

# Pengkajian Ulang Metode *Near Infrared (NIR) Spectroscopy* Pada Penetapan Kadar *Fatty Alcohol Ether Sulfate (FAES)* dan Kadar *Un sulfated Substance (US)* Dalam Texapon N70

Jenny Anna Margaretha Tambunan<sup>1</sup>, Candra Irawan<sup>2</sup>, Fajar Ade Saputra<sup>3</sup>,  
Imas Solihat<sup>2\*</sup>, dan Rizkyatantri Ratih Gwandari<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Prodi Pengolahan Limbah Industri, Politeknik AKA Bogor

<sup>2</sup>Prodi Nanoteknologi Pangan, Politeknik AKA Bogor

<sup>3</sup>PT BASF CARE CHEMICALS

<sup>4</sup>Prodi Analisis Kimia, Politeknik AKA Bogor

\*E-mail:imaskhairani@gmail.com

(Received : 24 Mei 2022; Accepted: 24 Agustus 2022; Published: 26 Agustus 2022)

## Abstrak

Kadar *Fatty Alcohol Ether Sulfate (FAES)* ditetapkan secara titrimetri dan kadar *Un sulfated Substance (US)* ditetapkan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Kedua metode tersebut membutuhkan bahan kimia dan waktu yang lama, sehingga digunakan metode alternatif yang lebih cepat dan ekonomis, yaitu metode *Near InfraRed (NIR) Spectroscopy*. Percobaan ini bertujuan mengkaji ulang metode *NIR spectroscopy* pada penetapan kadar FAES dan kadar US dalam Texapon N70. Percobaan ini terdiri dari tiga tahap, yaitu persiapan, pengujian dan pengolahan data. Tahap persiapan meliputi pengambilan sampel, pembuatan indikator campuran, pembuatan larutan dan standarisasi *hyamine* 0,004 M, serta pengkondisian alat KCKT. Tahap pengujian meliputi penetapan kadar FAES secara titrimetri, penetapan kadar US menggunakan KCKT, serta penetapan kadar FAES dan US menggunakan alat NIR. Tahap pengolahan data dilakukan menggunakan *Microsoft Excel* dan *software OPUS : Quant 2* pada alat NIR. Nilai determinasi pada kadar FAES dan US sebesar 82,77% dan 75,71% dengan syarat keberterimaan sebesar 90-100%. Nilai RPD untuk kadar FAES dan US diperoleh sebesar 2,41% dan 2,03 % dengan syarat keberterimaan >5%. Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan bahwa metode *NIR spectroscopy* tidak dapat digunakan untuk penetapan kadar FAES dan US dalam texapon 70 karena masih dibawah rentang syarat keberterimaan.

**Kata kunci :** *Near InfraRed (NIR) Spectroscopy; Fatty Alcohol Ether Sulfate (FAES); Un sulfated Substance (US)*

## Abstract

*Fatty Alcohol Ether Sulfate (FAES) levels were determined titrimetrically and Un sulfated Substance (US) levels were determined using High Performance Liquid Chromatography (HPLC). The methods require chemicals and take a long time, so an alternative method that is faster and more economical namely the Near Infrared (NIR) Spectroscopy method.. This experiment aims to review the NIR spectroscopy method for the determination of FAES and US levels in Texapon N70. This experiment consists of three stages: preparation, testing and data processing. The preparation stage includes sampling, making mixed indicators, making solutions and standardization of 0.004 M hyamine, and conditioning HPLC equipment. The testing phase includes titrimetric determination of FAES levels, US assays using HPLC, and FAES and US assays using NIR devices. The data processing stage was carried out using Microsoft Excel and software OPUS: Quant 2 on the NIR tool. The value of determination on FAES and US levels was 82.77% and 75.71% with an acceptability requirement of 90-100%. The RPD values for FAES and US levels were obtained at 2.41% and 2.03% with the terms of acceptance >5%. Based on the data obtained, it is shown that the NIR spectroscopy method cannot be used to determine the levels of FAES and US in Texapon 70 because it is still below the acceptable range.*

