

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kromatografi ion pertama kali diperkenalkan oleh Small *et al.*, pada tahun 1975 dan telah menjadi metoda analisis yang sering digunakan untuk pemisahan dan penentuan anion dan kation anorganik dalam berbagai sampel. Kromatografi ion berkembang dari menggunakan kolom konvensional menjadi kolom dengan ukuran mikro (Karim *et al.*, 2008). Daido Ishii (1981) menggunakan kolom mikro dalam pemisahan sampel kortikosteroid dalam serum. Penggunaan kolom mikro memiliki keuntungan dibandingkan kolom konvensional, diantaranya adalah ukuran kolom yang lebih kecil, massa fasa diam yang sedikit, volume fasa gerak yang kecil serta laju alir yang rendah. Akibatnya, kolom mikro menghasilkan limbah dengan jumlah yang sedikit terutama bila digunakan dengan fasa gerak yang bersifat racun serta volume sampel yang dianalisis juga menjadi lebih sedikit. Analit dapat dipisahkan karena adanya pengaruh perbedaan gaya elektrostatis ion analit dengan gugus fungsi pada fasa diam selanjutnya analit dideteksi pada detektor (Ishii and Takeuchi, 1981).

Teknik pengisian fasa diam ke dalam kolom ukuran mikro dengan menggunakan dua cara yaitu dengan teknik *slurry* dan monolit. Teknik *slurry* meliputi dengan cara mencampurkan butir-butir fasa diam (silika atau C-18) dengan pelarut membentuk *slurry* lalu dimasukkan ke dalam kolom mikro dengan menggunakan *syringe*, selanjutnya dimodifikasi dengan larutan *micellar bile salt taurine* (Hu *et al.*, 1992), larutan bovine serum albumin (BSA) (Zein *et al.*, 1996), larutan polisakarida (chondroitin sulfat A dan C, heparin dan dekstran (Takeuchi *et al.*, 2000 dan Safni *et al.*, 2000) dan polimer kationik *polyethylenimines* (PEI) (Sedyohutomo *et al.*, 2012).

Teknik monolit merupakan cara memasukkan fasa diam ke dalam kolom dengan mencampurkan beberapa jenis larutan monomer (asam amino, nukleatida, monosakarida dan asam lemak), inisiator, *cross-linker* dan porogen. Monomer membentuk polimer dengan jenis dasar makromolekul dari unit-unit dasar berulang sederhana (protein, asam nukleat, karbohidrat dan lemak). Inisiator

berfungsi untuk menginisiasi terbentuknya polimer dengan ukuran partikel tertentu tergantung jenis inisiator yang digunakan (ammonium persulfate APS, hydrogen peroksida (H_2O_2), ters-butyl hidroperoksida TBHP, inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat, dan 2,2-azo-bis(isobutyronitrile) (AIBN) (Emil Budianto *et al.*, 2000). Pada penelitiannya, Fitri, Rahmah, Putri dan Hilma menggunakan senyawa AIBN sebagai inisiator dalam pembentukan kolom monolit. Larutan *cross-linker* merupakan senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul rendah dengan gugus hidroksil atau gugus amin yang berfungsi untuk membuat polimer menjadi lebih elastis, *swelling power* yang kecil. Mairizki *et al.*, (2013), Putri *et al.*, (2013) dan Hilma *et al.*, (2013) menggunakan larutan *ethylene dimethacrylate* (EDMA) sebagai *cross-linker*. Sementara itu, Rahmah *et al.*, (2013) menggunakan *polyethylene glycoldimethacrylate* (PEGDMA) sebagai *cross-linker*. Porogen berfungsi untuk membuat poros pada senyawa polimer yang terbentuk.

