

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Persiapan Sampel

1. Kain yang digunakan adalah kain katun yang diproduksi oleh PT Sari Warna Boyolali.
2. Zat warna naftol yang digunakan adalah naftol-AS dengan garam diazonium dari fast orange GG untuk membentuk pigmen jingga yang diproduksi oleh PT Hoescht Bandung.

3.2. Variabel Penelitian

3.2.1. Kestabilan zat warna naftol sebelum adsorpsi pada kain katun

Variabel - variabel yang akan diamati pengaruhnya terhadap kestabilan zat warna naftol sebelum diadsorpsi oleh pada kain katun adalah :

1. Waktu.
2. Berat surfaktan.
3. Suhu.
4. pH.
5. Sinar matahari.

Adapun variabel tetapnya adalah :

1. Konsentrasi larutan zat warna naftol.
2. Volume zat warna naftol untuk setiap perlakuan.

3. Jenis zat warna naftol yaitu naftol-AS dan garam diazonium dari fast orange GG.

Parameter untuk mengetahui kestabilan zat warna naftol adalah kurva kinetika Spektroskopi-UV/vis hasil pengukuran masing-masing perlakuan. Sedangkan blangko yang digunakan adalah larutan yang sesuai dengan sampel yang akan diukur.

3.2.2. Adsorpsi zat warna naftol

Dalam penelitian ini variabel berubahnya adalah :

1. Suhu pencelupan.
2. Waktu pencelupan.

Sedang variabel tetapnya adalah :

1. Jenis dan luas kain yang akan dicelup.
2. Volume larutan naftol-AS untuk setiap pencelupan.
3. Jenis naftol yang digunakan yaitu naftol-AS.

Metoda yang dilakukan adalah optimasi adsorpsi naftol-AS pada kain katun. Adapun parameter untuk mengetahui adsorpsi optimum adalah dengan mengukur konsentrasi larutan naftol-AS sebelum dan setelah perlakuan sehingga dapat diketahui banyaknya larutan naftol-AS yang terserap.

3.2.3. Jenis adsorpsi

Untuk mengetahui adanya ikatan antara zat warna naftol dengan kain katun maka perlu dibuat spektrum IR.

Adanya puncak baru menunjukkan adanya ikatan antara zat warna naftol dengan kain katun.

3.2.4. Kestabilan zat warna naftol setelah adsorpsi pada kain katun

Untuk mengetahui kestabilan zat warna naftol setelah adsorpsi pada kain katun, variabel yang akan diamati pengaruhnya adalah :

1. Surfaktan.
2. Suhu.
3. pH.
4. Sinar matahari.

Sedangkan variabel tetapnya adalah :

1. Jenis dan luas kain berwarna.
2. Volume larutan yang digunakan untuk merendam.
3. Lama perendaman.

Parameter yang digunakan untuk mengetahui kestabilan zat warna naftol adalah spektra dari Spektroskopi-UV/vis dari masing-masing larutan setelah perlakuan sehingga dapat diketahui kerusakan zat warna naftol dengan adanya puncak pada panjang gelombang dari zat warna naftol.

3.3. Alat Dan Bahan

3.3.1. Alat yang digunakan

Instrumen :

1. Spektrofotometer-UV/vis (S 1000 PC secomam) yang terdapat di Universitas Diponegoro.

2. Spektrofotometer-IR
 - a. Buck Scientific M500 yang terdapat di Universitas Diponegoro.
 - b. FTIR yang terdapat di Institut Teknologi Bandung.
3. Oven.
4. Hot plate dan magnetik stirer.
5. Timbangan analitis.
6. pH meter.
7. Stopwatch.

Alat Gelas :

1. Labu takar.
2. Beaker glass.
3. Pipet ukur.
4. Corong.
5. Termometer.
6. Pipet tetes.
7. Pengaduk.

3.3.2. Bahan yang digunakan

1. Naftol-AS.
2. Garam diazonium dari fast orange GG.
3. Kain katun.
4. Surfaktan jenis ABS.
5. NaOH.
6. Aquades.
7. KBr.

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Preparasi larutan

3.4.1.1. Pembuatan larutan naftol-AS

Naftol-AS ditimbang sebanyak 7,5 g, dilarutkan dalam aquades dan dimasukkan dalam labu takar 1000 mL. Aquades ditambahkan sampai tanda batas, dikocok sampai rata dan disimpan dalam botol tertutup.

3.4.1.2. Pembuatan larutan garam diazonium

Garam diazonium dari fast orange GG ditimbang sebanyak 600 mg, dilarutkan dalam aquades dan dimasukkan dalam labu takar 100 mL. Aquades ditambahkan sampai tanda batas dan dikocok hingga rata.