**Keywords:** *Near InfraRed (NIR) Spectroscopy; Fatty Alcohol Ether Sulfate (FAES); Un sulfated Substance (US)*

---

## PENDAHULUAN

Surfaktan dengan nama dagang texapon 70 merupakan produk serbaguna di industri kimia. Salah

satu aplikasi dari produk surfaktan adalah sebagai bahan baku pembuatan sabun. Kegunaan utama sabun adalah mampu mengemulsi kotoran berminyak

sehingga dapat dibuang melalui pembilasan yang terjadi karena adanya kandungan surfaktan (Riandari, 2019). Beberapa parameter kualitas dari texapon 70 yaitu kadar FAES dan kadar US. FAES dan US merupakan turunan dari minyak kelapa sawit yang dapat meningkatkan kinerja dari surfaktan (Harun *et al.*, 2013). Penetapan kadar FAES dan US dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa metode berdasarkan literatur yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Uji	Metode	Pustaka
US	Gas-Liquid Kromatografi	Weil <i>et al.</i> , 1966
	Gas kromatografi temperature tinggi	Molever, 2005
	KCKT	Bengoechea and Fernandez, 2008
FAES	Titrimetri-dua fasa	ISO, 1989
	Potensiometri-Ion selektif elektroda	Gerlace <i>et al.</i> , 1997
	Spektrofotometri	Lavorante <i>et al.</i> , 2005
	Kromatografi	Lara <i>et al.</i> , 2006

Beberapa metode pengujian dalam menentukan kadar FAES dan US Kadar FAES ditetapkan secara titrimetri dan kadar US ditetapkan menggunakan metode Kromatografi. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Cunliffe *et al.*, (2021) yang telah melakukan pengujian US dengan menggunakan Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Kedua metode tersebut membutuhkan bahan kimia dan waktu yang lama. Sehingga digunakan metode alternatif yang lebih cepat dan ekonomis, yaitu metode NIR, karena metode NIR merupakan metode non-destruktif dan proses pengukuran membutuhkan waktu yang lebih singkat. Penggunaan metode NIR sebagai alternatif perlu dikaji ulang agar data yang dihasilkan valid dan akurat. Pengkajian metode NIR dilakukan dengan proses validasi silang yang diolah menggunakan *software* OPUS:Quant 2 pada NIR dengan metode statistika *Partial Least Square* (PLS).

Validasi silang dilakukan dengan membandingkan hasil pengukuran NIR dengan hasil pengukuran secara titrimetri dan KCKT. Validasi silang merupakan teknik validasi internal yang digunakan untuk optimasi atau memilih model kurva kalibrasi. Keuntungan dari metode validasi silang diantaranya tidak membutuhkan tenaga, waktu dan biaya yang besar (Tarno, 2008). Validasi silang pada NIR didapatkan kurva kalibrasi yang memiliki tiga parameter, yaitu nilai determinasi ( $R^2$ ), *Residual Prediction Deviation* (RPD), dan *Root Mean Square Error of Cross Validation* (RMSECV) (Williams *et al.*, 2017). Nilai dari parameter tersebut dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang telah ditetapkan. Percobaan ini bertujuan mengkaji ulang metode NIR

*spectroscopy* pada penetapan kadar FAES dan kadar US dalam Texapon N70.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam percobaan terdiri dari bahan uji dan bahan kimia. Bahan uji yang digunakan adalah Texapon N70. Bahan kimia yang digunakan terdiri dari *hyamine* 0,004 M, *Sodium Lauryl Sulfate* (SLS) murni, metilen klorida, indikator campuran (*dimidium bromide* dan *disulfon blue*), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, metanol dan air demineralisasi.

Peralatan yang digunakan yaitu NIR Bruker PAC2, KCKT Agilent 1260 RID, buret *digital*, neraca analitik, *magnetic stirrer*, *filter millipore*, *bulb* dan spatula. Alat lainnya yang digunakan yaitu peralatan gelas seperti labu takar 1000 mL, labu takar 500 mL, labu takar 100 mL, pipet volumetri 20 mL, pipet volumetri 5 mL, gelas ukur, botol sampel ukuran 150 mL, gelas piala 3000 mL, *vial* dan pipet tetes.

