

- 1 ALKYL BENZENE SULFONATE
- 2 SPECTROFOTOMETRI

HSB
2
668.14
M
P

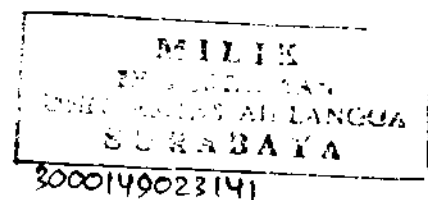


LAPORAN PENELITIAN
DIK RUTIN UNIVERSITAS AIRLANGGA
TAHUN ANGGARAN 2000

PENENTUAN LAS (LINEAR ALKYL BENZENE SULFONATE) DALAM SAMPEL DETERJEN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS CARA DERIVATIF MODERN (AVERAGE MEASUREMENT)

Peneliti :

**Prof. Dr. H. MUHAMMAD MULJA, Apt.
Dr. H. ACHMAD SYAHRANI, Apt., MS.**



LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai oleh : DIK Rutin Universitas Airlangga 2000
Nomor SK. Rektor 4935/JO3/PG/2000
Nomor Urut : 13

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

Januari, 2001

UNIVERSITAS AIRLANGGA
LEMBAGA PENELITIAN

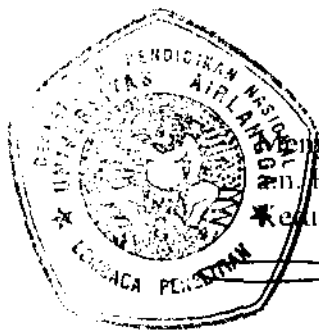
- | | | |
|--|---------------------------------------|--|
| 1. Puslit Pembangunan Regional | 5. Puslit Pengembangan Gizi (5995720) | 9. Puslit Kependudukan dan Pembangunan (5995719) |
| 2. Puslit Obat Tradisional | 6. Puslit/Studi Wanita (5995722) | 10. Puslit/ Kesehatan Reproduksi |
| 3. Puslit Pengembangan Hukum (5923584) | 7. Puslit Olah Raga | |
| 4. Puslit Lingkungan Hidup (5995718) | 8. Puslit Bioenergi | |

Kampus C Unair, Jl. Mulyorejo Surabaya 60115 Telp. (031) 5995246, 5995248, 5995247 Fax. (031) 5995246
E-mail : lpunair@rad.net.id - http://www.geocities.com/Athens/Olympus/6223

IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN

- | | |
|-----------------------------------|---|
| 1. a. Judul Penelitian | : Penentuan LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate) Dalam Sampel Deterjen Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis Cara Derivatif Modern (Average Measurement) |
| b. Macam Penelitian | : <input checked="" type="checkbox"/> Fundamental, <input type="checkbox"/> Terapan, <input type="checkbox"/> Pengembangan |
| c. Katagori Penelitian | : <input checked="" type="checkbox"/> I <input type="checkbox"/> II <input type="checkbox"/> III |
| 2. Kepala Proyek Penelitian | |
| a. Nama Lengkap dan Gelar | : Prof.Dr.H.Muhammad Mulja. Apt |
| b. Jenis Kelamin | : Laki -Laki |
| c. Pangkat/Golongan dan NIP | : Pembina Tk. I IVb 130675595 |
| d. Jabatan Sekarang | : Staf Pengajar |
| e. Fakultas/Puslit/Jurusan | : Farmasi Kimia Farmasi |
| f. Univ. Inst. Akademi | : Universitas Airlangga |
| g. Bidang Ilmu Yang Diteliti | : Kimia Farmasi |
| 3. Jumlah Tim Peneliti | : 2 (Dua) orang |
| 4. Lokasi Penelitian | : Fakultas Farmasi Universitas Airlangga |
| 5. Kerjasama dengan Instansi Lain | |
| a. Nama Instansi | : - |
| b. A l a m a t | : - |
| 6. Jangka Waktu Penelitian | : 6 (enam) bulan |
| 7. Biaya Yang Diperlukan | : Rp 3.000.000,00 |
| 8. Seminar Hasil Penelitian | |
| a. Dilaksanakan Tanggal | : 2 Maret 2001 |
| b. Hasil Penelitian | : <input type="checkbox"/> Baik Sekali <input checked="" type="checkbox"/> Baik
<input type="checkbox"/> Sedang <input type="checkbox"/> Kurang |

Surabaya, 2 Maret 2001



Mengetahui/Mengesahkan :
Rektor
Ketua Lembaga Penelitian.

Prof. Dr. H. Sarmanu, M.S.
Penentuan Las (Linear
NIP. 130 701 125

3000149023(4)

Muhammad Mulja

Atas selesainya proyek penelitian ini kami mengucapkan terima kasih kepada :

- Ketua Lembaga Penelitian UNAIR, Prof. Dr. H. Noor Cholies Zaini, atas kepercayaannya sehingga proyek penelitian ini dapat terlaksana.
- Dekan Fakultas Farmasi Universitas Airlangga Prof. Dr. H. Fasich, Apt atas izin penggunaan Laboratorium Analisis Farmasi dan Laboratorium Instrumental dalam rangka pelaksanaan penelitian saya.
- Direktur Utama Perusahaan Daerah Air Minum Kotamadya Surabaya Ir. Hoesodo atas perkenannya untuk pengambilan sampel air yang digunakan dalam penelitian ini.
- Azidi Irwan, Ssi, Msi, yang telah membantu melaksanakan penelitian ini.

Semoga Allah SWT memberikan balasan yang berlipat ganda atas bantuan yang telah diberikan kepada kami.

Surabaya, 12 Februari 2001

Muhammad Mulja

Achmad Syahrani

Penentuan Las (Linear Alkylbenzene Sulfonat)
Dalam Sampel Deterjen dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis Cara Derivatif Modern
(ΔA Average Measurement *)

Muhammad Mulja **), Achmad Syahrani **)

Surfaktan adalah komponen utama dalam deterjen komersial. Salah satu jenis surfaktan yang banyak dipakai saat ini adalah *Linear Alkylbenzene Sulfonate* (LAS), yang tergolong surfaktan anionik. Surfaktan ini dipilih karena mudah terdegradasi secara alami dalam lingkungan. Pada metode Methylene Blue, salah satu metode analisis deterjen, LAS digunakan sebagai standar untuk menentukan konsentrasi deterjen dalam contoh secara kolorimetrik pada panjang gelombang 652 nm. Kelemahan pada metode ini umumnya adalah kesalahan positif pada hasil analisis. Hal ini disebabkan oleh anion-anion pengganggu yang terdapat dalam contoh.

Penelitian ini merupakan suatu usaha untuk mencari alternatif cara penentuan LAS yang lebih baik dan dapat mengatasi pengganggu yang terdapat dalam contoh deterjen. Tetap dengan metode Methylene Blue dalam hal ini yang dikembangkan adalah cara mengukur, yaitu dengan derivatif modern (ΔA Average Measurement) dengan instrument Spektrofotometer UV-Vis. Di samping itu juga dicoba secara bersamaan pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm dan 644-654-664 nm.

Pada cara ΔA Average Measurement pengukuran dilakukan dengan menentukan rentang panjang gelombang pengukuran, dinotasikan sebagai Avg: L_1 L_2 . Berdasarkan pada spektrum derivatif pertamanya, telah diperoleh 26 rentang panjang gelombang pengukuran. Selain itu dari spektrum basal diperoleh panjang gelombang dengan serapan tertinggi pada $\lambda = 654$ nm yang diteliti pula dalam pengukuran LAS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rentang panjang gelombang 620-626 nm, 638-646 nm dan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm memberikan validitas terbaik di antara pengukuran yang dilakukan. Tetapi pengukuran rentang panjang gelombang 620-626 nm, 638-646 nm lebih baik daripada tiga panjang gelombang 642-652-662 nm. Di mana berturut-turut memberikan % recovery 100,99%, 99,60%, dan 90,87%.

Hasil penerapan metode pada contoh air minum, derivatif modern menunjukkan akurasi yang lebih baik. Recovery rata-rata masing-masing untuk rentang 620-626 nm dan 638-646 nm adalah 98,83%, dan 100,04%, sedangkan dengan tiga panjang gelombang 102,96%. Pada contoh air sungai diperoleh hasil recovery lebih rendah, masing-masing 91,97%, 95,94%, dan 94,96. Disarankan untuk menerapkan cara pengukuran ini pada contoh dengan jenis interferensi yang lebih banyak.

*) Dibiayai Oleh DIK Rutin Nomor SK Rektor : 4935/JO3/PG/2000, Tanggal 13 Juni 2000,

Nomor Kontrak : 472/JO3/PG/2000, Tanggal 1 Agustus 2000

***) Jurusan Kimia Farmasi Fakultas Farmasi UNAIR

ABSTRACT

UV-Vis Spectrophotometric method by ΔA Average Measurement had been studied in the determination of Linear Alkylbenzene Sulfonate (LAS). The aims of this research were to get a better determination method with high validity and to eliminate or suppress interferences encountered in the determination of ionic detergents. All of the samples were determined by Methylene Blue Method.

Measuring by ΔA Average Measurement was employed on the first derivative of LAS standard basic spectrum. Based on the first derivative spectrum, it has found 26 wavelength ranges for measuring. The results of these studies were compared to the absorbance measurement on the individual basic spectrum at λ 652 nm and 654 nm, and compared to ΔA measurement by the three point method at λ 642-652-662 nm and at λ 644-654-664 nm.

The results of the studies showed that determination of LAS at 620-626 nm and 638-646 nm wavelength ranges and by the three point method at λ 642-652-662 nm gave the best validities compared to the others. The mean values of recoveries were 100.99%, 100.04%, and 90,87%, respectively. The mean values of coefficient of variations (CV) were 1,73%, 1,02%, and 0,64%, respectively.

These selected methods were then applied to estimate the concentration of LAS in drinking water, river water, and samples with thiocyanate and nitrate interferences. The best results were showed by 620-626 nm and 638-646 nm ranges measurement. All of the estimations gave good precisions (CV < 2%). While, recoveries of LAS added to drinking water were more accurate than the others. Interferences from thiocyanate and nitrate ions were reduced greatly.

Key Words : ΔA Average measurement, detergent, LAS, derivative.

	Halaman
Lembar Pengesahan	ii
Ucapan terima kasih	iii
Ringkasan	iv
bstarak	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB 3 TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	11
BAB 4 METODE PENELITIAN	12
BAB 5 HASIL PENELITIAN	15
BAB 6 PEMBAHASAN	29
BAB 7 KESIMPULAN DAN SARAN	37
DAFTAR PUSTAKA	38

	Halaman
Tabel 1 : Perkiraan konsentrasi MBAS	12
Tabel 2 : Penetapan Standar Untuk Penentuan Akurasi dan Presisi dan Untuk Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh	15
Tabel 3 : Hasil Pengukuran Beda Absorban Rata-Rata (ΔA) dan Beda Absorban (ΔA) Terhadap Larutan Contoh	16
Tabel 4 : Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	17
Tabel 5 : Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm.....	17
Tabel 6 : Penentuan Akurasi dan Presisi dengan Tiga Panjang Gelombang 642, 652 dan 662 nm	18
Tabel 7 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	18
Tabel 8 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	19
Tabel 9 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	19
Tabel 10 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	20
Tabel 11 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm ...	20
Tabel 12 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	21
Tabel 13 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	21
Tabel 14 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	22
Tabel 15 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm	22
Tabel 16 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang	

Tabel 17

: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

23

	Halaman
Gambar 1 : Prinsip Cara Pengamatan Tiga Panjang Gelombang	6
Gambar 2 : Cara Mencari Beda Absorban (ΔA) Pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang	7
Gambar 3 : Penurunan Spektrum Basal Menjadi Derivatif Satu Sampai Empat	8
Gambar 4 : Spektrum Derivatif Pertama Kompleks MBAS dengan Konsentrasi : (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm untuk Penetapan Rentang λ Pengukuran	24
Gambar 5 : Kurva IDR pada Rentang 620-646 nm	25
Gambar 6 : Kurva IDR pada Rentang 638-646 nm	25
Gambar 7 : Kurva IDR pada Panjang Gelombang 652 nm	26
Gambar 8 : Kurva IDR pada Panjang Gelombang 654 nm	26
Gambar 9 : Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 642, 652 dan 662 nm	26
Gambar 10 : Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 644, 654 dan 664 nm	27
Gambar 11 : Contoh Kurva Hipotetik dari Suatu Spektrum Derivatif	29
Gambar 12 : Gambaran Sederhana Tentang Beda Absorban Rata-Rata	30
Gambar 13 : ΔA Average Measurement	31
Gambar 14 : Spektrum Basal Standar LAS 10 ppm dalam Akuades	31
Gambar 15 : Spektrum Basal Reagen Methylene Blue yang Mengandung 30 ppm Methylene Blue	32
Gambar 16 : Spektrum Basal Kompleks MBAS, dengan Konsentrasi : (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm	33

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan surfaktan yang banyak digunakan sekarang adalah LAS (*Linear Alkylbenzene Sulfonate*), dengan gugus benzena yang memiliki rantai samping alkil lurus beranggota C_{10-13} . Dengan digunakannya deterjen yang mempunyai bahan aktif LAS diharapkan masalah pencemaran lingkungan oleh deterjen dapat diatasi.

Walaupun LAS mempunyai sifat dapat didegradasi secara hayati, keberadaannya dalam perairan lingkungan tetap harus mendapatkan perhatian. Deterjen adalah produk yang dipergunakan oleh masyarakat setiap hari, baik yang dihasilkan oleh individu, rumah tangga maupun industri. Sehingga penambahan LAS terjadi setiap waktu ke lingkungan termasuk ke dalam perairan. Dengan kondisi seperti itu LAS selalu ada dalam konsentrasi tertentu sebagai konstituen perairan.

Oleh karenanya konsentrasi dari LAS harus selalu dipantau agar tidak melampaui nilai ambang batas yang diperbolehkan. Di Indonesia persyaratan jumlah LAS diatur dalam dua buah peraturan pemerintah : pertama, Permenkes RI. No. 173/Menkes/Per/VIII/1977, yaitu untuk air buangan jumlahnya harus negatif, artinya tidak boleh mengandung LAS. Kedua, Kep MENKLH No. Kep.-03 dan MENKLH/II/1991 tentang baku mutu air limbah sebagai berikut : golongan I maksimal: 0,5 mg/liter; golongan II : 5 mg/liter; golongan III : 10 mg/liter; dan golongan IV : 5 mg/liter.

