

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Analitik dan laboratorium penelitian Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, mulai bulan Februari 2011 sampai Juni 2011.

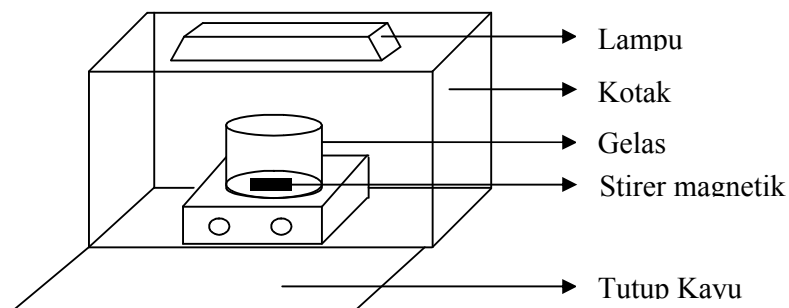
3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan pada penelitian ini adalah TiO_2 teknis, NaLS, H_2SO_4 , NaOH, HCl, phenolphtalen, metilen biru, natrium dihidrogen fosfat hidrat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), kloroform, alkohol 70 %, H_2O_2 , $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan akuades.

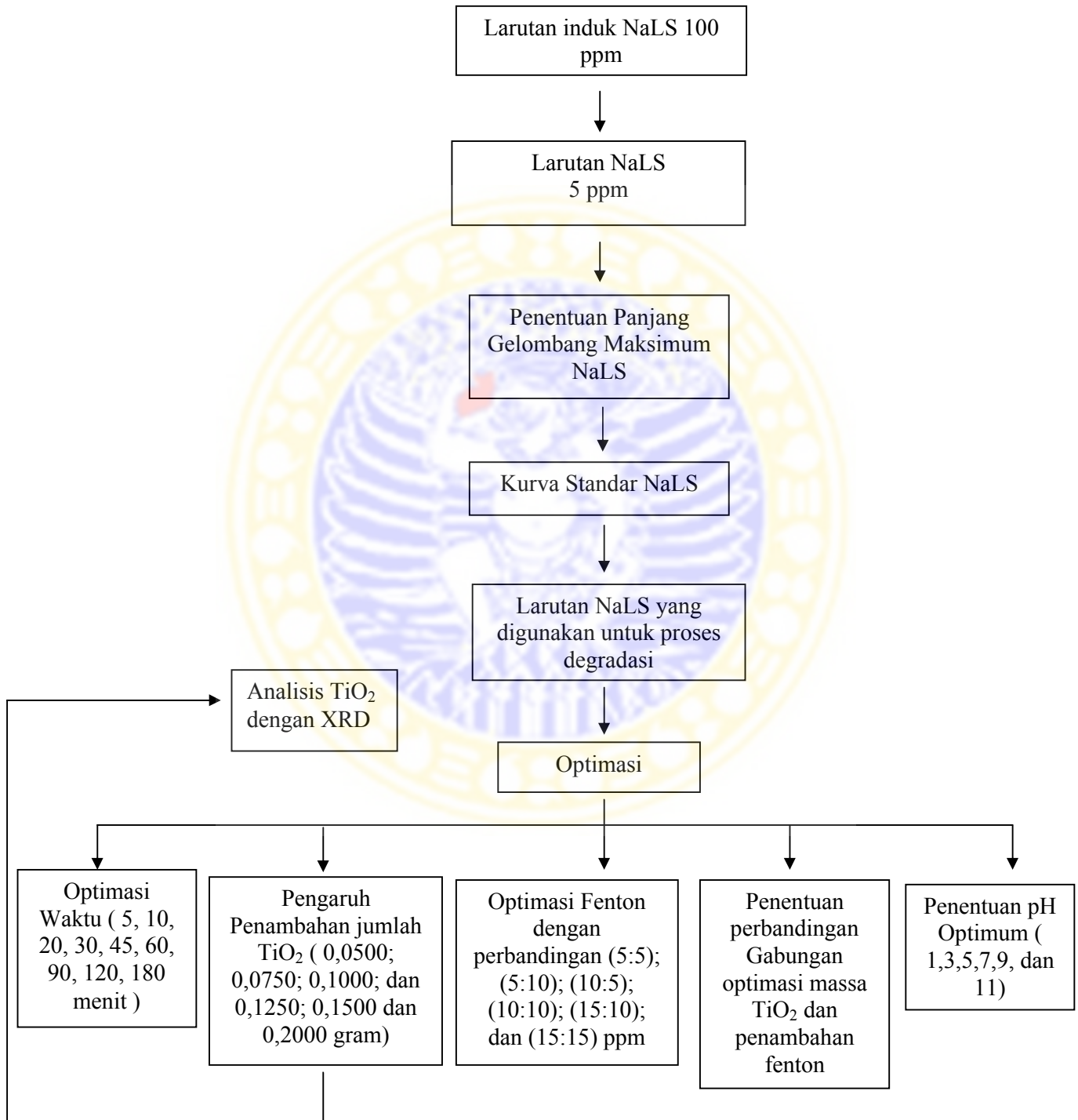
2.2 Alat-alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Vis Mapada, X-ray, Timbangan Metler AE 200, Reaktor fotokatalitik, corong pisah, mikroburet, Lampu UV 8 watt (Yumiko T8) sebanyak 3 buah, stirer magnetic, Peralatan gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium.



