

OPTIMASI KINERJA ANALITIK PADA PENENTUAN SURFAKTAN ANIONIK DALAM SAMPEL AIR ALAM MENGGUNAKAN METODE MBAS (*Methyl Blue Active Substance*)

Rani Novia Ulya*, Bohari Yusuf, Aman Sentosa Panggabean

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

Jl. Barong Tongkok No. 4 Gn. Kelua Samarinda. Telp. 0541-749152

*Email : raninoviaulya@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian tentang optimasi kinerja analitik pada penentuan surfaktan analitik pada penentuan surfaktan anionik dalam sampel air alam menggunakan metode MBAS (*Methyl Blue Active Substance*) telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan mengetahui titik optimum dari surfaktan anionik dengan menggunakan metode MBAS yang telah dioptimasi kinerja analitiknya. Dilakukan metode optimasi pada pengaruh Cloroform dan pH dimana surfaktan anionik bereaksi dengan warna biru metilen dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 637 nm. Diperoleh volume Cloroform yang optimal adalah 10 mL dengan pH optimal adalah pH 4. Lalu dilakukan proses kinerja analitik, metode ini sangat baik untuk menganalisis surfaktan ditunjukkan dari pengukuran nilai batas deteksi sebesar 0,3394 ppm, dengan tingkat kebolehlulangan yang dinyatakan dengan nilai presentase koefisien variasi sebesar 2,33%. Metode ini dapat diaplikasikan untuk analisis surfaktan pada sampel air dari lingkungan dengan nilai perolehan kembali > 95%, menggunakan teknik spike menunjukkan bahwa matriks sampel yang berasal dari sungai Mahakam tidak mempengaruhi hasil pengukuran.

Kata Kunci: Kinerja Analitik, Surfaktan, MBAS

PENDAHULUAN

Surfaktan (*surface active agents*), zat yang dapat mengaktifkan permukaan, karena cenderung untuk terkonsentrasi pada permukaan atau antar muka. Surfaktan mempunyai orientasi yang jelas sehingga cenderung pada rantai lurus. Sabun merupakan salah satu contoh dari surfaktan. Molekul surfaktan mempunyai dua ujung yang terpisah, yaitu ujung polar (hidrofilik) dan ujung non polar (hidrofobik). Surfaktan adalah zat organik polar yang molekulnya mengandung minimal satu gugus hidrofilik dan satu gugus hidrofobik.

Berdasarkan struktur kimianya surfaktan diklasifikasikan atau surfaktan nonionik, anionik, kationik dan amfoterik. Surfaktan atau *surface active agent* atau *wetting agent* merupakan bahan organik yang berperan sebagai bahan aktif pada deterjen, sabun dan shampo. Surfaktan dapat menurunkan tegangan permukaan sehingga memungkinkan partikel-partikel yang menempel pada bahan-bahan yang dicuci terlepas dan mengapung atau terlarut dalam air.

Air dibutuhkan oleh organ tubuh agar dapat melangsungkan metabolisme, sistem asimilasi, menjaga keseimbangan, memperlancar proses pencernaan, melarutkan dan membuang racun dari

ginjal, melarutkan sisa zat kimia dari tubuh, serta memperingan kerja ginjal. Kecukupan air serta kelayakan air yang masuk ke dalam tubuh akan membantu berlangsungnya fungsi tersebut dengan sempurna. Konsumsi air rata-rata setiap orang dewasa adalah 2,8-13 liter setiap hari. Angka tersebut tentunya akan bervariasi dari daerah satu dengan yang lain, yang dipengaruhi oleh situasi iklim dan temperatur setempat. Menurut Peraturan Pemerintah Indonesia Nomor 82 Tahun 2001, Air merupakan sumber daya alam yang memenuhi hajat hidup orang banyak sehingga perlu dilindungi agar dapat tetap bermanfaat bagi hidup dan kehidupan manusia serta makhluk hidup lainnya (Wardhana, 1995).