Berkaitan dengan adanya peraturan-peraturan dari pemerintah tersebut maka penentuan kuantitatif LAS dalam perairan menjadi sangat penting. Metode yang umum digunakan untuk penentuan LAS di Indonesia adalah metode biru metilena secara kolorimetrik menggunakan alat Spektrofotometer Visible. Prinsipnya adalah dengan mengekstrak LAS dari sampel dengan kloroform kemudian menambahkan biru metilena untuk membentuk garam berwarna biru sebagai hasil pemasangan ion antara LAS dan biru metilena. Konsentrasi LAS ditentukan pada panjang gelombang 652 nm dan dinyatakan sebagai MBAS (*Methylene Blue Active Substance*).

Berdasarkan literatur-literatur yang membahas metode ini dan keterangan-keterangan dari metode standarnya metode biru metilena mempunyai beberapa kelemahan. Kelemahan ini terletak pada kesalahan hasil akhir penentuan MBAS, yaitu hasil analisisnya mempunyai kesalahan positif. Artinya konsentrasi LAS hasil analisis lebih besar daripada konsentrasi sesungguhnya dalam sampel uji. Penyebabnya adalah zat-zat yang dapat larut dalam kloroform dan bereaksi dengan biru metilena seperti sulfonat organik, sulfat, karboksilat, fenol, tiosianat anorganik, sianat, klorida, dan nitrat (Anonymous, 1996). Zat-zat ini memberikan absorpsi latar belakang yang mempengaruhi hasil pengukuran. Jenis absorpsi seperti ini dapat diminimalkan atau dihapuskan dengan cara penentuan pada tiga panjang gelombang (3λ) yang berbeda.

Usaha lain yang dapat ditempuh adalah dengan cara derivatif spektrum. Pada spektrofotometer UV-Vis yang modern dapat dibuat spektrum derivatif secara otomatis (Mulja,

1995). Dengan cara derivatif, spektrum yang saling tumpang tindih dapat terpisahkan satu sama lain, sehingga spektrum zat analit tidak terganggu lagi oleh spektrum zat lain atau matriks.

Tetapi ternyata cara penentuan dengan 3λ dan dengan cara derivatif spektrum masih mempunyai kelemahan. Kelemahan yang terjadi berkaitan dengan adanya pergeseran spektrum. Pergeseran spektrum berarti pergeseran panjang gelombang maksimum absorpsi. Pergeseran ini dapat terjadi karena beberapa faktor internal dari larutan yang akan ditentukan konsentrasinya, baik itu datang dari analit maupun pelarut atau interaksi antara keduanya.

Adanya pergeseran spektrum UV-Vis yang telah terjadi pada spektrum dasar (basal) akan tetap berpengaruh pada penentuan dengan tiga panjang gelombang maupun cara derivatif. Pada metode spektrofotometri UV-Vis pergeseran yang kecil dalam panjang gelombang akan berpengaruh besar pada pembacaan beda absorban (ΔA).

Untuk mengatasi kelemahan di atas penelitian ini akan mengembangkan cara yang lebih baru untuk penentuan LAS yaitu dengan cara mencari rata-rata beda absorban pada spektrum derivatif. Cara seperti ini dikenal dengan istilah *ΔA Average Measurement* atau cara derivatif modern. Dengan cara ini adanya pergeseran panjang gelombang diharapkan dapat diminimalkan atau dihilangkan. Dengan pembacaan beda absorban pada rentang panjang gelombang yang sempit pengaruh pergeseran spektrum dapat dieliminir.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas maka permasalahan dalam usulan penelitian ini, yaitu apakah dengan cara tiga panjang gelombang, cara derivatif biasa dan dengan cara derivatif modern dapat diatasi gangguan latar belakang pada pengukuran LAS dalam sampel deterjen ?

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Tentang Deterjen

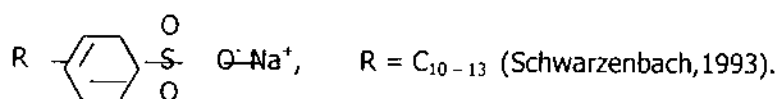
2.1.1 Komposisi Deterjen

Deterjen merupakan bahan pencuci atau pembersih yang mengandung zat aktif permukaan dan zat-zat aditif lainnya untuk meningkatkan daya pencuci atau pembersihnya. Zat aktif permukaan dalam deterjen mempunyai kemampuan untuk mengurangi tegangan permukaan air. Zat aktif permukaan ini disebut juga dengan surfaktan. Dalam deterjen komersial komposisi surfaktan hanya 10 – 30%, yang lainnya adalah zat aditif yang menambah kinerja deterjen. Zat-zat aditif tersebut contohnya adalah *builders* (polifosfat), penukar ion, natrium karbonat, natrium silikat, amida penstabil busa, karboksimetilselulosa (CMC), zat pengelantang, pelembut, enzim, pencerah, pewangi, pelindung warna, natrium sulfat encer, dan lain-lain (Manahan, 1994). Walaupun demikian surfaktan merupakan komponen terpenting dari suatu deterjen. Hal ini karena secara mendasar surfaktan adalah zat yang meningkatkan kualitas pembasahan air (*wetting qualities of water*) terhadap bahan yang dicuci.

2.3.2 Sifat Fisika dan Kimia Surfaktan

Sifat fisika dan kimia surfaktan ditentukan oleh struktur molekul surfaktan itu sendiri. Surfaktan mempunyai struktur amfifilik, yaitu dua ujung bagian molekul yang mengemban sifat berbeda. Satu bagian molekul merupakan bagian polar atau ionik yang memiliki afinitas kuat terhadap air, sedangkan bagian satunya merupakan rangka hidrokarbon yang bersifat nonpolar dan tidak menyukai air. Klasifikasi surfaktan didasarkan pada jenis muatan bagian polar yang melekat dengan rangka hidrokarbonnya atau bagian yang terbesar dari molekul surfaktan. Dalam hal ini maka surfaktan dibedakan dalam garis besar menjadi dua, yaitu surfaktan ionik dan non-ionik. Kemudian surfaktan ionik terbagi menjadi tiga, yaitu anionik, kationik dan amfolitik, (Tolgyessy, 1993; Connel, 1995).

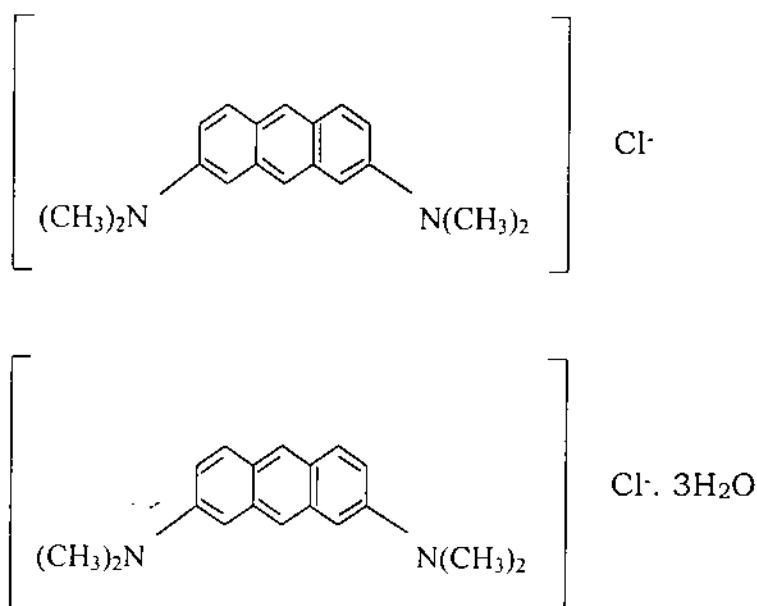
Linear Alkylbenzene Sulfonate (LAS) adalah jenis surfaktan yang umum dipakai dalam deterjen komersial dewasa ini. Senyawa ini merupakan garam natrium dari asam alkil benzena sulfonat. Struktur umum dari LAS adalah sebagai berikut :



Deterjen ini dibuat dengan cara menempelkan gugus alkil rantai panjang pada cincin benzena dengan katalis Friedel-Crafts dan alkil halida, alkena atau alkohol. Dengan sulfonasi dan netralisasi dihasilkan surfaktan (Morrison, 1987). Dari struktur molekulnya, LAS mengemban muatan negatif pada bagian terbesar molekulnya setelah mengion, sehingga LAS tergolong surfaktan anionik.

2.2 Biru Metilena Sebagai Pewarna LAS

Biru metilena (*Methylene Blue*) mempunyai rumus molekul $C_{16}H_{18}ClN_3S$ dengan bobot molekul 319,85 (Budavari, 1989). Biru metilena juga ada bentuk trihidratnya dengan rumus molekul $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3 H_2O$ dan bobot molekul 373,9 (Dean, 1987; Reynolds, 1996). Masing-masing mempunyai struktur molekul sebagai berikut :



Pada penentuan LAS, biru metilena adalah sebagai zat pembentuk garam yang berwarna biru dengan LAS. Prinsipnya adalah MBAS memindahkan senyawa biru metilena dari larutan air ke dalam suatu larutan organik, terjadi pembentukan pasangan ion antara anion senyawa aktif biru metilena dan kation biru metilena. Intensitas warna biru yang dihasilkan dalam lapisan organik diukur sebagai senyawa aktif biru metilena.

2.4 Tinjauan Tentang Spektrofotometri

Spektrofotometri UV-Vis merupakan suatu metode analisis yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik (REM) ultraviolet dekat dengan panjang gelombang 190-380 nm dan sinar tampak dengan panjang gelombang 380-780 nm dengan memakai instrumen spektrofotometer UV-Vis. Energi atom atau molekul terdiri dari energi translasi (E_t), energi rotasi (E_r), energi getaran (E_v), dan energi elektronik (E_e). Energi elektronik (E_e) akan banyak memberikan informasi pada spektrofotometri UV-Vis. Karena pada energi elektronik terlibat energi yang cukup besar dari molekul yang dianalisis, oleh sebab itu spektrofotometri UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif daripada kualitatif (Mulja, 1995).

Kromofor adalah gugus atau gugusan atom yang mengabsorpsi radiasi UV-Vis, sedangkan gugus aoksokrom adalah gugus fungsional yang mempunyai pasangan elektron bebas seperti $-OH$,

O-NH₂ dan OCH₃ yang memberikan transisi ($n \longrightarrow \sigma^*$). Terikatnya gugus aoksokrom oleh kromofor menyebabkan pergeseran pita absorpsi menuju ke panjang gelombang yang lebih panjang (pergeseran merah = batokromik) disertai peningkatan intensitas (efek hiperkromik). Pergeseran batokromik juga terjadi pada ikatan rangkap terkonjugasi (-C=C-C=C-).

Spektrum UV-Vis digambarkan sebagai korelasi antara absorban (sebagai ordinat) dan panjang gelombang (sebagai absis) sehingga terbentuk pita spektrum. Terbentuknya pita spektrum UV-Vis disebabkan transisi energi yang tidak sejenis dan terjadi eksitasi elektronik lebih dari satu macam pada gugus molekul yang kompleks.

Panjang gelombang di mana terjadi eksitasi elektronik yang memberikan absorban yang maksimum disebut sebagai panjang gelombang maksimum (λ maks). Penentuan panjang gelombang maksimum yang tepat dapat dipakai untuk identifikasi molekul yang bersifat karakteristik sebagai data sekunder. Dengan demikian spektrum UV-Vis dapat dipakai untuk tujuan analisis kualitatif (data sekunder) dan kuantitatif. Pokok kegunaan spektrofotometri UV-Vis adalah untuk analisis kuantitatif karena melibatkan energi eksitasi yang cukup besar.

Hukum Lambert – Beer

Bila suatu radiasi elektromagnetik dilewatkan pada suatu larutan dengan intensitas radiasi semula (I_0), maka sebagian radiasi tersebut akan diteruskan (I_t), dipantulkan (I_r) dan diabsorpsi (I_a), dan keadaan tersebut dituliskan sebagai berikut :

$$I_0 = I_r + I_a + I_t$$

Dari persamaan itu harga I_r kecil ($\pm 4\%$) dengan demikian dapat diabaikan karena dalam pengerjaan dengan spektrofotometri UV-Vis dipakai larutan pembanding (blanko) sehingga persamaan di atas menjadi :

$$I_0 = I_a + I_t$$

Bouger, Lambert dan Beer menyelidiki secara matematik hubungan antara transmitan atau absorban terhadap intensitas radiasi atau konsentrasi zat yang dianalisis dan tebal larutan yang mengabsorpsi sebagai berikut :

$$T = \frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon cb}$$

$$A = \log \frac{1}{T} = \epsilon cb$$

dimana

T = persen transmitan

I_0 = intensitas radiasi yang datang

I_t = intensitas radiasi yang diteruskan

ϵ = absorpsi molar ($\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$)

c = konsentrasi (mol.l^{-1})

b = tebal larutan (cm)

A = absorpsi

Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif zat tunggal dilakukan dengan pengukuran harga A pada panjang gelombang maksimum atau dilakukan pengukuran %T pada panjang gelombang minimum. Alasan dilakukannya pengukuran pada panjang gelombang tersebut adalah bahwa perubahan absorban untuk setiap satuan konsentrasi adalah paling besar pada panjang gelombang maksimum, sehingga akan diperoleh kepekaan analisis yang maksimum. Di samping itu pita serapan di sekitar panjang gelombang maksimum berbentuk datar, hasilnya dalam pengukuran berulang kesalahan yang terjadi kecil sehingga memenuhi hukum Lambert-Beer.

2.3.1 Cara pengamatan tiga panjang gelombang

Cara ini dalam spektrofotometri relatif baru, dapat dipakai untuk analisis kuantitatif komponen di dalam campuran atau dalam matriks sampel yang keruh (*turbid*). Komponen yang akan ditentukan dengan cara ini berada dalam keadaan terganggu absorpsinya oleh komponen pengganggu atau terganggu karena kekeruhan.

Prinsip cara pengamatan tiga panjang gelombang adalah dengan memperhitungkan harga beda absorban pada ketiga panjang gelombang terpilih. Gambar 1 menunjukkan spektrum kurva terukur dari sampel, standar dan komponen pengganggunya.

