

BAB III

METODE PENELITIAN DAN ANALITIK

3.1 METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode dari G. Fate dan D.G.Lynn (1990). Untuk mengikuti perubahan konsentrasi disetiap titik, Fate dan Lynn menggunakan Spectrofotometer UV/Visibel. Dalam penelitian ini untuk mengikuti perubahan konsentrasi disetiap titik yang telah ditentukan digunakan Spectronic-20. Pada prinsipnya metode ini menggunakan susunan sel difusi dengan membuat jarak titik pengamatan konsentrasi yang bervariasi. Optimasi panjang gelombang dilakukan untuk mendapatkan serapan maksimum yang dipakai untuk menentukan konsentrasi difusat masing-masing sampel dan pembuatan kurva standar. Berturut turut hasil optimasi panjang gelombang metil oranye, metil violet dan mureksida yaitu 465 nm untuk metil oranye, 595 nm untuk metil violet dan 525 nm untuk mureksida. Penelitian dilaksanakan pada temperatur kamar dan temperatur sistem terukur 29° C.

a. Prinsip Kerja Alat

Prinsip kerja Spectronic-20 untuk pengukuran perubahan konsentrasi larutan secara singkat dapat diterangkan sebagai berikut. Jika I dan I_0 masing-masing adalah intensitas cahaya dengan panjang gelombang tertentu yang

telah melalui larutan dan pelarut murni, maka absorbansi optik didefinisikan sebagai berikut:

$$A = -\log I/I_0$$

Bila hanya zat terlarut saja yang menyerap cahaya dengan kuat, maka hubungan absorbansi optik dengan konsentrasi zat terlarut menurut hubungan Lambert-Beer ditulis seperti persamaan (32).

$$A = a.b.c$$

Aluran A(absorbansi) terhadap konsentrasi zat terlarut berupa garis lurus.

b. Sel Difusi

Karena untuk mengikuti perubahan konsentrasi difusat digunakan Spectronic-20, maka pembuatan sel difusi dalam kuvet merupakan keharusan. Spectronic-20 hanya mempunyai satu sumber sinar, maka jarak titik pengamatan yang bervariasi akan diperoleh dengan memvariasi volume isian gel dalam kuvet. Dengan mengubah-ubah jumlah isian gel dalam masing-masing kuvet, jarak titik pengamatan yang diinginkan akan diperoleh. Konsentrasi gel 1% merupakan konsentrasi ideal yang disarankan oleh banyak peneliti.



Gambar 03. Sel difusi dalam kuvet Spectronic-20

3.2 METODE ANALITIK

Penelitian ini melibatkan banyak variabel bebas, tetapi pada penelitian ini hanya dipilih dua variabel, yaitu variabel perubahan konsentrasi dan perubahan jarak tempuh difusi. Variabel tersebut dari rumus yang telah diketahui, yaitu rumus (pers. 21). Persamaan tersebut berbentuk eksponensial tetapi dapat dilinierkan dengan melogaritmakan. sehingga akan diperoleh :

$$\ln C/C_0 = \ln(Dt)^{1/2} - X^2/4Dt \dots \dots \dots (36)$$

Untuk mendapatkan pola-pola difusi dibuat grafik $\ln C/C_0$ vs X^2 . Harga koefisien difusinya diperoleh dari slope persamaan diatas ($-4Dt^{-1}$). Data-data yang diperoleh dianalisa dengan metode regresi linier model Least Squares dengan bantuan program turbo pascal (WH Rahmanto, komunikasi pribadi).

3.3 PENELITIAN

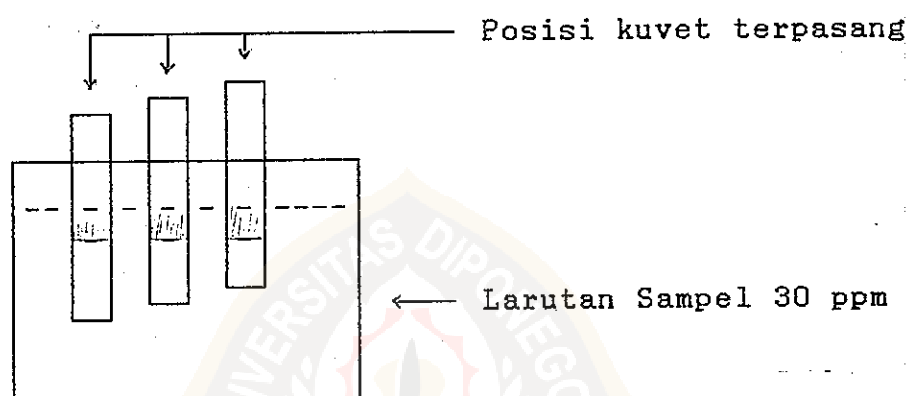
3.3.1 Alat Yang Digunakan

1. Spectronic-20 dan kuvetnya
2. Beker glas 250 ml
3. Pemanas (kompor listrik)
7. Satu set alat refluk
4. Labu Takar 25 ml dan 50 ml
5. Pipet Ukur 10 ml
6. Neraca Analitik

