

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian dilakukan dengan menggunakan sel elektrolisis dan hasil pengamatan selama penelitian diperoleh dengan mengkondisikan :

1. Parameter tetap: tekanan (1 Atm), konsentrasi sampel (20 ppm dalam 50 mL sampel), jenis dan ukuran elektroda (0,2 cm x 1 cm x 6 cm), jarak antar elektroda (1 cm), potensial eksternal 12 Volt dan lama elektrolisis 150 menit.
2. Parameter berubah: pH larutan (2, 4, 6, 7, 8, 10, 12, 14) dan temperatur sistem elektrolisis (10°C, 20°C, 30°, 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, 90°C).

Sedangkan tahapan kerja yang dilakukan :

1. Pembuatan larutan induk dan larutan seri indigo carmine.
2. Penentuan harga $\lambda_{maksimal}$ dan pembuatan kurva kalibrasi standar.
3. Elektrokolorisasi pewarna indigo carmine dengan variasi pH.
4. Elektrokolorisasi pewarna indigo carmine dengan variasi temperatur.
5. Pengukuran absorbansi filtrat dari sampel indigo carmine setelah dielektrolisis dengan variasi pH dan temperatur dengan spektrofotometer 390.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah:

- Seperangkat alat kaca, seperti labu takar 25 mL, 50 mL, 250 mL dan 1000 mL, gelas ukur 10 mL, corong gelas, pengaduk, erlenmeyer 250 mL, gelas baker 100 mL, dan 250 mL.
- Kertas saring, timbangan elektrik (merk KERN), pH meter (merk HACH seri EC 20), termometer, adaptor, multimeter dan spektrofotometer 390.

3.2.2 Bahan

Bahan yang dipergunakan adalah natrium hidroksida berbentuk pelet (NaOH p.a. merck), Natrium sulfat (Na_2SO_4 p.a. merck), Asam sulfat pekat (H_2SO_4 p.a merck), serbuk pewarna indigo carmine, lempengan logam aluminium, batang karbon batu baterai bekas dan aquades.

3.3 Desain Alat

Lempengan logam aluminium dengan ukuran 0,2 cm x 1 cm x 6 cm dan batang karbon diletakkan dan diatur pada posisi sejajar dengan jarak 1 cm. Rangkaian ini kemudian dipasangkan pada gelas baker 100 mL. Kemudian hubungkan dengan sumber arus DC. Untuk lebih jelas rangkaian alat dapat dilihat pada lampiran 15.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Pembuatan larutan induk dan larutan seri indigo carmine

a. Pembuatan larutan induk indigo carmine 100 ppm

Sebanyak seratus miligram serbuk indigo carmine dilarutkan ke dalam 20 mL larutan NaOH 0,1 N. Kemudian larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas.

b. Pembuatan larutan seri indigo carmine

Larutan seri indigo carmine 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm dan 40 pm sebanyak 100 mL dibuat melalui pengenceran dari larutan induk indigo carmine 100 ppm. Pembuatan larutan seri tersebut dilakukan sesuai dengan hukum pengenceran seperti yang ditunjukkan pada lampiran 2.

3.4.2 Elektrokolorisasi Indigo carmine

a. Elektrokolorisasi indigo carmine dengan variasi pH

Sel elektrolisis dengan elektroda aluminium dan karbon disiapkan. Selanjutnya sebanyak 40 ml larutan indigo carmine dengan konsentrasi 25 ppm dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian ditambah 0,71 gram Na_2SO_4 dan ditambah H_2SO_4 0,05 N sampai pH menjadi 2. Setelah itu larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas, selanjutnya dipindah ke dalam sel elektrolisis. Sel elektrolisis dihubungkan dengan potensial listrik luar dengan tegangan sebesar 12 volt selama

150 menit. Setelah larutan sampel indigo carmine selesai dielektrolisis kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (610 nm) dengan menggunakan spektrofotometer 390. Perlakuan tersebut diulang untuk variasi pH 4, 6, 7, 8, 10, 12 dan 14 dengan menambahkan asam sulfat 0,05 M dan atau natrium hidroksida 0,05 M.