Definisi pencemaran air menurut Surat Keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup Nomor : KEP-02/MENKLH/I/1988 Tentang Penetapan Baku Mutu Lingkungan adalah : "Masuk atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan/atau komponen lain ke dalam air dan/atau berubahnya tatanan air oleh kegiatan manusia atau proses alam, sehingga kualitas air turun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan air menjadi kurang atau sudah tidak berfungsi lagi sesuai dengan peruntukannya " (Achmad, 2004).

Deterjen adalah surfaktan anionik dengan gugus alkil (*umumnya* $C_9 - C_{15}$) atau garam dari sulfonat atau sulfat berantai panjang dari natrium ($RSO_3^-Na^+$ dan $ROSO_3^-Na^+$) yang berasal dari derivat minyak nabati atau minyak bumi (*fraksi parafin dan olefin*) (Arifin 2008).

Deterjen dalam kerjanya memiliki kemampuan yang unik untuk mengangkat kotoran, baik yang larut dalam air maupun yang tidak larut dalam air. Hal ini disebabkan bahwa deterjen, khususnya molekul surfaktan (*surface active agent*) berfungsi menurunkan tegangan permukaan air sehingga dapat melepaskan kotoran yang menempel pada permukaan bahan. Salah satu ujung dari molekul surfaktannya lebih suka minyak, akibatnya bagian ini menetrasi kotoran yang berminyak. Ujung molekul surfaktan satunya lebih suka air, bagian inilah yang berperan mengendorkan kotoran dari kain dan mendispersikan kotoran sehingga tidak kembali menempel pada kain (Setiawan 2008).

Salah satu ujung dari molekul surfaktan bersifat lebih suka minyak atau tidak suka air, akibatnya bagian ini mempenetrasi kotoran yang berminyak. Ujung molekul surfaktan satunya lebih suka air, bagian inilah yang berperan mengendorkan kotoran dari kain dan mendispersikan kotoran, sehingga tidak kembali menempel ke kain. Akibatnya warna kain akan dapat dipertahankan. (Ibnuhayyan, 2008)

Deterjen mengandung bahan aktif berbahaya berupa alkil sulfonat linear (LAS) dan alkil benzene sulfonat (ABS) yang dapat mengganggu kesehatan manusia, hewan, dan keseimbangan lingkungan. Untuk itu diperlukan sistem pengolahan limbah deterjen yang mempunyai efisiensi kerja tinggi dan dengan biaya murah. Sistem pengolahan limbah secara hayati yang banyak digunakan saat ini adalah proses lumpur aktif (Wijaya H, 2002).

SDS tidak karsinogenik ketika baik diterapkan secara langsung pada kulit atau dikonsumsi. Sebuah tinjauan literatur ilmiah menyatakan "SLS [SDS] adalah negatif dalam Ames test (mutasi bakteri), mutasi gen dan adik tes kromatid pertukaran dalam sel mamalia, serta dalam in vivo mikronukleus uji pada tikus. Hasil negatif dari in vitro dan in vivo menunjukkan SDS tidak berinteraksi dengan DNA". Tetapi terbukti mengiritasi kulit wajah dengan kontak yang terlalu lama dan konstan (lebih dari satu jam) pada orang dewasa muda. SDS dapat memperburuk masalah kulit pada individu dengan hipersensitivitas kulit yang kronis, dengan beberapa orang yang terpengaruh lebih dari yang lain. Dalam studi hewan SDS tampaknya menyebabkan kulit dan iritasi mata (CIR publikasi, 1983).

SDS ini terutama digunakan dalam deterjen untuk laundry dengan aplikasi banyak membersihkan. SDS adalah sangat efektif surfaktan dan digunakan dalam setiap tugas yang memerlukan penghapusan noda berminyak dan residu. Sebagai contoh, ditemukan dalam konsentrasi yang lebih tinggi dengan produk industri termasuk minyak pelumas mesin, pembersih lantai, dan sabun cuci mobil. Hal ini ditemukan di pasta gigi, shampo, busa cukur, dan bubble bath formulasi sebagian untuk efek penebalan dan kemampuannya untuk membuat busa. (Eduard Smulders, 2002).