3.3.2 Bahan Yang Digunakan

1. Metil Oranye 3 gr
2. Metil Violet 3 gr
3. Mureksida 3 gr
4. Aquabidest dan Aquadest
6. Agar-agar makanan merk Swallow wallet 28 gram

3.3.3 Gambar Pada Saat Proses Difusi Berlangsung



Gambar 04. Gambar posisi kuvet saat difusi dilangsungkan

3.3.4 Preparasi Larutan Sampel

- A. Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm
 1. Sampel Metil Oranye ditimbang 50 mgr.
 2. Sampel dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml.
 3. Ke dalam labu takar ditambahkan Aquabidest, sampai tanda batas, kemudian digojog.
 4. Hal yang sama dilakukan untuk sampel Metil Violet dan Mureksida.

B. Pembuatan Larutan Sampel 30 ppm

1. Larutan Sampel induk (Metil Oranye) diambil 1,5ml dengan pipet ukur.
2. Sampel dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml.
3. Ke dalam labu takar ditambah aquabidest hingga tanda batas, kemudian digojog.
4. Hal yang sama dilakukan untuk sampel Metil Violet dan Mureksida.

C. Pembuatan Larutan Sampel 25 ppm dengan pengenceran

1. Larutan sampel induk (Metil Oranye) diambil 1,25 ml dengan pipet ukur.
2. Sampel dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml.
3. Ke dalam labu takar ditambahkan aquabidest hingga tanda batas, kemudian digojok.
4. Hal yang sama dilakukan untuk sampel Metil Violet dan Mureksida.

3.3.5 Prosedur Kerja

A. Membuat Sel Difusi

1. Gel agar-agar 1% dibuat dengan melarutkan 1 gr tepung agar-agar dalam 99 ml aquabidest, kemudian dipanaskan, sampai menjadi gel (suhu 90°C).
2. Gel agar dituangkan ke dalam kuvet dibiarkan dingin dan diusahakan agar tidak terlalu banyak penguapan.

B. Standardisasi Spectronic-20

1. Spectronic-20 dihubungkan dengan sumber daya listrik 220V.
2. Ditunggu selama 1 Jam untuk pemanasan.
3. Spectronic diset tanpa blanko posisi jarum pada transmitansi 0.
4. Blanko dimasukkan ke dalam tempat kuvet pada Spectronic-20.
5. Spectronic-20 distel pada skala %T 100 atau absorbansi 0.

C. Mencari Panjang Gelombang Maksimum

1. Larutan sampel disiapkan dalam kuvet.
2. Larutan blanko disiapkan dalam kuvet.
3. Spectronic-20 diseting dengan larutan blanko seperti poin B.
4. Kuvet sampel dimasukkan ke dalam tempat kuvet.
5. Panjang gelombang diatur sedemikian rupa sehingga diperoleh absorbansi maksimum.

D. Membuat Kurva Standar

1. Gel standar untuk masing-masing sampel dibuat dengan konsentrasi 1,00; 3,00; 6,00; 10,00 dan 15,00 ppm dalam agar-agar 1%.
2. Sampel 25 ppm diambil n ml dengan pipet ukur, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml.
3. Agar-agar ditimbang 0,25 gr, ditambah aquabidest $(24,75 - n) \text{ ml} = x \text{ ml (Aquabidest)}$

4. Kemudian dipanaskan dengan refluks sampai menjadi gel (Sampai suhu 90°C).
 5. Gel dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml yang berisi larutan sampel n ml ($n = 1, 3, 6$ dan 10).
 6. Gel dalam labu takar digojog, kemudian dituangkan ke dalam masing-masing kuvet.
 7. Untuk gel standar 15 ppm dibuat dengan cara yang sama seperti untuk konsentrasi 1-10 ppm, tetapi sampel yang digunakan 50 ppm, diambil 7,5 ml dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml.
 8. Setelah gel dingin masing-masing gel standar ditentukan absorbansinya.
 9. Absorbansi dan konsentrasi digambarkan dalam kurva kartesius.
- E. Penentuan Konstanta difusi
1. Dibuat sel difusi seperti pada A dengan panjang isian gel dalam kuvet 1,00; 1,25; 1,50; 1,75; 2,00; 2,25 dan 2,50 cm dari titik pengamatan.
 2. Sel difusi direndam dalam larutan sampel 30 ppm sampai permukaan agar-agar tercelup kurang lebih 1cm selama 47 jam.
 3. Absorbansi difusi ditentukan dengan Spectronik20
 4. Konsentrasi difusi ditentukan dengan menginterpolasikan Absorbansi ke dalam kurva standar.
 5. Konstanta difusi diperoleh dari slope kurva $\ln C/C_0$ Vs X^2 .