

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel berubah yang digunakan pada proses adsorpsi adalah :

- a. Berat karbon aktif yang digunakan untuk mengadsorpsi.
- b. Waktu kontak adsorpsi.

Variabel tetap yang digunakan adalah :

- a. Temperatur Adsorpsi
- b. Jenis karbon aktif dan kerosin yang digunakan berasal dari sumber yang sama.
- c. Kecepatan Pengocokan.
- d. Volume Kerosin.

Parameter untuk mengetahui proses adsorpsi yang optimum :

- a. Kandungan Sulfur pada kerosin sebelum diadsorpsi dan setelah diadsorpsi.
- b. Bilangan Iod karbon aktif sebelum dan setelah digunakan untuk mengadsorpsi kerosin.
- c. Analisa kualitatif dengan Spektrofotometer Infra Merah terhadap karbon aktif sebelum dan setelah digunakan untuk mengadsorpsi kerosin.
- d. Analisa warna dengan Saybolt Chromometer terhadap kerosin yang belum mengalami adsorpsi dan yang telah mengalami adsorpsi.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat Yang Digunakan.

Instrumen :

- Unit Sulfur Lamp Method (ASTM D 1266-87)
- Alat Pengocok Wrist Action Shaker model 75 Burrell
- Ayakan Karl Kolbe Scientific Technical Supplier
- Saybolt Chromometer Method (ASTM D 156-87)
- Spektrofotometer Infra Merah
- Timbangan Listrik

Alat Gelas :

- Gelas Ukur
- Labu takar 1000 ml
- Labu takar 500 ml
- Botol Gelap
- Buret
- Erlenmeyer
- Saringan
- Corong
- Pipet Volume 25 ml
- Pipet Volum 50 ml
- Statip dan Klem

3.2.2. Bahan Yang Digunakan.

- Kerosin
- Karbon Aktif
- KI
- I₂

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
- Akuades
- Gas CO_2 dan gas O_2
- H_2O_2 1,5 %
- Indikator Metil Merah
- NaOH 0,05 N
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- HCl
- Amylum
- Na_2CO_3

3.3. Pembuatan Reagen

3.3.1. Larutan H_2O_2 1,5 %.

Dilakukan pengenceran dari H_2O_2 30 %. Dipipet 25 ml larutan H_2O_2 30 % kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 ml. Ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok sampai rata lalu disimpan dalam botol tertutup.

3.3.2. Larutan NaOH 0,05 N.

Dilakukan pengenceran dari NaOH 0,1 N. Diambil 125 ml NaOH 0,1 N dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok sampai rata lalu disimpan dalam botol tertutup.

3.3.3. Larutan Iodium 0,1 N.

Ditimbang 25 gram KI dilarutkan dengan sedikit akuades dalam labu ukur 1000 ml. Ditambahkan 13 gram I_2 ke dalam larutan tersebut dan dikocok sampai larut.

Ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dikocok sampai rata kemudian disimpan dalam botol gelap.

3.3.4. Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.

Ditimbang 26 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan 0,2 gram Na_2CO_3 . Dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 1000 ml dan dikocok. Kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok sampai rata. Lalu dimasukkan ke dalam botol tertutup serta didiamkan selama 2 hari.

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Persiapan Sampel Kerosin dan Karbon Aktif.

a. Kerosin.

Sampel kerosin diambil dari kilang mini PPT Migas Cepu sebanyak 5 Liter dan ditutup rapat dalam penyimpanan selama penelitian.

b. Karbon Aktif.

Adsorben karbon aktif yang digunakan dibuat dari tempurung kelapa oleh PT Indo Huna Charcoal, Yogyakarta. Karbon aktif diayak dengan menggunakan ayakan Karl Kolbe Scientific Technical Supplier dengan ukuran lolos 8 mesh dan tertahan 12 mesh.

3.4.2. Proses Adsorbsi.

Proses adsorbsi dilakukan dengan menggunakan alat pengocok Wrist Action Shaker model 75, Burrell. Adapun urutan kerjanya sebagai berikut :

a. Pengaruh Berat Karbon Aktif pada Proses Adsorpsi Sulfur pada Kerosin.