Surfaktan anionik seperti natrium dodesil sulfat (SDS) telah digunakan selama sekitar 40 tahun (Laurer, et al, 1996). SDS khususnya adalah komponen penting pembuat busa dalam shampo untuk pasta gigi. Kriteria untuk perilaku ekologi surfaktan adalah biodegradabilitasnya (Kain, et al, 1981). Biodegradabilitas paling sering dilakukan mikroorganisme tanah atau air dan menyebabkan generasi air dan gas karbon dioksida. (Schleheck et al, 2000).

Sodium lauril sulfat mungkin adalah senyawa surfaktan anionik yang paling diteliti. Seperti semua deterjen surfaktan, natrium lauril sulfat menghilangkan minyak dari kulit, dan dapat menyebabkan kulit dan iritasi mata. Para konsentrasi misel kritis (CMC) dalam air murni pada 25 °C adalah 0,0082 M, dan jumlah agregasi pada konsentrasi ini biasanya dianggap menjadi sekitar 62. Para misel ionisasi sebagian kecil (α) adalah sekitar 0,3 (atau 30%) (Barney, 1998).

Analisis spektrofotometri UV/Vis merupakan salah satu teknik analisis spektroskopi yang telah lama dikenal dan banyak digunakan di berbagai laboratorium.

Spektrofotometer UV-Visible adalah pengukuran panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diabsorpsi oleh sampel. Sinar Ultraviolet berada pada panjang gelombang 200-400 nm, sedangkan sinar tampak berada pada panjang gelombang 400-800 nm. Elektron pada kulit terluar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Spektrum ini sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Prinsip yang digunakan adalah suatu molekul zat yang dapat menyerap ultraviolet dan cahaya tampak dengan kemungkinan bahwa elektron molekul zat akan terkesitasi ke tingkat energi yang tinggi. Bertujuan untuk menentukan kadar zat secara spektrofotometri serapan pada daerah ultraviolet dan cahaya tampak (APHA, 1979).

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dirancang secara eksperimen yang dilaksanakan di laboratorium. Penelitian ini bertujuan mengetahui titik optimum dari surfaktan anionik dengan menggunakan metode MBAS yang telah dioptimasi kinerja analitiknya. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analitik, Anorganik dan Kimia Fisika Fakultas Matematika.

Alat

Alat-alat yang digunakan antara lain: peralatan gelas, Spektrofotometer UV-Visible, kuvet, Corong pisah, pipet volume, pipet tetes, labu ukur, gelas baker, dan timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain: air bebas mineral, SDS, Cloroform, Metilen blue, Aquades, larutan buffer, Kertas pH, CH₃COOH, NaOH, dan Sampel air.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Reagen

Pembuatan Larutan Induk Surfaktan Anionik 1000 mg/L

Dilartutkan 1 gr SDS 100% aktif dengan 100 mL air suling dalam labu ukur 1000 mL kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Baku Surfaktan Anionik 100 mg/L

Dipipet 10 mL larutan induk surfaktan anionik 1000 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Kerja Surfaktan Anionik

Dipipet 0 mL - 2,5 mL larutan baku surfaktan anionik 100 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 250 mL. Ditambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar surfaktan anionik 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 mg/L MBAS.

Optimasi penambahan reagen pada penentuan surfaktan

Pengaruh Penambahan Cloroform

Diambil surfaktan 0,4 mL - 25 mL, dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL. Ditambahkan metilen blue 5 mL dengan mengganti larutan cloroform 10 mL menjadi 5mL-30 mL, dilakukan pengocokan sebanyak 100 kali kemudian

didiamkan. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik (kloroform) dan lapisan air. Lalu lapisan bawah diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 637 nm.

Pengaruh pH terhadap ekstraksi

Dilakukan pengujian seperti 3.6.3.2.1 pada volume chloroform optimum. Ditambahkan larutan buffer dengan menggunakan variasi pH 2 - 9 sebanyak 3 mL. Setelah terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan organik (kloroform) dan lapisan air. Diambil lapisan organiknya lalu diukur dengan spektroskopi UV-Visible pada panjang gelombang 637 nm.

Penentuan Kinerja Analitik

Linearitas

Larutan surfaktan dengan variasi konsentrasi 0 mg/L -1 mg/L dengan kondisi optimum dan prosedur yang sama seperti diatas kemudian diukur absorbansinya. Dengan memplotkan absorbansi vs konsentrasi surfaktan akan diperoleh persamaan garis regresi.

