

LIKE MELANIE

STUDI PERBANDINGAN
PENETAPAN KADAR DETERJEN ANIONIK
SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DENGAN PEREAKSI
BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET



FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA
SURABAYA

1997

2

STUDI PERBANDINGAN PENETAPAN KADAR DETERJEN ANIONIK SECARA SPEKTROFOTOMETRI DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi
pada Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala

Surabaya

1997

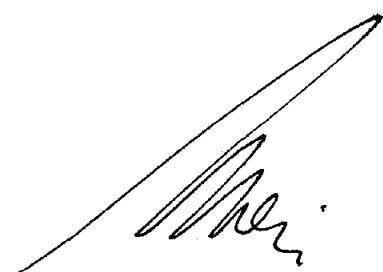
Oleh

LIKE MELANIE

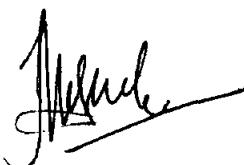
2443093001

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA
SURABAYA

Disetujui oleh :



Dr. M. Zainuddin
PEMBIMBING I



Dra. Emi Sukarti, MS.
PEMBIMBING II

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis haturkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan rahmat yang telah dikanunkan-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Skripsi yang berjudul "Studi Perbandingan Penetapan Kadar Deterjen Anionik Secara Spektrofotometri Dengan Pereaksi Biru Metilen Dan Kristal Violet", ini disusun dan diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Di dalam skripsi ini diuraikan tentang ketepatan dan ketelitian dari metode penentuan kadar deterjen anionik dengan menggunakan pereaksi biru metilen dan kristal violet secara spektrofotometri beserta langkah - langkah utama dalam analisa dengan spektrofotometri sinar tampak.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak akan dapat terselesaikan tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini, penulis menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar - besarnya kepada :

1. Dr. M. Zainuddin, selaku Dosen Pembimbing I, dan Dra. Emi Sukarti, MS., selaku Dosen Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan sehingga terselesaikannya penulisan skripsi ini.
2. Drs. Ph. Teguhsusetya, M.Sc. ; Dra. Siti Surdijati, MS. ; dan Drs. Soedjarwo, MS. selaku Dosen Penguji yang telah memberikan sumbangan saran dan pikiran sehingga terselesaikannya penulisan skripsi ini.

3. Dra. Idajani Hadinoto, MS., selaku Dekan yang telah memberikan persetujuan judul skripsi yang penulis ajukan.
4. Kepala Laboratorium Formulasi dan Teknologi Sediaan Likuida dan Kepala Laboratorium Analisis Fisika - Kimia Lanjut Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah menyediakan fasilitas laboratorium dalam penggerjaan skripsi ini.
5. Para dosen Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan selama penulis duduk di bangku kuliah.
6. Orang tua yang selalu memberi dorongan dan doa restu sehingga akhirnya penulis berhasil meyelesaikan studi.
7. Seseorang yang selama ini dekat dan selalu memberikan semangat, bantuan, dan dorongan pada saya dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Rekan - rekan mahasiswa yang telah memberi bantuan moril kepada penulis.

Akhirnya skripsi ini penulis persembahkan kepada almamater Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya dengan harapan semoga berguna bagi masyarakat, khususnya masyarakat farmasi yang tercinta.

Surabaya, Desember 1997

Penulis

ABSTRAK

Telah dilakukan Studi Perbandingan Penetapan Kadar Deterjen Anionik Secara Spektrofotometri Dengan Pereaksi Biru Metilen Dan Kristal Violet dengan tujuan untuk memperoleh suatu metode alternatif dalam penetapan kadar deterjen anionik. Panjang gelombang maksimum untuk metode biru metilen adalah 652,5 nm, dan untuk metode kristal violet adalah 589,5 nm. Jumlah pereaksi optimal untuk metode biru metilen adalah 20,0 ml, dan untuk metode kristal violet adalah 25,0 ml. Waktu pengamatan optimal untuk metode biru metilen adalah 50 - 100 menit, dan untuk metode kristal violet adalah 70 - 80 menit. Metode biru metilen mempunyai batas deteksi 0,0097 bpj, dan batas kuantitasi 0,0132 bpj. Metode kristal violet mempunyai batas deteksi 0,0324 bpj dan batas kuantitasi 0,0439 bpj. Persen perolehan kembali dari metode biru metilen pada daerah 80 - 120 % kadar "sasaran" didapatkan $(100,47 \pm 1,7759) \%$, dan dari metode kristal violet didapatkan $(97,84 \pm 1,9214) \%$. Pada ketelitian instrumen untuk metode biru metilen didapatkan KV = 0,80 %, dan untuk metode kristal violet didapatkan KV = 0,90 %. Sedangkan pada ketelitian antar penetapan kadar untuk metode biru metilen didapatkan KV = 1,77 %, dan untuk metode kristal violet didapatkan KV = 1,96 %. Selanjutnya, dari hasil percobaan ini disimpulkan bahwa metode biru metilen mempunyai ketepatan yang lebih baik dari metode kristal violet ; sedangkan ketelitian instrumen dan ketelitian antar penetapan kadar dari kedua metode tersebut adalah sama.



DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN PENGESAHAN	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB	
I. PENDAHULUAN	
I.1. Latar Belakang Permasalahan	1
I.2. Perumusan Masalah	5
I.3. Tujuan Penelitian	6
I.4. Manfaat Penelitian	6
I.5. Perumusan Hipotesis	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	
II.1. Deterjen	7
II.2. Deterjen Anionik	7
II.2.1. Natrium Lauril Sulfat	8
II.2.2. Deterjen Anionik Dalam Kaitannya Dengan Lingkungan Hidup	9

DAFTAR ISI

(lanjutan)

II.3. Analisis Kuantitatif Deterjen Anionik	12
II.3.1. Biru Metilen	12
II.3.2. Kristal Violet	14
II.4. Spektrofotometri	
II.4.1. Hukum Lambert-Beer	15
II.4.2. Spektrum Sinar Tampak	17
II.4.3. Langkah - Langkah Utama Dalam Analisa Dengan Spektrofotometri Sinar Tampak	17
II.5. Validasi Metode	19
II.5.1. Linearitas	19
II.5.2. Batas Deteksi Dan Batas Kuantitasi	20
II.5.3. Ketepatan	20
II.5.4. Ketelitian	21
III. METODOLOGI PENELITIAN	
III.1. Bahan Dan Alat	
III.1.1. Bahan	22
III.1.2. Alat	22
III.2. Prosedur Percobaan	
III.2.1. Pembuatan Pereaksi	23

DAFTAR ISI

(lanjutan)

III.2.2. Tahapan Penelitian	24
III.2.2.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	25
III.2.2.1.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	25
III.2.2.1.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	26
III.2.2.2. Optimasi Jumlah Perekensi	26
III.2.2.2.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	27
III.2.2.2.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	28
III.2.2.2.3. Optimasi Waktu Pengamatan	28
III.2.2.3.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	28
III.2.2.3.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	29
III.2.2.4. Penentuan Linearitas	30
III.2.2.4.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	31
III.2.2.4.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	32
III.2.2.5. Penentuan Batas Deteksi Dan Batas Kuantitasi	32
III.2.2.5.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	34
III.2.2.5.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	35
III.2.2.6. Penentuan Ketepatan	36
III.2.2.6.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	

DAFTAR ISI

(lanjutan)

III.2.2.6.1.1. Penyiapan Matrik Sampel	37
III.2.2.6.1.2. Pembuatan Kurva Baku	38
III.2.2.6.1.3. Penentuan % Perolehan Kembali	40
III.2.2.6.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	42
III.2.2.7. Penentuan Ketelitian	42
III.2.2.7.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	
III.2.2.7.1.1. Penentuan Ketelitian Instrumen	43
III.2.2.7.1.2. Penentuan Ketelitian Antar Penetapan Kadar	44
III.2.2.7.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	44
III.2.3. Perbandingan Ketepatan Dan Ketelitian Pada Penetapan Kadar Natrium Lauril Sulfat Dengan Perekensi Biru Metilen Dan Kristal Violet	45
IV. HASIL PERCOBAAN	
IV.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	47
IV.1.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	47
IV.1.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	48
IV.2. Optimasi Jumlah Perekensi	49
IV.2.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	49
IV.2.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	50
IV.3. Optimasi Waktu Pengamatan	52

DAFTAR ISI

(lanjutan)

