

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Metoda Penelitian

Untuk mendapatkan persen penurunan terbesar pengaruh  $H_2O_2$  terhadap penurunan kadar fenol, maka dalam penelitian ini dikondisikan sebagai berikut :

- a. Variabel yang dikonstantakan meliputi: temperatur, tekanan, kecepatan dan lama pengocokan, volume  $H_2O_2$ , volume fenol, volume dan konsentrasi  $FeSO_4$ .
- b. Variabel bebas meliputi : konsentrasi  $H_2O_2$  dan konsentrasi fenol.
- c. Variabel yang diukur adalah absorbansi larutan fenol sesudah perlakuan.

#### 3.2. Metoda Analisis

Untuk mengetahui penurunan kadar fenol dilakukan analisa kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

#### 3.3. Alat dan Bahan

##### 3.3.1. Alat

1. Erlenmeyer 250 mL
2. Gelas ukur 25 dan 10 mL
3. Labu ukur 100, 200, 250, 500, 1000 mL
4. Alat pengocok Orbital shaker TS - 330 A Tungtec Instrument Co., LTD
5. pH meter
6. Pengaduk
7. Neraca analitik
8. Pipet tetes

9. Suntikan Tuberculin 1 mL
10. Corong pemisah
11. Statif
12. Spektrofotometri UV - 1201 UV - VIS Shimadzu
13. Corong gelas

### 3.3.2. Bahan

1. Fenol kristal (p.a)
2. 4-aminoantipirin (p.a)
3.  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (p.a)
4. Larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % (p.a)
5. Larutan  $\text{HCl}$  37 % (p.a)
6. Larutan kloroform (teknis)
7.  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  (p.a)
8.  $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (p.a)
9. Akuades
10. Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat (p.a)
11.  $\text{NaOH}$  (p.a)

### 3.4. Pola Penelitian

1. Penyediaan larutan fenol,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 4-aminoantipirin,  $\text{NaOH}$  dan  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ .
2. Proses degradasi fenol.

3. Analisa fenol dengan spektrofotometri UV-Vis.
  - a. Menentukan panjang gelombang optimal
  - b. Menentukan kurva kalibrasi.
  - c. Penentuan kadar fenol sebelum dan sesudah perlakuan.

4. Pengolahan data.

- 3.4.1 Penyediaan larutan fenol,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 4-aminoantipirin,  $\text{NaOH}$  dan  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ .

- A. Penyediaan larutan fenol 10, 20, dan 30 ppm

Kristal fenol sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas, untuk mendapatkan larutan 1000 ppm.

Dari larutan standar 1000 ppm diambil 100 mL, kemudian diencerkan sampai 200 mL, untuk mendapatkan larutan 500 ppm. Dari larutan 500 ppm diambil 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai 500 mL untuk mendapatkan larutan 100 ppm. Kemudian membuat larutan 10, 20 dan 30 ppm dari larutan standar 100 ppm dengan menggunakan perbandingan volume dan konsentrasi.

- B. Penyediaan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  100, 150 dan 200 ppm

29,4 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % dimasukkan ke dalam labu ukur 1000mL yang sudah ada akuadesnya dan ditambah akuades hingga tanda batas untuk mendapatkan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  1000 ppm. Dari larutan standar 1000 ppm diambil 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai 200 mL, untuk mendapatkan larutan 500 ppm.

Kemudian dibuat larutan standar 100, 150 dan 200 ppm dari larutan 500 ppm dengan menggunakan perbandingan volume dan konsentrasi.

C. Penyediaan Larutan  $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  300 ppm

4,321 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 1000 mL akuades untuk mendapatkan larutan  $\text{FeSO}_4$  1000 ppm. Dari larutan standart 1000 ppm diambil 250 mL kemudian diencerkan hingga 500 mL, mendapatkan larutan  $\text{FeSO}_4$  500 ppm. Dari larutan 500 ppm dibuat larutan  $\text{FeSO}_4$  300 ppm melalui pengenceran menggunakan akuades dengan perbandingan volume dan konsentrasi.