- Sejumlah berat karbon aktif masing-masing adalah 20, 50, 100, 150, 170, 200 dan 210 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ke dalamnya ditambahkan 200 ml kerosin. Kemudian ditutup dan dipasang pada alat pengocok. Kecepatan pengocokan diatur pada angka 3 dan pengatur waktu pada 30 menit.
- Alat pengocok dihidupkan dan ditunggu hingga berhenti dengan sendirinya.
- Kemudian disaring untuk memisahkan antara karbon aktif dengan kerosinnya untuk dianalisa lebih lanjut.

b. Pengaruh Waktu Kontak Adsorpsi pada Proses Adsorpsi Sulfur pada Kerosin.

- Karbon aktif sebanyak 100 gram dan kerosin sebanyak 200 ml ditempatkan dalam erlenmeyer dan dipasang pada alat pengocok.
- Kecepatan pengocok diatur pada angka 3 dan pengatur waktu diatur masing-masing 20, 30, 40, 70, 80, dan 90 menit.
- Alat pengocok dihidupkan dan ditunggu hingga berhenti dengan sendirinya.
- Kemudian disaring untuk memisahkan antara karbon aktif dan kerosinnya.

3.4.3. Pengukuran Parameter-Parameter.

a. Penentuan Kandungan Sulfur.

Penentuan kandungan Sulfur dilakukan dengan menggunakan Unit Sulfur Lamp Method (ASTM D 1266-87).

Adapun cara kerja selengkapnya adalah sebagai berikut :

Persiapan alat.

- Sebelum pemeriksaan sampel, pada absorber diisikan 30 ml akuades. Masing-masing kerangan antara manifold vakum dan spray trap diatur sehingga diperoleh kecepatan aliran udara yang sesuai pada setiap absorber. Tekanan pada manifold vakum dipertahankan sekitar 40 cm air bawah tekanan atmosfer. Bila keseluruhan sistem telah diatur, akuades dikeluarkan dari adsorber.
- Larutan H_2O_2 1,5 % sebelum digunakan terlebih dahulu dinetralkan dengan cara dipipetkan 30 ml H_2O_2 1,5 % ke dalam erlenmeyer dan disiapkan sebanyak jumlah absorber yang akan digunakan secara serentak. Ditambahkan setetes indikator Metil Merah kemudian beberapa tetes larutan NaOH 0,05 N sampai tepat terjadi perubahan warna dari merah menjadi jernih.
- Dimasukkan 30 ml larutan H_2O_2 1,5 % yang telah dinetralkan ke dalam setiap absorber. Spray trap dan chimney dipasang dan dihubungkan ke manifold.
- Benang sumbu dipotong sepanjang 30 cm dan dilipat menjadi dua bagian sepanjang 15 cm. Dimasukkan ke dalam tabung bagian dalam dari pembakar.

Langkah Kerja.

- Sejumlah sampel dipipetkan ke dalam erlenmeyer kemudian ditutup.
- Erlenmeyer dan pembakar ditimbang dengan teliti kemudian masing-masing pembakar tersebut dipasangkan pada masing-masing erlenmeyer.
- Pipa di sisi pembakar dihubungkan dengan selang ke manifold.
- Pembakar dinyalakan, kemudian dimasukkan ke chimney. Apabila nyala lampu menunjukkan tendensi akan mati saluran chimney dkecilkan. Pada waktu yang bersamaan aliran gas ke pembakar diatur sedemikian sehingga diperoleh nyala yang simetris dan tidak berasap.
- Dikerjakan untuk erlenmeyer yang lainnya. Tenaga pengontrol chimney manifold diatur sesuai dengan tekanan yang dikehendaki.
- Selama pembakaran teristimewa apabila nyala api menjadi kecil, kecepatan aliran gas $\text{CO}_2 - \text{O}_2$ ke burner diturunkan, hal ini untuk mencegah padamnya api.
- Bila pembakaran telah cukup, hubungan antara erlenmeyer dan pembakar dengan chimney dilepaskan. Aliran gas $\text{CO}_2 - \text{O}_2$ ke pembakar ditutup.
- Erlenmeyer + pembakar + tutupnya ditimbang kembali.
- Apabila semua pembakaran telah selesai, saluran gas $\text{CO}_2 - \text{O}_2$ ditutup, Udara dibiarkan tertarik terus ke absorber selama 5 menit.

