dan banyak menggunakan pelarut, sehingga perlu dikembangkan metode yang lebih efektif. Pada penelitian ini telah dikembangkan metode analisis surfaktan anionik berbasis analisis injeksi alir (*flow injection analysis/ FIA*) melalui teknik prakonsentrasi menggunakan minikolom C18 dengan deteksi spektrofotometri sinar tampak. Surfaktan anionik (*Sodium Dodecyl Sulfate*) akan membentuk pasangan ion dengan zat warna kationik (*Brilliant Green*) yang terkumpul pada minikolom C18. Pasangan ion ini kemudian dielusi dengan pelarut organik seperti metanol-kloroform (1:9). Spektrum sinar tampak dari pasangan ion BG-SDS memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang 629 nm. Pasangan ion BG-SDS terbentuk dengan optimum pada pH 6. Analisis pendahuluan menunjukkan adanya hubungan yang linear antara perubahan konsentrasi SDS dengan nilai absorbansi pasangan ion. Semakin besar konsentrasi SDS maka nilai serapannya pun semakin besar. Konsentrasi BG optimum yang digunakan untuk membentuk pasangan ion sebesar 0,003 % m/v.

Kata-kata kunci: surfaktan anionik, brilliant hijau, pasangan ion, prekonsentrasi, teknik injeksi alir.

Abstract

Surfactant is an active ingredient in the detergent, soap, shampoo and others. Using large numbers of surfactant has an impact on environmental contamination, such as water pollution. It is necessary to determine the concentration of surfactant in contaminated water. Determination of surfactant is generally done with visible light spectrometry method through the extraction process. However, the extraction process is time consuming and requires a number of solvents which cause many of these methods are not effective and efficient in analysis. In this research, the analytical method of anionic surfactant has been developed based on flow injection analysis using preconcentration techniques with C18 mini-column and detection by visible light spectrometry. Anionic surfactant (Sodium Dodecyl Sulfate/ SDS) made ion pair formation with cationic dyes (Brilliant Green/ BG) in C18 mini-column. Ion pair can be eluted with organic solvents such as methanol-chloroform (1:9). The visible spectrum of BG-SDS ion pair has a maximum absorption at 629 nm. The results also show that BG-SDS ion-pair formed optimum at pH 6. Preliminary analysis showed a linear relationship between SDS concentration variations with ion-pair absorbance value. The increasing concentration of SDS causes the absorbance value increase. The optimum concentration of BG used to form ion pair is 0.003% m/v.

Keywords: surfactant, brilliant green, ion pair, preconcentration, flow injection analysis

PENDAHULUAN

Salah satu masalah yang timbul akibat meningkatnya kegiatan manusia adalah tercemarnya air pada sumber-sumber air

karena menerima beban pencemaran yang melampaui daya dukungnya. Pencemaran yang mengakibatkan penurunan kualitas air dapat berasal dari limbah terpusat seperti: limbah industri, limbah usaha peternakan,

perhotelan, rumah sakit dan limbah tersebar seperti limbah pertanian, perkebunan dan domestik. Limbah domestik adalah limbah yang berasal dari kegiatan rumah tangga dan merupakan salah satu penyebab pencemaran air terbesar karena sebagian besar masyarakat membuang limbahnya ke sumber air seperti sungai. Polutan-polutan yang terkandung dalam limbah menyebabkan penurunan kualitas air, salah satunya yaitu surfaktan.

Surfaktan merupakan zat aktif yang terdapat pada detergen, sabun, shampo, dan lain-lain. Adanya surfaktan dalam air dapat menimbulkan rasa pada air dan dapat menurunkan absorpsi oksigen di perairan. Jumlahnya yang berlebih dalam air tentu akan sangat berbahaya. Untuk itu perlu dilakukan penentuan kadar surfaktan pada air sungai yang telah tercemar. Penentuan kadar surfaktan biasa dilakukan dengan spektrofotometri sinar tampak melalui proses **METODE**

Prinsip umum penentuan kadar surfaktan adalah melalui proses ekstraksi dimana *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) akan berpasangan ion dengan zat warna kationik (*Brilliant Green/ BG*) yang kemudian diekstraksi dengan kloroform. Proses ekstraksi yang cukup lama dan membutuhkan jumlah zat yang banyak dapat diganti dengan proses automasi menggunakan teknik prakonsentrasi berbasis analisis injeksi alir (*Flow Injection Analysis*)-*UV Visible*. Teknik ini yang kemudian akan digunakan sebagai metode pada penentuan surfaktan anionik menggunakan minikolom silika C18.

