

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Adanya pengaruh variabel tertentu terhadap proses sublimasi, maka penelitian ini dikondisikan sebagai berikut :

- A. Variabel yang dinilai : konsentrasi surfaktan yang terambil, konsentrasi surfaktan dalam sisa sampel, tegangan permukaan : hasil sublimasi, sisa sampel
- B. Variabel bebas : konsentrasi surfaktan awal (1000 , 2000, 3000 ppm), gas pengadsorpsi (gas Etil Asetat, gas N₂)
- C. Konstrain : laju alir gas, temperatur, waktu sublimasi

Dalam penelitian ini, dilakukan analisis secara kuantitatif terhadap produk sublimasi. Analisis kuantitatif dilakukan dengan dua cara yaitu melalui pengukuran tegangan permukaan relatif terhadap air, dan melalui analisis Bahan Aktif Metilen Biru dengan spektrofotometri UV-Vis.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

1. Gelas beker 100, 250 mL
2. Gelas ukur 10, 25 mL
3. Labu takar 100, 1000 mL
4. Erlenmeyer 250 mL
5. Pipet ukur 25 mL
6. Corong gelas
7. Pipet tetes

8. Buret
9. Manometer
10. Pipa kapiler
11. Neraca analitik
12. Seperangkat alat sublimasi
13. Corong pemisah
14. Spektrofotometri UV-Vis

3.1.2. Bahan

1. Surfaktan Alkil Benzena Sulfonat
2. Etil asetat
3. Metilen biru 30 ppm
4. Kloroform
5. Asam sulfat 1 N, 6 N
6. Natrium hidroksida 1 N
7. Indikator fenolftalein
8. Akuades
9. Gas Nitrogen
10. Larutan pencuci

3.2. Cara Kerja

3.2.1. Penyediaan Larutan

A. Metilen biru 30 ppm

Sebanyak 100 mg Metilen biru dilarutkan dalam 100 mL akuades.

Pindahkan 30 mL ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan 500 mL akuades, 40 mL H_2SO_4 6 N, dan 50 gr $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Encerkan hingga tanda batas

B. Larutan pencuci fosfat

Sebanyak 40 mL H_2SO_4 6 N ditambahkan ke dalam labu takar 1000 mL yang telah berisi 500 mL akuades. Tambahkan 50 gr $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan aduk hingga larut. Encerkan dengan akuades hingga tanda batas.

3.2.2. Proses Sublasi ⁽²⁾

- Seperangkat alat sublasi disusun menurut gambar 2.a.
- Gas N_2 dialirkan ke dalam larutan Etil asetat
- Larutan surfaktan Alkil Benzena Sulfonat (ABS) dialirkan perlahan ke dalam tabung sublator
- Sebanyak 50 mL Etil asetat dialirkan perlahan melalui dinding tabung hingga membentuk lapisan di atas larutan ABS
- Waktu sublasi dimulai tepat pada saat semua bahan telah ada dalam tabung sublator
- Setelah sublasi selama 5 menit, Etil asetat dalam tabung ditampung dalam gelas berker 250 mL
- Etil asetat dipisahkan dari fasa akuades dengan corong pemisah
- Proses sublasi diulangi lagi dengan 50 mL Etil asetat kedua
- Penelitian di atas dilakukan :
 - dengan dan tanpa gelembung etil asetat

- pada variasi konsentrasi surfaktan : 1000 ppm, 2000 ppm, 3000 ppm

3.2.3. Pengukuran Tegangan Permukaan ⁽¹¹⁾

- Alat pengukur tegangan permukaan dapat dilihat pada gambar 2.b.
- Permukaan cairan dalam manometer dibuat sama tinggi
- Pipa kapiler dicelupkan dalam sampel surfaktan setinggi 2 cm (h_2)
- Air dari buret diteteskan, hingga gelembung udara dalam sampel pecah
- Perbedaan tinggi akuades dalam manometer diukur, dinyatakan sebagai h_1
- Mengukur berat jenis sampel dan akuades dalam manometer
- Pengukuran tegangan permukaan ini juga dilakukan pada sampel air

3.2.4. Analisis Bahan Aktif Metilen Biru (MBAS) ⁽²⁾

3.2.4.1. Pembuatan kurva kalibrasi MBAS

- Sebanyak 0,005 gr surfaktan ABS dilarutkan dengan 100 mL akuades dalam labu takar 100 mL
- Larutan dipindahkan ke dalam corong pemisah, dan dinetralkan, ditandai dengan indikator fenolftalein
- Berturut-turut dimasukkan 25 mL Metilen biru dan 10 mL kloroform dalam corong pemisah
- Corong pemisah diguncangkan selama 30 detik
- Pisahkan lapisan bawah (lapisan kloroform) dan ekstraksi kembali dilakukan pada fasa air dengan dua kali kloroform 10 mL

