

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Metode yang diterapkan dalam pengambilan kembali surfaktan dari larutan detergen ini menggunakan metode sublimasi. Variabel yang dinilai meliputi konsentrasi surfaktan sebelum dan hasil pada proses sublimasi, tegangan permukaan serta kadar COD. Variabel bebas yang digunakan adalah jenis produk detergen dan konsentrasi larutan detergen, sedangkan variabel tetapnya adalah tekanan gas N<sub>2</sub> dan komposisi garam.

#### **3.1 Metode Analisis**

Analisis penelitian ini menggunakan dua jenis analisa yaitu kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan menentukan jenis surfaktan dan menentukan spektra surfaktan hasil sublimasi dengan menggunakan spektrofotometer FTIR. Analisis kuantitatif dengan menggunakan metode MBAS, yaitu pengukuran konsentrasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, pengukuran tegangan permukaan dan kadar COD.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat-alat**

Alat-alat yang digunakan yaitu meliputi gelas beaker pyrex 100mL dan 250mL, gelas ukur pyrex 10mL dan 25mL, labu takar 10mL, 100mL, 500mL dan 1000mL, erlenmeyer 250mL, corong pemisah. Selain itu digunakan peralatan lainnya seperti seperangkat alat sublimasi, seperangkat alat pengukur tegangan permukaan,

neraca analitik digital Mattler AT-200, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1201 dan spektrofotometer FTIR Shimadzu 8210PC.

### **3.2.2 Bahan-bahan**

Bahan-bahan yang diperlukan meliputi larutan detergen, metilen biru,  $H_2SO_4$  p.a 1 dan 6N, NaOH p.a 1N, NaCl,  $NaHCO_3$ ,  $NaH_2PO_4 \cdot 1H_2O$ , indikator pp, etil asetat teknis, kloroform teknis, dan gas nitrogen.

## **3.3 Prosedur Kerja**

### **3.3.1 Penyediaan Larutan**

#### **1. Larutan Detergen**

Pembuatan larutan detergen dengan variasi konsentrasi 100, 200, 300, 400 dan 500 ppm.

#### **2. Larutan Metilen biru 30 ppm**

Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 mL aquades. Diambil 30 mL dan dipindahkan kedalam labu ukur 1000 mL ditambahkan 500 mL aquades, 50 mL  $H_2SO_4$  6N dan 50 g  $NaH_2PO_4 \cdot 1H_2O$ . Pengenceran dengan aquades hingga tanda batas.

#### **3. Larutan pencuci fosfat**

Sebanyak 50 mL  $H_2SO_4$  6N ditambahkan kedalam labu takar 1000 mL yang telah berisi 500 mL aquades. Larutan ditambah 50 g  $NaH_2PO_4 \cdot 1H_2O$  dan diaduk hingga larut. Pengenceran dengan aquades hingga tanda batas.

### 3.3.2 Analisa Bahan Aktif Metilen Biru

#### 1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

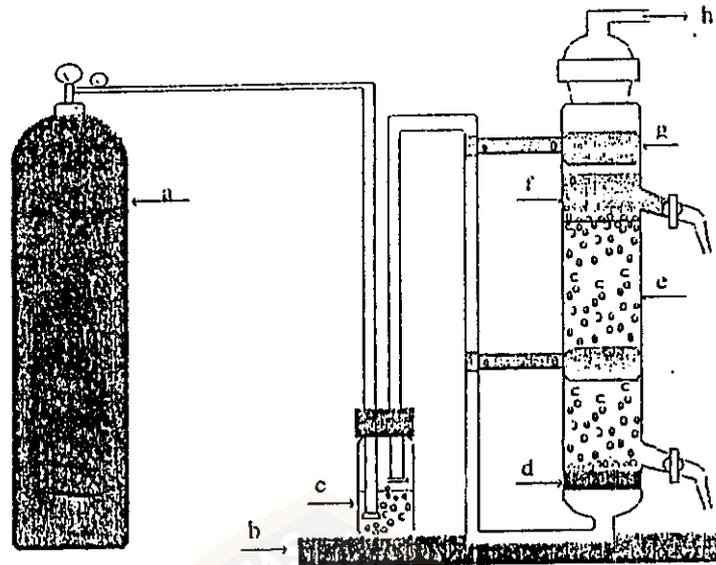
Dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis diukur absorbansi surfaktan ABS standar 1 ppm pada range panjang gelombang 650-660 nm. Kemudian ditentukan panjang gelombang maksimum.

#### 2. Pembuatan Kurva Kalibrasi MBAS

Surfaktan ABS standar dibuat pada konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 dan 2 ppm pada labu takar 100 mL. Masing-masing larutan dipindahkan ke dalam corong pisah dan dinetralkan ( ditandai dengan penambahan indikator pp 2-3 tetes, kemudian ditambah NaOH 1 N sehingga larut berwarna merah muda dan warna merah muda dihilangkan oleh beberapa tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N). Sebanyak 25 mL larutan metilen biru dan 10 mL kloroform ditambahkan ke dalam corong pisah dan dikocok selama 30 detik. Lapisan kloroform dipisahkan dari fasa air dan fasa air diekstrak kembali dengan 10 mL kloroform baru sebanyak 2 kali. Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan 20 mL larutan pencuci fosfat sebanyak 3 kali. Ekstrak kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum dari **point 3.3.2.1**.