Penelitian Pendahuluan

Penelitian diawali dengan menentukan panjang gelombang maksimum pasangan ion BG-SDS dan melakukan optimasi kondisi ekstraksi BG-SDS dengan kloroform. Optimasi yang dilakukan meliputi optimasi pH, konsentrasi SDS dan konsentrasi BG.

Pengaruh pH Terhadap Pembentukan Pasangan Ion

ekstraksi pelarut. Namun, proses ekstraksi yang membutuhkan waktu lama dan jumlah pelarut yang banyak menyebabkan metode ini tidak efektif dan efisien dalam analisis. Proses ekstraksi dapat diganti dengan proses automasi yang lebih cepat, efektif dan efisien yang disebut dengan teknik prakonsentrasi analisis injeksi alir (*flow injection analysis*)¹⁻⁸. Teknik injeksi alir merupakan metode analitik yang didasarkan pada penginjeksian sejumlah sampel dalam bentuk larutan ke dalam suatu aliran tidak bersegmen. Aliran tersebut menuju detektor untuk direkam sebagai suatu sinyal analitik yang kontinyu. Teknik prakonsentrasi digunakan dalam teknik ini karena konsentrasi surfaktan dalam sampel lingkungan biasanya dibawah limit deteksi dari metode analisis. Untuk itu, diperlukan prakonsentrasi sebelum analisis.⁹ Prakonsentrasi yang dilakukan menggunakan minikolom silika C18.

Pengembangan metode FIA

Penelitian dilanjutkan dengan pengembangan metode FIA yang meliputi pembuatan minikolom silika C18, pengaruh komposisi dan volume eluen, serta optimasi konsentrasi *carrier*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Pendahuluan

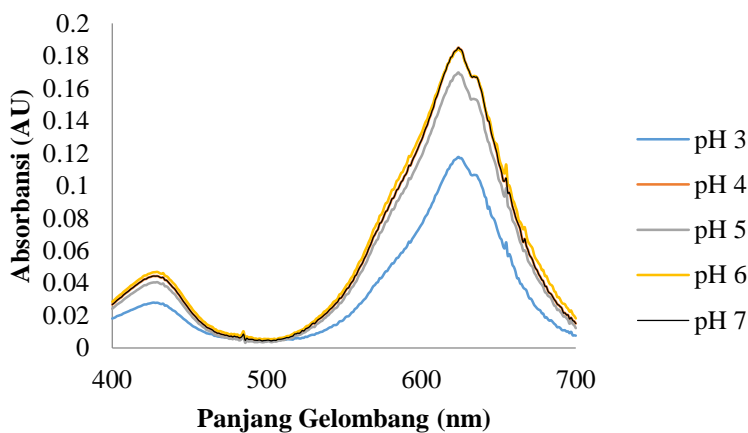
Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pasangan Ion

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum pasangan ion BG-SDS dalam larutannya sebesar 624 nm. Panjang gelombang ini belum menunjukkan panjang gelombang pasangan ion BG-SDS karena kemungkinan besar masih ada BG bebas. Untuk itu dilakukan ekstraksi menggunakan pelarut organik (kloroform) untuk mengetahui panjang gelombang maksimum BG-SDS dalam pasangan ion BG-SDS. Hasil pengukuran menunjukkan panjang gelombang maksimum pasangan ion BG-SDS hasil ekstraksi sebesar 629 nm.