- Semua ekstrak dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL, encerkan dengan kloroform hingga tanda batas
- Absorbansi diukur pada panjang gelombang 652 nm dengan spektrofotometer UV-Vis
- Percobaan di atas dilakukan pada konsentrasi surfaktan ABS : 50, 100, 150, 200, 225 ppm

3.2.4.2. Penentuan absorbansi hasil sublimasi

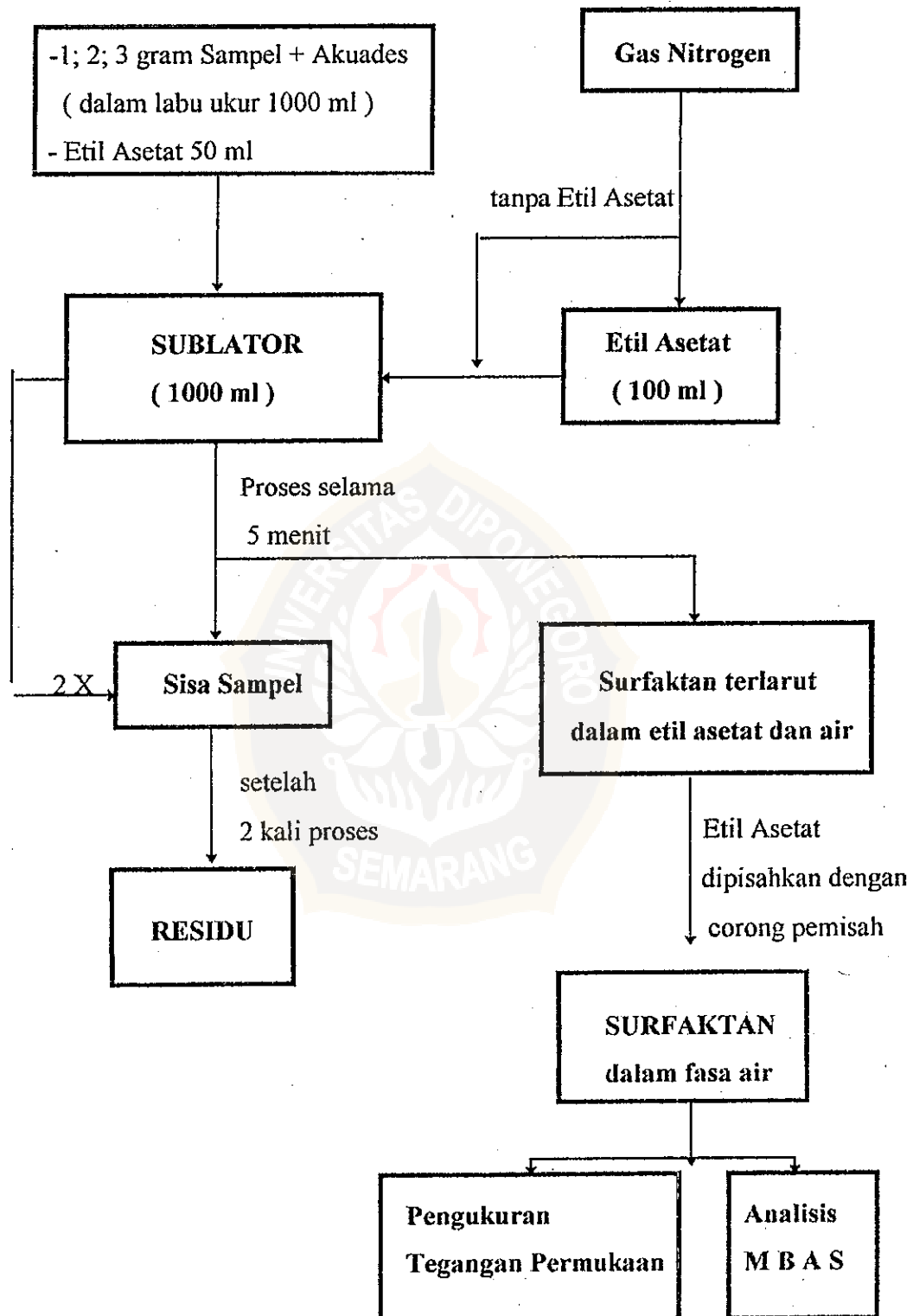
- Hasil sublimasi yang telah terpisah dengan Etil asetat ditambahkan akuades hingga 100 mL dalam labu takar 100 mL
- Perlakuan analisis sama dengan point (3.2.4.1)

3.2.4.3. Penentuan absorbansi sisa sampel sublimasi

- Sisa sampel diencerkan hingga 500 ppm dengan cara
 - Sisa sampel 1000 ppm : ambil 50 mL , encerkan hingga 100 mL
 - Sisa sampel 2000 ppm : ambil 25 mL , encerkan hingga 100 mL
 - Sisa sampel 3000 ppm : ambil 16,7 mL , encerkan hingga 100 mL
- Perlakuan analisis sama dengan point (3.2.4.1)

3.2.4.4. Skema Cara Kerja

A. Skema Proses Sublasi



B. Skema Analisis MBAS

