

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

**3.1. Metoda Penelitian**

Dalam rangka untuk mempertajam pengamatan pengaruh variabel tertentu terhadap proses elektrosintesis senyawa anilina, maka dalam penelitian ini dikondisikan sebagai berikut :

- A. Variabel tetap, meliputi : temperatur ( $20^{\circ}\text{C}$ ), tekanan (1 atm), waktu proses (30 menit), konsentrasi dan volume senyawa anilina (12 M, 1 ml).
- B. Variabel berubah, meliputi : beda potensial, kuat arus, konsentrasi elektrolit pendukung (HCl), dan mobilitas elektroda.

Dengan keterbatasan alat maka pengukuran beda potensial dan kuat arus dilakukan secara langsung dengan multimeter yang kemudian pengukuran dalam satuan voltase.

**3.2. Metoda Analisis**

Dalam penelitian ini, dilakukan analisis baik secara kualitatif maupun kuantitatif terhadap produk elektrosintesis. Analisis kualitatif dilakukan melalui pengamatan terhadap struktur kimiawi (analisis IM dan UU),

sifat konduktivitas ( analisis resistansi ) dan pengamatan warna dan sifat padatan. Analisis kuantitatif dilakukan melalui penghitungan kinetika reaksi elektrosintesis senyawa anilina, dengan metode analisis reaktan sisa.

### 3.3. Peralatan

1. Gelas Beaker (100, 250 ml), gelas ukur (25 ml), labu takar (10, 100, 1000 ml), erlenmeyer (250 ml), pipet ukur (25 ml), corong gelas, pipet tetes, pengaduk, dan tabung reaksi.
2. Multimeter ( Casio ), flocculator ( Voss ), neraca listrik (Mettler), distilasi vakum ( Buchi ),seperangkat alat elektrosintesis (desain sendiri), dan power supply ( Hewlett Packard )
3. Infra Merah ( Buck Scientific ), Ultra Ungu (S 1000 PC Secomam), voltametri VA 693 Processor dan VA 694 Stand ( Metrohm )

### 3.4. Bahan

Anilina ( $C_6H_5NH_2$ )

Asam klorida (HCl)

Metanol ( $CH_3OH$ )

Aquades ( $H_2O$ )

### **3.5. Desain Alat**

Dua gelas beaker disusun dengan bagian luar (250 ml) diisi air berfungsi sebagai termostat dan bagian dalam (100 ml) sebagai tempat berlangsungnya proses. Anoda karbon (silinder) dan katoda tembaga (spiral) disusun dengan jarak 2 cm. Secara lengkap lihat gambar (3.1).

### **3.6. Cara Kerja**

#### **3.6.1. Persiapan Bahan Baku**

Sebelum dilakukan proses elektrosintesis bahan baku anilina dimurnikan terlebih dahulu dengan distilasi vakum. Bahan anilina yang setengah murni akan berwarna kuning sedangkan dalam keadaan sangat murni tidak berwarna.

#### **3.6.2. Proses Elektrosintesis**

- Seperangkat alat elektrosintesis disusun seperti gambar (3.1) dan kondisikan pada temperatur 20°C.
- 60 ml larutan asam klorida dan 1 ml anilina pekat dicampur dalam gelas beaker 100 ml
- Power supply dihubungkan dengan sumber listrik kemudian atur voltase dan kuat arus yang terukur oleh multimeter.
- Proses elektrosintesis dilakukan selama 30 menit, kemudian dilanjutkan dengan tahap polarisasi produk pada voltase 0,3 volt selama 15 menit.
- Amati perubahan yang terjadi

- Produk distabilkan dalam pelarut metanol
- Pengkondisian percobaan diatas pada :
  - i) temperatur konstan 20°C
  - ii) variasi : - voltase : 1,1 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4  
voltage
- kuat arus : 10 - 100 mA
- konsentrasi HCl : 1,5 ; 3 M
- anoda : statis dan berotasi