3.4.1.3. Pembuatan larutan jingga (campuran larutan naftol-AS dengan larutan garam diazonium)

Larutan naftol-AS hasil perlakuan 3.4.1.1 dipipet 50 mL, dimasukkan dalam labu takar 1000 mL dan ditambahkan aquades. Larutan garam diazonium hasil perlakuan 3.4.1.2 dipipet 50 mL, dimasukkan dalam labu takar tersebut dan ditambah aquades sampai tanda batas. Lalu dikocok hingga rata dan disimpan dalam botol tertutup.

3.4.2. Pembuatan spektra UV/vis dan IR

3.4.2.1. Spektra UV/vis

a. Spektra larutan naftol-AS

Larutan naftol-AS perlakuan 3.4.1.1 dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan dalam labu takar 100 mL. Aquades ditambahkan sampai tanda batas dan dikocok hingga rata. Spektrenya dibuat dengan Spektrofotometer-UV/vis.

b. Spektra larutan garam diazonium

Garam diazonium hasil perlakuan 3.4.1.2 dipipet 5 mL, dimasukkan dalam labu takar 100 mL. Aquades ditambahkan hingga tanda batas dan dikocok sampai rata. Spektrenya dibuat dengan Spektrofotometer-UV/vis.

c. Spektra larutan jingga

Larutan naftol-AS hasil perlakuan 3.4.1.1, dipipet 2,5 mL dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditambah aquades. Larutan garam diazonium dipipet 2,5 mL hasil perlakuan 3.4.1.2, dimasukkan dalam labu takar tersebut dan ditambah aquades sampai tanda batas. Dikocok hingga rata dan spektrenya dibuat dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.2.2. Spektra IR

a. Pembuatan pelet KBr (masing-masing sampel adalah naftol-AS, garam diazonium dan pigmen jingga)

- Sampel dan KBr dikeringkan di dalam oven.

- Sampel sebanyak kurang lebih 1 mg digerus dengan kurang lebih 50 mg KBr dalam lumpang porselin hingga menjadi homogen.
- Serbuk ditekan dalam alat pembuat pelet hingga membentuk lapisan tipis yang tembus cahaya.

b. Pembuatan spektrum IR dari sampel.

- pelet ditempatkan di dalam ruang sampel spektrofotometer-IR yang selanjutnya alat tersebut dioperasikan pada waktu pembacaan (time scan) 3 menit dan bilangan gelombang $600-4000\text{ cm}^{-1}$.
- Spektra IR dibuat untuk udara sebagai spektra IR-blanko.
- Spektra IR dibuat untuk sampel, kemudian dibandingkan dengan spektrum IR-blanko sehingga diperoleh spektrum IR sampel yang sebenarnya (yakni spektra IR perbandingan antara sampel terhadap udara/blanko).

3.4.3. Kestabilan zat warna naftol Sebelum adsorpsi pada kain katun

3.4.3.1. Kestabilan terhadap waktu

Kinetika larutan zat warna jingga hasil perlakuan 3.4.1.3 diukur kinetiknya pada hari pertama, kedua, ketiga dan kesepuluh dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.3.2. Kestabilan terhadap surfaktan

Surfaktan ditimbang dengan variasi berat 20, 40 dan 80 mg, Dimasukkan ke dalam setiap 10 mL larutan jingga hasil perlakuan 3.4.1.3, diaduk sampai larut. Kemudian kinetiknya diukur dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.3.3. Kestabilan terhadap suhu

Hasil stabil perlakuan 3.4.3.2, dipanaskan atau didinginkan dengan es dengan variasi suhu 20°C, suhu kamar (28°C), 37°C, 70°C dan suhu pendidihan. Kinetiknya diukur dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.3.4. Kestabilan terhadap pH

Hasil stabil perlakuan 3.4.3.3, diperlakukan dengan variasi pH, 3, 3,5, 4, 7, 8, dan 9 dengan penambahan NaOH. Kinetiknya diukur dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.3.5. Kestabilan terhadap sinar matahari

Hasil stabil perlakuan 3.4.3.4, dijemur dibawah sinar matahari dengan variasi waktu penjemuran, satu, dua, tiga dan sepuluh hari. Diencerkan sampai pada volume semula dan kinetiknya diukur dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.4. Adsorpsi zat warna naftol

3.4.4.1. Pembuatan larutan standar

Naftol-AS ditimbang sebanyak 100 mg, dilarutkan dalam aquades dan dimasukkan dalam labu takar 100 mL. Aquades ditambahkan sampai tanda batas dan dikocok hingga rata.