Gambar 3.1. Reaktor Fotokatalisis

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Pembuatan larutan H_2SO_4 1 N dan 6 N

Sebanyak 2,80 ml dan 16,70 ml H_2SO_4 pekat dimasukkan dalam gelas beaker. Masing-masing ditambahkan dengan 25 ml akuades, lalu masing-masing dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.4.2 Pembuatan larutan HCl 0,1 M

Diambil 1,6 ml larutan HCl 37 % dengan massa jenis sebesar 1,18 gr/cc dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Kemudian diencerkan dengan akuades hingga volume 100 ml.

3.4.3 Pembuatan larutan NaOH 1 N

Ditimbang 4 gram NaOH dan dilarutkan dengan 20 ml akuades dalam gelas beaker. Lalu dipindah dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Lalu disimpan dalam wadah plastik.

3.4.4 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Ditimbang dengan teliti 400 mg NaOH padat dilarutkan dengan akuades. Kemudian diencerkan hingga volume 100 ml sehingga diperoleh larutan NaOH 0,1000 M.

3.4.5 Pembuatan larutan indikator *phenolphthalen*

Melarutkan 0,035 gram *phenolphthalen* dengan alkohol 70 % dan dimasukkan dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan alkohol sampai tanda batas.

3.4.6 Analisis katalis TiO₂ dengan XRD

Katalis TiO₂ dianalisa dengan alat difraksi sinar X untuk mengetahui struktur kristalnya, dimana dilakukan perbandingan nilai 2θ atau d pengukuran XRD dengan kartu interpretasi TiO₂.

3.4.7 Pembuatan larutan metilen biru

Sebanyak 50 gram NaH₂PO₄·2H₂O dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam gelas beaker. Ditimbang 100 mg serbuk metilen biru dan dilarutkan dalam 100 ml akuades, kemudian diambil 30 ml, lalu dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml dan ditambah dengan 500 ml akuades, 40 ml H₂SO₄ 1N, 50 gram NaH₂PO₄·2H₂O yang telah dibuat, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.4.8 Pembuatan Larutan Pencuci

Ke dalam 500 ml akuades dimasukkan 41 ml H₂SO₄ 6 N, 50 gram NaH₂PO₄·2H₂O, lalu dipindahkan dalam labu ukur 1000 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.4.9 Pembuatan larutan Fe²⁺

Ditimbang 0,7 gram garam Mohr dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas beaker, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, sehingga diperoleh larutan Fe²⁺ 1000 ppm. Kemudian diambil 0,5; 1,0 dan 1,5 ml larutan tersebut lalu diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml hingga tanda batas, terbentuk larutan dengan konsentrasi 5, 10 dan 15 ppm.