### Metode Penelitian

Metode penelitian di bagi menjadi 3 tahap yaitu: persiapan, pengujian dan pengolahan data.

#### - Tahap persiapan

Tahap persiapan meliputi pengambilan sampel, pembuatan indikator campuran, pembuatan larutan dan standardisasi *hyamine* 0,004 M, serta pengkondisian alat KCKT. Pembuatan pereaksi terlampir di Lampiran 1. Pengkondisian alat KCKT sebagai berikut (Kim *et al.*, 2014):

Fasa diam : resin penukar ion

Fasa gerak : methanol

Laju alir analisis : 2 mL/menit

#### - Tahap pengujian

Tahapan pengujian meliputi penetapan kadar FAES secara titrimetri, penetapan kadar US menggunakan KCKT, serta penetapan kadar FAES dan US menggunakan alat NIR.

##### a. Penetapan kadar FAES secara titrimetri

Sampel ditimbang sebanyak 1,5 g – 2,0 g dan dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL kemudian ditambahkan air demineralisasi hingga tanda tera. Larutan sampel diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen. Sebanyak 20 mL metilen klorida dan 7 mL indikator campuran dimasukkan ke gelas ukur 100 mL. Sampel yang telah homogen, dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke gelas ukur 100 mL yang telah berisi metilen klorida dan indikator campuran kemudian dititrasikan menggunakan larutan *hyamine* 0,004 M hingga titik akhir berwarna ungu

##### b. Penetapan kadar US menggunakan KCKT

Sampel ditimbang 1,25 g dan dimasukkan ke dalam botol sampel, lalu ditambahkan air demineralisasi hingga 5 g dan metanol sebanyak 20 mL. Larutan diaduk

menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen. Setelah homogen, larutan disaring menggunakan *filter miliopore* dan dimasukkan ke vial KCKT. Sampel diinjeksikan ke dalam KCKT dan ditunggu hingga proses pengukuran selesai. Peengkondisian KCKT yang digunakan sebagai berikut :

Fase diam : Resin penukar ion

Fase gerak : Metanol

Laju alir (selama analisis) : 2 mL/menit

Laju alir (stand by) : 0,2 mL/menit

Volume injeksi : 20  $\mu$ L

Suhu detector : 35 °C

c. Penetapan kadar FAES dan US menggunakan NIR

Sampel dimasukkan ke pipa kapiler dan diletakkan dalam *probe* NIR. Informasi sampel dimasukkan ke *software* dan dilakukan pengukuran.

- Tahap pengolahan data

Tahap pengolahan data dilakukan menggunakan *Microsoft Excel* dan *software* OPUS : Quant 2 pada alat NIR dengan beberapa parameter analisis kurva kalibrasi yang dijadikan standar seperti nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ), nilai *Residual Prediction Deviation* (RPD) dan nilai *Root Mean Square Error of Cross Validation* (RMSECV).

Pengujian dilakukan dengan jumlah sampel sebanyak 77 buah dengan pengulangan tiga kali untuk setiap pengukuran

