

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Metode Penelitian

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

- a. Variabel yang dinilai adalah persentase surfaktan yang terambil.
- b. Variabel bebas yaitu tekanan gas N<sub>2</sub>
- c. Variabel yang dikonstantakan yaitu konsentrasi surfaktan awal

#### 3.2. Metode Analisis

Analisa yang digunakan secara kuantitatif yaitu dengan menentukan persentase surfaktan yang terambil, konsentrasi MBAS dengan analisa bahan aktif metilen biru dengan Spektrofotometri UV-Vis dan angka COD.

#### 3.3. Alat dan Bahan

##### 3.3.1. Alat

1. Alat-alat gelas
2. Perangkat alat sublimasi
3. Neraca analitik
4. Penangas listrik
5. Spektrometri 20 Milton Roy

### 3.3.2. Bahan

1. Surfaktan Alkil Benzena Sulfonat (ABS)
2. Etil asetat (p.a)
3. Gas nitrogen
4. Metilen biru 30 ppm
5. Kloroform (p.a)
6. Asam sulfat 6N
7.  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
8. Akuades

### 3.4. Cara Kerja

#### 3.4.1. Preparasi bahan

a. Metilen biru 30 ppm

Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 mL akuades. 30 mL dipindahkan kedalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan 500 mL akuades, 40 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6N dan 50 gram  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  diencerkan hingga tanda batas.

b. Larutan pencuci phosfat

Sebanyak 20 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6N dimasukkan kedalam labu takar 500 mL yang telah berisi 250 mL akuades. 25 mg  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dan diaduk hingga larut. Diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

### 3.4.2. Proses Sublasi

- Seperangkat alat sublasi disusun seperti gambar pada lampiran.
- Larutan surfaktan ABS 1000 ppm dialirkan perlahan-lahan didalam tabung sublator.
- Sebanyak 100 mL etil asetat dialirkan perlahan-lahan melalui dinding tabung hingga membentuk lapisan diatas larutan ABS.
- Gas N<sub>2</sub> dialirkan kedalam larutan etil asetat yang berada pada tabung yang lain. Proses sublasi dilakukan sampai etil asetat yang ada didalam tabung sublator tertampung semua. Proses ini dilakukan pada tekanan 0,125 Newton/cm<sup>2</sup>; 0,25 Newton/cm<sup>2</sup>; 0,5 Newton/cm<sup>2</sup>.
- Dilakukan sublasi tiga kali dengan penambahan etil asetat masing-masing 100 mL pada tekanan optimum.
- Fasa etil asetat ditampung dan dikumpulkan.

### 3.4.3. Penentuan persentase surfaktan yang diperoleh

- Hasil sublasi diuapkan hingga tinggal residu surfaktan.
- Residu surfaktan ditimbang dan dihitung recovery.

### 3.4.4. Analisis bahan aktif metilen biru (MBAS)

#### 3.4.4.1. Pembuatan kurva kalibrasi MBAS

- Surfaktan MBAS dilarutkan dalam 100 mL akuades dengan konsentrasi 25, 50, 75, 100, 125 ppm.

- Larutan dipindahkan ke dalam corong pisah dan dinetralkan, ditandai dengan indikator pp.
- Sebanyak 25 mL metilen biru dan 10 mL kloroform dimasukkan ke dalam corong pisah.
- Corong pisah digoncangkan selama 30 detik.
- Lapisan bawah (lapisan kloroform) dipisahkan dan fasa air diekstrak kembali dengan kloroform 10 mL sebanyak dua kali.
- Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan larutan pencuci phosfat.
- Ekstrak kloroform diambil 2,5 mL, dipindahkan ke dalam labu takar 25 mL, diencerkan dengan kloroform hingga tanda batas.
- Absorbansi diukur pada  $\lambda = 652$  nm dengan Spektrometri 20.
- Percobaan diatas dilakukan juga pada konsentrasi 100, 300, 500, 700, 900 ppm untuk sublabi tiga kali.

#### **3.4.4.2. Penentuan konsentrasi MBAS**

- Residu surfaktan dilarutkan dengan akuades hingga 650 mL ( volume sama dengan pelarutan sampel awal).
- Konsentrasi larutan tersebut ditentukan dengan perlakuan seperti point 3.4.4.1.

#### **3.4.5. Penentuan angka COD larutan surfaktan**

Penentuan angka COD larutan surfaktan dilakukan di Balai Penelitian dan Pengembangan Industri, Departemen Perindustrian dan Perdagangan Semarang dengan analisa COD