3.4.10 Pembuatan larutan H₂O₂

Diambil larutan H₂O₂ 30% sebanyak 3,4 ml dengan massa jenis sebesar 1,463 gr/cc kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 1000 ml hingga tanda batas, didapatkan larutan induk H₂O₂ 1000 ppm. Larutan ini kemudian dipipet sebanyak 5,0; 1,0 dan 1,5 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Terbentuk larutan H₂O₂ dengan konsentrasi 5, 10 dan 15 ppm.

3.4.11 Pembuatan Reagen Fenton

Dibuat reagen fenton dengan mencampurkan larutan Fe²⁺ dengan larutan H₂O₂ dengan perbandingan (5:5); (5:10); (10:5); (10:10) ppm sebanyak masing-masing 25 ml ke dalam gelas beaker 100 ml.

3.4.12 Pembuatan larutan Induk NaLS 100 ppm

Ditimbang 100 mg NaLS padat yang dilarutkan dengan 500 ml akuades dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

3.4.13 Pembuatan larutan NaLS 5 ppm

Larutan induk NaLS 100 ppm sebanyak 25 ml diambil menggunakan buret 50 ml, lalu dimasukkan dalam labu ukur 500 ml. Larutan diencerkan akuades sampai 500 ml. Larutan control NaLS 5 ppm di atas dibuat sebanyak 10 buah, sehingga diperoleh larutan NaLS 5 ppm sebanyak 5000 ml.

3.4.14 Larutan standar NaLS

Larutan induk NaLS 100 ppm diambil 1,2,3,4, dan 5 ml dengan menggunakan mikroburet, kemudian dimasukkan labu ukur 100 ml. Larutan

dikocok sampai homogen. Sehingga diperoleh konsentrasi larutan standar 1,2,3,4,dan 5 ppm.

3.4.15 Metode analisis MBAS (*Metilen Blue Active Substances*)

Larutan NaLS 5 ppm sebanyak 10 ml dimasukkan dalam corong pisah. Lalu dinetralkan dengan penambahan 2 tetes NaOH 1 N dan ditambah indikator pp sampai warna merah muda. Kemudian H₂SO₄ 1 N ditambahkan hingga warna merah muda hilang. Zat metilen biru 2,5 ml ditambahkan dalam corong pisah tersebut, lalu diekstraksi dengan 1 ml kloroform sebanyak 3 kali. Hasil ekstraksi dimasukkan ke dalam corong pisah kemudian didiamkan beberapa saat, kemudian ditambahkan 5 ml larutan pencuci,dikocok, didiamkan beberapa saat. Hasil ekstraksi dipisahkan lalu diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 10 ml sampai tanda batas, kemudian dikocok

3.4.16 Penentuan panjang gelombang maksimum NaLS

Larutan NaLS 5 ppm diukur panjang gelombang maksimumnya dengan metode MBAS pada prosedur 3.4.15, kemudian larutan diukur absorbansi dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 550 nm sampai 700 nm menggunakan blanko kloroform yang telah direaksikan dengan metilen biru (Fajar, 2004).

3.4.17 Pembuatan kurva standar NaLS

Larutan standar NaLS yang dibuat pada bagian 3.4.14 dipipet 10 ml. Lalu dianalisis dengan metode. Analisis MBAS sesuai prosedur pada 3.4.15 tetapi diukur pada panjang gelombang maksimum, sehingga diperoleh kurva kalibrasi larutan standar NaLS.

3.4.18 Penentuan waktu optimum degradasi larutan NaLS

Larutan NaLS yang telah dibuat dengan konsentrasi sebesar 5 ppm sebanyak 500 ml, kemudian disinari UV dengan daya 3 x 8 watt selama 180 menit. Hasil degradasi pada menit ke-5, 10, 20, 30, 45, 60, 90, 120, 180 dan 200 dianalisis dengan metode MBAS 3.4.15 dan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis kemudian dimasukkan dalam kurva standar larutan NaLS untuk mengetahui konsentrasi NaLS yang tersisa.