Gambar1 Prinsip Cara Pengamatan Tiga Panjang Gelombang

Dari gambar tersebut dapat ditentukan beda absorban (ΔA) untuk larutan standar dan larutan sampel. Untuk larutan sampel didapatkan harga :

$$\begin{aligned}\Delta A &= A_2 - A_4 \\ &= A_2 - \frac{(\lambda_1 - \lambda_2) A_3 + (\lambda_2 - \lambda_3) A_1}{(\lambda_1 - \lambda_3)}\end{aligned}$$

Bertitik tolak pada hukum Lambert-Beer dapat dilakukan penetapan kadar komponen-komponen zat kimia dalam suatu campuran matriks sampel pengganggu. Karena pada dasarnya jumlah keseluruhan absorpsi dalam suatu campuran pada panjang gelombang tertentu akan sebanding dengan jumlah absorpsi dari masing-masing komponen yang berada dalam campuran. Secara umum pernyataan di atas dapat ditulis sebagai fungsi F yang linear sebagai berikut :

$$F = K_1 A_1 + K_2 A_2 + K_3 A_3$$

dimana :

F nilainya setara terhadap konsentrasi

A_1, A_2, A_3 adalah faktor absorpsi tiap panjang gelombang

K_1, K_2, K_3 adalah faktor rentangan gelombang

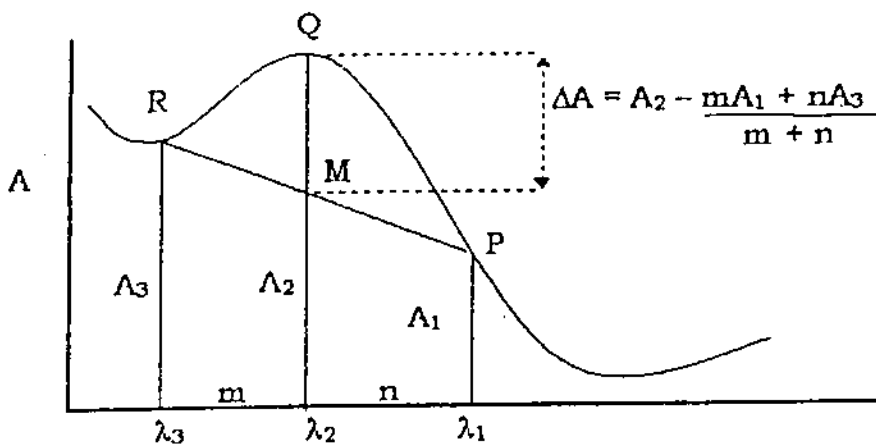
Berdasarkan persamaan di atas, berarti :

$$\Delta A = \left(- \frac{m}{m+n} \right) A_1 + A_2 + \left(- \frac{n}{m+n} \right) A_3$$

Dalam persamaan ini ada tiga koefisien korelasi, yaitu $K_1, K_2,$ dan K_3 yang dinyatakan sebagai :

$$K_1 = - \frac{m}{m+n} \quad ; \quad K_2 = 1 \quad ; \quad \text{dan} \quad K_3 = - \frac{n}{m+n}$$

Kurva baku setiap komponen akan dapat dinyatakan sebagai garis linear yang merupakan korelasi kadar komponen baku terhadap beda absorpsi (ΔA) hasil pengamatan pada tiga panjang gelombang.



Gambar 2. Cara mencari beda absorban (ΔA) pada pengamatan tiga panjang gelombang.

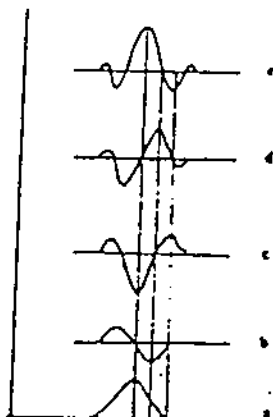
2.3.2 Cara derivatif spektrum

Analisis kuantitatif dengan cara derivatif pada prinsipnya adalah mencari absorban atau beda absorban tiap-tiap komponen yang memberikan korelasi yang linear terhadap konsentrasi, sehingga akan dapat dihitung masing-masing kadar campuran zat tersebut secara serentak atau salah satu komponen dalam campurannya dengan komponen yang lainnya.

Kurva yang dirajah sebagai korelasi antara absorban dan konsentrasi zat disebut dengan spektrum basal. Dari spektrum ini dapat dibuat derivatifnya. Spektrum derivatif pertama didapatkan dengan cara menggambarkan selisih absorban dua panjang gelombang ($\Delta A = A\lambda_1 - \lambda_2$) terhadap harga rata-rata dua panjang gelombang tersebut yang teratur berderet, yaitu :

$$(\lambda_m = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2})$$

Profil penurunan spektrum derivatif dari spektrum basal sampai derivatif ke empat tampak pada Gambar 3.



Gambar 3. Penurunan spektrum basal menjadi spektrum derivatif satu sampai empat

Pada prinsipnya semua spektrum yang dihasilkan oleh semua spektrofotometer UV-Vis jenis apapun dapat diturunkan spektrum derivatifnya secara manual maupun otomatis. Analisis kuantitatif spektrum derivatif dilakukan dengan jalan membuat kurva baku antara beda absorban (ΔA) puncak atau lembah spektrum dari garis dasar terhadap konsentrasi zat tersebut. Untuk campuran komponen yang tumpang tindih perlu dicari λ_{maks} panjang gelombang yang bebas (tidak terganggu) untuk tiap-tiap komponen yang akan ditentukan.

2.4 Validasi Metode

Validasi metode analisis diartikan sebagai suatu prosedur yang digunakan untuk membuktikan bahwa metode analisis yang dipakai secara taat asas memberikan hasil seperti yang diharapkan dengan kecermatan dan ketelitian yang memadai (Mulja, 1995). Hal ini juga berlaku untuk pengembangan metode analisis apakah hasilnya lebih tinggi atau lebih rendah daripada metode analisis sebelumnya.

Validasi metode adalah proses yang disusun melalui uji laboratorium di mana karakteristik kinerja metode memenuhi persyaratan untuk aplikasi analisis yang diperlukan. Karakteristik kinerja dinyatakan dalam istilah parameter khusus yang harus dipergunakan. Tipe parameter validasi tersebut adalah : spesifisitas, limit deteksi, limit kuantisasi, *Instrumental Dynamic Range* (IDR), akurasi, presisi, dan kemantapan (USP-XXIII, 1995). Diharuskan sebelum pekerjaan rutin

pengujian terhadap sampel di laboratorium analisis, melakukan validasi metode pada kondisi dari sistem laboratorium di mana dikerjakan (Mulja, 1998).

Parameter yang dipilih dalam pekerjaan analisis tidak harus semuanya tergantung dari tujuan dan tingkat validitas yang diinginkan.

2.4.1 Linearitas

Linearitas dinyatakan sebagai variasi di sekitar gradien dari garis regresi yang dihitung berdasarkan hubungan matematika dari hasil yang diperoleh melalui analisis dengan kadar analit yang bervariasi. Sedangkan trayek linearitas adalah interval antara nilai bawah dan nilai atas dari analit yang telah ditentukan presisi, akurasi dan limitnya. Trayek linearitas dinyatakan dengan satuan (% , ppm) yang diperoleh melalui metode analisis (USP-XXIII, 1995).

2.4.2 Spesifisitas

Spesifisitas dalam USP-XXII tahun 1990 dinyatakan sebagai selektivitas, adalah kemampuan untuk mengukur secara akurat dan spesifik bila analit berada bersama dengan komponen lain dalam matriks sampel. Spesifisitas dinyatakan sebagai derajat bias hasil yang diperoleh melalui analisis sampel yang mengandung pengotor, jika dibandingkan dengan hasil dari analit murni. Bias dinyatakan sebagai perbedaan hasil uji antara dua kelompok sampel. Spesifisitas merupakan ukuran derajat interferensi dalam analisis campuran sampel yang kompleks. Spesifisitas ditentukan dengan membandingkan hasil dari analisis sampel yang mengandung pengotor dengan hasil sampel analit murni (USP-XXIII, 1995).

2.4.3 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil yang diperoleh suatu metode dengan kadar yang sebenarnya. Akurasi sering dinyatakan dengan % perolehan kembali (*recovery*), melalui pengujian sejumlah analit yang diketahui. Akurasi adalah ukuran kepastian metode analisis (USP-XXIII, 1995).

Akurasi ditentukan dengan menambahkan sejumlah analit yang diketahui kadarnya pada sampel dengan konsentrasi di atas dan di bawah tingkat normal (USP-XXIII, 1995). Persen perolehan kembali (*recovery*) diuji secara statistik dengan uji t.

Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan cara membuat sampel plasebo (eksipien obat, cairan biologis) kemudian ditambah analit dengan konsentrasi tertentu lalu dianalisis dengan metode yang akan dianalisis. Tetapi bila tidak memungkinkan membuat sampel plasebo, karena matriknya tidak diketahui seperti obat-obat paten, maka dapat ditempuh metode adisi (Indrayanto, 1993).

2.4.4 Presisi

Presisi adalah derajat keterulangan di antara hasil uji individual jika prosedur digunakan berulang-ulang terhadap sampling "multiple" dari sampel homogen. Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku (SD) atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa kali penentuan kuantitatif

terhadap sampel yang dianalisis dengan metode terpilih yang dilaksanakan dengan normal (Mulja, 1995).

Presisi dapat ditentukan dengan pengujian terhadap sampel aliquot dari sampel homogen yang dapat dihitung secara statistik dari simpangan baku dan simpangan baku relatif (USP-XXIII, 1995). Makin kecil simpangan baku relatif yang diberikan suatu metode analisis maka validitas metode tersebut lebih terjamin. Makin kecil kadar zat yang dianalisis dan makin panjang tahapan prosedur metode analisis akan didapat harga simpangan baku relatif yang makin besar.

2.4.5 Instrumental Dynamic Range (IDR)

Rentang kelurusan IDR adalah suatu rentangan kadar yang terendah sampai kadar tertinggi yang ditentukan dengan metode analisis dan direlasikan dengan tanggap detektor dengan koefisien korelasi yang mendekati harga satu dan sesuai dengan hukum metode analisis yang dipakai (Mulja, 1995). Untuk maksud analisis kuantitatif yang dipakai sebagai parameter adalah bermacam-macam kadar sebagai absis pada sistem koordinat Cartesian. Sedangkan sebagai ordinat dapat dipakai tanggap detektor tergantung dari metode analisis yang digunakan. Untuk metode Spektrofotometri UV-Vis sebagai ordinatnya adalah absorpsi radiasi elektromagnetik (absorban).

Validitas metode analisis sangat tergantung pada IDR. Tetapi harga IDR sangat tergantung pada kecanggihan instrumen yang dipakai dan macam molekul yang dianalisis. Persamaan regresi dari IDR dapat dipakai untuk analisis molekul atau unsur dari berbagai sampel dengan metode yang sama.

2.4.6 Limit of Detection dan Limit Of Quantitation

Limit Of Detection atau disingkat LOD ialah jumlah analit terkecil yang dapat dideteksi dan memberikan tanggap detektor yang berbeda dengan pembanding (tanpa sampel). Sedangkan *Limit Of Quantitation* atau LOQ ialah jumlah analit yang terkecil dari sampel yang dapat dianalisis dengan presisi dan akurasi yang memadai.

Untuk penentuan LOD dan LOQ pada suatu metode analisis, maka pertama-tama harus ditentukan harga S atau N dahulu ($S = \text{Signal}$, $N = \text{Noise}$, derau). LOD dalam analisis dinyatakan sebagai tanggap detektor (S) yang minimal, yaitu 2-3 kali tanggap detektor terhadap derau, atau $S = 2 N$ atau $S = 3 N$. Makin kecil harga LOD makin sensitif alat dan metode yang digunakan. Sehingga kecanggihan alat turut menentukan harga LOD. Sedangkan LOQ besarnya minimal 5 kali LOD agar validitas, kecermatan dan ketelitian dapat terjamin (Mulja, 1995).

BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1. Tujuan umum

Tujuan umum penelitian ini adalah untuk mencari pengembangan metode analisis pada penentuan LAS dalam sampel limbah deterjen yang memberikan validitas terbaik dengan hasil yang mampu mengatasi gangguan-gangguan latar belakang dengan pemanfaatan cara-cara yang baru dalam metode Spektrofotometri UV-Vis.

3.2. Tujuan khusus

- a. Untuk membuktikan bahwa cara derivatif modern dapat mengatasi absorpsi latar belakang dan pengaruh yang disebabkan oleh pergeseran panjang gelombang pengukuran.
- b. Menentukan validitas analisis terhadap cara derivatif modern

3.3. Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu pilihan metode penentuan LAS dalam limbah deterjen sebagai metode analisis yang mempunyai validitas lebih dari metode yang lama.

BAB IV METODE PENELITIAN

4.1 Bahan dan Alat

4.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan : standar LAS (Hach, Cat. 14271-10) 60 ppm, Loveland, CO – USA, kloroform, methylene blue, fenoltalein, NaOH 1 N, H₂SO₄ 1 N dan 6 N, KH₂PO₄, KSCN, NaNO₃, NaH₂PO₄.H₂O, Etanol 95%, serta glass wool semuanya derajat *pro analysis* (p.a) dari Merck-Darmstadt, Germany. Isopropil alkohol 95% dan H₂O₂ 30% derajat p.a dari RDH – Seelze, Germany. Akuades, air minum PDAM, dan air sungai.

4.1.2 Alat

Alat-alat yang digunakan adalah : Spectrophotometer UV-Vis Hewlett Packard 8452 A dengan detektor *Photo Diode Array*, kuvet bertutup, corong pisah 500 ml, labu ukur 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml, dan 1000 ml, pipet volumetrik 10 ml dan 25 ml, pipet ukur 5 ml dan 10 ml, gelas piala 50 ml dan 100 ml, corong gelas, dan peralatan gelas lainnya.

4.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Preparasi dan analisis dilakukan di Laboratorium Analisis Farmasi dan Laboratorium Instrumental Fakultas Farmasi Universitas Airlangga. Contoh air PDAM dan air sungai diambil dari IPAM Ngagel III dan IPA Interim Kayoon yang merupakan unit dari PDAM Kotamadya Surabaya. Penelitian ini berlangsung dari bulan Februari hingga Mei tahun 2000.

4.3 Pembuatan Larutan Baku LAS

Dibuat larutan baku LAS 10 ppm, yaitu dengan mengambil larutan standar LAS 60 ppm sebanyak 16,67 ml dengan pipet ukur dan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml sampai tanda tera. Larutan ini disimpan dalam lemari es untuk meminimalkan biodegradasi LAS.

4.4 Penentuan Parameter Validasi

4.4.1 Penentuan Linearitas

Dibuat 6 macam konsentrasi larutan standar LAS, yaitu 0,1; 0,5; 0,9; 1,3; 1,7; dan 2,0 ppm, yaitu dengan mengambil 1,0 ; 5,0 ; 9,0; 13,0; 17,0; dan 20,0 ml larutan baku LAS dengan pipet ukur dan dimasukkan ke dalam corong pisah 500 ml. Seri larutan ini kemudian ditambahkan air suling sampai jumlah volume 100 ml.