Kebolehulangan (presisi)

Dilakukan pengukuran absorbansi surfaktan anionik 0,4 mg/L secara berulang kali (n=7) dengan kondisi optimum dengan prosedur yang sama seperti diatas.

Penentuan LOD (Limit Of Detection)

Pada penelitian ini LOD ditentukan dengan mengukur harga adsorbansi dari konsentrasi surfaktan terkecil yang masih dapat ditentukan dan dibedakan dari absorbansi yang diberikan oleh blanko dengan beberapa kali pengukuran. Limit deteksi dinyatakan sebagai perbandingan absorbansi standar (S) terhadap absorbansi blanko (N) atau $S/N=3$

Aplikasi Terhadap sampel dari alam

Penentuan konsentrasi surfaktan anionik pada sampel air dari alam

Konsentrasi surfaktan anionik dalam sampel air dilakukan berdasarkan kondisi optimum seperti yang dilakukan pada prosedur sebelumnya.

Pengaruh Matriks

Untuk menentukan pengaruh matriks terhadap penentuan surfaktan anionik dalam sampel air dari alam, dilakukan penentuan % recovery dengan metode spike. Pada metode ini sejumlah tertentu volume standar surfaktan anionic dipipet lalu diencerkan dengan sampel. Perlakuan selanjutnya dilakukan dengan kondisi pengukuran optimum dan adsorbansinya diukur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi

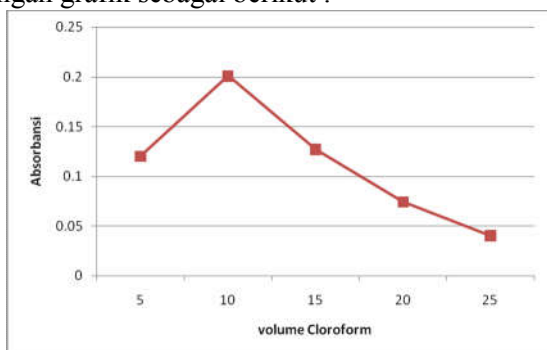
Data Pengaruh Cloroform

Dari hasil penelitian pengaruh Cloroform terhadap surfaktan diperoleh hasil sebagai berikut :

Tabel 1 Pengukuran nilai absorbansi Cloroform

Volume	Absorbansi
5	0,120
10	0,201
15	0,127
20	0,074
25	0,040

Dengan grafik sebagai berikut :



Gambar 1 Pengaruh variasi volume Cloroform

Pada penelitian ini dilakukan metode MBAS (*Methylene Blue Anionic Surfaktan*) Surfaktan anionik bereaksi dengan warna biru metilen membentuk pasangan ion baru yang terlarut dalam pelarut organik yaitu Cloroform, intensitas warna biru yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang 637 nm. Serapan yang diukur setara dengan kadar surfaktan anionik. Dari data diatas diketahui bahwa volume Cloroform yang optimal dipakai pada metode ini adalah 10 mL sudah dapat menarik surfaktan yang ada.

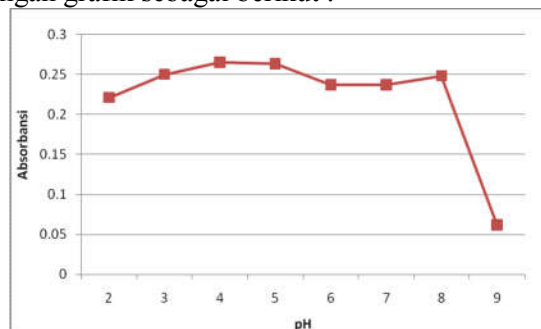
Pengaruh pH

Dari hasil penelitian pengaruh pH terhadap surfaktan di dapatkan hasil pada tabel 2. Penentuan pH optimum ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum terjadinya reaksi pertukaran ion. Dengan demikian diharapkan surfaktan dapat menyerap pelarut organik cloroform sebanyak-banyaknya. Dari tabel dan grafik diatas, dapat dilihat bahwa pH optimum terjadi pada pH 4 dengan volume Chloroform optimum sehingga diharapkan surfaktan yang terdapat dalam larutan dapat terambil dan bisa dianalisa dengan menggunakan spectrometer UV-Vis pada panjang gelombang 637nm.