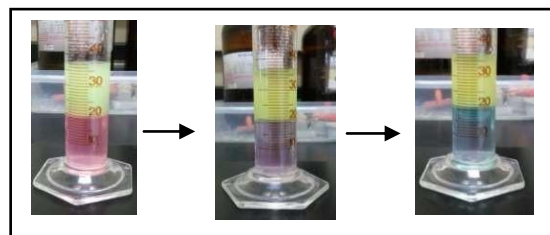
## HASIL DAN PEMBAHASAN

FAES merupakan senyawa zat aktif dalam Texapon N70 memiliki kemampuan mengikat dan mengangkat kotoran dan berfungsi sebagai zat aktif pembersih noda (Permono, 2002). Texapon 70 merupakan jenis golongan surfaktan anionik sebagai salah satu bahan detergen yang paling sering dipakai karena harganya murah (Wirawan *et al.*,2010). Metode yang sering digunakan untuk menentukan kadar FAES yaitu dengan metode titrimetri dua fasa karena texapon 70 merupakan jenis surfaktan yang memiliki dua kepolaran yang berbeda. Surfaktan memiliki bagian polar (hidrofilik) yang mengandung gugus hidroksil sehingga bersifat suka air. Bagian yang lain dari surfaktan merupakan rantai alkil yang panjang sehingga bersifat suka minyak/lemak (lipofilik) (Olkowska *et al.*,2013).

Texapon N70 merupakan surfaktan dengan karakteristik antara lain agen pengemulsi, dispers, pembasah, pembusa yang baik, solvensi dan bahan pengental, kompabilitas baik dan tingkat iritasi pada mata dan kulit yang rendah. Penggunaannya antara lain pada sabun cuci piring, sampo dan cairan pembersih rumah lainnya.

Titik akhir titrasi dua fasa FAES dapat

dilihat pada Gambar 1. Titik akhir ditunjukkan dengan perubahan warna dari merah muda menjadi ungu, jika lewat maka warna larutan berubah menjadi biru.



Gambar 1. Titik akhir titrasi FAES

*Unulfated Substance* (US) adalah bagian senyawa organik yang tidak tersulfonasi yang bermanfaat untuk memprediksi struktur misel dalam struktur busa (Cunliffe *et al.*,2021). Reaksi sulfonasi adalah reaksi antara senyawa organik *Fatty Alcohol Ethoxylate* dengan  $SO_3$ . Kadar *Unulfated Substance* (US) di dalam Texapon N70 ditetapkan menggunakan alat KCKT. Standar yang digunakan adalah senyawa organik Dehidol LS2. Fase diam yang digunakan adalah resin penukar ion. Hasil analisis kadar FAES dan US dengan menggunakan metode titrimetri, KCKT dan NIR dapat dilihat pada Tabel 1. Alternatif pengukuran kadar FAES dan US dapat digunakan metode NIR spectroscopy. Daerah infra merah akan mendeteksi getaran dan frekuensi dari berbagai molekul seperti C-H, O-H dan N-H (Bobokza, 1998). Keuntungan dengan penggunaan NIR spectroscopy diantaranya adalah kemudahan dan kecepatan dalam proses analisis. Hasil analisis NIR Spectroscopy terbukti dapat mengukur analit pada konsentrasi rendah bahkan dalam matriks sampel yang besar (Pan *et al.*,2014).

Tabel 1. Hasil analisis FAES dan US

Kadar FAES (%)		Kadar US (%)	
Metode NIR	Metode Titiasi	Metode NIR	Metode KCKT
69,87	71,29	2,08	2,60
69,86	70,89	1,87	2,48
69,82	71,14	2,02	2,04

Berdasarkan data pada Tabel 1 diperoleh hasil yang tidak terlalu jauh berbeda.

### Akurasi (%recovery)

Akurasi yang diperoleh baik sebelum ataupun sesudah validasi silang berada di rentang standar penerimaan (90-110%) dengan persentase data yang sesuai standar (selisih <0,2) untuk kadar FAES sebesar 48,48% dan kadar US sebesar 89,61%.. Persen perolehan Kembali (%recovery) hasil analisis dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Rata-rata % recovery hasil analisis

Penetapan	Perlakuan	Rata-rata %recovery	Keterangan
Kadar FAES	Sebelum validasi silang	101,43	%recovery diterima (90,00-110,00)%
	Setelah validasi silang	100,10	
Kadar US	Sebelum validasi silang	105,06	
	Setelah validasi silang	99,38	

Persentase data sesuai Data hasil analisis yang sesuai standar dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Persentase data sesuai standar

Penetapan	Perlakuan	Jumlah data sesuai	Persentase data sesuai (%)
Kadar FAES	Sebelum validasi	35	15,15
	Setelah validasi	112	48,48
Kadar US	Sebelum validasi	126	54,55
	Setelah validasi	207	89,61