Selanjutnya untuk penentuan konsentrasi LAS dalam contoh, volume contoh dipilih berdasarkan perkiraan konsentrasi MBAS sebagai tabel berikut :



Tabel 1 Perkiraan konsentrasi MBAS dalam volume contoh yang diambil

Perkiraan konsentrasi MBAS (mg/l)	Contoh yang diambil (ml)
0,025 – 0,080	400
0,08 – 0,40	250
0,4 – 2,0	100

Apabila konsentrasi MBAS diperkirakan lebih dari 2 mg/l, contoh diencerkan kira-kira mengandung 0,04 – 0,2 mg MBAS dengan akuades sampai 100 ml. Selanjutnya diperlakukan seperti pada bagian 4.4.1.

Contoh dibuat bereaksi basa dengan menambahkan larutan NaOH 1 N tetes demi tetes menggunakan indikator fenolftalein sampai timbul warna merah muda, kemudian warna merah muda dihilangkan dengan menambahkan beberapa tetes H₂SO₄ 1 N. Setelah itu ditambahkan 10 ml CHCl₃ dan 25 ml reagen methylene blue, dikocok kuat-kuat selama 30 detik. Sekali-kali tutup corong dibuka untuk mengeluarkan gas. Pengocokan yang berlebihan akan menyebabkan emulsi. Apabila emulsinya stabil, ditambahkan isopropil alkohol (kurang dari 10 ml) pada semua larutan kloroform dengan volume yang sama.

Sebelum lapisan kloroform (CHCl₃) dialirkan, digoyang pelan-pelan dan didiamkan, lapisan memisah. Lapisan bawah (CHCl₃) dikeluarkan dan ditampung dalam corong pemisah II. Corong pemisah I dicuci dengan kloroform sedikit, lapisan kloroform dikeluarkan lagi dan dicampurkan pada corong pemisah II. Ekstraksi diulang sebanyak 2 kali, tiap kali dengan 10 ml CHCl₃. Jika warna biru pada lapisan air hilang atau menjadi pucat, diulangi dengan contoh yang lebih kecil.

Sebanyak 50 ml larutan pencuci ditambahkan ke dalam larutan ekstrak CHCl₃ gabungan (corong pemisah II). Dikocok kuat selama 30 detik. Pada cara kerja ini tidak terjadi emulsi. Kedua lapisan dibiarkan memisah. Lapisan bawah (CHCl₃) dikeluarkan melalui *Glass Wool*, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml (jaga agar lapisan air tidak terbawa). Ekstraksi diulangi terhadap larutan pencuci dengan kloroform, masing-masing 10 ml sebanyak 2 kali. Corong pemisah dan *Glass Wool* dicuci dengan 10 ml CHCl₃ dan disatukan dengan larutan ekstrak di atas, ditambah kloroform sampai 100 ml

Serapan dibaca pada pengukuran satu panjang gelombang, beda absorban untuk pengamatan pada tiga panjang gelombang. Dan beda absorban rata-rata untuk derivatif modern. Dibandingkan dengan blanko CHCl₃.

Uji linearitas dilakukan berdasarkan metode Funk (1992) dalam Indrayanto (1999).

4.4.2 Penentuan IDR

Penyiapan larutan untuk penentuan IDR dibuat dengan rentang konsentrasi 25-180% dari konsentrasi yang diperkirakan dalam contoh. Dalam hal ini 0,5-2,0 ppm, sehingga konsentrasi dibuat dalam kisaran 0,125 ppm sampai 3,6 ppm. Konsentrasi seri larutan yang dibuat berturut-turut sebagai berikut : 0,125; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 0,9; 1,0; 1,5; 2,00; 2,5; 3,00; dan 3,6 ppm. Larutan ini dibuat dengan mengambil 1,25; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 9,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; dan 36,0 ml larutan LAS standar 10 ppm kemudian diencerkan menjadi 100 ml dengan akuades.

Seri larutan ini kemudian dikerjakan menurut langkah penyiapan larutan contoh dan diukur berdasarkan cara terbaik berdasarkan hasil validasi linearitas.

4.3.2 Penentuan Akurasi dan Presisi

Penentuan akurasi dan presisi dilakukan dengan metode adisi pada contoh buatan, yaitu dengan penambahan standar LAS 10 ppm ke dalam seri larutan contoh berturut-turut sebanyak 3 ml ke dalam 500 ml; 3 ml, 5 ml, 7,5 ml ke dalam 250 ml; 4 ml, 5 ml, 10 ml dan 20 ml ke dalam 100 ml. Seri larutan yang terjadi adalah : 0,06; 0,12; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 1,00; dan 2,0 ppm. Penyiapan contoh dilakukan seperti pada butir 4.4.1. Masing-masing cara pembacaan absorban dilakukan sebagai berikut :

- panjang gelombang 652 nm untuk pengukuran satu panjang gelombang,
- panjang gelombang 642-652-662 nm untuk pengukuran pada tiga panjang gelombang.
- rentang panjang gelombang berdasarkan panjang gelombang maksimum masing-masing dari spektrum basal dan spektrum derivatif yang terbentuk.

Hasil penentuan ini dinyatakan sebagai % recovery (perolehan kembali). Harga perolehan kembali dihitung dari data-data percobaan ini.

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{harga yang diperoleh dari pengamatan}}{\text{harga sebenarnya}} \times 100\%$$

Hasil uji akurasi dengan nilai recovery dibandingkan dengan nilai recovery dalam kisaran yang dipersyaratkan untuk bahan alam (bioanalisis). Berdasarkan Hartmann (1994), untuk bioanalisis batas recovery dapat berkisar dari 10 sampai 20%.

Presisi dihitung berdasarkan harga KV (Koefisien Variasi), yaitu :

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

dimana : KV = Koefisien Variasi
SD = simpangan baku
x = kadar rata-rata

Dari perhitungan ini, untuk analisis bahan alam dan bioanalit presisi cukup memadai dengan harga KV di bawah $\pm 10\%$ (Buicks, 1990).

4.5 Penentuan Kadar LAS dalam Contoh

Contoh dalam penelitian ini adalah : air minum PDAM, air sungai, contoh dengan interferensi anion SCN^- , dan contoh dengan interferensi NO_3^- . Dua contoh yang terakhir digunakan untuk melihat selektifitas metode baru yang dihasilkan, dijelaskan pada butir 4.6 di bawah.

Dalam pengukuran, air minum PDAM dan air sungai diperkaya dengan standar untuk menguji recovery yang diperoleh. Air minum PDAM diperkaya dengan standar LAS dengan 6 seri konsentrasi larutan sebagai berikut : 0,12; 0,24; 0,48; 0,60; 0,84; dan 1,00 ppm. Untuk air sungai dibuat 6 seri larutan dengan konsentrasi standar LAS : 0,58; 1,50; 2,50; 3,50; 4,50; dan 5,00 ppm. Penyiapan contoh dilakukan seperti butir 4.4.1.

4.6 Pengamatan Selektifitas

Untuk melihat apakah cara derivatif dapat membedakan spektrum MBAS antara LAS dengan pengganggu dan untuk melihat kehandalan derivatif modern dalam mengukur LAS dilakukan penambahan zat penginterferensi ke dalam contoh. Dalam hal ini percobaan dilaksanakan seperti cara Weber (1962) dan Moore (1956) masing-masing secara terpisah dengan konsentrasi 40 ppm anion SCN^- dan 10 ppm anion NO_3^- dalam larutan contoh. Larutan LAS disiapkan sebanyak lima konsentrasi berikut : 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; dan 2,5 ppm.

Penyiapan larutan dengan konsentrasi anion SCN^- di atas sebagai berikut : sebanyak 0,0669 g KSCN dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml. Konsentrasi yang dihasilkan adalah 400 ppm anion SCN^- . Sebanyak 10 ml larutan ini dimasukkan ke dalam contoh dengan volume total 100 ml. Sedangkan untuk anion NO_3^- 10 ppm disiapkan dengan cara menimbang 0,0137 g NaNO_3 dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml. Sebanyak 10 ml larutan ini dimasukkan ke dalam contoh dengan volume total 100 ml. Preparasi contoh dilakukan seperti butir 4.4.1 dan diukur dengan cara terbaik berdasarkan hasil validasi sebelumnya.

Perhitungan :

Kadar deterjen (LAS) dari contoh ditentukan dengan kurva kalibrasi, kemudian untuk menghitung mg/l deterjen (total LAS) dalam contoh digunakan rumus sebagai berikut :

Penyesuaian volume contoh tanpa pengenceran :

$$\text{mg/l MBAS} = \frac{\mu\text{g LAS}}{\text{ml contoh yang diambil}} \quad \dots\dots(4.1)$$

atau :

$$\text{mg/l MBAS} = \frac{\text{mg LAS}}{\text{liter contoh yang diambil}} \quad \dots\dots(4.2)$$

$\mu\text{g LAS}$ (persamaan (4.1)) atau mg LAS (persamaan (4.2)) harus sudah dikoreksi dengan blanko.

mg/l MBAS dihitung sebagai LAS

Penyesuaian volume contoh dengan pengenceran

Misalkan x = konsentrasi yang diperoleh dari persamaan kurva standar (ppm)
 y = konsentrasi blanko (ppm)

Maka, konsentrasi LAS terkoreksi = $x - y = x'$ ppm

Jika faktor pengenceran = m , (misalkan diambil harga 100/80)

Maka, konsentrasi LAS sesungguhnya = $m \times (x')$ ppm = $(100/80) \times (x')$ ppm

BAB V HASIL PENELITIAN**5.1 Penentuan Akurasi dan Presisi**

Data penetapan standar untuk penentuan akurasi dan presisi serta untuk penentuan konsentrasi LAS pada Contoh disajikan pada Tabel 2 berikut :

Tabel 2. Penetapan Standar Untuk Penentuan Akurasi dan Presisi dan Untuk Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh.

Konsentrasi (ppm)	y = ΔA		y = ΔA
	620-626 nm	638-646 nm	642-652-662 nm
0,0996	0,00021	0,00045	0,00504
0,4980	0,00116	0,00231	0,02269
0,8964	0,00200	0,00388	0,03728
1,2948	0,00293	0,00574	0,05418
1,6932	0,00388	0,00757	0,07119
1,9920	0,00452	0,00885	0,08294
Persamaan Regresi	y = -9,201E-06 + 2,279E-03x	y = 1,409E-05 + 4,436E-03x	y = 1,261E-03 + 4,105E-02x
r	0,9998684	0,9997828	0,9997803
Vx0	1,21%	1,55%	1,56%
Xp	0,0701	0,0898	0,0903

Hasil pengukuran beda absorban rata-rata dan beda absorban terhadap larutan contoh untuk penentuan akurasi dan presisi serta untuk penentuan konsentrasi LAS dalam contoh dapat dilihat pada Tabel 3 sebagai berikut.

Tabel 3. Hasil Pengukuran Beda Absorban Rata-Rata (ΔA) dan Beda Absorban (ΔA) Terhadap Larutan Contoh.

Contoh	ΔA		ΔA
	620-626 nm	638-646 nm	3 λ 652 nm
Akuades	3,956E-04	7,177E-04	2,376E-03
	0,00095	0,00180	0,01138
	0,00094	0,00179	0,01316
	0,00141	0,00263	0,02068
	0,00201	0,00378	0,02973
	0,00103	0,00196	0,01646
	0,00122	0,00234	0,02036
	0,00234	0,00459	0,03861
Air PDAM	0,00466	0,00900	0,07690
	4,036E-04	9,977E-04	6,296E-03
	0,00091	0,00195	0,01719
	0,00159	0,00330	0,02983
	0,00117	0,00237	0,02262
	0,00145	0,00292	0,02748
	0,00204	0,00405	0,03842
	0,00237	0,00474	0,04296
Air Sungai	9,388E-04	1,429E-03	0,02151
	0,00158	0,00305	0,02850
	0,00351	0,00698	0,06632
	0,00459	0,00912	0,08608
	0,00446	0,00890	0,08522
	0,00410	0,00817	0,08073
	0,00457	0,00908	0,08930
Dengan Interferensi SCN ⁻	6,555E-05	3,977E-04	2,736E-03
	0,00118	0,00291	0,02746
	0,00229	0,00489	0,04636
	0,00353	0,00715	0,06722
	0,00448	0,00934	0,08738
	0,00453	0,00945	0,08764
Dengan Interferensi NO ₃ ⁻	2,996E-04	3,457E-04	2,736E-03
	0,00110	0,00212	0,02448
	0,00217	0,00431	0,04461
	0,00317	0,00630	0,06358
	0,00418	0,00832	0,08190
	0,00419	0,00830	0,08162

Tabel 4. Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,06012	0,06081	101,15	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm
2	0,12024	0,12219	101,62	250	
3	0,20040	0,20468	102,14	250	
4	0,30060	0,30998	103,12	250	
5	0,40080	0,41156	102,68	100	
6	0,50100	0,49492	98,79	100	
7	1,00200	0,98634	98,44	100	
8	2,00400	2,00426	100,01	100	
Rata-rata (%)			100,99		
Standar Deviasi			1,75		
Koefisien Variasi (%)			1,73		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,04440 ppm

Koefisien Variasi (KV) < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5. Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,06012	0,06100	101,46	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm
2	0,12024	0,12049	100,21	250	
3	0,20040	0,19625	97,93	250	
4	0,30060	0,29995	99,78	250	
5	0,40080	0,39905	99,56	100	
6	0,50100	0,48720	99,75	100	
7	1,00200	0,99199	99,00	100	
8	2,00400	1,98624	99,11	100	
Rata-rata (%)			99,60		
Standar Deviasi			1,02		
Koefisien Variasi (%)			1,02		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03966 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 6. Penentuan Akurasi dan Presisi dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)			
1	0,06012	0,05484	91,22	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm
2	0,12024	0,10916	90,78	250	
3	0,20040	0,18243	91,03	250	
4	0,30060	0,27062	90,03	250	
5	0,40080	0,36345	90,68	100	
6	0,50100	0,45847	91,51	100	
7	1,00200	0,90306	90,12	100	
8	2,00400	1,83585	91,61	100	
Rata-rata (%)			90,87		
Standar Deviasi			0,59		
Koefisien Variasi (%)			0,65		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00679 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

5.2 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh dan Selektifitas

Hasil penentuan konsentrasi LAS dapat ditabulasikan sebagai berikut :