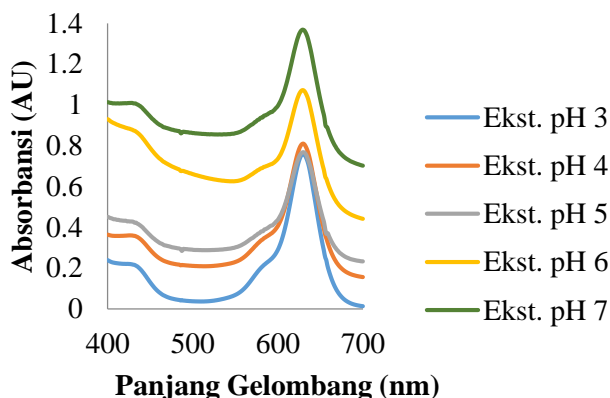
Optimasi pH dilakukan dengan memvariasikan pH pada larutan pasangan ion BG-SDS yaitu pH 3, 4, 5, 6, 7. Adapun konsentrasi SDS yang digunakan sebesar 25 mg/L dan BG 0,002%

m/v. Pasangan ion BG-SDS kemudian diekstraksi dengan kloroform dengan perbandingan 2:1. Larutan sebelum dan sesudah diekstraksi diukur menggunakan

spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 629 nm seperti terlihat pada Gambar 1 dan Gambar 2.

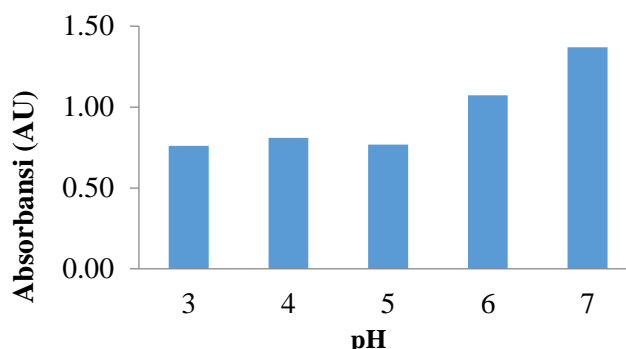


Gambar 1. Profil puncak larutan pasangan ion BG-SDS dengan variasi pH



Gambar 2. Profil puncak ekstraksi pasangan ion BG-SDS dengan variasi pH

Nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil ekstraksi dapat dilihat pada gambar 3. Dari data yang diperoleh, pH optimum yang dipilih adalah pH 6.



Gambar 3. Ekstraksi pasangan ion BG-SDS dengan variasi pH

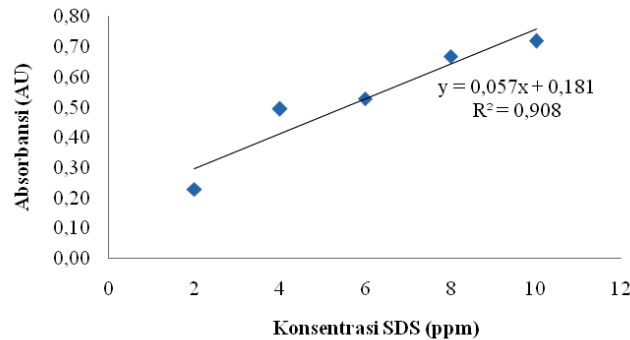
Pengaruh Konsentrasi SDS Terhadap Pembentukan Pasangan Ion

Optimasi konsentrasi SDS ini dimaksudkan untuk mengetahui adanya hubungan antara

perubahan konsentrasi dengan nilai absorbansi. Optimasi dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi SDS sebesar 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm.

Larutan sebelum dan sesudah diekstraksi diukur menggunakan spektrofotometri UV-

Vis pada panjang gelombang 629 nm. Hasil pengukuran seperti terlihat dalam Gambar 4.



Gambar 4. Ekstraksi pasangan ion BG-SDS dengan variasi konsentrasi SDS

Dari hasil pengukuran menunjukkan hubungan yang linear antara perubahan konsentrasi SDS dengan nilai absorbansi. Semakin besar konsentrasi maka nilai absorbansinya pun semakin besar.

Konsentrasi SDS yang dapat digunakan sebagai konsentrasi yang optimum pada analisis pendahuluan ini adalah 6 ppm karena berada di antara garis kelinearan dan di antara variasi konsentrasi besar (8 ppm, 10 ppm) dan kecil (2 ppm, 4 ppm). Konsentrasi SDS ini digunakan untuk melakukan optimasi konsentrasi *brilliant green* pada tahap selanjutnya.