### 3.3.3 Proses Sublasi

Seperangkat alat sublasi disusun seperti pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Seperangkat alat sublasi

Keterangan:

- |                                     |                       |
|-------------------------------------|-----------------------|
| a. Tabung Gas Nitrogen              | f. Cairan etil asetat |
| b. Landasan Statip                  | g. Klem               |
| c. Botol berisi larutan Etil asetat | h. Gas keluar         |
| d. Spon                             |                       |
| e. Larutan Sampel Detergen          |                       |

Larutan detergen sebanyak 1000 mL dialirkan perlahan-lahan ke dalam tabung sublator. Ke dalam tabung sublator, ditambahkan garam NaCl dan  $\text{NaHCO}_3$  kemudian dialirkan 50 mL etil asetat secara perlahan-lahan melalui dinding hingga

terbentuk lapisan di atas larutan detergen. Gas N<sub>2</sub> dialirkan ke dalam larutan detergen setelah dilewatkan pada larutan yang berisi 100 mL etil asetat. Waktu sublimasi dimulai tepat pada saat semua bahan telah berada dalam tabung sublimator. Setelah 10 menit, etil asetat yang berada di atas larutan detergen dipisahkan dari fasa aquades dengan corong pisah dan ditampung sampai habis. Dilakukan sublimasi 3 kali dengan 50 mL etil asetat yang baru.

#### **3.3.4 Penentuan Konsentrasi MBAS Hasil Sublimasi**

Hasil sublimasi diuapkan/dipanaskan hingga tinggal residu. Residu dilarutkan dalam aquades hingga 100 mL. Larutan tersebut kemudian ditentukan konsentrasinya dengan perlakuan yang sama seperti pada **point 3.3.2.2**.

#### **3.3.5 Penentuan Kurva Kalibrasi Tegangan Permukaan ABS**

Surfaktan ABS standar dibuat pada konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 dan 20 ppm pada labu takar 1000 mL. Masing-masing larutan diukur tegangan permukaannya, kemudian dibuat kurva kalibrasi tegangan permukaan vs ln konsentrasi ABS.

#### **3.3.6 Penentuan Kadar ABS yang Terambil pada Proses Sublimasi**

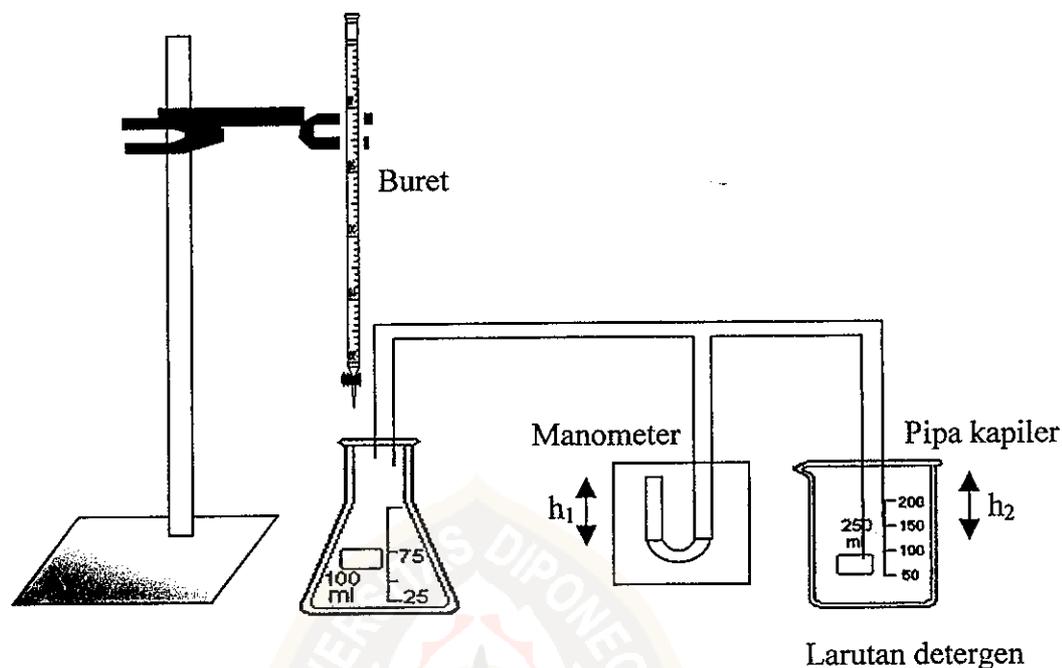
Hasil sublimasi diuapkan/dipanaskan hingga tinggal residu. Residu dilarutkan dalam aquades hingga 1000 mL. Larutan tersebut kemudian diukur tegangan permukaannya. Hasil yang didapatkan diekstrapolasikan pada kurva kalibrasi tegangan permukaan vs ln konsentrasi ABS, sehingga didapatkan konsentrasi ABS.

#### **3.3.7 Penentuan Spektra FTIR Surfaktan Anionik**

Penentuan spektra FTIR surfaktan anionik hasil sublimasi dengan spektrofotometer FTIR Shimadzu 8210PC.

### 3.3.8 Penentuan Tegangan Permukaan Larutan Sebelum dan Sesudah Sublasi

Alat pengukur tegangan disusun seperti pada gambar 3.2



Gambar 3.2 Rangkaian alat pengukur tegangan permukaan

Permukaan cairan dalam manometer dibuat sama tinggi. Pipa kapiler dicelupkan dalam sampel sedalam 1 cm ( $h_2$ ). Air dari buret diteteskan hingga gelembung udara dalam sampel pecah dan perbedaan tinggi cairan dalam manometer diukur, dinyatakan sebagai  $h_1$ . Kemudian dihitung tegangan permukaan cairan.

### 3.3.9 Penentuan Kadar COD Larutan Detergen Sebelum dan Sesudah Sublasi

Penentuan kadar COD larutan detergen sebelum dan sesudah proses sublasi dilakukan untuk mengetahui keberhasilan proses sublasi.