D. Penyediaan Larutan HCl 0,1 M

Akuades 50 mL dimasukkan labu ukur 100 mL kemudian 8,3 mL HCl 37 % dimasukkan ke dalam labu ukur dan ditambah akuades hingga tanda batas.

E. Penyediaan Larutan 4-Aminoantipirin 2 %

2 gram 4-aminoantipirin dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL berisi 50 mL akuades, dikocok hingga larut, ditambah akuades sampai tanda batas.

F. Penyediaan Larutan Amonium Klorida 10 %

10 gram amonium klorida, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 50 mL akuades, dikocok hingga larut, ditambah akuades sampai tanda batas.

G. Penyediaan Larutan Kalium Ferri Sianida 8 %

8 gram kalium ferri sianida dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 50 mL akuades dikocok hingga larut, ditambah akuades sampai tanda batas.

H. Penyediaan Larutan Natrium Hidroksida 0,1 M

1 gram natrium hidroksida, dimasukkan dalam labu ukur 250 mL berisi 50 mL akuades dikocok hingga larut, ditambah akuades sampai tanda batas.

### 3.4.2. Proses Degradasi Fenol (13,14,15)

Sampel fenol 10 ppm sebanyak 50 mL, dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian dilakukan penambahan HCl 0,1 M diukur pH 2 - 3. Ditambah 50 mL larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 100 ppm dan 50 mL larutan FeSO<sub>4</sub> 300 ppm. Campuran tersebut dikocok dengan alat pengocok pada kecepatan 200 rpm selama 15 menit. Setelah perlakuan tersebut diambil ditambah NaOH 0,1 M diukur pada pH < 4,5. Kemudian dimasukkan 10 mL kloroform dan diekstraksi. Setelah perlakuan tersebut diambil dan dimasukkan ke corong pisah. Larutan fenol yang terpisah dari larutan ditambah 1,5 mL NH<sub>4</sub>Cl 10% , NH<sub>4</sub>OH dan diukur pada pH 10. Kemudian dimasukkan 0,3 mL 4-Aminoantipirin 2% dan 0,3 mL K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> 8 % , dikocok pada kecepatan 200 rpm selama 10 menit. Larutan yang terjadi dianalisa dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 505 nm, absorbansinya dicatat. Untuk proses degradasi sampel fenol 10, 20 dan 30 ppm dengan oksidator larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 100, 150 dan 200 ppm dengan larutan FeSO<sub>4</sub> 300 ppm dilakukan pada kondisi yang sama dengan variasi konsentrasi fenol dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang berlainan.

### 3.4.3. Analisa Fenol Dengan Spektrofotometri UV-Vis (13,15)

#### 1. Penentuan panjang gelombang optimal

Larutan standar yang diinginkan sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, ditambah 1,5 mL amonium klorida 10 % dan amonium hidroksida pekat sampai pH 10. Ditambah 0,3 mL 4- aminoantipirin 2% dan 0,3 mL Kalium Ferri Sianida 8 % dan dikocok pada kecepatan 200 rpm selama 10 menit larutan diukur absorbansinya dan dicari absorbansi paling tinggi sehingga didapat panjang gelombang optimal.

## 2. Pembuatan kurva standar

- a) Dari larutan 0, 1, 5, 10 ppm fenol dengan menggunakan panjang gelombang optimal diukur dengan spektrofotometri UV-Vis dan dicatat absorbansinya.
- b) Kemudian dibuat kurva standar konsentrasi fenol terhadap absorbansi.

## 3. Analisa konsentrasi fenol sesudah perlakuan

Dengan menggunakan kurva standar fenol antara absorbansi terhadap konsentrasi fenol, jika absorbansi pada sampel diketahui maka konsentrasi fenol dalam sampel diketahui sehingga kadar fenol dalam ppm dapat dihitung.

### 3.4.4. Pengolahan Data

Data hasil perlakuan penurunan konsentrasi fenol dengan sistem  $\text{H}_2\text{O}_2$  -  $\text{FeSO}_4$  diuji menggunakan rancangan acak kelompok.<sup>(16)</sup>

