

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Adanya pengaruh variabel tertentu terhadap sublimasi maka penelitian ini dikondisikan sebagai berikut:

- a. Variabel yang dinilai adalah persentase surfaktan yang terambil.
- b. Variabel bebas yaitu ukuran tabung pembuat gelembung
- c. Variabel yang dikonstantakan yaitu konsentrasi surfaktan awal, kecepatan aliran udara.

Surfaktan yang terambil konsentrasinya diukur dengan analisis Bahan Aktif Metilen Biru dengan spektrofotometri UV-Vis, dan analisis kualitatif dengan melalui pengukuran tegangan permukaan relatif terhadap air.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

1. Alat-alat gelas
2. Perangkat alat sublimasi
3. Neraca analitik
4. Perangkat alat pengukur tegangan permukaan
5. Spektrometri 20 Milton Roy
6. Alat penghasil udara
7. Tabung pembuat gelembung

3.1.2. Bahan

1. Surfaktan Alkil Benzena Sulfonat (ABS)
2. Etil asetat
3. Metilen biru 30 ppm
4. Kloroform
5. Asam sulfat 6N
6. $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
7. Akuades
8. Larutan pencuci fosfat

3.2. Cara Kerja

3.2.1. Preparasi bahan

- a. Metilen biru 30 ppm

Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 mL akuades. 30 mL dipindahkan kedalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan 500 mL akuades, 40 mL H_2SO_4 6N dan 50 gram $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ diencerkan hingga tanda batas.

- b. Larutan pencuci fosfat

Sebanyak 20 mL H_2SO_4 6N dimasukkan kedalam labu takar 500 mL yang telah berisi 250 mL akuades. 25 mg $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan diaduk hingga larut.

Diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

3.2.2. Proses Sublasi

- Seperangkat alat sublasi disusun seperti gambar pada lampiran.
- Larutan surfaktan ABS 1000 ppm dialirkan perlahan-lahan didalam tabung sublator.
- Sebanyak 50 mL etil asetat dialirkan perlahan-lahan melalui dinding tabung hingga membentuk lapisan diatas larutan ABS.
- Udara dialirkan kedalam tabung sublator melewati larutan etil asetat yang berada pada tabung yang lain. Proses sublasi dilakukan selama 10 menit setelah itu etil asetat yang ada didalam tabung sublator ditampung ke dalam beaker glass.
- Dilakukan sublasi tiga kali dengan penambahan etil asetat masing-masing 50 mL menggunakan tabung pembuat gelembung dengan volume 11,19 cm³ dan 21,98 cm³.
- Fasa etil asetat ditampung dan dikumpulkan.

3.2.3. Penentuan persentase surfaktan yang diperoleh

- Hasil sublasi diuapkan hingga tinggal residu surfaktan.
- Residu surfaktan ditimbang dan dihitung recovery.

3.2.4. Analisis bahan aktif metilen biru

3.2.4.1. Pembuatan kurva kalibrasi

- Surfaktan MBAS dilarutkan dalam 100 mL akuades dengan konsentrasi 25, 50, 75, 100, 125 ppm.

- Larutan dipindahkan ke dalam corong pisah dan dinetralkan, ditandai dengan indikator pp.
- Sebanyak 25 mL metilen biru dan 10 mL kloroform dimasukkan ke dalam corong pisah.
- Corong pisah digoncangkan selama 30 detik.
- Lapisan bawah (lapisan kloroform) dipisahkan dan fasa air diekstrak kembali dengan kloroform 10 mL sebanyak dua kali.
- Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan larutan pencuci fosfat.
- Ekstrak kloroform diambil 2,5 mL, dipindahkan ke dalam labu takar 25 mL, diencerkan dengan kloroform hingga tanda batas.
- Absorbansi diukur pada $\lambda = 652 \text{ nm}$ dengan Spektronic 20.

3.2.4.2. Penentuan konsentrasi MBAS

- Residu surfaktan dilarutkan dengan akuades hingga 1000 mL.
- Konsentrasi larutan tersebut ditentukan dengan perlakuan seperti point 3.2.4.1.

3.2.5. Penentuan tegangan permukaan

- Alat pengukur tegangan permukaan dapat dilihat pada lampiran.
- Larutan akuades dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
- Di catat tinggi kenaikan akuades di dalam pipa kapiler.
- Larutan sample dimasukan ke dalam erlenmeyer
- Di catat tinggi kenaikan larutan sample di dalam pipa kapiler.

BAB IV

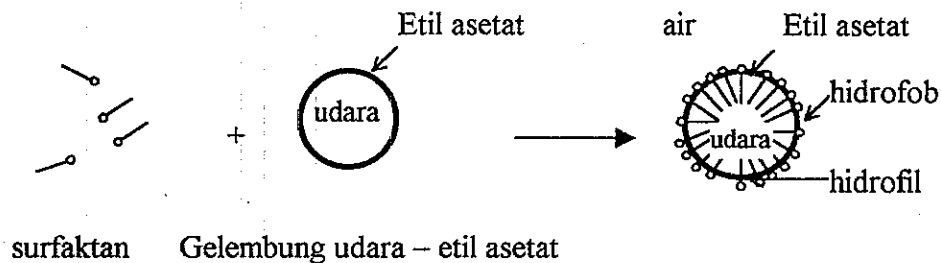
HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode sublimasi sebagai salah satu cara yang efektif untuk mengatasi masalah surfaktan, karena metode sublimasi dapat memisahkan semua jenis surfaktan dan relatif bebas dari senyawa lain. Dalam metode sublimasi biasanya digunakan gas N_2 sebagai gas pembentuk gelembung, karena dalam udara mengandung 78,16 % N_2 dan 20,9 % O_2 , maka dalam penelitian ini dicoba untuk menggunakan udara yang relatif mudah didapatkan sebagai pembentuk gelembung yang akan mengadsorpsi surfaktan.