Berdasarkan Tabel 3 jumlah data sesuai sebelum validasi silang lebih kecil dibandingkan setelah validasi silang. Data sesuai adalah data dengan selisih < 0,2. Perubahan persentase kedua kadar tersebut menunjukkan perubahan yang signifikan. Jika selisih antara hasil pengukuran secara titrimetri dan KCKT dengan hasil pengukuran NIR semakin kecil, hal tersebut menunjukkan bahwa jumlah data pengukuran kadar menggunakan alat NIR semakin banyak yang mendekati dengan pengukuran kadar secara titrimetri dan KCKT.

#### Koefisien determinasi

Dari hasil validasi silang dengan metode NIR akan diperoleh kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi untuk penetapan FAES dan US dapat dilihat pada Gambar 2. Data parameter kurva kalibrasi dapat dilihat pada Tabel 4.



Gambar 2. Kurva kalibrasi hasil validasi NIR

Tabel 4. Parameter kurva kalibrasi FAES dan US

Parameter	Syarat	Kadar		Kesimpulan
		FAES	US	
determinasi ( $R^2$ )	90-100	82,77	75,71	Tidak memenuhi
RPD	>5	2,41	2,03	Tidak memenuhi
RMSECV	Mendekati 0	0,314	0,207	Memenuhi

Berdasarkan Tabel 2 menunjukkan bahwa nilai determinasi ( $R^2$ ) percobaan ini tidak memasuki syarat yang ditetapkan oleh perusahaan. Baik pada kadar FAES maupun kadar US menunjukkan nilai dibawah 90,00. Nilai yang diperoleh sebesar 82,77 pada kadar FAES dan 75,71 pada kadar US. Hal tersebut dapat dilihat pada kurva kalibrasi yang menunjukkan bahwa model kurva kalibrasi masih belum baik. Jika hasil nilai determinasi tidak sampai 100, artinya sisa dari nilai tersebut menunjukkan bahwa varians dari variabel terikat dijelaskan oleh faktor lain.

Nilai RPD sebaiknya tinggi dengan standar untuk kontrol kualitas antara 5-6,4 (Fearn, 2002). Nilai RPD (Residual prediction deviation) dari hasil percobaan tidak memenuhi syarat yang telah ditetapkan ( $RPD > 5$ ). Nilai RPD merupakan indikasi kesesuaian model untuk kontrol proses yang dapat ditingkatkan dengan cara menambah jumlah sampel pengukuran (Kim *et al.*, 2007). Nilai RMSECV (Root mean square error of cross validation) untuk kadar FAES dan US memenuhi persyaratan yaitu 0,314 dan 0,207. Hal tersebut menunjukkan *error* atau kesalahan yang terjadi pada proses validasi silang semakin kecil.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan data yang diperoleh, hasil pengkajian ulang metode NIR dengan cara validasi silang terdapat dua parameter pada kurva kalibrasi yang nilainya masih di bawah rentang syarat keberterimaan yang ditetapkan, yaitu nilai determinasi ( $R^2$ ) dan *Residual Prediction Deviation* (RPD). Nilai  $R^2$  yang diperoleh pada kadar FAES sebesar 82,77 dan US sebesar 75,71 dengan syarat keberterimaan 90-100 sedangkan nilai RPD untuk kadar FAES sebesar 2,41 dan kadar US 2,03 dengan syarat keberterimaan >5. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode NIR *spectroscopy* tidak dapat digunakan untuk penetapan kadar FAES dan kadar US dalam Texapon N70. Pengkajian ulang perlu dilakukan dengan menambah lebih dari 1000 sampel.