Tabel 2 Pengukuran nilai absorbansi pH pH Absorbansi

pH	Absorbansi
2	0,221
3	0,250
4	0,265
5	0,263
6	0,237
7	0,237
8	0,248
9	0,062

Dengan grafik sebagai berikut :



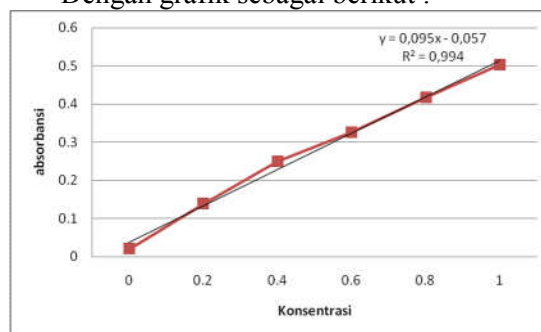
Gambar 2 Pengaruh variasi penambahan pH

Kinerja Analitik

Linearitas

Linearitas dibuat dengan cara membuat hubungan antara konsentrasi dengan nilai absorbansi. Data absorbansi yang dipakai pada pembuatan kurva kalibrasi ini adalah nilai absorbansi larutan surfaktan yang telah melewati proses penambahan larutan chloroform dan pH optimum.

Dengan grafik sebagai berikut :



Gambar 3 Kurva Kalibrasi Surfaktan

Berdasarkan pengukuran linearitas, diperoleh daerah linier untuk metode prakonsentrasi dengan deteksi spektrofotometer UV-Vis ini pada konsentrasi 0 mg/L sampai 1 mg/L. Persamaan garis regresi $y = 0,095x - 0,057$ dengan kelinieran kurva kalibrasi cukup baik, yaitu sebesar 0,994.

Kebolehlulangan

Kebolehlulangan metode ini menunjukkan hasil yang baik. Hal ini dapat dilihat dari data konsentrasisurfaktan 0,4 mg/L dilakukan pengukuran

sebanyak 7 kali pada kondisi optimum. Kebolehlulangan dinyatakan dalam koefisien variansi (KV) yang diperoleh dari hasil pengukuran adalah sebesar 2,33% (Perhitungan pada lampiran 7). Nilai ini menunjukkan bahwa metode ini baik untuk digunakan karena %KV yang diperbolehkan untuk mengetahui baik atau tidaknya suatu metode adalah $\leq 5\%$ (LIPI, 2003).

Batas Deteksi atau LOD (*Limit of Detection*)

Batas deteksi adalah konsentrasi atau massa minimum analit yang masih terdeteksi dengan tingkat kepercayaan yang tinggi (LIPI, 2003). Batas deteksi dinyatakan sebagai perbandingan sinyal antara standar (S) terhadap sinyal blanko (N) atau $S/N = 3$. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa metode prakonsentrasi ini menunjukkan hasil yang baik yaitu dengan nilai limit deteksi (perhitungan pada lampiran 3). Metode prakonsentrasi ini dapat memberikan massa minimum hasil pengukuran pada kisaran .

Aplikasi Terhadap Sampel Alam Perolehan Kembali (%*Recovery*)

Untuk menguji kemampuan metode ini dalam menganalisis kandungan analit yang bercampur dengan banyak matriks, digunakan sampel alam air Sungai Mahakam, Sungai Karang Mumus dan Air limbah laundry. Analisis ini menggunakan metode *spike* agar dapat melihat apakah terdapat pengaruh matriks pada pengukuran maka dilakukan persen perolehan kembali (%*Recovery*). Akurasi metode dikatakan baik, jika didapatkan % *recover* antara 95% – 105% atau ada pula rentang % *recovery* yang bisa diterima yaitu 90% – 110% (Sumardi, 1993). Data perolehan kembali yang dihasilkan untuk analisis sampel air memberikan nilai >95%, yaitu pada sampel air Mahakam didapat 95,71% dan 95,37% yang menunjukkan bahwa akurasi metode yang dikembangkan ini cukup baik dan matriks sampel air tidak mempengaruhi hasil pengukuran. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk analisis surfaktan dalam sampel air di alam.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum kinerja analitik dari penentuan kadar surfaktan anionik dengan menggunakan metode MBAS yaitu menggunakan pelarut organik chloroform 10 mL pada pH 4 dengan konsentrasi surfaktan 0,4 mg/L dan diukur pada panjang gelombang 637 nm.