Pengaruh Konsentrasi Brilliant Green Terhadap Pembentukan Pasangan Ion

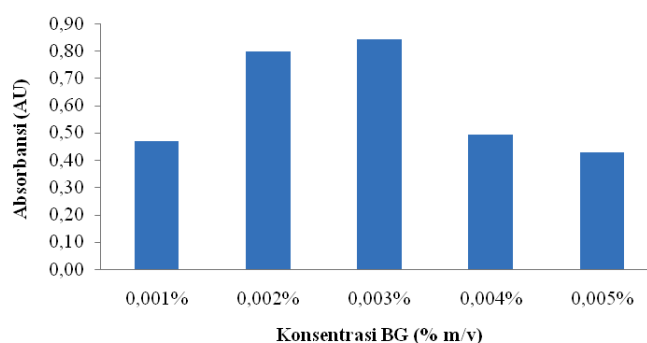
Brilliant Green (BG) merupakan zat warna kationik yang akan membentuk pasangan ion dengan SDS. Agar pasangan ion yang

terbentuk sempurna dan hasil ekstraksinya pun sempurna maka dilakukan optimasi konsentrasi BG dengan variasi 0,001% m/v; 0,002% m/v; 0,003% m/v; 0,004% m/v; 0,005% m/v. Larutan sebelum dan sesudah diekstraksi diukur menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 629 nm.

Hasil ekstraksi pada gambar 5 menunjukkan bahwa konsentrasi BG yang memberikan absorbansi tinggi adalah 0,003% m/v sebesar 0,840. Konsentrasi BG dalam pasangan ion BG-SDS tersebut dapat dikatakan optimum. Namun, untuk lebih memastikannya perlu dibandingkan terhadap konsentrasi BG 0,003% m/v murni tanpa adanya SDS. Berikut ini adalah hasil pengukuran konsentrasi BG 0,003% m/v murni:

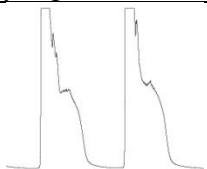
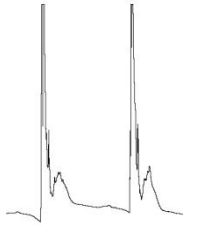
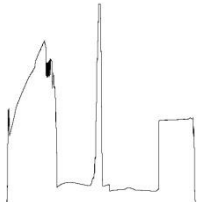
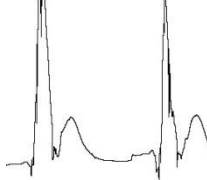
No	[BG] (% m/v)	Absorbansi (AU)
1	0,003%	0,541

Absorbansi BG 0,003% m/v murni lebih kecil daripada absorbansi pasangan ion BG-SDS. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi



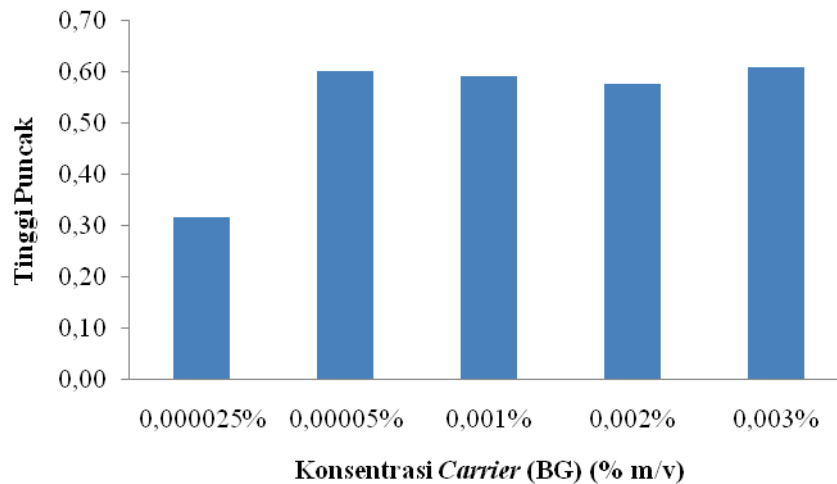
Gambar 5. Ekstraksi pasangan ion BG-SDS dengan variasi konsentrasi BG