Penggunaan kolom monolit pada kromatografi kolom pertama kali diperkenalkan oleh Hjerten *et al.*, pada tahun 1989. Hjerten *et al.*, menggunakan kolom monolit *polyacrylamide* untuk pemisahan biomolekul secara lebih cepat (Rahmah *et al.*, 2013). Kromatografi ion dengan kolom monolit silika tidak dapat digunakan untuk pemisahan anion alkali karena sifatnya tidak stabil secara kimiawi. Kolom monoli polimer memiliki kestabilan kimiawi yang lebih baik dibandingkan dengan kolom silika sehingga cocok digunakan untuk pemisahan senyawa alkali (Li and Zhu, 2014). Zein *et al.*, (1996) telah melakukan penelitian pemisahan anion anorganik pada saliva menggunakan bovine serum albumin (BSA) sebagai fasa diam. Mairizki *et al.*, (2013) menggunakan kolom monolit yang dimodifikasi dengan *trimethylamine* untuk menentukan kadar anion iodat, bromate, nitrit, bromit, dan nitrat pada sampel air permukaan dan air tanah. Rahmah *et al.*, (2013) menggunakan kolom monolit *methacrylate* yang dimodifikasi dengan *diethylamine* (DEA) untuk menentukan kadar anion nitrat dalam air tanah. Hilma *et al.*, (2014) menggunakan kolom monolit *methacrylate* alkil rantai panjang untuk pemisahan senyawa alkil benzen. Sementara itu, pemisahan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- dalam biji jambu bol (*Syzygium*

malaccense) dan biji sawo (*Manilkara zapota*) dengan metoda kromatografi ion kolom monolit belum ada dilaporkan.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pemisahan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- pada kolom monolit yang dibuat dari monomer *Glycidyl methacrylate* (GMA), *cross-linker ethylene dimethacrylate* (EDMA), inisiator 2,2-*azo-bis(isobutyronitrile)* (AIBN), porogen 1,4 butanediol, dekanol, air dengan modifier (gugus fungsi) *Triethyleamine* (TEA) dan *Trimethylamine* (TMA).

B. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang akan diteliti adalah:

1. Apakah kolom monolit yang terbuat dari monomer *Glycidyl methacrylate* (GMA), *cross-linker Ethylene dimethacrylate* (EDMA), porogen 1,4-butanediol, dekanol dan air dan *Azobisisobutyronitrile* (AIBN) serta modifier *Trimethylamine* (TMA) dan *Triethylamine* (TEA) dapat digunakan untuk memisahkan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- ?
2. Jenis fasa gerak mana yang dapat digunakan untuk pemisahan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- dengan baik ?
3. Berapakah konsentrasi fasa gerak yang tepat untuk memisahkan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- ?
4. Apakah perbedaan modifier pembentukan kolom monolit memberikan pengaruh pada nilai RSD, LOD dan LOQ ?
5. Apakah kolom monolit modifikasi dapat digunakan untuk memisahkan anion yang terdapat pada biji jambu bol (*Syzygium malaccense*) dan biji sawo (*Manilkara zapota*).

C. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk

1. Membuat kolom monolit modifikasi menggunakan monomer *Glycidyl methacrylate* (GMA), *cross-linker Ethylene dimethacrylate* (EDMA), porogen 1,4-butanediol, dekanol dan air dan *Azobisisobutyronitrile* (AIBN) serta modifier *Trimethylamine* (TMA) dan *Tryethylamine* (TEA).
2. Menentukan jenis fasa gerak serta kondisi optimum fasa gerak untuk memisahkan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- dengan kolom monolit

3. Mempelajari pengaruh konsentrasi fasa gerak untuk memisahkan anion IO_3^- , BrO_3^- , NO_2^- , Br^- dan NO_3^- .
4. Mempelajari pengaruh perbedaan jenis pemodifikasi terhadap nilai RSD, LOD dan LOQ.
5. Mengaplikasikan kondisi optimum pemisahan anion dengan kolom monolit untuk menganalisis kandungan anion pada sampel biji jambu bol (*Syzygium malaccense*) dan biji sawo (*Manilkara zapota*).

D. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat:

1. Menghasilkan kolom monolit untuk pemisahan anion dengan waktu yang lebih singkat.
2. Memberi manfaat untuk pengembangan kromatografi ion.