IV.3.1. Dengan Preaksi Biru Metilen	52
IV.3.2. Dengan Preaksi Kristal Violet	53
IV.4. Penentuan Linearitas	55
IV.4.1. Dengan Preaksi Biru Metilen	55
IV.4.2. Dengan Preaksi Kristal Violet	58
IV.5. Penentuan Batas Deteksi & Batas Kuantitasi	61
IV.5.1. Dengan Preaksi Biru Metilen	62
IV.5.2. Dengan Preaksi Kristal Violet	63
IV.6. Penentuan Ketepatan	65
IV.6.1. Dengan Preaksi Biru Metilen	
IV.6.1.1. Penyiapan Matrik Sampel	65
IV.6.1.2. Pembuatan Kurva Baku	66
IV.6.1.3. Penentuan % Perolehan Kembali	67
IV.6.1.4. Analisis Ketepatan	69
IV.6.2. Dengan Preaksi Kristal Violet	
IV.6.2.1. Penyiapan Matrik Sampel	69
IV.6.2.2. Pembuatan Kurva Baku	70
IV.6.2.3. Penentuan % Perolehan Kembali	71

DAFTAR ISI

(lanjutan)

IV.6.2.4. Analisis Ketepatan	73
IV.7. Penentuan Ketelitian	73
IV.7.1. Dengan Perekensi Biru Metilen	
IV.7.1.1. Penentuan Ketelitian Instrumen	74
IV.7.1.2. Penentuan Ketelitian Antar Penetapan Kadar	75
IV.7.2. Dengan Perekensi Kristal Violet	
IV.7.2.1. Penentuan Ketelitian Instrumen	76
IV.7.2.2. Penentuan Ketelitian Antar Penetapan Kadar	77
IV.8. Perbandingan Ketepatan Dan Ketelitian Pada Penetapan Kadar Natrium Lauril Sulfat Dengan Perekensi Biru Metilen Dan Kristal Violet	78
IV.8.1. Perbandingan Ketepatan Dan Ketelitian Antar Penetapan Kadar	78
IV.8.2. Perbandingan Ketelitian Instrumen	80
IV.9. Rekapitulasi Hasil Penetapan Kadar Natrium Lauril Sulfat Dengan Perekensi Biru Metilen Dan Kristal Violet	82
V. PEMBAHASAN	83
VI. KESIMPULAN	88
VII. SARAN - SARAN	90
DAFTAR PUSTAKA	91
ABSTRAK	94

DAFTAR TABEL

TABEL	Halaman
I. JUMLAH PEREAKSI DAN SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN	49
II. JUMLAH PEREAKSI DAN SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN KRISTAL VIOLET	51
III. SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN PADA BERBAGAI WAKTU PENGAMATAN	52
IV. SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN KRISTAL VIOLET PADA BERBAGAI WAKTU PENGAMATAN	54
V. HARGA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat PADA BERBAGAI KADAR DENGAN BIRU METILEN	56
VI. RINGKASAN HASIL PERHITUNGAN KOEFISIEN KORELASI DAN PERSAMAAN REGRESI DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN (y) TERHADAP KADAR (x)	57
VII. HARGA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat PADA BERBAGAI KADAR DENGAN KRISTAL VIOLET	59
VIII. RINGKASAN HASIL PERHITUNGAN KOEFISIEN KORELASI DAN PERSAMAAN REGRESI DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN KRISTAL VIOLET (y) TERHADAP KADAR (x)	60
IX. DATA SERAPAN BLANGKO DENGAN MENGGUNAKAN PEREAKSI BIRU METILEN	63
X. DATA SERAPAN BLANGKO DENGAN MENGGUNAKAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	64

DAFTAR TABEL

(lanjutan)

XI.	HARGA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat PADA BERBAGAI KADAR DENGAN BIRU METILEN DALAM PEMBUATAN KURVA BAKU	66
XII.	HASIL % PEROLEHAN KEMBALI Natrium Lauril Sulfat DALAM Matrik Sampel DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	68
XIII.	HARGA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat PADA BERBAGAI KADAR DENGAN KRISTAL VIOLET DALAM PEMBUATAN KURVA BAKU	70
XIV.	HASIL % PEROLEHAN KEMBALI Natrium Lauril Sulfat DALAM Matrik Sampel DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	72
XV.	KETELITIAN INSTRUMEN TERHADAP HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	75
XVI.	KETELITIAN INSTRUMEN TERHADAP HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	77
XVII.	PERBANDINGAN KETEPATAN DAN KETELITIAN ANTAR PENETAPAN KADAR Natrium Lauril Sulfat DALAM Matrik Sampel DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET	79
XVIII.	PERBANDINGAN KETELITIAN INSTRUMEN PADA PENETAPAN KADAR Natrium Lauril Sulfat DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET	81
XIX.	REKAPITULASI HASIL PENETAPAN KADAR Natrium Lauril Sulfat DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET	82