Tabel 1. Profil puncak berbagai komposisi eluen

No	Komposisi eluen	Profil puncak
1	Metanol	Tidak ada puncak pasangan ion BG-SDS yang terdeteksi
2	Metanol : air (3 : 1)	
3	Metanol : kloroform (2 : 8)	
4	Metanol : kloroform (5 : 95)	
5	Metanol : kloroform (1 : 9)	

Tabel 2. Variasi Konsentrasi *Carrier* (BG)

Tinggi puncak	Konsentrasi <i>Carrier</i> (BG) (% m/v)				
	0,00025%	0,0005%	0,001%	0,002%	0,003%
1	0,34	0,66	0,60	0,54	0,58
2	0,29	0,58	0,57	0,59	0,59
3	0,32	0,57	0,61	0,60	0,66
Jumlah	0,95	1,81	1,78	1,73	1,83
Rata-rata	0,32	0,60	0,59	0,58	0,61



Gambar 6. Variasi konsentrasi Carrier (BG)

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian telah dikembangkan suatu metode analisis surfaktan anionik menggunakan teknik prakonsentrasi berbasis analisis injeksi alir. Pembentukan pasangan ion surfaktan anionik (*Sodium Dodecyl Sulfate*/SDS) dengan zat warna kationik

(*Brilliant Green*/ BG) diprakonsentrasi menggunakan minikolom C18 yang kemudian dielusi dengan pelarut organik metanol-kloroform. Metode yang dikembangkan bekerja optimum pada panjang gelombang 629 nm menggunakan spektrofotometri UV-VIS, pH 6, konsentrasi *brilliant green* (*carrier*) sebesar 0,003% m/v dan perbandingan eluen (metanol:kloroform) sebesar 9:1.

DAFTAR PUSTAKA

1. Motomizu, S., Hazaki, Y., Oshima, M. and Toei, K. (1987). Spectrophotometric Determination of Anionic Surfactant in river Water with Cationic Azo Dye by Solvent Extraction-Flow Injection Analysis, *Analytical Sciences*. **3**, 265 – 269.
2. Purchades, R., Maquieira, A., Atienza, J. and Herrero, M. A. (1990), State of the art in on-line techniques coupled to flow injection analysis FIA/on-line – a critical review, *Journal of Automatic Chemistry*.**12**, 163 – 173.
3. Patel, R. and Patel, K. S. (1998), Flow injection determination of anionic surfactants with cationic dyes in water bodies of central India, *Analyst*. **123**, 1691 – 1695.
4. He, Q. and Chen, H. (2000), Flow injection spectrophotometric determination of anionic surfactants using methyl orange as chromogenic reagent, *Fresenius J Anal Chem*. **367**, 270 – 274.
5. Hai, L. T. (2005), Preconcentration and Spectrophotometric Determination of Anionic Surfactants in Water by Flow Injection Analysis and Solid Phase Ion-Pair Extraction, *Journal of Chemistry*. **43**. 253 – 257.
6. Iduhar, M. and Tazerouti, A. (2008). Spectrophotometric Determination of Cationic Surfactans Using Patent Blue V: Application to the Wastewater Industry in Algiers, *J. Surfact Deterg*. **11**, 263 – 267.
7. Watanabe, K., Satoh, Y., Shitanda, I. and Itagaki, M. (2008) : Flow Injection

- Analysis of Anionic Surfactants in River Water Using Teflon Filter Tube Preconcentration, *J. Flow Injection Anal.* **25**, 15 – 19.
8. Aydan, T., Takeuchi, M. and Tanaka, H. (2009), Spectrophotometric Determination of Anionic Surfactant Based on Ion-Pair Formation with Methylene Blue in Reversed Flow Injection Mode, *J. Flow Injection Anal.* **26**, 133 – 137.
9. Cirelli, A. F., Ojeda, C., Castro, M. J. L., and Salgot, M. (2008), Surfactant in sludge-amended agricultural soils: a review, *Environ Chem Lett.* **6**, 135 – 148.