2. Kondisi optimum tersebut agar dapat diaplikasikan untuk menentukan kadar surfaktan anionik di dalam sampel air dengan kinerja analitik yang diperoleh cukup baik dengan tingkat kebolehlulangan metode ini sebagai %KV yaitu 2,33% dan limit deteksi (LOD) yaitu 0,3394 ppm.

Pada sampel air alam, ditunjukkan dengan nilai perolehan kembali metode ini cukup baik, yaitu >95%, dimana metode *spike* yang dilakukan untuk matriks sampel dari air Sungai Mahakam diperoleh 95,71% dan Sungai Karang Mumus diperoleh 95,37%.

SARAN

Diharapkan metode ini terus dikembangkan lebih lanjut dalam analisis surfaktan selain dengan metode selain MBAS yaitu *Acridine Orange* atau Malasit Hijau sehingga dapat dibandingkan keakuratan metodenya.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, R. 2004. *Kimia Lingkungan*. Andi Offset : Yogyakarta
- APHA (American Publication Health Association). 1979. *Standart Methods For The Examination of Water dan Waste Water*. APHA, INC. : New York
- Arifin. 2008. *Metode Pengolahan Deterjen*. Radionuklida : Madiun
- Barney L. Bales, Luis M., Arwen V., Miroslav P., dan Otaciro R. 1998. *Precision Penentuan Jumlah Relatif Agregasi dari misel SDS Menggunakan Probe spin Sebuah Model Hidrasi Permukaan Misel*. *J. Phys. Chem.* **102 B** (50):10347-10358
- CIR, publikasi. 1983. *Final Laporan tentang Penilaian Keselamatan Sulfat Sodium Lauryl Sulfat dan Amonium Lauryl*. International Journal of Toxicology 2(7):. 127-181
- Eduard, S. Wolfgang R., Eric S., Wilfried R., Josef S., Frederike W., Anette N., 2002. *Deterjen Laundry dalam Ensiklopedia Ullmann dari Industri*.
- Hendra, W. 2002. *Kinetika Biodegradasi Alkil Sulfonat Linear Dan Alkil Benzene Sulfonat Oleh Isolat Bakteri Dari Campuran Lumpur Aktif Dengan Tanah Tercemari Deterjen*. Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor : Bogor
- Ibnuhayyan. 2008. *Surfaktan*. <http://ibnuhayyan.wordpress.com/2008/09/10/surfaktan>

- Kain, BPR. 1981. *Merendahkan mikrobasurfaktan dan pembangun komponen dalam degradasi mikroba dari xenobiotik dan senyawa bandel.* Dalam *The prokariota*, (Balows., H. Truper, M. dan Dworkin, W., Eds.), Springer-Verlag : Berlin, Jerman. 2625-2637
- Peraturan Pemerintah RI Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air Dan Pengendalian Pencemaran Air : Jakarta
- Schleheck, D., Dong, W., Denger, K. 2000. *Sebuah Alphaproteobacterium mengubah alkylbenzenesulfonate linier menjadi sulfophenylcarboxylates dan alkylidiphenyletherdisulfonate linier surfaktan ke sulfodiphenylethercarboxylates, Appl.. Lingkungan. MicroB, 66., 1911-1916*
- Setiawan, I. 2008. *Deterjen.* <http://smk3ae.wordpress.com/>
- SNI 06-6989.51-2005. 2005. *Cara Uji Kadar Surfaktan Anionik Dengan Spektrofotometer Secara Biru Metilen.* : Jakarta
- Wardhana, WA. 1995. *Dampak Pencemaran Lingkungan.* Andi Offset : Yogyakarta