

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Metoda Penelitian

Dalam penelitian yang dilakukan, memakai metoda sintesa dan analisa kuantitatif. Mula-mula dilakukan elektrolisa terhadap larutan garam dapur ( NaCl ) dengan konsentrasi tertentu. Volume larutan adalah 75 ml, voltase adalah 8,66 volt, jarak antar elektroda adalah 1 cm, elektrolisa dilakukan pada suhu kamar.

Dalam penentuan t maksimum, yakni waktu untuk menghasilkan klor aktif (  $\text{OCl}^-$  ) terbanyak, dengan menggunakan larutan garam dapur 5 %. Elektroda yang digunakan adalah pensil HB, dan B, dengan luas permukaan tercelup pada larutan adalah  $3,803 \text{ cm}^2$ , dan grafit dari battery ABC yang masih baru dengan luas permukaan tercelup pada larutan adalah  $4,526 \text{ cm}^2$ . Waktu elektrolisa adalah 25 menit, 30 menit, 35 menit dan seterusnya sampai didapat kadar klor aktif (  $\text{OCl}^-$  ) terbanyak. Hasil elektrolisa ditentukan kadar kuantitatifnya dengan metoda Iodometri.

Setelah ditentukan jenis elektroda dan waktu elektrolisa untuk menghasilkan kadar klor aktif (  $\text{OCl}^-$  ) maksimum, dilakukan elektrolisa lagi dengan variabel konsentrasi garam dapur ( NaCl ) yang digunakan, yakni 5%,

7%, 9%, dan seterusnya sampai 15%. Hasil elektrolisa ditentukan kadar klor aktifnya (  $\text{OCl}^-$  ) dengan metoda Iodometri, untuk menentukan pada konsentrasi berapa diperoleh kadar klor aktif (  $\text{OCl}^-$  ) terbanyak.

### 3.2 Alat dan Bahan

Adapun alat-alat dan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

#### 3.2.1 Alat-alat:

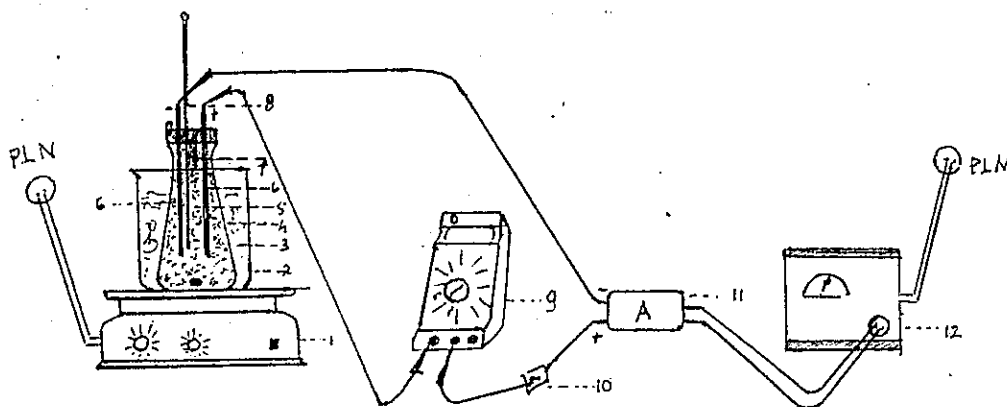
- a. rangkaian alat elektrolisa, yang meliputi:
  - penyearah arus.
  - multimeter.
  - magnetik stirer.
  - erlemeyer.
  - beker glass.
  - elektroda grafit ( dari pensil HB,B dan dari battery ABC yang masih baru )
  - kabel.
  - penunjuk waktu.
- b. buret 50 ml.
- c. statif dan klem.
- d. beker glass 200 ml.

- e. gelas ukur 10 ml.
- f. pipet tetes.
- g. pipet ukur 10 ml.
- h. pipet volume 10 ml.
- i. erlemeyer 250 ml, 50 ml.
- j. labu takar 100 ml.
- k. pengaduk kaca.
- l. pH meter ( kertas pH )
- m. oven.
- n. botol coklat.
- o. termometer.

### 3.2.2 Bahan-bahan:

- a. Asam asetat glasial (  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ).
- b. Kalium iodida kristal ( KI ).
- c. Natrium tiosulfat standard (  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ) 0,1N,  
0,01N.
- d. Kalium dikromat standard (  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ) 0,1 N.
- e. Kloroform (  $\text{CHCl}_3$  ).
- f. indikator amilum.
- g. Seng klorida (  $\text{ZnCl}_2$  ).
- h. asam Sulfat pekat (  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ).

### 3.3 Gambar Rangkaian Alat



Gambar 3.1 : Rangkaian alat elektrolisa

Keterangan gambar:

1. magnetik stirer.
2. beker glas.
3. air es.
4. erlemeyer.
5. larutan NaCl.
6. elektroda.
7. sekat plastik mika tebal.
8. termometer.
9. multimeter.