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	Halaman
1. Titik pengambilan contoh air sungai	37
2. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,5192 bpj dengan biru metilen terhadap panjang gelombang	47
3. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,5220 bpj dengan kristal violet terhadap panjang gelombang	48
4. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,7788 bpj dengan biru metilen terhadap jumlah pereaksi	50
5. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,7830 bpj dengan kristal violet terhadap jumlah pereaksi	51
6. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,5192 bpj dengan biru metilen terhadap waktu pengamatan	53
7. Kurva hubungan serapan hasil reaksi natrium lauril sulfat pada kadar 0,5220 bpj dengan kristal violet terhadap waktu pengamatan	54
8. Kurva baku hasil reaksi natrium lauril sulfat dengan biru metilen pada panjang gelombang 652,5 nm	58
9. Kurva baku hasil reaksi natrium lauril sulfat dengan kristal violet pada panjang gelombang 589,5 nm	61

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN

Halaman

I.	PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI I	95
II.	PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI II	96
III.	PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN BIRU METILEN (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI III	97
IV.	CONTOH PERHITUNGAN AKSEPTABILITAS HARGA INTERSEP (a) PADA UJI LINEARITAS DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN REPLIKASI I	98
V.	PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN KRISTAL VIOLET (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI I	99
VI.	PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI Natrium Lauril Sulfat DENGAN KRISTAL VIOLET (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI II	100

DAFTAR LAMPIRAN

(lanjutan)

VII. PERHITUNGAN HARGA KOEFISIEN KORELASI (r) DAN PERSAMAAN REGRESI ($y = b x + a$) DARI KURVA SERAPAN HASIL REAKSI NatriUM LAURIL SULFAT DENGAN KRISTAL VIOLET (y) TERHADAP KADAR (x) PADA REPLIKASI III	101
VIII. PERHITUNGAN PERBANDINGAN PERSAMAAN REGRESI LINEAR YANG DIHASILKAN PADA UJI LINEARITAS DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	102
IX. PERHITUNGAN BATAS DETEKSI DAN BATAS KUANTITASI PADA PENETAPAN KADAR NatriUM LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	103
X. PERHITUNGAN PERBANDINGAN PERSAMAAN REGRESI LINEAR YANG DIHASILKAN PADA UJI LINEARITAS DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	104
XI. PERHITUNGAN BATAS DETEKSI DAN BATAS KUANTITASI PADA PENETAPAN KADAR NatriUM LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	105
XII. PERHITUNGAN KETEPATAN PENETAPAN KADAR NatriUM LAURIL SULFAT DALAM MatriK SAMPEL DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN MENGGUNAKAN UJI "t" SATU SAMPEL	106
XIII. PERHITUNGAN KETEPATAN PENETAPAN KADAR NatriUM LAURIL SULFAT DALAM MatriK SAMPEL DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET MENGGUNAKAN UJI "t" SATU SAMPEL	107
XIV. PERHITUNGAN KETELITIAN INSTRUMEN TERHADAP HASIL REAKSI NatriUM LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	108

DAFTAR LAMPIRAN

(lanjutan)

XV. PERHITUNGAN KETELITIAN ANTAR PENETAPAN KADAR PADA PENETAPAN KADAR Natrium LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN	109
XVI. PERHITUNGAN KETELITIAN INSTRUMEN TERHADAP HASIL REAKSI Natrium LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	110
XVII. PERHITUNGAN KETELITIAN ANTAR PENETAPAN KADAR PADA PENETAPAN KADAR Natrium LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI KRISTAL VIOLET	111
XVIII. PERHITUNGAN PERBANDINGAN KETEPATAN PENETAPAN KADAR Natrium LAURIL SULFAT DALAM Matrik SAMPEL DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN (A) DAN KRISTAL VIOLET (B) MENGGUNAKAN UJI "t" SEPASANG	112
XIX. PERHITUNGAN PERBANDINGAN KETELITIAN ANTAR PENETAPAN KADAR Natrium LAURIL SULFAT DALAM Matrik SAMPEL DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET MENGGUNAKAN UJI "F"	113
XX. PERHITUNGAN PERBANDINGAN KETELITIAN INSTRUMEN TERHADAP HASIL REAKSI Natrium LAURIL SULFAT DENGAN PEREAKSI BIRU METILEN DAN KRISTAL VIOLET MENGGUNAKAN UJI "F"	114
XXI. TABEL t	115
XXII. TABEL F	116