

BAB III

METODA PENELITIAN

3.1 Variabel Penelitian

3.1.1 Variabel yang dinilai

- Konsentrasi ion fenol dalam fasa eksternal

3.1.2 Variabel yang ditetapkan

- Konsentrasi natrium hidroksida dalam fasa internal
- Komposisi perbandingan komponen emulsi (% v/v) yaitu antara surfaktan (SPAN-80) dengan pelarut kerosen dan fasa internal
- Waktu pengadukan emulsi dengan fasa eksternal

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan adalah gelas beker pyrex 400 mL sebagai sel pembuatan emulsi, corong pisah pyrex 250 mL sebagai sel pemisahan ELM, labu takar pyrex 100 mL dan 1000 mL untuk pengenceran, kertas pH, *magnetic stirrer*, spektrofotometer UV-vis 1201 Shimadzu, dan spektrofotometer serapan atom Perkin Elmer 5100 PC.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian adalah larutan fenol (p.a.), larutan natrium hidroksida 1 M (p.a.), surfaktan SPAN-80 (SIGMA), minyak tanah,

amonium klorida (p.a.), amonium hidroksida pekat (p.a.), kalium ferisianida (p.a.), pereaksi 4-aminoantipirin, n-heksana (p.a.) dan kloroform (p.a.).

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi bahan

a. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 M

Empat puluh gram natrium hidroksida dimasukkan dalam labu takar 1L lalu tambahkan akuades sampai tanda batas kemudian diencerkan menjadi 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 M.

b. Larutan 4-aminoantipirin (4-AAP) 2%

Sebanyak 1 gram 4-aminoantipirin dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL yang berisi 25 mL akuades kemudian dikocok hingga larut semua dan tambahkan akuades sampai tanda batas.

c. Larutan amonium klorida 10%

Sebanyak 5 gram amonium klorida ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL yang berisi 25 mL akuades dan dikocok hingga larut semua kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

d. Larutan kalium ferrisianida 8%

Sebanyak 4 gram kalium ferrisianida ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL yang berisi 25 mL akuades dan dikocok hingga larut semua kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

3.3.2 Penentuan kondisi optimum ekstraksi fenol

- a. Penentuan konsentrasi natrium hidroksida dan surfaktan SPAN-80 yang paling baik untuk pemisahan fenol

Konsentrasi fasa internal (NaOH) divariasikan 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1 M, sedangkan perbandingan volume (% v/v) surfaktan SPAN-80 dan volume fasa organik (minyak tanah) dibuat konstan. Dari hasil yang didapatkan dicari pengaruh perbandingan volume (% v/v) surfaktan SPAN-80. Pengaruh konsentrasi fasa internal dan surfaktan SPAN-80 yang paling baik terhadap kestabilan emulsi digunakan sebagai variabel tetap.

- b. Pembuatan emulsi stabil

Fasa organik (minyak tanah) sebanyak 10 mL ditambahkan surfaktan SPAN-80 10% v/v dan fasa internal 10 mL natrium hidroksida 0,3 M dimasukkan dalam satu gelas kimia, dan diaduk dalam sel pemisahan ELM dengan kecepatan tertentu selama 5 menit. Hasil pengadukan berupa emulsi w/o dan siap didispersikan ke fasa eksternal.

- c. Optimasi kondisi ekstraksi senyawa fenol

Emulsi dimasukkan dalam fasa eksternal (fenol dengan konsentrasi tertentu) lalu diaduk dengan kecepatan tertentu selama 5 menit. Setelah itu didiamkan selama 6 jam. Terbentuk dua lapisan lalu emulsi dipisahkan dari fasa eksternal. Waktu optimum ekstraksi didapatkan dengan variasi 5', 10', dan 15' pada fenol 1000 ppm dengan perbandingan volume fasa eksternal dengan volume fasa membran ($f_{\text{ext}}: f_e$) 10:2. Konsentrasi fenol divariasikan 100 ppm, 500 ppm, dan 1000 ppm pada

waktu optimum ekstraksi dengan perbandingan fasa eksternal dan fasa membran ($f_{\text{ext}}:f_e$) 10:2. Variasi $f_{\text{ext}}:f_e$ dibuat pada 3:2; 5:2; 7:2 dan 10:2 dengan konsentrasi fenol 1000 ppm. Pengaruh pelarut yang digunakan pada pembuatan emulsi dapat ditentukan dengan variasi penambahan pelarut minyak tanah, n-heksana, dan kloroform.

3.3.3 Analisa Fenol dengan UV-vis

Fasa eksternal hasil pemisahan di atas dikomplekskan terlebih dahulu sebelum diukur absorbansinya untuk mendapatkan konsentrasi fenol yang masih tersisa (fasa umpan) menggunakan spektrofotometer UV-vis pada λ_{max} 456,5 nm.

Fenol (fasa eksternal) 10 mL dimasukkan ke dalam corong pisah, lalu ditambahkan akuades 50 mL dan 1,5 mL amonium klorida 10% serta amonium hidroksida pekat bertetes-tetes sampai pH 10, kemudian ditambahkan 0,3 mL kalium ferisianida 8% dan 4-AAP 2% 0,3 mL. Larutan dikocok selama 5 menit selanjutnya dibiarkan 5 menit, lalu memasukkan 25 mL kloroform dan dikocok. Fasa kloroform dipisahkan lalu diukur absorbansinya.

3.3.4 Penentuan logam Na

Fasa eksternal diencerkan sepuluh kali lalu langsung dianalisa kadar Na-nya dengan spektrofotometer AAS.