3.4.19 Penentuan banyaknya TiO₂ untuk proses degradasi

Larutan NaLS yang telah dibuat dengan konsentrasi sebesar 5 ppm sebanyak 500 ml, kemudian disinari UV dengan daya 3 x 8 watt selama waktu optimum yang didapat di percobaan 3.4.18. Percobaan dilakukan dengan mendegradasi NaLS dengan variasi penambahan TiO₂ 0,0500; 0,0750; 0,1000; 0,1250; 0,1500; dan 0,2000 gram selama waktu optimum 3 jam dengan sinar UV 3 x 8 watt. Hasil degradasi dianalisis dengan metode MBAS 3.4.15 dan kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi yang terukur kemudian dimasukkan dalam kurva standar larutan NaLS untuk mengetahui konsentrasi NaLS yang tersisa.

3.4.20 Optimasi fenton pada degradasi NaLS

Larutan NaLS yang telah dibuat dengan konsentrasi sebesar 5 ppm sebanyak 500 ml lalu ditambah dengan variasi Reagen Fenton dengan perbandingan (5:5); (5:10); (10:5); (10:10); (15:10); dan (15:15) ppm sebanyak masing-masing 25 ml lalu dicampurkan ke dalam gelas beaker 1000 ml. Campuran tersebut kemudian diradiasi dengan lampu UV sebesar 3 x 8 watt

dengan waktu optimum 3 jam, Kemudian larutan dianalisis dengan metode MBAS 3.4.15 dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan nilainya dimasukkan ke dalam kurva standar NaLS untuk mengetahui konsentrasi NaLS yang tersisa.

3.4.21 Penentuan gabungan optimasi fenton dengan penambahan TiO_2 pada degradasi NaLS

Larutan NaLS yang telah dibuat dengan konsentrasi sebesar 5 ppm sebanyak 500 ml lalu ditambah dengan hasil optimum pada prosedur 3.4.19 dan 3.4.20 lalu dicampurkan ke dalam gelas beaker 1000 ml. Campuran tersebut kemudian disinari dengan lampu UV sebesar 3 x 8 watt dengan waktu optimum 3 jam, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring whatman untuk menghilangkan suspensi. Kemudian larutan dianalisis dengan metode MBAS 3.4.15 dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan nilainya dimasukkan ke dalam kurva standar NaLS untuk mengetahui konsentrasi NaLS yang tersisa.

3.4.22 Penentuan pH optimum degradasi larutan NaLS

Larutan NaLS yang telah dibuat dengan konsentrasi sebesar 5 ppm sebanyak 500 ml lalu ditambah dengan hasil optimum pada 3.4.19 dan 3.4.20 lalu dicampurkan ke dalam gelas beaker 1000 ml. Kemudian dilakukan variasi pH 1,3,5,7,9, dan 11. Pengaturan pH 1, 3 dan 5 dengan penambahan HCl 0,1 M sedangkan untuk pH 7,9 dan 11 dengan penambahan NaOH 0,1 M. Sebelum penambahan HCl atau NaOH, pH awal larutan diukur menggunakan pH meter. Sebelum diiradiasi, larutan sampel NaLS dibiarkan terlebih dahulu selama 1 jam. dan diradiasi dengan lampu UV sebesar 3 x 8 watt sesuai waktu optimum 3 jam.

Larutan dianalisis secara MBAS 3.4.15, dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan nilainya dimasukkan ke dalam kurva standar NaLS untuk mengetahui konsentrasi NaLS yang tersisa.

3.4.23 Uji Gugus Fungsi NaLS dengan Infra Red Spektroskopi

Larutan NaLS 5 ppm sebelum didegradasi sebanyak 10 ml dianalisis dengan instrument Infra Red (IR). Kemudian larutan NaLS 5 ppm sebanyak 500 ml didegradasi dengan penambahan gabungan massa optimum TiO_2 0,1250 gram dan perbandingan fenton 10 : 10 ppm didegradasi dengan sinar UV 3 x 8 watt selama 3 jam. Kemudian larutan diambil 10 ml dan dianalisis dengan IR.