

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Tahap pertama penelitian adalah penentuan kapasitas adsorpsi ( $N_m$ ), yang menunjukkan jumlah mol gugus hidroksida per gram adsorben, dengan menggunakan persamaan :

$$\frac{C}{(x_w)} = \frac{1}{N_m K} + \frac{C}{N_m}$$

dengan C menyatakan konsentrasi adsorbat pada kesetimbangan dan x menyatakan jumlah mol adsorbat yang teradsorpsi oleh w gram adsorben.

Tahap selanjutnya adalah penentuan tetapan kestabilan dan bilangan koordinasi kompleks besi-karbon dengan menggunakan persamaan :

$$\log \frac{[Fe^{2+}]_{ads}}{[Fe^{2+}]_{eq}} = \log \beta_n^s + n \log C_{LH}$$

dengan  $\beta_n^s$  menyatakan tetapan kestabilan kompleks kondisional dan n merupakan bilangan koordinasi kompleks.

#### 3.1 Variabel Penelitian

a. Variabel yang dinilai :

- Konsentrasi adsorbat awal
- Konsentrasi adsorbat pada saat kesetimbangan

b. Variabel yang dibuat tetap :

- Jenis adsorben : karbon aktif
- Berat adsorben : 0,1 g
- Jenis adsorbat : ion besi (II)
- Volume larutan : 50 mL
- Waktu penggoyangan : 2 jam
- Waktu adsorpsi : 18 jam
- Temperatur adsorpsi : temperatur kamar ( $31^{\circ}\text{C}$ )

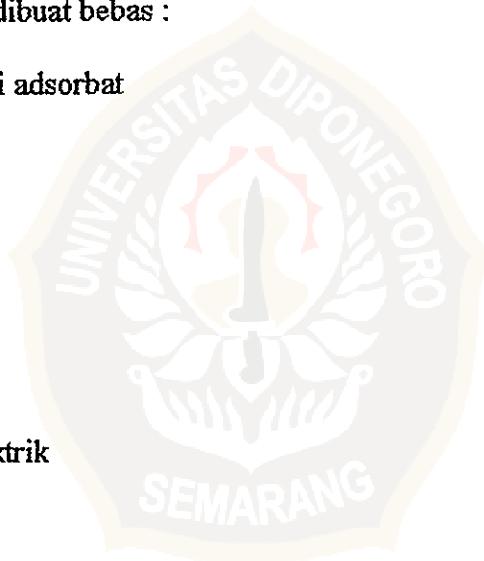
b. Variabel yang dibuat bebas :

- Konsentrasi adsorbat
- pH larutan

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat-alat :**

- Neraca elektrik
- Shaker
- Spektrofotometer UV-Vis.
- pH-meter
- Pipet
- Kertas saring
- Seperangkat botol plastik
- Labu takar



### **3.2.2 Bahan-bahan :**

- Karbon aktif
- Ferro amonium sulfat
- Asam sulfat
- Natrium hidroksida
- Asam klorida
- 1,10-fenantrolin
- Hidrosilamonium klorida
- Natrium asetat

## **3.3 Pembuatan Larutan**

### **3.3.1 Larutan Asam Klorida**

- Sebanyak 8,28 mL larutan HCl 37% diencerkan dengan aquades sehingga volume larutan menjadi 100 mL untuk mendapatkan larutan HCl 1 M.
- Sebanyak 10 mL larutan HCl 1 M diencerkan dengan aquades sehingga volume larutan menjadi 100 mL untuk mendapatkan larutan HCl 0,1 M.

### **3.3.2 Larutan Besi Standar**

- Larutan besi standar 250 ppm ( $4,4788 \cdot 10^{-3}$  M) dibuat dengan meletakkan 0,8772 g kristal  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam beker gelas yang berisi 100 mL aquades. Larutan dipindahkan ke dalam labu

- Larutan NaOH 0,05 M dibuat dengan mengencerkan 5,0 mL larutan NaOH 1M sehingga volume larutan menjadi 100 mL.