Tabel 7. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,11604	97,51	250	konsentrasi 0,08-0,4 ppm konsentrasi 0,08-0,4 ppm
2	0,24048	0,23539	97,88	250	
3	0,48096	0,47231	98,20	100	
4	0,60120	0,59496	98,96	100	
5	0,84168	0,85383	101,44	100	
6	1,00200	1,00202	100,00	100	
Rata-rata (%)			98,83		
Standar Deviasi			1,73		
Koefisien Variasi (%)			1,75		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,04528 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 8. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm) *			
1	0,58116	0,53529	92,11	100	pengenceran 80 : 100 pengenceran 55 : 100 pengenceran 40 : 100 pengenceran 40 : 100
2	1,50300	1,37675	91,60	100	
3	2,50500	2,31446	92,39	100	
4	3,50700	3,26278	93,04	100	
5	4,50900	4,09142	90,86	100	
6	5,01000	4,61137	91,96	100	
Rata-rata (%)			91,97		
Standar Deviasi			0,77		
Koefisien Variasi (%)			0,84		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,16638 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 9. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN⁻ pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm) *			
1	0,5000	0.50041	100.08	100	pengenceran 80 : 100
2	1,0000	1.00821	100.00	100	
3	1,5000	1.54466	102.98	100	
4	2,0000	1.96148	98.07	100	
5	2,5000	2.47928	99,17	100	
Rata-rata (%)			100,06		
Standar Deviasi			1,82		
Koefisien Variasi (%)			1,82		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00820 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 10. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,45280	90,56	100	pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,92228	92,22	100	
3	1,5000	1,36104	90,74	100	
4	2,0000	1,80419	90,21	100	
5	2,5000	2,26070	90,43	100	
Rata-rata (%)			90,83		
Standar Deviasi			0,80		
Koefisien Variasi			0,88		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03387 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 11. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,11914	99,08	250	konsentrasi 0,08-0,4 ppm
2	0,24048	0,24089	100,17	250	
3	0,48096	0,47571	98,91	100	
4	0,60120	0,59971	99,75	100	
5	0,84168	0,85402	101,47	100	
6	1,00200	1,01078	100,88	100	
Rata-Rata (%)			100,04		
Standar Deviasi			1,00		
Koefisien Variasi (%)			1,00		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,05544 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 12. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,58116	0,55687	95,82	100	pengenceran 80 : 100 pengenceran 55 : 100 pengenceran 40 : 100 pengenceran 40 : 100
2	1,50300	1,44290	96,00	100	
3	2,50500	2,40671	96,08	100	
4	3,50700	3,41049	97,25	100	
5	4,50900	4,27798	94,88	100	
6	5,01000	4,79088	95,63	100	
Rata-Rata (%)			95,94		
Standar Deviasi			0,77		
Koefisien Variasi (%)			0,80		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,12759 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 13. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN⁻ pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,52531	105,06	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	1,07767	107,77	100	
3	1,5000	1,58807	105,87	100	
4	2,0000	2,08094	104,05	100	
5	2,5000	2,63218	105,29	100	
Rata-Rata (%)			105,61		
Standar Deviasi			1,38		
Koefisien Variasi (%)			1,31		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,02162 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik



Tabel 14. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,45609	91,22	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,94984	94,98	100	
3	1,5000	1,39845	93,23	100	
4	2,0000	1,85391	92,70	100	
5	2,5000	2,31175	92,47	100	
Rata-Rata (%)			92,92		
Standar Deviasi			1,37		
Koefisien Variasi (%)			1,47		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,01869 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 15. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,12456	103,59	250	konsentrasi 0,08-0,4 ppm
2	0,24048	0,24772	103,01	250	
3	0,48096	0,48966	101,81	100	
4	0,60120	0,60805	101,14	100	
5	0,84168	0,87456	103,91	100	
6	1,00200	1,04528	104,32	100	
Rata-Rata (%)			102,96		
Standar Deviasi			1,25		
Koefisien Variasi (%)			1,21		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03066 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 16. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,58116	0,55105	94,82	100	pengenceran 80 : 100 pengenceran 55 : 100 pengenceran 40 : 100 pengenceran 40 : 100
2	1,50300	1,38761	92,32	100	
3	2,50500	2,33622	93,26	100	
4	3,50700	3,36005	95,81	100	
5	4,50900	4,34662	96,40	100	
6	5,01000	4,86858	97,18	100	
Rata-Rata (%)			94,96		
Standar Deviasi			1,87		
Koefisien Variasi (%)			1,97		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,19729 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 17. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN⁻ pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,53131	106,26	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	1,08967	108,97	100	
3	1,5000	1,59791	106,53	100	
4	2,0000	2,08896	104,45	100	
5	2,5000	2,61912	104,76	100	
Rata-Rata (%)			106,19		
Standar Deviasi			1,80		
Koefisien Variasi (%)			1,70		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00898 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 18. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,48381	96.76	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,97420	97.42	100	
3	1,5000	1,43633	95.76	100	
4	2,0000	1,88262	94.13	100	
5	2,5000	2,34475	93.79	100	
Rata-Rata (%)			95,57		
Standar Deviasi			1,59		
Koefisien Variasi (%)			1,66		

Keterangan :

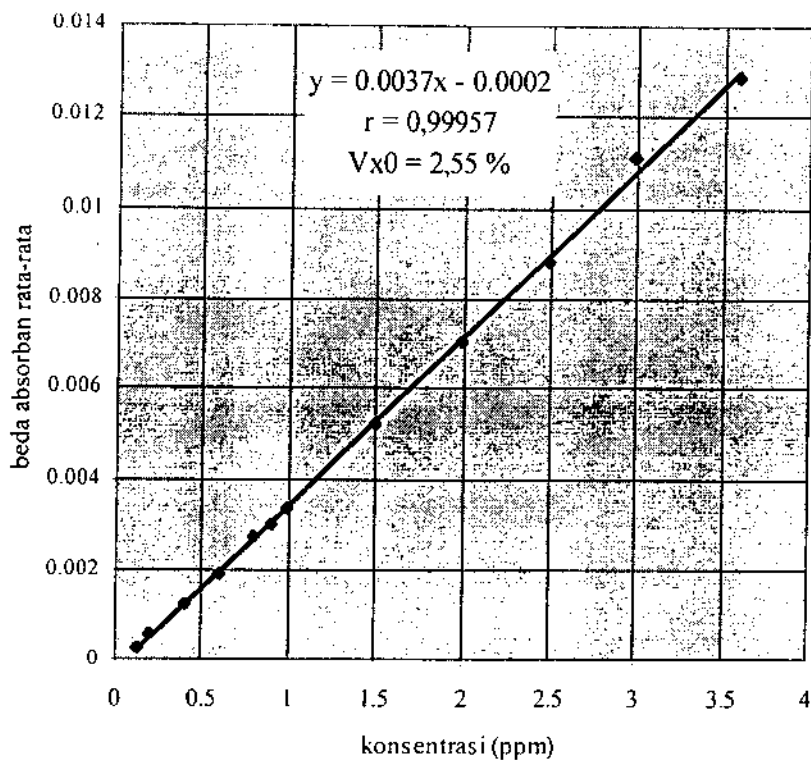
*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,08182 ppm

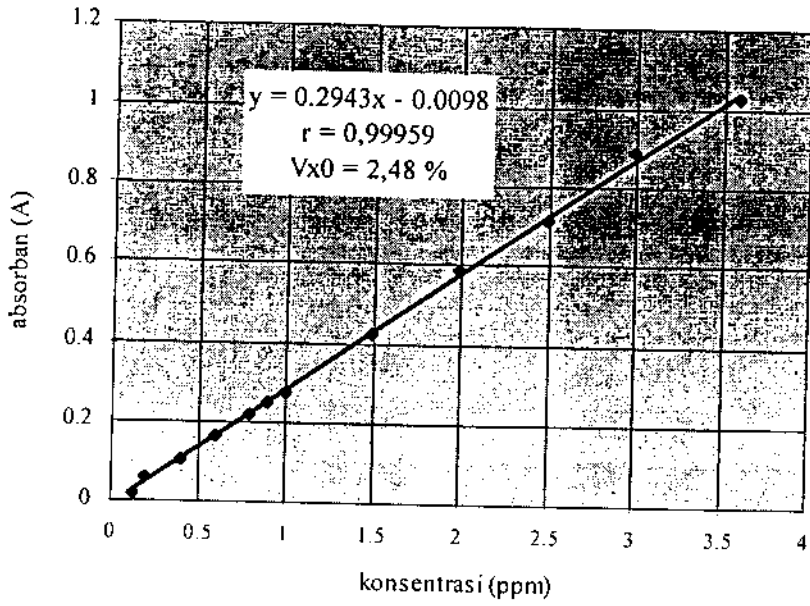
KV < 10 % : presisi dianggap baik

5.2 Pengamatan IDR

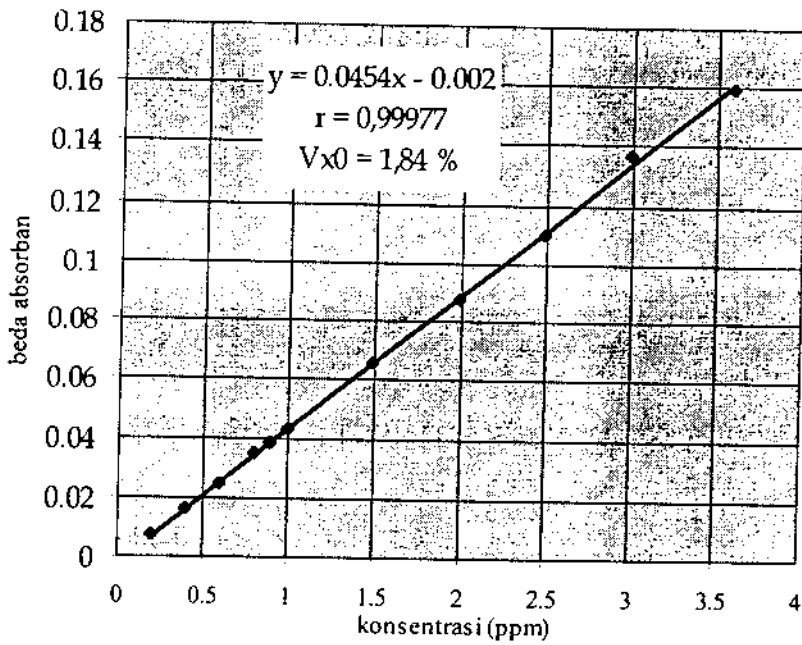
Data pengamatan IDR dapat dilihat pada Tabel 5.3. Hasil-hasil validasinya dapat dilihat pada gambar sebagai berikut.



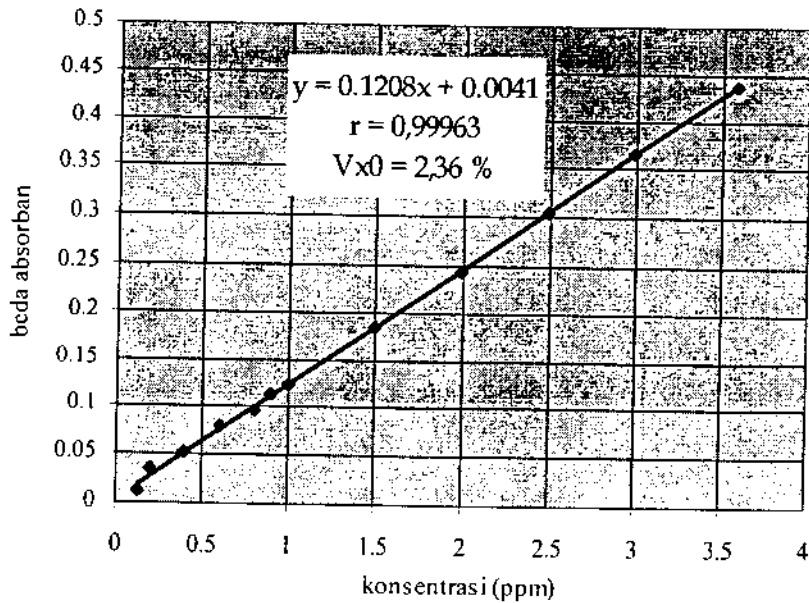
Gambar 7. Kurva IDR pada Panjang Gelombang 652 nm



Gambar 8. Kurva IDR pada Panjang Gelombang 654 nm



Gambar 9. Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 642, 652, dan 662 nm



Gambar 10. Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 644, 654, dan 664 nm

Tabel 19. Rangkuman Hasil Validasi Pada Rentang Panjang Gelombang Terpilih Terhadap Larutan Standar LAS

Rentang (nm)	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai Vx0 (%)	Xp
620 - 626	$y = -1.022313E-05 + 3.469469E-03x$	0.99981	1.45	0.0837
620 - 638	$y = -2.923004E-05 + 3.170189E-03x$	0.98788	11.71	0.6320
620 - 646	$y = -3.852994E-05 + 4.92295E-03x$	0.99973	1.73	0.0998
620 - 650	$y = -1.230009E-05 + 3.230429E-03x$	0.99969	1.87	0.1077
626 - 638	$y = -6.81148E-05 + 3.155497E-03x$	0.99964	2.01	0.1157
626 - 646	$y = -2.035097E-05 + 3.69356E-03x$	0.99971	1.81	0.1043
626 - 650	$y = 3.290687E-06 + 3.521819E-03x$	0.99971	1.79	0.1034
638 - 646	$y = 2.166186E-05 + 6.504484E-03x$	0.99978	1.56	0.0901
638 - 650	$y = 3.72525E-05 + 3.904307E-03x$	0.99973	1.74	0.1008
646 - 650	$y = 1.320449E-04 + 3.462733E-03x$	0.99963	2.06	0.1167
652 - 654	$y = -7.328958E-05 + 4.691032E-03x$	0.99518	7.34	0.4075
652 - 656	$y = -3.132269E-04 - 1.997318E-03x$	0.99967	1.91	0.1102
652 - 658	$y = -1.035464E-04 - 2.892913E-03x$	0.99956	2.20	0.1265
654 - 656	$y = -7.318199E-04 - 9.100877E-03x$	0.99488	7.44	0.4196
654 - 658	$y = -4.957517E-04 - 7.727138E-03x$	0.99716	5.63	0.3162
656 - 658	$y = -5.94441E-04 - 1.011945E-03x$	0.99668	6.09	0.3408
658 - 666	$y = -6.77634E-05 - 7.485854E-03x$	0.99967	1.90	0.1093
658 - 674	$y = 1.110531E-04 - 7.626865E-03x$	0.99954	2.25	0.1294
658 - 682	$y = 1.458782E-04 - 6.633499E-03x$	0.99942	2.54	0.1459
658 - 688	$y = 1.341851E-04 - 5.817904E-03x$	0.99942	2.53	0.1453
666 - 674	$y = 2.768058E-04 - 8.032257E-03x$	0.99944	2.50	0.1434
666 - 682	$y = 2.676678E-04 - 6.417363E-03x$	0.99934	2.71	0.1555
666 - 688	$y = 2.180506E-04 - 5.382809E-03x$	0.99936	2.66	0.1526
674 - 682	$y = 2.855589E-04 - 4.75801E-03x$	0.99898	3.38	0.1926
674 - 688	$y = 2.082752E-04 - 3.832198E-03x$	0.99922	2.94	0.1682
682 - 688	$y = 1.265178E-04 - 2.372429E-03x$	0.99936	2.67	0.1534

Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.0996$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.0996 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.0996$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)
 Nilai V_{x0} yang diarsir lebih dari 5% (tidak memenuhi syarat untuk bioanalisis, Indrayanto (1999))

Tabel 20. Rangkuman Hasil Validasi Pada Pengukuran Satu dan Tiga Panjang Gelombang Terhadap Larutan Standar LAS

λ Pengukuran (nm)	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai V_{x0} (%)	Nilai X_p
652	$y = -9.431329E-04 + 0.2208216x$	0.99969	1.85	0.1067
654	$y = 0.0124142 + 0.2591311x$	0.99874	3.75	0.2135
642, 652, 662	$y = 1.563906E-03 + 0.0509865x$	0.99978	1.56	0.0904
644, 654, 664	$y = -8.137866E-03 + 0.1018439x$	0.99872	3.77	0.2143

Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.0996$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.0996 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.0996$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)

Tabel 21. Rangkuman Hasil Validasi IDR Terhadap Larutan Standar LAS

Panjang Gelombang	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai V_{x0} (%)	Nilai X_p
620-626	$y = -9.68219E-05 + 2.4355991E-03x$	0,99985	1,48	0,0813
620-646	$y = -2.372585E-04 + 3,68383-03x$	0,99957	2,55	0,1402
638-646	$y = -2.878132E-04 + 4,996761E-03x$	0.99978	1,56	0,0904
652	$y = -1,494639E-02 + 0,2212169x$	0,99957	2,54	0,1391
654	$y = -9,831099E-03 + 0,294253x$	0,99959	2,48	0,1361
642, 652, 662	$y = -1,978747E-03 + 4,542976E-02x$	0,99977	1,84	0,1013
644, 654, 664	$y = 4,052475E-03 + 0,1207747x$	0.99963	2,36	0,1297

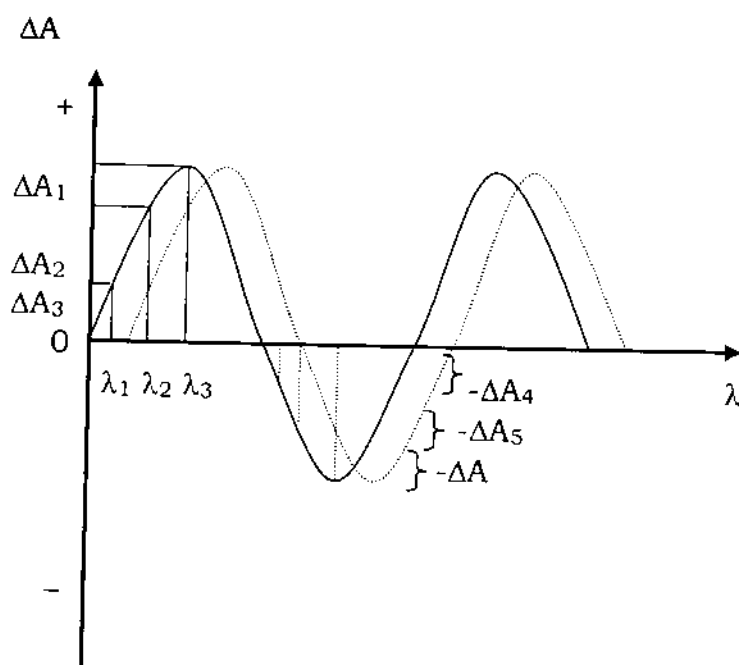
Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.1295$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.1295 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.1295$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)

6.1 Prinsip ΔA Average Measurement

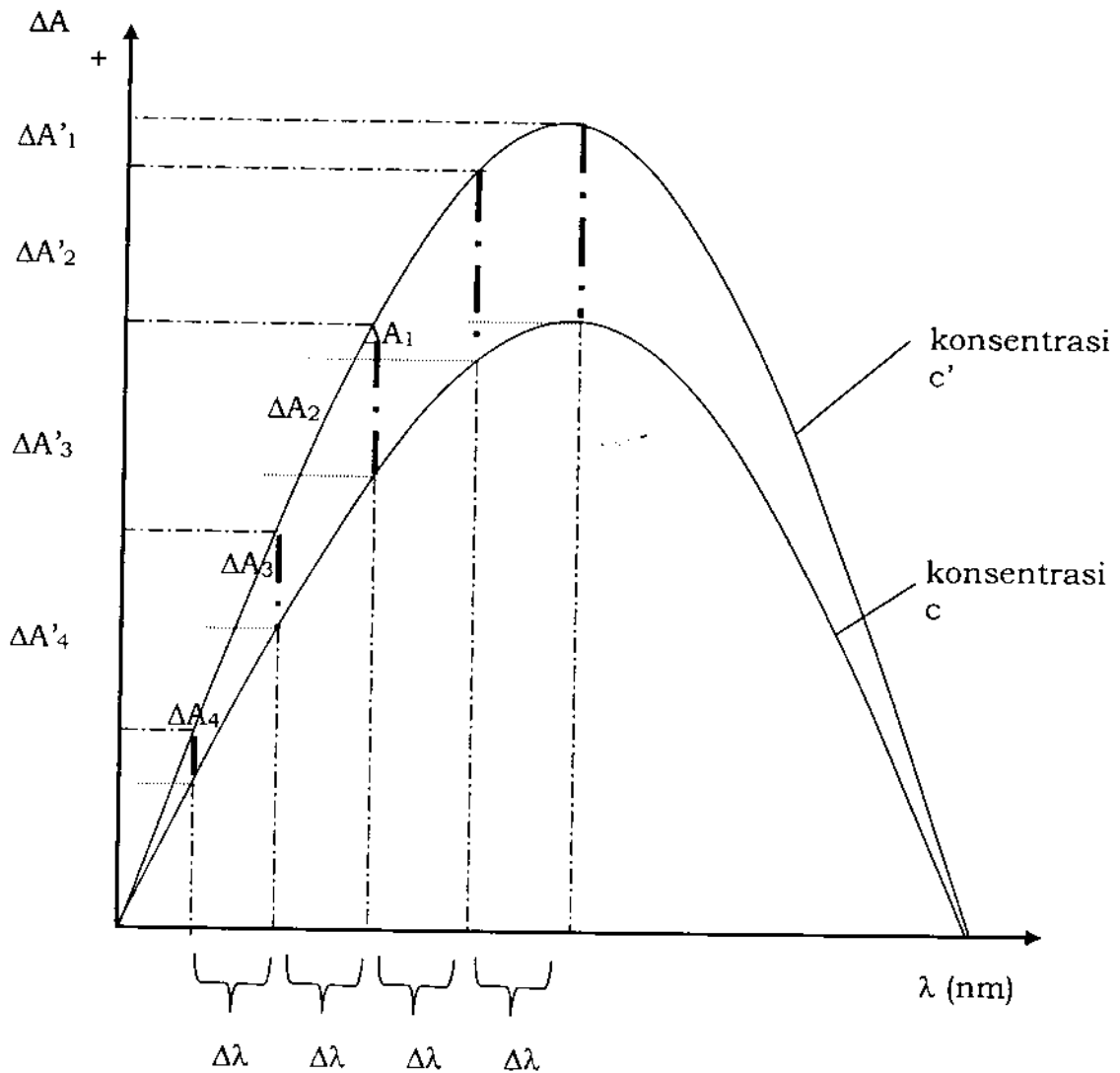
Di antara pengukuran derivatif yang tersedia pada menu Spectrophotometer UV-Vis HP-8452 A, terdapat pengukuran beda absorban rata-rata (ΔA Average Measurement) yang dinotasikan sebagai *Avg*: L_1 L_2 , di mana L adalah panjang gelombang. Cara ini dilengkapi dengan pilihan orde spektrum derivatif (1 sampai 9) dan *smoothing factor* (bilangan ganjil dari 3 sampai 21).

Secara teoritis tidak mudah menjelaskan aplikasi cara pengukuran ini, tetapi dengan sederhana dapat dijelaskan. Misalkan terdapat spektrum derivatif sebagai berikut :



Gambar 11. Contoh Kurva Hipotetik dari Suatu Spektrum Derivatif

Jika diambil setengah gelombang dari spektrum derivatif di atas maka akan diperoleh spektrum di bawah ini :



Gambar 12. Gambaran Sederhana Tentang Beda Absorban Rata-Rata

Dari Gambar terdapat kondisi di mana konsentrasi $c' > c$. Pada rentang panjang gelombang yang sama, larutan c' memberikan beda absorban yang lebih besar daripada larutan dengan konsentrasi c , sesuai dengan hukum Lambert-Beer.

Apabila diperluas maka terdapat rumusan sebagai berikut :

$$\Delta A_1' > \Delta A_1$$

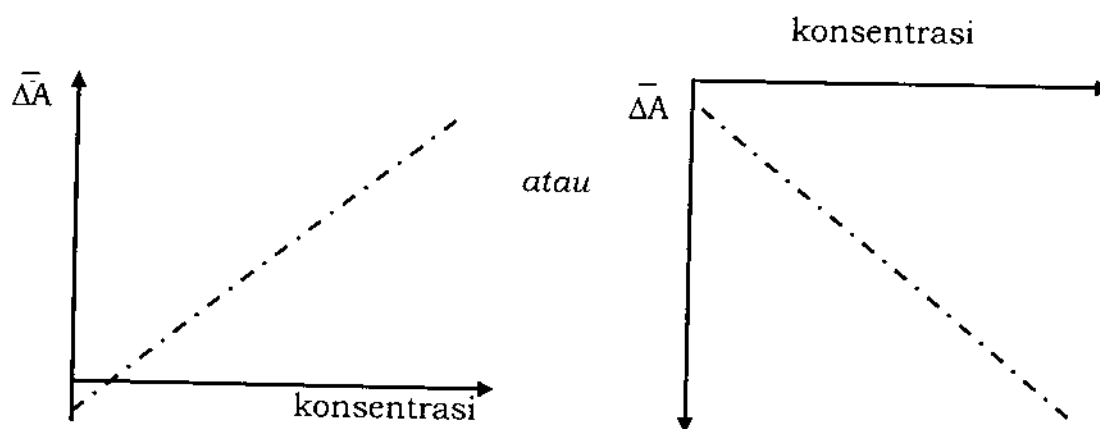
$$\Delta A_2' > \Delta A_2$$

$$\Delta A_3' > \Delta A_3$$

$$\Delta A_4' > \Delta A_4$$

$$\overline{\Delta A'} > \overline{\Delta A}$$

Dengan demikian ΔA berbanding lurus dengan konsentrasi larutan yang diukur.

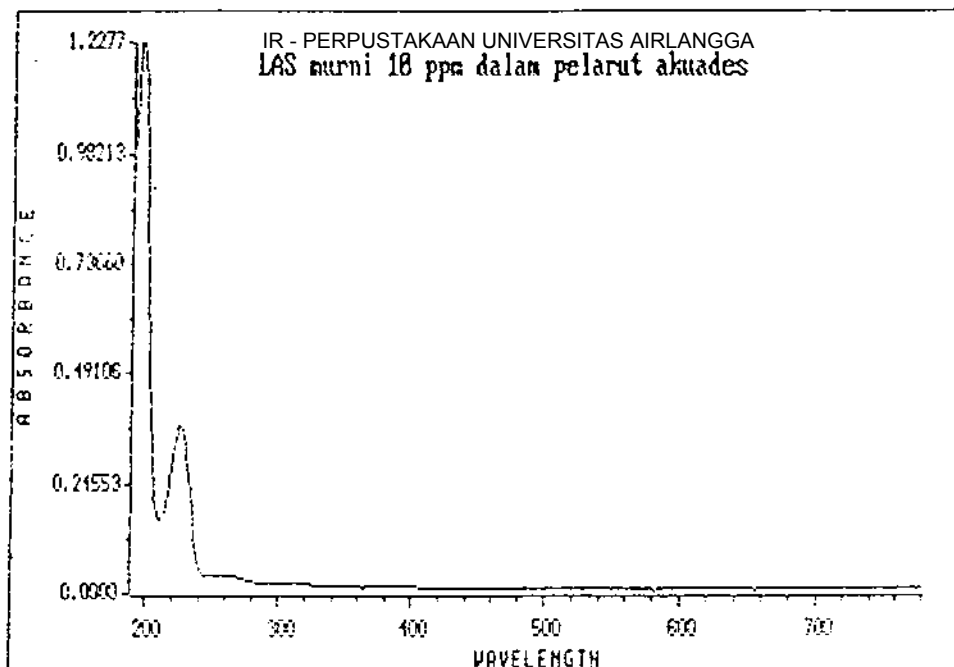


Gambar 13 ΔA Average Measurement

Pada penentuan dengan ΔA Average Measurement kurva standar juga dapat dijumpai kurva dengan slope negatif, yaitu untuk beda absorban rata-rata yang melibatkan nilai di bawah garis nol. Pada prinsipnya sama saja dengan kurva dengan slope positif karena beda absorban rata-rata dari analit juga bernilai negatif. Sehingga pada penelitian ini pada jarak rentang panjang gelombang 652-656 nm sampai 682-688 nm slope kurva yang dihasilkan negatif.

6.2 Serapan LAS

Sebelum dilakukan perlakuan terhadap LAS dengan reagen methylene blue pada penentuan zat aktif methylene blue, dilakukan pengamatan terhadap spektrum standar LAS murni. Pengamatan pada larutan standar LAS dengan konsentrasi 10 ppm dalam akuades ditunjukkan pada Gambar 6.3 di bawah ini. Dari spektrum yang terjadi terlihat bahwa LAS menunjukkan serapan maksimum pada daerah UV (190-380 nm), yaitu pada panjang gelombang 224 nm. Tidak nampak adanya serapan di daerah Visible (380-780 nm).