## DAFTAR PUSTAKA

- Bengochea, C., Ferná'ndez, A., (2008). Analysis of minor products in linear alkylbenzene sulfonation. Comparison between the traditional gravimetric method and high performance liquid chromatography (HPLC) procedures versus high temperature gas chromatography (HT-GC). *J Surfact Deterg*, 11, 103–109.
- Bokobza, L. (1998). Near infrared spectroscopy. *J Near Infrared Spectrosc* 6, 3–18.
- Cunliffe, S.E., Martin, P.A., Baker, M.R., Mihailova, O., Martin, P.J. (2021). Near infrared absorption spectroscopy for the quantification of unsulfated alcohol in sodium lauryl ether sulfate. *Journal of near infrared spectroscopy*, 29(1), 11-23.
- Fearn T. (2002). Assessing calibrations: SEP, RPD, RER and R2. *NIR News*, 13, 12–13
- Gerlache, M., Senturk, Z., Vire, J.C., and Kauffmann, J.M. (1996). Electrochemical analysis of surfactants: an overview. *Anal. Chim. Acta*, 349 (1), 59.
- Harun, N.S., Talip, N.N.M., Hong, L.K., Jamil, M.S.M., and Yusop, R.M. (2013). Phase behavior of fatty alcohol sulphate and fatty alcohol ether sulphate from palm based. *The Malaysian journal of analytical sciences*, 17(1), 139-145.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION [ISO 2271]. (1989). *Surface Active Agents-Detergents-Determination of Anionic-Active Matter by Manual or Mechanical Direct Two-Phase Titration Procedure*. Switzerland.
- Kim, Y., Singh, M., Kays, S.E. (2007). Near-infrared spectroscopic analysis of macronutrients and energy in homogenized meals. *Food Chem*, 105, 1248–1255
- Kim, B.H., Jang, J.B., Moon, D.C. (2014). Analysis of ionic surfactants by HPLC evaporative light scattering detection and charged aerosol detection. *Journal of liquid chromatography & related technologies*, 36(8), 1000-1012.
- Lara Martin, P.A., Gomez Parra, A., and Gonzalez Mazo, E., J. (2006). *Journal of Chromatography A*, 1114 (12), 205.
- Lavorante, A.F., Morales Rubio, A., Guardia, M., and Reis, B.F. (2007). A Multicommutated stop-flow system employing LEDs-based photometer for the sequential determination of anionic and cationic surfactants in water. *Anal. Bioanal. Chem*, 381 (6), 6.
- Molever, K., (2005). Monitoring the linear alkylbenzene sulfonation process using high-temperature gas chromatography. *J Surfact Deterg*, 8 (12), 199–202.
- Olkowska, E., Ruman, M., Kowalska, A., Polkowska, Z. (2013). Determination of surfactant in environmental samples. part I. cationic compounds. *Ecol Chem Eng S*, 20(1), 69-77.
- Pan, D., Crull, G., Yin, S., Grosso, J. (2014). Low level drug product API form analysis – A validated tablet NIR quantitative method development and robustness challenges. *J Pharm Biomed Anal*, 89, 268–275.
- Permono, A. (2002). *Membuat Sampo*. Yogyakarta: Pustaka Swara
- Riandari, F. (2019). Perancangan aplikasi pemilihan texapon dalam pembuatan sabun cair dengan menerapkan metode analytical hierarchy process. *Journal of computer networks, architecture and high performance computing*, 1(1), 31-37.
- Tarno. (2018). Estimasi model untuk data dependen dengan metode cross validation. *Media statistika*, 1(2), 75-82.
- Weil, J.K., Stirton, A.J., Barr, E.A., (1966). Oxypropylation of fatty alcohols, and the sulfation products. *J Am Oil Chem Soc* , 43 (11), 157–160.
- Williams, P., Dardenne, P., and Flinn, P. (2017). Tutorial: items to be included in a report on a near infrared spectroscopy project. *J Near Infrared Spectrosc*, 25, 85–90
- Wirawan, I.W.A., Prasetya, I.G.N.J.A., Setyawan, E.I., Putra, I.G.N.A.D. (2010). Pengaruh penggunaan sodium lauryl ether sulfate sebagai detergen terhadap daya bersih dan ketinggian busa sampo anjing dengan bahan obat deltametrin 0,6%. *Jurnal MIPA Universitas Udayana*.