

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

Dalam pelaksanaan penelitian ini dilakukan kontak langsung antara kapas aktif dengan sampel. Cara yang ditempuh dengan memasukkan resin kapas ke dalam beaker glass yang telah berisi larutan kation dan dibiarkan beberapa saat sambil diaduk, lalu dipisahkan.

Analisa konsentrasi larutan kation dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer. Kation tembaga yang digunakan untuk sampel dikomplekskan dengan penambahan Kalium tiosianat dan piridin.

Sebagai variabel yang tetap dalam penelitian ini :

- Berat kapas : 2 gram
- Berat resin kapas : 1 gram
- Suhu operasi : Temperatur kamar

sedangkan yang menjadi variabel berubahnya adalah :

a. Proses pengaktifan kapas

- Proses alkalisasi : Suhu alkalisasi dan waktu reaksi

- Proses karboksimetilasi : Konsentrasi

b. Proses adsorpsi (pertukaran)

- Konsentrasi kation
- Waktu kontak

sedangkan sebagai perbandingan terhadap kapasitas

pertukaran dari resin kapas digunakan resin dengan tipe yang sama dan kapas alami

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat yang dipergunakan

- Neraca analitik
- Oven
- Spektronik 20, Bausch & Lomb
- Stabiliser
- Kolom
- Stopwacth (atau petunjuk waktu yang lain)
- Alat-alat gelas yang biasa digunakan untuk praktikum

3.2.2. Bahan yang digunakan

- Kapas yang sudah disterilisasi
- Kalium tiosianat 0.02 M
- Larutan stock tembaga 150 ppm
- Larutan tembaga 15 ppm
- Larutan stock asam tri klorasetat 0,5 M
- Larutan asam tri klorasetat 0,06 M
- Piridin
- Asam asetat glasial
- Kloroform
- Aquadest
- Resin penukar kation

- Alkohol 60 %
- Natrium hidroksida
- Larutan Asam klorida 2 N

3.3. Pembuatan Reagen

1. Stock larutan tembaga (1 ml = 0,15 mg tembaga)
Dilartukan 0,585 gr CuSO_4 kering dalam aquades dan diencerkan hingga 1 liter.
2. Larutan standar tembaga.
Diencerkan 100 ml stock larutan tembaga hingga 1 liter dengan aquades (1 ml = 0,015 mg).
3. Stock larutan Asam triklorasetat 0,5 M
Dilartukan 81,948 gr Asam triklorasetat dalam aquades dan diencerkan hingga 1 liter.
4. Larutan standar triklorasetat 0.06 M
Diencerkan 120 ml stock larutan asam triklorasetat hingga 1 liter dengan aquades.
5. Larutan standar Kalium tiosianat 0,02 M
Dilartukan 1,94 gr Kalium tiosianat ke dalam aquades kemudian diencerkan menjadi 1 liter.
6. Larutan Natrium hidroksida 50 %
Dilartukan 500 gr Natrium hidroksida ke dalam 500 ml aquades.
7. Larutan alkohol 60 %
Diencerkan 625 ml alkohol dengan aquades hingga 1 lt

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Proses pengaktifan kapas

Untuk mengaktifkan kapas hingga dapat berfungsi sebagai resin penukar kation ditempuh dalam dua tahap reaksi yaitu proses alkalisasi dan proses karboksimetilasi.

a. Proses alkalisasi

I. Variasi suhu alkalisasi

1. Sekitar 2 gr kapas dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi 200 ml etanol dan 50 ml NaOH 50 % dan dipanaskan dengan variasi suhu 30, 40, 50, 60, 70, derajat celsius selama 30 menit sambil diaduk.
2. Setelah itu ditambahkan 0,02 M asam triklorasetat sebanyak 50 ml sedikit demi sedikit pada suhu 60°C, sambil diaduk pertahankan suhu ini selama 30 menit.
3. Kemudian didinginkan dan dipisahkan kapas dari larutan dan dicuci dengan etanol 60 % selanjutnya dikeringkan.
4. Setiap kapas yang telah diberi perlakuan tersebut ditimbang 1 gr dan dikontakkan dengan larutan tembaga 15 ppm selama 60 menit.
5. Lalu dipisahkan dan sedikit diperas. filtratnya ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer

II. Variasi waktu alkalisasi

1. Sekitar 2 gr kapas dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi 200 ml etanol dan 50 ml NaOH 50 % dan dipanaskan pada suhu 60°C (suhu optima) dengan variasi waktu yaitu 30, 60, 90, 120 menit sambil diaduk.
2. Setelah itu ditambahkan 0,02 M asam triklorasetat sebanyak 50 ml sedikit demi sedikit pada suhu 60°C , sambil diaduk pertahankan suhu ini selama 30 menit.
3. Kemudian didinginkan dan dipisahkan kapas dari larutan dan dicuci dengan etanol 60 % selanjutnya dikeringkan.
4. Setiap kapas yang telah diberi perlakuan tersebut ditimbang 1 gr dan dikontakkan dengan larutan tembaga 15 ppm selama 60 menit.
5. Lalu dipisahkan dan sedikit diperas. filtratnya ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer.

b. Proses karboksimetilasi

1. Sekitar 2 gr kapas dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi 200 ml etanol dan 50 ml NaOH 50 % dan dipanaskan pada suhu 60°C selama 120 menit sambil diaduk.
2. Setelah itu ditambahkan asam triklorasetat dengan variasi konsentrasi 0,02 ; 0,04 ; 0,06 ; 0,08 ; 0,1 M sebanyak 50 ml sedikit demi sedikit pada suhu 60°C , sambil diaduk pertahankan suhu ini selama 30 menit.
3. Kemudian didinginkan dan dipisahkan kapas dari larutan dan dicuci dengan etanol 60 % selanjutnya dikeringkan.