Gambar 14. Spektrum Basal Standar LAS 10 ppm dalam Akuades

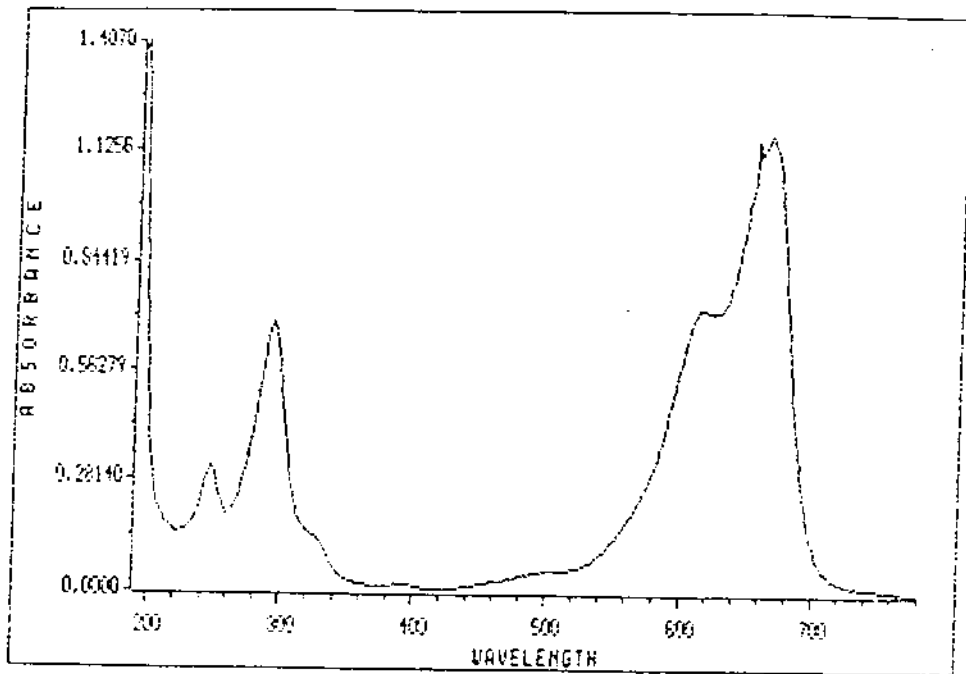
Hasil yang hampir sama telah diperoleh oleh Weber (1962) terhadap *alkylbenzenesulfonate* dan menunjukkan serapan maksimum pada daerah UV, yaitu pada panjang gelombang 225 nm. Dari penelitiannya disimpulkan bahwa golongan *alkylbenzenesulfonate* dapat dianalisis secara kuantitatif dengan cepat dan presisi yang baik pada panjang gelombang 225 nm terhadap contoh sintetik dengan pelarut air. Tetapi metode ini tidak bisa diaplikasikan pada air limbah dikarenakan banyaknya interferensi.

Analisis deterjen dengan metode spektrofotometri pada daerah UV sebenarnya lebih baru dibandingkan dengan metode-metode lain seperti metode Methylene blue, Methyl green, Meldola blue, Capri blue, Alizarin green, Alizarin blue, patent blue, crystal violet, Victoria blue, dan Azo carmin G. Hanya metode methylene blue dan methyl green yang memberikan hasil memuaskan karena pada metode-metode lain tidak terbentuk kompleks. Bahkan sekarang mulai dikembangkan analisis berdasarkan pola pelangi gelembung deterjen dengan menggunakan sakarida untuk stabilitas gelembung (Syah, 1999).

Seperti telah disebutkan bahwa metode methylene blue adalah metode yang paling populer. Sampai saat ini *Standard Method* dan seluruh prosedur analisis di laboratorium pemerintah di Indonesia masih menggunakan metode methylene blue. Tetapi sesungguhnya metode ini hanya baik diterapkan untuk analisis air minum (Franson, 1985), artinya zat interferensi yang ada kecil. Untuk contoh yang lebih kompleks dilakukan perlakuan pendahuluan untuk mengurangi interferensi.

6.3 Serapan Methylene Blue

Methylene blue menunjukkan serapan seperti nampak pada Gambar 15 berikut :

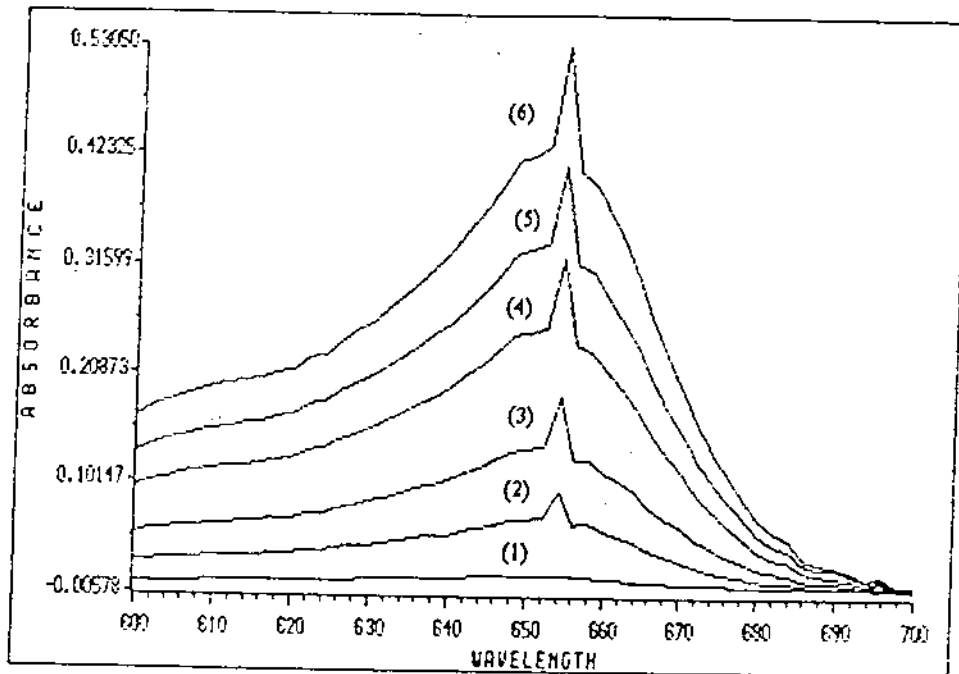


Gambar 15. Spektrum Basal Reagen Methylene Blue yang Mengandung 30 ppm Methylene Blue

Dari Gambar ditunjukkan puncak-puncak spektrum pada panjang gelombang 224 nm, 292 nm, 614 nm, 654 nm, dan 664 nm. Panjang gelombang 224 nm menunjukkan persamaan dengan spektrum standar LAS, akan tetapi pada daerah *visible* perbedaan sangat nyata terlihat. Yang menjadi perhatian dalam penelitian ini adalah adanya puncak 654 nm yang juga akan muncul pada spektrum kompleks MBAS pada analisis LAS, sementara metode standar mensyaratkan pengukuran deterjen pada panjang gelombang 652 nm.

6.4 Serapan Kompleks MBAS

Setelah memperhatikan spektrum basal individu yang berbeda antara spektrum LAS dan spektrum reagen methylene blue, maka dilakukan pengamatan pada kompleks kedua substansi melalui prosedur penyiapan contoh metode standar. Spektrum basal kompleks MBAS dapat dilihat pada Gambar 16 di bawah ini.



Gambar 16. Spektrum Basal Kompleks MBAS, dengan Konsentrasi: (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm

Dari Gambar nampak puncak tertinggi terjadi pada panjang gelombang 654 nm, sedangkan panjang gelombang 652 nm berada pada bahu dari kurva. Pembuatan spektrum dilakukan berulang-ulang, tetapi diperoleh hasil yang sama seperti tampak pada Gambar 6.5 tersebut. Berdasarkan hal ini maka dalam pengukuran LAS selanjutnya pada penelitian ini dilakukan pengujian validitas pada kedua panjang gelombang tersebut, yaitu 652 nm dan 654 nm. Selanjutnya juga dilakukan pengukuran tiga panjang gelombang dengan pusat masing-masing pada kedua panjang gelombang tersebut.

6.5 Penetapan Rentang Panjang Gelombang Pengukuran Pada Spektrum Derivatif Pertama

Pelaksanaan metode spektrofotometer dengan cara derivatif modern dengan Spectrophotometer UV-Vis HP-8452 A, dilakukan dengan menetapkan dua rentang panjang gelombang pengukuran (dinotasikan sebagai L_1 dan L_2) untuk mendapatkan beda absorban rata-rata dari contoh. Dalam hal ini menggunakan panjang gelombang maksimum dari spektrum basal (L_1) dan panjang gelombang maksimum dari spektrum derivatifnya (L_2). Pada penelitian ini langkah serupa telah ditempuh di mana $L_1 = 654 \text{ nm}$ (λ maksimum spektrum basal) dan $L_2 = 652 \text{ nm}$ (λ maksimum spektrum derivatif), namun diperoleh hasil yang kurang memuaskan, $V_{x0} = 7,34 \%$ dan $X_p = 0,4075$. Demikian juga di daerah sekitar kedua panjang gelombang ini. Misalnya rentang 654-656 nm, 654-658 nm, dan 656-658 nm, berturut-turut V_{x0} dan X_p -nya (7,44%; 0,4197), (5,63%; 0,3162) dan (6,09%; 0,3408). Satu perkecualian terjadi pada rentang 620-638 nm di mana diperoleh nilai $V_{x0} = 11,71 \%$ dan $X_p = 0,6320$. Lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 5.1 dan Tabel 5.4.

Dari hasil percobaan di atas kemudian dilakukan pilihan lain, yaitu dengan mencari rentang panjang gelombang lain berdasarkan spektrum derivatif yang dihasilkan. Dari pencarian itu ditemukan 26 rentang panjang gelombang pengukuran. Penetapan ke 26 rentang ini didasarkan pada puncak dan titik belok yang jelas menyolok yang dapat diamati pada kurva yang dihasilkan. Didasarkan pada puncak karena tumpang tindih spektrum minimum dan relatif bebas dari interferensi spektral. Sedangkan titik belok didasarkan pada perubahan serapan yang dihasilkan oleh contoh. Perubahan serapan dapat disebabkan oleh konstituen lain dalam contoh, sehingga dengan bertolak dari titik belok, perbedaan antara analit dengan pengganggu diharapkan nampak.

Berdasarkan pencarian di atas maka jarak rentang diperoleh tidak seragam dari satu ke lain rentang pengukuran. Tetapi lingkup pengukuran akan mencakup semua rentang yang menjadi perhatian. Sebagai contoh berdasarkan spektrum dari Gambar 1 pada Bab 5 jika diambil jarak rentang panjang gelombang 620 nm sampai 650 nm, terdapat titik belok yang jelas pada panjang gelombang 626 nm, 638 nm, dan 646 nm. Berdasarkan ini maka dibuat sepuluh rentang pengukuran, yaitu :

- | | |
|-----------------|------------------|
| 1. 620 – 626 nm | 6. 626 – 646 nm |
| 2. 620 – 638 nm | 7. 626 – 650 nm |
| 3. 620 – 646 nm | 8. 638 – 646 nm |
| 4. 620 – 650 nm | 9. 638 – 650 nm |
| 5. 626 – 638 nm | 10. 646 – 650 nm |

Demikian juga untuk jarak rentang panjang gelombang yang lain ditentukan serupa berdasarkan pola spektrum derivatifnya. Setelah itu dilakukan validasi terhadap semua rentang yang ada. Rangkuman hasil validasi untuk semua rentang pengukuran disajikan pada Tabel 5.

Dari hasil validasi metode dengan parameter linearitas dalam hal ini ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r), koefisien variasi fungsi (V_{x0}), dan beda signifikansi antara konsentrasi analit terkecil dan harga nol (X_p) umumnya diperoleh validitas yang baik. Nilai V_{x0} dari ke 26 rentang menghasilkan distribusi sebagai berikut, $V_{x0} \leq 2\%$ sebanyak 9 rentang pengukuran, $2\% < V_{x0} \leq 5\%$ sebanyak 12 rentang pengukuran, $5\% < V_{x0} \leq 10\%$ sebanyak 4 rentang, dan $V_{x0} > 10\%$

sebanyak satu rentang pengukuran. Dari semua rentang yang memenuhi syarat V_{x0} yang paling baik untuk analisis kuantitatif pada penelitian ini hanya ada dua daerah, yaitu rentang 620-626 nm dan rentang 638-646 nm karena X_p -nya $< 0,0996$.

Untuk koefisien korelasi (r) nilai yang diperoleh juga bervariasi. Dari Tabel 5. dapat dilihat untuk 26 rentang pengukuran nilai r terkecil adalah 0,98788 pada rentang 620-638 nm sedangkan yang terbesar adalah 0,99981 pada rentang 620-626 nm. Meskipun berdasarkan AOAC (1995) sekarang menyarankan untuk tidak memakai parameter r lagi sebagai kriteria untuk linearitas suatu kurva standar. Nilai r masih bisa dipakai sebagai pertimbangan korelasi pada analisis regresi.

Hubungan antara nilai r dan V_{x0} dari hasil penelitian ini menunjukkan bahwa semakin besar nilai r semakin kecil nilai V_{x0} . Sehingga dengan memperhatikan besarnya nilai r dari seri pengamatan akan dapat diperbandingkan nilai V_{x0} -nya. Melihat hasil yang diperoleh terhadap nilai r , berdasarkan bahasan di atas tanpa menimbang nilai V_{x0} dan X_p masing-masing, dari 26 rentang pengukuran hanya satu rentang yang tidak memenuhi persyaratan, yaitu rentang 620-638 nm. Akan tetapi validitas yang terbaik adalah jika nilai V_{x0} dan X_p -nya juga memenuhi persyaratan untuk analisis kuantitatif. Pada penelitian ini perhitungan konsentrasi analit hanya dilakukan pada rentang panjang gelombang pengukuran yang memenuhi syarat V_{x0} dan X_p .

6.6 Lineritas pada Satu Panjang Gelombang

Pengukuran dengan satu panjang gelombang dilakukan pada spektrum basal. Yang diamati adalah hubungan antara absorban sebagai fungsi dari konsentrasi standar. Panjang gelombang yang dipersyaratkan oleh metode standar adalah 652 nm. Sehingga setiap analisis rutin panjang gelombang yang digunakan selalu tetap. Pada penelitian ini serapan pada panjang gelombang 654 nm selalu lebih besar dan merupakan serapan maksimum, akan tetapi bentuk puncaknya runcing. Secara teoritis puncak yang runcing dihindari untuk analisis. Bentuk puncak yang baik untuk analisis adalah mendatar, dengan keuntungan jika terjadi pergeseran panjang gelombang pengukuran, perubahan serapan yang terjadi tidak bermakna dan penentuan harga serapan memberikan angka kecermatan dan ketelitian sampai 99,5% atau lebih (Mulja, 1995).

Pengulangan dalam pembuatan spektra selalu diperoleh hasil yang sama. Sehingga dilakukan perbandingan antara spektrum tunggal dari LAS murni, reagen methylene blue, dan kompleks MBAS. Terdapat persamaan bentuk antara spektrum methylene blue dan kompleks MBAS, yaitu bentuk runcing pada panjang gelombang 654 nm. Hal ini tidak terjadi pada spektrum serapan LAS murni. Diduga serapan pada panjang gelombang ini sebagian adalah serapan reagen methylene blue yang ikut terbawa pada larutan analit.