a. Larutan standar 1 (0,1 g/L)

Larutan naftol-AS hasil perlakuan 3.4.4.1, dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan dalam labu takar 50 mL. Aquades ditambahkan hingga tanda batas dan dikocok sampai rata.

b. Larutan standar 2 (0,2 g/L)

Larutan naftol-AS hasil perlakuan 3.4.4.1, dipipet 10 mL dimasukkan dalam labu takar 50 mL. Ditambah aquades hingga tanda batas dan dikocok sampai rata.

c. Larutan standar 3 (0,3 g/L)

Dipipet 15 mL larutan naftol-AS hasil perlakuan 3.4.4.1, dimasukkan dalam labu takar 50 mL. Ditambah aquades hingga tanda batas dan dikocok sampai rata.

3.4.4.2. Variasi suhu pencelupan

Kain seluas 4 cm² dicelupkan ke dalam setiap 10 mL naftol-AS hasil perlakuan 3.4.1.1 selama 5 menit dengan variasi suhu pencelupan 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, dan

90°C. Larutan yang tersisa diencerkan 50 kali. Konsentrasinya diukur konsentrasinya dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.4.3. Variasi waktu pencelupan

Kain seluas 4 cm² dicelupkan ke dalam setiap 10 mL naftol-AS hasil perlakuan 3.4.1.1 pada suhu optimum dengan variasi waktu pencelupan 20, 40, 50, 60, 70, 80, 100, dan 120 menit. Larutan yang tersisa diencerkan 50 kali. Konsentrasinya diukur dengan spektrofotometer-UV/vis.

3.4.5. Pembuatan Spektra IR dari kain

Serat dari kain katun dipotong - potong dan diukur dengan FTIR dengan metoda reflektansi.

3.4.6. Kestabilan zat warna naftol setelah adsorpsi pada kain katun

3.4.6.1. Kestabilan terhadap surfaktan

Kain seluas 4 cm² hasil perlakuan 3.4.4.3, direndam dalam larutan surfaktan dengan variasi konsentrasi 2 mg/mL, 4 mg/mL, dan 8 mg/mL masing - masing larutan surfaktan volumenya 10 mL dengan waktu perendaman 5 menit. Spektranya diukur dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.6.2. Kestabilan terhadap suhu

Larutan hasil stabil perlakuan 3.4.6.1, dipanaskan atau didinginkan dengan es dengan variasi suhu 20°C , suhu kamar (28°C), 37°C , dan suhu pendidihan. Dan kain yang sudah berwarna direndam di dalamnya selama 5 menit, spektranya dibuat dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.6.3. Kestabilan terhadap pH

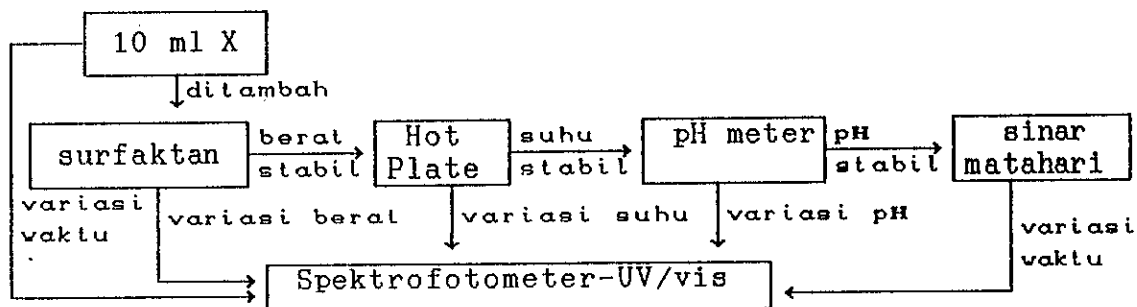
Larutan hasil stabil perlakuan 3.4.6.2, dibuat dengan variasi pH 3, 3,5 4, 7, 8, dan 9. Kain berwarna direndam di dalamnya selama 5 menit dan Dibuat spektranya dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.4.6.4. Kestabilan terhadap sinar matahari

Hasil stabil perlakuan 3.4.6.3, dijemur di bawah sinar matahari dengan variasi waktu satu, dua, tiga dan sepuluh hari. Kain yang sudah berwarna direndam di dalam akuades selama 5 menit dan spektranya dibuat dengan Spektrofotometer-UV/vis.

3.5. Skema Kerja

3.5.1. Kestabilan zat warna naftol tanpa adsorpsi



X adalah larutan campuran dari naftol-AS dan garam diazonium.

3.5.2. Kestabilan zat warna naftol setelah adsorpsi pada kain katun