4. Setiap kapas yang telah diberi perlakuan tersebut ditimbang 1 gr dan dikontakkan dengan larutan tembaga 15 ppm selama 60 menit.
5. Lalu dipisahkan dan sedikit diperas. filtratnya ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer.

3.4.2. Proses Pertukaran (adsorpsi)

a. Pengaruh konsentrasi kation

1. 1 gr kapas aktif dimasukkan dalam beaker glass yang telah berisi larutan tembaga 15 ppm.
2. Didiamkan selama 1 jam sambil sesekali diaduk.
3. Filtrat disaring untuk ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum
4. Pengerjaan yang sama dengan konsentrasi kation yang berbeda yaitu 30, 45, 60, dan 75 ppm

b. Pengaruh waktu kontak pada konsentrasi kation optimal

1. Ditimbang 1 gr kapas aktif yang kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass yang berisi 100 ml larutan tembaga 60 ppm (konsentrasi optimal).
2. Didiamkan selama 1 jam .
3. Dipisahkan kapas dari larutan dan ditentukan konsentrasi filtrat dengan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum.
4. Perlakuan yang sama diberikan dengan variasi waktu kontak 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 jam.

3.4.3. Perbandingan dengan resin penukar kation dan kapas alami

Pengerjaan dengan cara kolom dilakukan baik terhadap resin, kapas alami maupun kapas yang sudah diaktifkan.

Prinsipnya adalah :

1. 1 gr kapas aktif kering dimasukkan ke dalam kolom yang berdiameter 1,5 cm dan dialiri aquades.
2. Setelah itu dituangi larutan tembaga 60 ppm sebanyak 100 ml.
3. Larutan yang tak terikat ditampung dan dianalisa konsentrasinya dengan spektrofotometer.

Untuk resin Amberlite dilakukan dengan cara :

1. 1 gr resin kering dimasukkan dalam kolom yang berdiameter 1,5 cm yang telah disangga glass wool dialiri aquades. Tambahkan larutan HCl 2N, setelah itu dialiri aquades kembali untuk menghilangkan kelebihan HCl (bebas asam).
2. Kemudian dituangi larutan tembaga 60 ppm sebanyak 100 ml
3. Larutan yang keluar ditampung dan dianalisa konsentrasinya dengan spektrofotometer.

3.4.4. Analisa konsentrasi tembaga dengan spektrofotometer

a. Penentuan panjang gelombang maksimum.

1. Dicampurkan 20 ml larutan tembaga standar, ditambah 15 ml Kalium tiosianat 0,02 M dan 20 tetes piridin ke dalam labu pemisah.
2. Ditambahkan 30 ml kloroform dan dikocok selama 6 menit.
3. Dipisahkan fasa kloroformnya
4. Kuvet yang bersih dibilas dan diisi dengan fasa kloroform yang sudah dipisahkan.
5. Diukur serapan (absorbansinya) pada panjang gelombang dari 350-450 dengan selang 5 nm

b. Penentuan konsentrasi larutan sampel filtrat

1. Dicampurkan 20 ml larutan tembaga sampel, ditambah 15 ml Kalium tiosianat 0,02 M dan 20 tetes piridin ke dalam labu pemisah.
2. Ditambahkan 30 ml kloroform dan dikocok selama 6 menit.
3. Dipisahkan fasa kloroformnya.
4. Kuvet yang bersih dibilas dan diisi dengan fasa kloroform yang sudah dipisahkan.
5. Diukur serapan (absorbansinya) pada panjang gelombang maksimum 410 nm.
6. Dengan pengerjaan yang sama dilakukan untuk blanko dan standar.

Perhitungan :

- Konsentrasi larutan sampel (filtrat) kation (Cx) ditentukan dengan rumus perbandingan :

$$C_x = \frac{C_s}{A_s} \cdot A_x$$

dimana, C_x = Konsentrasi filtrat kation
 C_s = Konsentrasi larutan standar
 A_s = Absorbansi larutan satandar
 A_x = Absorbansi filtrat kation.

- Penentuan Tembaga teradsorbsi

Cu^{2+} teradsorbsi = $(C_s - C_x) \cdot 0,1$ mg/gr kapas aktif

3.4.5. Analisa Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah.

Untuk mengetahui gugus fungsi yang ada dalam struktur kapas alam maupun kapas aktif telah dilakukan analisa dengan menggunakan spektrofotometer inframerah di Laboratorium Analisa Kimia Fisika Instrument Pusat (LAKFIP) universitas Gajah Mada Yogyakarta.