### 3.6.3. Pembuatan Larutan Standar Anilina

- Anilina murni dilarutkan dalam HCl 3 M dengan perbandingan 1 : 60
- Larutan diencerkan sampai 100 kali, kemudian dibuat larutan standar : 164,85; 326,5; 484,95; 640,4 mg/l

### 3.6.4. Penentuan Potensial Paruh ( $E_{1/2}$ ) Senyawa Anilina

- VA 693 Processor dan VA 694 Stand dikondisikan dalam keadaan "on" kemudian masuk kedalam program "ASV.mth", spesifikasi "determination"
- 600 l larutan standar anilina dimasukkan kedalam bejana pada VA Stand
- Penyapuan potensial dilakukan mulai dari 500 - 1000 mV
- Pencetakan kurva determinasi dan penentuan harga potensial paruhnya

### **3.6.5. Kalibrasi Larutan Standar Anilina**

- VA 693 Processor dan VA 694 Stand dikondisikan dalam keadaan "on" kemudian masuk kedalam program "CALCRV.mth" spesifikasi "Calibration"
- Larutan standar anilina dimasukkan kedalam bejana pada VA Stand
- Penyapuan potensial dilakukan pada 500 - 1000 mV
- Kalibrasi dilakukan untuk larutan standar dengan konsentrasi 164,85; 326,50; 484,95; 640,40 mg/l

### **3.6.6. Analisis Reaktan Sisa**

- Pengkondisian voltametri seperti point (3.6.6.) tapi dengan spesifikasi "determination"
- 600 l larutan sampel sisa dan 10 ml aquades dimasukkan dalam gelas vessel pada VA Stand
- Penentuan sampel dilakukan masing-masing tiga kali
- Pencetakan data determinasi

### **3.6.7. Pengukuran Resistansi Produk**

#### **3.6.7.1. Padatan**

- Resistansi batangan produk diukur masing-masing pada jarak 1 cm dengan Ohmmeter
- Pengukuran dilakukan masing-masing sebanyak tiga kali
- Pencatatan hasil pengukuran Ohmmeter

### 3.6.7.2. Larutan

- Larutan produk dimasukkan dalam gelas kimia 100 ml.
- Resistansi larutan diukur melalui dua elektroda tembaga masing-masing pada jarak 1 cm
- Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali
- Pencatatan hasil pengukuran Ohmmeter

### 3.6.8. Pembuatan Spektrum Infra Merah ( IM )

#### 3.6.8.1. Persiapan sampel padatan (pembuatan pelet KBr)

- Sampel dan KBr dikeringkan dalam oven
- Sampel sebanyak  $\pm 1$  mg digerus dengan  $\pm 50$  mg KBr dalam lumpang porselen hingga menjadi homogen
- Serbuk ditekan dengan alat pembuat pelet hingga membentuk lapisan tipis yang tembus cahaya (pelet)

#### 3.6.8.2. Persiapan sampel larutan

- Sampel anilina ditambah pelarut metanol
- Sampel larutan tersebut dimasukkan kedalam "sel tertutup"

#### 3.6.8.3. Pembuatan spektrum Infra Merah

- Pelet/sel ditempatkan dalam ruang sampel spektrofotometer IM yang selanjutnya alat tersebut dioperasikan pada waktu pembacaan (time

scan) 3 menit dan pada bilangan gelombang 600 - 4000  $\text{cm}^{-1}$

- Dibuat spektrum IM untuk udara dan metanol masing-masing sebagai spektrum IM blanko untuk sampel padat dan larutan
- Dibuat spektrum IM untuk sampel produk elektrosintesa kemudian dibandingkan dengan spektrum IM blanko sehingga diperoleh spektrum IM produk yang sebenarnya

#### 3.6.9. Pembuatan Spektrum Ultra Ungu ( UU )

- Larutan dimasukkan kedalam cuvet
- Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200 - 1000 nm
- Lakukan pengukuran baik terhadap larutan standar (metanol) maupun larutan sampel (produk elektrosintesis) kemudian bandingkan spektrum UU larutan sampel relatif terhadap larutan standar sehingga didapat spektrum UU yang sebenarnya