- Chimney dan spray trap dibilas dengan akuades.
- Larutan dalam absorber dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,05 N dengan indikator Metil Merah sampai tepat terjadi perubahan warna dari merah menjadi jernih.
- Analisa sulfur dilakukan pada kerosin sebelum diadsorbsi dan pada kerosin yang telah diadsorbsi masing-masing dari tiap variasi.
- Kandungan Sulfur dalam % berat dihitung dengan menggunakan rumus berikut :

$$\% \text{ berat Sulfur dalam sampel} = 16,03 \times N \times \frac{A}{10 W}$$

Keterangan :

- A : ml larutan NaOH
- N : Normalitas Larutan NaOH
- W : Gram Sampel yang dibakar

b. Penentuan Bilangan Iod Karbon Aktif.

- Standardisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Diambil 25 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dari 0,1 N dan ditambahkan 100 ml akuades. Ditambah 6 ml HCl pekat kemudian diberi 30 ml KI 1 N . Dipipetkan 10 ml kemudian dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan indikator amylum sampai titik ekuivalen yang ditandai warna berubah dari biru tua menjadi hijau.

Konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dihitung sebagai :

$$V \times N = 25 \times 0,1$$

$$N = \frac{25 \times 0,1 \times 10}{161 \times V}$$

Langkah kerja

- Ditimbang 0,5 gram sampel karbon aktif awal.
- Dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan Iodium sebanyak 50 ml.
- Kemudian dipasang pada alat pengocok dengan kecepatan pengocokan pada skala 3 pada alat dan waktu pengocokan selama 10 menit, ditunggu hingga alat berhenti dengan sendirinya.
- Kemudian dilepaskan dari alat pengocok dan didiamkan selama 1 jam.
- Diambil 10 ml larutan dan dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N. Tambahkan indikator amylum kemudian dititrasi kembali sampai titik ekuivalen.
- Dilakukan titrasi blanko
- Dilakukan pula pada karbon aktif yang sudah dipakai untuk mengadsorpsi sesuai dengan kode-kode sampel.
- Bilangan Iod dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{a \times N \times 126,9 \times 50}{0,5 \times 10}$$

Keterangan :

a : Selisih volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ titrasi blanko dan sampel

N : Normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

c. Pembuatan Spektrum Infra Merah.

Persiapan Sampel (Pembuatan Pelet KBr)

- Sampel dan KBr dikeringkan dalam oven.
- Sampel sebanyak 1 mgram digerus dengan 50 mgram KBr dalam lumpang porselin hingga menjadi homogen.
- Serbuk ditekan dengan menggunakan alat pembuat pelet hingga membentuk lapisan tipis yang tembus cahaya.

Pembuatan Spektrum Infra Merah untuk karbon aktif.

- Pelet ditempatkan dalam ruang sampel alat Spektrofotometer Infra Merah yang selanjutnya alat tersebut dioperasikan pada waktu pembacaan (Time Scan) 3 menit dan bilangan gelombang $600 - 4000 \text{ cm}^{-1}$.
- Dibuat spektrum Infra Merah untuk udara sebagai spektrum Infra Merah blanko (referensi).
- Dibuat spektrum Infra Merah untuk karbon aktif, kemudian dibandingkan dengan spektrum Infra Merah blanko sehingga diperoleh spektrum Infra Merah karbon aktif yang sebenarnya (yaitu spektrum Infra Merah perbandingan karbon aktif terhadap udara/blanko).

d. Analisa Warna dengan Saybolt Chromometer.

- Tabung dibilas dengan menggunakan sedikit sampel yang akan dianalisa dan dikeringkan.
- Tabung diisi dengan sampel dan bandingkan warnanya dengan tabung standard kosong dan nomor warna standard pada skala 1. Jika sampel lebih terang maka atur nomor

warna standard pada skala 1/2 Jika sampel lebih gelap maka nomor warna standard dipindahkan ke skala 2.

- Dengan nomor warna standard yang telah sesuai dan sampel pada tabung dan warna sampel agak lebih gelap dari warna standard, maka sampel dikeluarkan perlahan-lahan dengan menggunakan keran hingga diperoleh ketinggian tertentu sesuai Tabel VI.6. pada lampiran 3. Dan setiap kali pada ketinggian tertentu warna sampel dan warna standard dibandingkan.
- Demikian seterusnya hingga didapatkan warna sampel dan warna standard hampir sama. Dan pada kondisi yang demikian nomor warna menurut Saybolt dapat dilihat pada Tabel VI.6. pada lampiran 3.