10. saklar.
11. adaptor.
12. stabilizer.

### 3.4 Cara Kerja

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan Standard Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,1 N

- a. Gunakan labu takar 500 ml untuk melarutkan 12,5 gr  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  dengan air suling.
- b. Isi dengan air suling sampai tanda batas.
- c. Tambahkan beberapa tetes kloroform ( $\text{CHCl}_3$ ) supaya larutan stabil.
- d. Awetkan larutan standard tersebut selama minimum 2 minggu sebelum distandardkan dan dipakai untuk yang pertama kali. Masa berlakunya larutan standard Natrium tiosulfat adalah 24 jam, selanjutnya untuk setiap penggunaan perlu distandardisasi lagi.

#### 3.4.2. Pembuatan Larutan Standard Kalium Dikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) 0,1 N

- a. Larutkan 4,904 gr  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( tanpa  $\text{H}_2\text{O}$ , yang sudah dikeringkan pada suhu  $105^\circ \text{C}$  selama 2 jam ), dalam labu takar 1000 ml dengan air suling.

- b. Tambahkan dengan air suling sampai tanda batas.
- c. Simpan larutan ini dalam botol kaca dengan tutup kaca.

Jika kita menginginkan larutan standard dengan normalitas yang lebih kecil dari larutan standard awal, maka hal ini dapat diatasi dengan memakai persamaan sebagai berikut:

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

Dimana :

$N_1$  = normalitas larutan standard awal ( N ).

$N_2$  = normalitas larutan standard yang baru ( N )

$V_1$  = volume larutan standard awal ( l ).

$V_2$  = volume larutan standard yang baru ( l ).

### 3.4.3 Pembuatan Indikator Amilum

- a. Timbang 0,5 gr kanji, dengan sedikit air suling lalu ditumbuk.
- b. Dituangkan kedalam 100 ml air suling didalam beker glass yang sedang mendidih ( sterilisasi ) sedikit demi sedikit, sambil diaduk.

- c. Didiamkan semalam agar terjadi endapan dan surfaktan yang akan digunakan terbebas dari kekeruhan. Ditambahkan dengan sedikit Seng klorida (  $ZnCl_2$  )

#### 3.4.4 Pembuatan Larutan NaCl 5 %

- a. Ambil kristal NaCl PA , dioven pada suhu  $105^{\circ} C$  selama 2 jam.
- b. Timbang 25 gr kemudian dilarutkan dalam 475 ml air suling. Larutan disimpan dalam botol.
- c. Simpan larutan tersebut dalam botol.

Jika kita menginginkan larutan NaCl dengan prosen berat yang berbeda maka dapat diatasi dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$P = \frac{W}{W + W_o} \times 100$$

Dimana :

P = prosen berat dari zat yang kita larutkan (%)

W = berat zat yang dilarutkan ( gr ).

$W_o$  = berat air suling yang digunakan ( gr ).

#### 3.4.5 Standardisasi Larutan $Na_2S_2O_3$ Dengan Metoda Kalium Dikromat

- a. Siapkan 80 ml air suling dalam erlemeyer 0,2

liter, kemudian ditambahkan  $\pm$  1ml Asam sulfat pekat, diaduk sedikit demi sedikit sampai didapat pH 3-4. + 10 ml  $K_2Cr_2O_7$  0,1 N , 1 gram KI kristal, diaduk dengan magnetik stirer selama 6 menit.

- b. Larutan dititrasi dengan 0,1 N  $Na_2S_2O_3$  sampai warna kuning hampir habis ( iodida telah dibebaskan ).
- c. Ditambahkan dengan 1 ml larutan amilum, kemudian titrasi diteruskan sampai warna biru hilang pertama kali.

Sehingga normalitas  $Na_2S_2O_3$  dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Normalitas } Na_2S_2O_3 = \frac{1}{\text{ml } Na_2S_2O_3 \text{ yang dibutuhkan}}$$

#### 3.4.6 Penentuan Kadar Klor aktif Hasil Elektrolisa dengan Metoda Iodometri

- a. Hasil elektrolisa diambil dengan volume tertentu + 200 ml air suling, + 1 gr KI, + asam asetat glasial diaduk sampai pH 3-4.



- b. Titrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,01 N sampai warna kuning hampir habis.
- c. Tambahkan indikator amilum 1 ml, dititrasi lagi sampai warna biru hilang untuk yang pertama kali.

#### 3.4.7 Titrasi Blanko

- a. Ambil air suling sebanyak air suling yang digunakan pada titrasi sampel hasil elektrolisa, + 1 gr KI, + asam asetat glasial diaduk sampai pH 3-4, + 1 ml indikator amilum .
- b. Jika timbul warna biru dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,01 N sampai warna biru hilang.