Laju alir udara diatur tidak terlalu besar, hal ini dimaksudkan agar proses adsorpsi surfaktan pada antar muka gelembung udara-etil asetat dapat terjadi dengan lebih baik, karena jika laju alir udara terlalu besar maka akan terjadi pergolakan yang hebat pada tabung sublimator yang mengakibatkan surfaktan akan terlarut kembali ke dalam larutan sampel.

4.1. Proses Sublimasi

Pada proses sublimasi surfaktan terjadi adsorpsi fisik, surfaktan teradsorpsi pada antar muka gelembung udara-etil asetat tanpa membentuk ikatan baru. Mekanisme adsorpsi surfaktan pada gelembung udara-etil asetat dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



Gambar 4.1. Adsorpsi Surfaktan pada Gelembung gas Udara-etil asetat

Surfaktan memiliki dua gugus hidrofob dan hidrofil. Gugus hidrofob berinteraksi dengan udara, sedangkan gugus hidrofil berinteraksi dengan fasa air dan etil asetat. Udara yang mengandung N_2 dan O_2 dimana keduanya bersifat non polar, menyebabkan gelembung udara-etil asetat dapat mengadsorpsi surfaktan.

Hasil terlihat pada tabel 4.1. dibawah ini.

Tabel 4.1. Recovery dan tegangan permukaan surfaktan sebelum dianalisis dengan MBAS

Volume tabung pembuat gelembung (cm^3)	Berat Surfaktan (gr)	Recovery (%)	Tegangan permukaan (dyne/cm)
11,19	0,201	20,1	60,80
21,98	0,290	29,0	54,10

4.2. Analisis Bahan Aktif Metilen Biru

Sebelum dilakukan analisis MBAS, surfaktan hasil sublimasi dipisahkan dulu dari fasa etil asetat dengan penguapan pada suhu 70 – 80 °C, residu kemudian dilarutkan kembali. Hasil dapat dilihat pada tabel 4.2. dibawah ini:

Tabel 4.2 Recovery surfaktan dengan analisis MBAS

Volume tabung pembuat gelembung (cm ³)	Konsentrasi Surfaktan (ppm)	Recovery (%)
11,19	75,80	7,58
21,98	100,65	10,06

Dari tabel 4.1. dan 4.2. terlihat recovery analisis MBAS lebih kecil jika dibandingkan dengan recovery tanpa MBAS. Hal ini disebabkan karena masih adanya pengotor yang terdapat dalam residu sehingga menambah berat dari surfaktan, Tetapi untuk analisis dengan MBAS, surfaktan akan membentuk kompleks dengan metilen biru, yang kemudian ekstrak kloroform yang mengandung kompleks surfaktan-metilen biru dengan pencucian fosfat untuk melarutkan bahan-bahan selain surfaktan, sehingga surfaktan yang terukur relatif bersih.

Untuk volume tabung pembuat gelembung lebih besar menghasilkan recovery besar pula (diameter pori sama), hal ini dikarenakan semakin besar volume tabung pembuat gelembung maka gelembung yang dihasilkan semakin

banyak, sehingga semakin banyak pula surfaktan yang teradsorpsi pada gelembung udara-etil asetat.

Recovery hasil penelitian relatif sedikit, hal ini disebabkan karena tekanan dari udara sebagai gas pembawa tidak mampu membawa etil asetat, sehingga gelembung yang terbentuk hanya gelembung udara. Gelembung udara-etil asetat lebih kuat dari pada gelembung udara tanpa etil asetat, dikarenakan gelembung udara tidak elastis sehingga mudah pecah sebelum mencapai larutan etil asetat sebagai larutan penangkap gelembung-gelembung yang telah mengadsorpsi surfaktan.

Pengaruh tekanan terhadap hasil sublimasi dapat dijelaskan juga dengan persamaan dibawah ini.

$$P = n_u \cdot m_b \cdot \bar{V}^2$$

Tekanan berbanding lurus dengan jumlah molekul yang dihasilkan (n_u). semakin besar tekanan maka semakin banyak pula surfaktan yang teradsorpsi, tetapi pada tekanan yang terlalu besar, surfaktan yang memiliki gugus hidrofob dan hidrofil akan mengemulsi etil asetat.

4.2.3. Pengukuran Tegangan Permukaan

Salah satu sifat dari surfaktan adalah dapat menurunkan tegangan permukaan relatif terhadap air, sehingga tegangan permukaan dapat dijadikan analisis kualitatif terhadap sampel hasil proses sublimasi.

Semakin banyak kandungan surfaktan maka semakin kecil tegangan permukaannya. Penurunan tegangan permukaan yang terendah terjadi pada saat

CMC (Critical Micelle Concentration), dimana surfaktan sudah bergabung membentuk misel.

Pada saat surfaktan ditambahkan ke dalam air, surfaktan akan berada dipermukaan antara air dan udara, sehingga gugus hidrofil pada surfaktan mengikat air dan gugus hidrofob mengikat udara, akibatnya tegangan permukaan akan turun.

Penurunan tegangan permukaan dengan adanya surfaktan dapat dilihat dari hasil penelitian, untuk konsentrasi surfaktan 75,80 ppm tegangan permukaannya 60,80 dyne/cm, sedangkan untuk konsentrasi surfaktan 100,65 ppm tegangan permukaannya 54,10 dyne/cm.

