

## **BAB III**

### **METODA PENELITIAN**

Dalam analisa spektroskopi infra merah ini, usaha yang dilakukan adalah memperoleh data spektrum sebaik mungkin. Akan tetapi, usaha tersebut tergantung juga dari keadaan senyawa kompleks koordinasi yang diteliti. Atas dasar pertimbangan tersebut maka tata kerja dibagi dua tahap :

1. Cara menyiapkan cuplikan senyawa kompleks
2. Cara pengambilan data spektrum infra merah

#### **3.1. CARA MENYIAPKAN CUPLIKAN SENYAWA KOMPLEKS**

Adanya kesulitan dalam mendapatkan pelarut-pelarut yang dapat melarutkan secara umum setiap seri senyawa kompleks, maka semua senyawa kompleks koordinasi dalam penelitian ini dibuat dalam bentuk cuplikan padat, dan dengan media yang tembus sinar (transparan), sehingga dapat dianalisa dengan alat spektrofotometer infra merah.

##### **3.1.1. BAHAN DAN ALAT**

###### **A. BAHAN**

1. Natrium oksalat  $(\text{COONa})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  A.R.  $(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$
2. Senyawa logam transisi, yang terdiri dari :

- $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  G.R
- $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  G.R.
- $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  G.R.
- $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  G.R

3. Air suling,
4. Kertas indikator pH
5. HCl pekat p.a,
6. Aseton,  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$
7. KBr p.a.

#### B. ALAT

1. Neraca analitik
2. Eksikator
3. Pipet gondok 10 ml
4. Piala gelas 25 ml DAN 100 ml
5. Batang pengaduk kaca
6. Gelas ukur 50 ml
7. Penangas air
8. Thermometer
9. Labu didih dan pendinginnya
10. Kaca arloji
11. Cawan penguap



12. Tabung reaksi
13. Kaca masir ukuran G<sub>3</sub> berikut alat penghisapnya.
14. Pembakar bunsen
15. Kaki tiga
16. Kawat kasa
17. Klem penjepit
18. Statip
19. Corong pemisah 250 ml
20. Pinset
21. Kertas tisu
22. Alat pembuat pelet KBr
23. Alat penekan khusus hidrolik
24. Spektrofotometer infra merah
25. Kotak penyimpanan pelet
26. Alat Melting point

### 3.1.2. PEMBUATAN SENYAWA KOMPLEKS KOORDINASI

#### A. Kompleks ( Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>,-)oksalat :

1. Masing-masing senyawa logam transisi dilarutkan ke dalam 10 ml air suling sampai diperoleh konsentrasi 0,1M (larutan I).
2. Dibuat larutan Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 15% (larutan II).
3. Ke dalam masing-masing 25 ml larutan I, ditambahkan 20 ml (untuk larutan Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, dan Fe<sup>2+</sup>) larutan II.

4. Ditambahkan 2 ml HCl 2M.
5. Masing-masing larutan dipanaskan diatas penangas air sambil sekali-kali diaduk, untuk menguapkan air sampai terbentuk larutan jenuh.
6. Didinginkan pada suhu kamar, kemudian kristal yang terjadi dicuci dengan aceton diatas penyaring kaca masir G3.
7. Kristal dikeringkan pada suhu 110 °C selama 4 jam.
8. Ditentukan titik lelehnya.

Kemudian seluruh senyawa tersebut dianalisa dengan menggunakan spektrofotometer infra merah.

### **3.1.3. PEMBUATAN PELLETT KBr**

Dalam analisa spektroskopi infra merah ini, teknik yang dipergunakan untuk menyiapkan sampel padat adalah teknik lempeng KBr (KBr Pellet). Syaratnya zat harus kering. Tidak sensitif terhadap panas dan tidak bereaksi dengan KBr.

Caranya adalah sebagai berikut :

1. KBr dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam.
2. Keseluruhan zat yang akan dianalisa dikeringkan pada suhu 180°C selama 8 jam.
3. 1 - 2 mg cuplikan zat yang akan dianalisa disuspensikan dalam 100 mg KBr, sehingga terbentuk campuran dari dua fasa dan dilakukan dalam mortir khusus ( alat penggiling ).

4. Bagian-bagian alat pembuat pellet dibersihkan.
5. Kemudian suspensi tadi diletakkan pada alat pembuat pellet KBr dan diratakan.
6. Alat dipasang (stel).
7. Untuk menghilangkan udara yang terokulasi maka digunakan alat penghisap vakum.
8. Alat tersebut dibiarkan selama 30 detik kemudian tekanan dinaikkan dengan alat hidraulik khusus hingga 7 ton. (15000 pound/inci<sup>2</sup>), selama 1 menit.
9. Sel cuplikan yang terbentuk diambil dengan membebaskan tekanan dan dengan dibalikkan.
10. Kemudian diukur spektra infra merahnya.

### **3.2. CARA PENGAMBILAN DATA SPEKTRA INFRA MERAH**

1. Besarnya angka bilangan gelombang di stel agar tepat atau distandarkan.
2. Alat spektrofotometer infra merah dinyalakan untuk melakukan pemanasan agar alat stabil waktu digunakan.
3. Kemudian absorbansi alat distandarkan atau dikalibrasi.
4. Sel cuplikan yang akan dianalisa diletakan pada holder dan dipasang pada ruang sinar sampel untuk diukur spektranya.

5. Pena pencatat akan berhenti secara otomatis pada posisi dimana input optik dari sampel adalah nol (habis) dengan menunjukkan keadaan sinar balance.