### **3.3.5 Larutan Fenantrolin**

Sebanyak 100 mg kristal 1,10-fenantrolin monohidrat dilarutkan dalam beker gelas yang berisi 50 mL aquades. Larutan dipindahkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan cara menambahkan aquades sampai tanda batas untuk mendapatkan larutan fenantrolin 0,1% .

### **3.3.6 Larutan Hidroksilamonium Klorida**

Sebanyak 10 g hidroksilamonium klorida dilarutkan dalam beker gelas yang berisi 50 mL aquades. Larutan dipindahkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan cara menambahkan aquades sampai tanda batas untuk mendapatkan larutan hidroksilamonium klorida 10%.

### **3.3.7 Larutan Natrium Asetat**

Sebanyak 10 g natrium asetat dilarutkan dalam beker gelas yang berisi 50 mL aquades. Larutan dipindahkan dalam labu takar dan diencerkan dengan cara menambahkan aquades sampai tanda batas untuk mendapatkan larutan natrium asetat 10%.

### 3.4 Cara Kerja

#### 3.4.1 Pencucian Karbon Aktif

- Sebanyak 10 g karbon aktif direndam dalam 250 mL larutan HCl 0,1 M, campuran digoyang selama 4 jam dan dibiarkan semalam.
- Karbon disaring, dibilas tiga kali dengan aquades dan dikeringkan semalam pada temperatur 80°C
- Karbon didinginkan pada suhu kamar sebelum digunakan.

#### 3.4.2 Penentuan pH Adsorpsi Optimum

- Dalam delapan buah labu takar 250 mL dimasukkan masing-masing 12,5 mL larutan besi standar 100 ppm.
- Larutan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas dan pH diatur masing-masing pada harga : 1,5; 1,75; 2,0; 2,25; 2,5; 2,75; 3,00; dan 3,25.
- Sebanyak 50 mL dari masing-masing larutan dipindahkan dalam botol-botol polietilen, serta ditambahkan masing-masing 0,1 g karbon aktif.
- Campuran disaring, filtrat dan larutan awal ditentukan kandungan besinya dengan metoda spektrofotometri.

### 3.4.3 Penentuan Kapasitas Adsorpsi dan Tetapan Kestabilan Kompleks

- Ke dalam labu takar 250 mL dimasukkan larutan besi standar 100 ppm masing-masing 0,00; 0,50; 1,25; 2,50; 5,00; 10,00 dan 12,50 mL.
- Larutan diencerkan dengan aquades sampai mendekati tanda batas, pH setiap larutan diatur pada harga 2,70.
- Sebanyak 50 mL dari masing-masing larutan dipindahkan dalam ketel-ketel polietilen serta ditambahkan masing-masing 0,1 g karbon aktif.
- Campuran digoyang selama 2 jam, kemudian didiamkan selama semalam.
- Campuran disaring, filtrat yang diperoleh serta larutan awal dianalisa kandungan besinya dengan metoda spektrofotometri.

### 3.4.4 Analisa Besi

- Ke dalam enam buah labu takar 100 mL ditambahkan masing-masing 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 dan 25,0 mL larutan besi standar 10 ppm.
- Kedalam setiap labu ditambahkan 5 mL larutan hidroksilamonium klorida, 1,0 mL larutan 1,10-fenantrolin dan 8 mL larutan natrium asetat.
- Larutan didiamkan kira-kira 15 menit agar warna merah timbul dengan sempurna.

- Larutan diencerkan sampai tanda batas, sehingga konsentrasi besi dalam larutan masing-masing menjadi 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 dan 2,5 ppm.
- Dilakukan pengukuran absorbansi untuk setiap larutan.
- Panjang gelombang optimum dicari dengan memakai larutan standar 2,5 ppm.
- Dibuat kurva kalibrasi adsorbansi terhadap konsentrasi.
- Sebanyak 10 mL larutan sampel ditentukan kandungan besinya sesuai prosedur tersebut.