b. Elektrodekolorisasi indigo carmine dengan variasi temperatur pada pH 10

Sel elektrolisis dengan elektroda aluminium dan karbon disiapkan. Selanjutnya sebanyak 40 ml larutan indigo carmine dengan konsentrasi 25 ppm dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian ditambah 0,71 gram Na_2SO_4 dan ditambah natrium hidroksida 0,05 M sampai pH menjadi 10. Setelah itu larutan dipindahkan ke labu takar 50 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas, selanjutnya dipindah ke dalam sel elektrolisis. Sistem elektrolisis ditempatkan dalam waterbath dan diatur temperaturnya agar mencapai 10°C . Kemudian Sel dihubungkan potensial listrik luar dengan tegangan sebesar 12 volt selama 150 menit. Setelah larutan sampel indigo carmine selesai dielektrolisis kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (610 nm) dengan menggunakan spektrofotometer 390. Perlakuan tersebut diulang untuk variasi temperatur 20°C , 30°C , 40° , 50°C , 60°C , 70°C , 80°C dan 90°C .

3.5 Metode analisis

Dalam penelitian ini analisis dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif pada larutan sampel yang telah dielektrolisis.

3.5.1 Analisis kualitatif

Analisis kualitatif meliputi pengamatan warna larutan sampel sebelum elektrolisis dan sesudah elektrolisis. Selain itu juga dilakukan pengamatan warna dan bentuk endapan yang terbentuk.

3.5.2 Analisis kuantitatif

Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer 390 yaitu dengan mengukur absorbansi larutan sampel sebelum dan sesudah elektrolisis untuk mengetahui konsentrasinya. Langkah utama dalam analisis spektrofotometri untuk mengetahui konsentrasi setelah elektrolisis meliputi penetapan panjang gelombang yang sesuai dan pembuatan suatu kurva kalibrasi absorbansi versus konsentrasi. Untuk menentukan konsentrasi sampel setelah elektrolisis dapat dilakukan dengan cara mengekstrapolasi absorbansi hasil pengukuran pada kurva kalibrasi standar dan dengan cara menggunakan persamaan Lambert-Beer. Bila ketebalan atau konsentrasi larutan yang dilewati cahaya bertambah, maka cahaya akan lebih banyak diserap. Jadi absorbansi berbanding lurus dengan ketebalan b dan konsentrasi c .

$$A = \epsilon b c$$

Dimana A adalah absorbansi larutan, b adalah ketebalan larutan, c adalah konsentrasi larutan, dan ϵ adalah absorbtivitas molar larutan. Absorbtivitas

molar larutan (ϵ) mempunyai satuan $L\text{ cm}^{-1}\text{mol}^{-1}$.

Sebelum melakukan analisis kuantitatif dengan spektrofotometer 390 terhadap filtrat hasil elektrokolorisasi, perlu ditetapkan panjang gelombang maksimum, pengukuran larutan seri indigo carmine, dan pembuatan kurva kalibrasi standar.

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Pertama kali spektrofotometer 390 dihidupkan, kemudian panjang gelombang diatur 570 nm, setelah itu larutan blanko dimasukkan dan transmitansi diatur 100% dan absorbansi nol. Kemudian blanko diambil diganti larutan indigo 20 ppm. Perlakuan diulang dengan mengatur variasi panjang gelombang menjadi 580, 590, sampai dengan 670 nm dengan interval 10 nm. Setelah memperoleh data dibuat grafik dengan absorbansi sebagai sumbu Y dan panjang gelombang sebagai sumbu X. Puncak dari grafik menunjukkan panjang gelombang maksimum.

b. Pengukuran Absorbansi larutan seri indigo carmine

Masing-masing larutan seri indigo carmine diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (610 nm). Langkah dalam pengukuran absorbansi adalah sebagai berikut: Larutan blanko dimasukkan ke dalam kuvet, setelah itu blanko dalam kuvet ditempatkan pada spektrofotometer 390 kemudian transmitansi diatur 100% dan absorbansi nol. Kemudian blanko diganti dengan larutan indigo carmine 5 ppm. Absorbansi dari larutan tersebut ditunjukkan oleh

spektrofotometer 390. Perlakuan yang sama diulang untuk larutan indigo carmine 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm dan 40 ppm.

c. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar

Kurva kalibrasi standar dapat dibuat dengan membuat kurva absorbansi versus konsentrasi. Absorbansi hasil pengukuran dari masing-masing larutan seri indigo carmine diplotkan pada sumbu Y, sedangkan konsentrasi larutan seri indigo carmine diplotkan pada sumbu X.