Dari uji validitas linearitas kedua panjang gelombang seperti tersaji pada Tabel 5.5 dalam Bab 5 terbukti bahwa nilai r , V_{x0} dan X_p pada 652 nm lebih baik daripada 654 nm. Artinya pengukuran pada 652 nm lebih valid. Tetapi nilai X_p dari keduanya, pada kondisi yang sama dengan pengukuran secara derivatif modern pada spektrum derivatif pertama, tidak memenuhi syarat analisis kuantitatif. Dengan demikian nampak bahwa pengukuran dengan derivatif modern pada

kondisi penelitian ini dapat memenuhi syarat pada saat pengukuran dengan satu panjang gelombang pada spektrum basal tidak memenuhi syarat.

Perbedaan validitas linearitas antara pengukuran pada 652 nm dan 654 nm tentunya akan menjadi perhatian. Beda panjang gelombang hanya 2 nm. Jika perubahan absorbansi sebanding dengan perubahan konsentrasi di kedua titik pada kurva spektrum, maka diharapkan pengukuran pada 654 nm menghasilkan validitas yang sama. Dan jika serapan pada 654 nm dianggap suatu komponen yang lain, maka hasil validitas keduanya tidak akan memuaskan. Berdasarkan penelitian Zainuddin (1999), perbedaan panjang gelombang ± 15 nm tidak memberikan hasil yang memuaskan terhadap dua komponen.

6.7 Linearitas dengan Pengukuran pada Tiga Panjang Gelombang

Pengukuran dengan tiga panjang gelombang tetap mempergunakan spektrum basal yang sama dengan pengukuran pada satu panjang gelombang. Bedanya adalah yang menjadi respon detektor atau sumbu y pada sistem koordinat Cartesian adalah beda absorbansi (ΔA). Pada Gambar 2.2 dalam Bab 2 dapat dilihat susunan dari tiga panjang gelombang yang digunakan, yaitu $\lambda_3 - \lambda_2 - \lambda_1$. Terdapat dua pengamatan yang dilakukan pada penelitian ini. Dengan menggunakan susunan yang sama panjang gelombang tersebut adalah: pertama, 642 – 652 – 662 nm; dan kedua, 644 – 654 – 664 nm.

Hasil validasi linearitas pekerjaan ini disajikan pada Tabel 6. Nampak bahwa nilai r , V_{x0} , dan X_p panjang gelombang 642 – 652 – 662 nm berturut-turut 0,99978, 1,56 %, dan 0,0904 lebih baik daripada panjang gelombang 644 – 654 – 664 nm yang berturut-turut 0,99872, 3,77 %, dan 0,2143. Bahkan nilai X_p pada pengukuran pertama memenuhi syarat untuk analisis kuantitatif.

6.8 Validasi dengan Parameter IDR

Dari uji linearitas pada standar LAS (Tabel 7), diketahui untuk derivatif modern ada 2 rentang panjang gelombang yang X_p -nya memenuhi syarat, 620-626 nm dan 638-646 nm dan 1 rentang panjang gelombang yang X_p -nya sedikit lebih besar daripada konsentrasi minimum (0,09982 berbanding dengan 0,09960). Sebagai pembandingan uji linearitas dilakukan pada semua pengukuran dengan satu panjang gelombang dan tiga panjang gelombang. Sehingga semua ada tujuh pekerjaan validasi dengan parameter IDR.

Hasilnya hanya rentang 620-626 nm dan 638-646 nm serta pengukuran tiga panjang gelombang 642-652-662 nm yang X_p -nya tetap memenuhi syarat untuk analisis kuantitatif. Sehingga uji validasi dengan parameter akurasi dan presisi hanya dilakukan untuk ketiga cara pengukuran ini. Dari hasil uji IDR ini dapat dinyatakan bahwa cara derivatif modern dan tiga panjang gelombang telah menunjukkan linearitas yang lebih baik daripada pengukuran dengan satu panjang gelombang dengan spektrum basal asal yang sama.

6.9 Hasil Penentuan Presisi dan Akurasi

Kriteria uji presisi ditunjukkan dengan harga KV, di mana umumnya presisi yang baik jika KV < 2%. Untuk analisis bahan alam dan bioanalit harga KV di bawah $\pm 10\%$ sudah memadai (Buicks, 1990). Hasil uji validasi dengan parameter presisi dan akurasi dapat dilihat pada Tabel 10, 11 dan 12 pada Bab 5. Terlihat bahwa semua metode yang diterapkan memiliki presisi yang baik (KV < 10%) bahkan di bawah 2%. Artinya konsentrasi hasil perhitungan mengumpul pada daerah nilai yang sempit.

Sedangkan untuk akurasi kriteria uji dicerminkan oleh % recovery yang dihasilkan. Akurasi yang baik artinya konsentrasi hasil perhitungan dekat dengan konsentrasi LAS sebenarnya pada analit. Hasil menunjukkan recovery pada rentang 620-626 nm sebesar 100,99%, pada rentang 638-646 nm 99,60% dan dengan pengukuran pada tiga panjang gelombang 642-652-662 nm sebesar 90,87%.

6.10 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh

Hasil penentuan konsentrasi LAS pada contoh air minum PDAM dan air sungai disajikan pada Tabel 13 berturut-turut sampai Tabel 24. Dari hasil-hasil yang diperoleh dapat dilihat harga % recovery, SD, KV yang menyertai setiap pengukuran, yang dapat menggambarkan keadaan setiap contoh yang diukur.

Secara fisika dan kimia air PDAM dan air sungai menunjukkan perbedaan. Air PDAM telah mengalami perlakuan dan telah memenuhi persyaratan Depkes sehingga siap dijadikan sumber air minum. Sementara air sungai kondisinya sangat tergantung dari kondisi lingkungan air sungai yang bersangkutan. Penentuan konsentrasi LAS pada air minum PDAM pada rentang 620-626 nm dan 638-646 nm memberikan recovery masing-masing 98,83% dan 100,04%. Sementara pengukuran pada tiga panjang gelombang sebesar 102,96%. Penentuan konsentrasi LAS pada contoh air sungai menghasilkan *recovery* yang kurang baik, berturut-turut 91,97%, 95,94% dan 94,96%. Sedangkan presisi tetap baik, yang menunjukkan bahwa prosedur yang dipakai sudah baik. Recovery berkaitan dengan berapa besar LAS dalam bentuk MBAS yang dapat terukur oleh suatu metode pengukuran. Dalam hal ini berbagai pengaruh dapat terjadi dalam suatu contoh, salah satunya interaksi kimia antara analit dengan zat-zat pengganggu yang mana pada air sungai relatif lebih banyak dan rumit. Sedangkan pada air PDAM terbatas jumlahnya, sehingga efek interferensi relatif kecil.

6.11 Selektifitas dengan Adanya Interferensi Anion SCN^- dan NO_3^-

Penelitian interferensi anion-anion ini telah lama dilakukan terhadap metode methylene blue (Moore, 1956) namun belum dapat teratasi dengan metode methylene blue dalam metode standar yang digunakan sekarang (Franson, 1985). Hasil penelitian terdahulu menunjukkan bahwa anion SCN^- dengan konsentrasi 40 ppm dalam larutan analit menghasilkan recovery penentuan konsentrasi LAS sebesar 155 %. Sementara anion NO_3^- dengan konsentrasi 10 ppm menghasilkan recovery 111 %.

Dengan penerapan konsentrasi pengganggu yang sama terhadap contoh deterjen ditunjukkan pengaruh interferensi latar belakang dapat dikurangi. Secara lengkap disajikan dalam Tabel 13 sampai 14 pada Bab 5. Dapat dilihat recovery penentuan konsentrasi LAS dengan interferensi anion SCN^- , dengan cara derivatif modern, berkurang menjadi 100,06%-105,06%. Artinya kesalahan positif dapat dikurangi pada interferensi anion SCN^- . Sementara dengan interferensi anion NO_3^- berkurang menjadi 90,83% - 92,92%, hasilnya kurang memuaskan karena hasilnya negatif (-9,17% sampai -7,08% dari angka 100%) yang sebelumnya (+11% dari angka 100%). Hasil ini menunjukkan bahwa kompleks MBAS terukur yang berasal dari LAS menurun dengan adanya interferensi anion NO_3^- . Ini berarti interferensi anion NO_3^- besar dalam hal pembentukan kompleks MBAS non-LAS, tetapi spektralnya terpisah tegas sehingga recovery kompleks MBAS dari LAS relatif kecil.

Recovery LAS pada pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm, dengan interferensi anion SCN^- turun menjadi 106,19%, dan dengan interferensi NO_3^- menjadi 95,57%. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode *ΔA Average measurement* memberikan recovery yang baik dalam pengatasan anion SCN^- tetapi masih belum memuaskan dengan interferensi anion NO_3^- .

7.1 Kesimpulan

Dari penelitian ini diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

Dengan cara derivatif modern (*ΔA Average Measurement*) pada spektrofotometri UV-Vis, validitas terbaik dihasilkan pada rentang panjang gelombang 620-626 nm dan 638-646 nm. Sementara validitas yang baik juga dihasilkan pada pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm. Recovery yang dihasilkan berturut-turut 100,99%, 100,04% dan 90,87%. Sedangkan koefisien variasinya berturut-turut 1,73%, 1,02% dan 0,64%. Hasil ini lebih baik daripada metode standar dengan pengukuran pada satu panjang gelombang 652 nm.

7.2 Saran

Disarankan untuk menerapkan cara pengukuran ini pada contoh dengan jenis interferensi yang lebih banyak.

DAFTAR PUSTAKA

Anonymous, 1990. Baku Cara Uji Air Limbah Di Jawa Timur. Surabaya: Biro Bina Kependudukan dan Lingkungan Hidup, Sekretariat Wilayah/Daerah Tingkat I Jawa Timur. Hal. 188-190.

_____, 1993. Petunjuk Pemeriksaan Deterjen, edisi ke-2. Jakarta: Pusat Laboratorium Kesehatan, Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Hal. 157-161.

_____, 1994. Baku Mutu Limbah Cair. Dalam Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Timur No. 136 Tahun 1994 Tentang Baku Mutu Limbah Cair Bagi Industri atau Kegiatan Usaha Lainnya di Jawa Timur. Hal. 43.

_____, 1996. Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Timur Nomor 40 dan 41 Tahun 1996 Tentang Baku Cara Pengambilan Contoh Air dan Limbah Cair Di Propinsi Daerah Tingkat I Jawa Timur dan Baku Cara Uji Air Limbah dan Limbah Cair Di Propinsi Daerah Tingkat I Jawa Timur. Surabaya: Sekretariat Wilayah Daerah Tingkat I. Hal. 51-52.

Beyer H, Walter W, 1996. Soaps and Syntetic Detergents. In Handbook of Organic Chemistry. Great Britain: Prentince Hall Europe. p 246-250.

Budavari S, O'Neil MJ, Smith A, Heckelman PE, 1989. The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals, 11th edition. Rahway, N.J.: Merck & Co., Inc. p 954.

Buicks AR, Doig MV, Jeal SC, Land GS, McDowall RD, 1990. *Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis*: 8:629-637.

Connel DW, Miller GJ, 1995. Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran, Koestoer (penerjemah). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press). Hal. 330-336.

Cunniff P (editor), 1995. Official Methods of Analysis of AOAC International, 16th edition. Virginia: AOAC International. pp. xvii-xviii.

Dean JA, 1987. Handbook of Organic Chemistry. Singapore: McGraw-Hill Book Co. p. 1-291.

Franson MAH, 1985. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16th edition. Washington: American Public Health Association. p 577-589.

Harris LG, Howell JA, Sutton RE, 1996. UI ⁹⁵ and Light Absorption Spectrophotometry. *Anal. Chem.*:68(12):172R-175R.

Hartmann C, Massart DL, McDowall RD, 1994. An analysis of the Washington Conference Report on bioanalytical method validation. *J. of Pharm. & Biomed. Analysis*:12(11):1337-1343.

- Indrayanto G, 1999. Validasi Metode pada Analisis dengan Kromatografi. Dalam Materi Kursus GC (Tim Penyusun : Yuwono M, Mulja M, dan Indrayanto G). Surabaya: Unit Layanan Konsultasi, Pengujian dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga. Hal. 55-63.
- Kirk-Othmer, 1983. Surfactants and Detergent Systems. In Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd edition, Volume 22. New York: John Wiley & Sons, Inc. pp 332-432.
- Manahan SE, 1994. Environmental Chemistry, 6th edition. Boca Raton: Lewis Publishers. pp 179-200.
- Moore WA, Kolbeson RA, 1956. Determination of anionic detergents in surface waters and sewage with Methyl Green. *Anal. Chem.* 28:161.
- Morrison RT, Boyd RN, 1987. Organic Chemistry, 5th edition. Boston: Allyn and Bacon. pp 1270-1271.
- Mulja M, 1998. Persyaratan Umum Laboratorium Kimia Analisis Sesuai dengan US-GLP, UK-Namas dan ISO-Guide 25 dalam makalah pada acara sasehan dalam rangka memperingati HUT Labfor Polri Cabang Surabaya yang ke-41. Surabaya.
- Mulja M, Suharman, 1995. Analisis Instrumental. Surabaya: Airlangga University Press. Hal. 6-60.
- Reynolds JFE, (ed), 1996. Soaps and Other Anionic Surfactants. In Martindale: The Extra Pharmacopoeia, 31st edition. London: Royal Pharmaceutical Society. pp 1533-1534.
- Schwarzenbach RP, Gschwend PM, Imboden DM, 1993. Environmental Organic Chemistry. New York: John Wiley & Sons, Inc. pp 37-40.
- Syah Y, 1999. Pengaruh Sakarida Pada Analisis Deterjen Berdasarkan Pola Pelanginya. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga*, 4:57-60.
- Tolgyessy J, Pitter P, Piatrik M, and Prousek J, 1993. The Chemistry of Water. In Chemistry and Biology of Water, Air and Soil: Environmental Aspects (Tolgyessy J, (ed)). Amsterdam: Elsevier. pp 14-325.
- USP-XXIII, 1995. United States Pharmacopial Convention Inc. pp 1982-1984.
- Weber WJ, JC Morris, W. Stumm, 1962. Determination of alkylbenzenesulfonate by ultraviolet spectrophotometry. *Anal. Chem.* 34:1844-1845.
- Zainuddin M, 1999. Pengaruh selisih panjang gelombang maksimal antar komponen terhadap ketepatan analisis kuantitatif campuran bikomponen secara spektrofotometris dengan teknik persamaan simultan. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga*, 4:67-71.

Kateman G, Buydens L, 1993. *Quality Control in Analytical Chemistry*, 2nd edition. New York: John Wiley & Sons, Inc. pp 104-110.