

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

- a. Variabel yang dikonstantakan yaitu konsentrasi surfaktan ABS awal
- b. Variabel bebas yaitu garam NaCl dan NaHCO₃, tekanan gas N₂.
- c. Variabel yang dinilai adalah konsentrasi surfaktan ABS yang terambil pada proses sublimasi.

3.2. Metode Analisa

- a. Analisa kualitatif yaitu menentukan spektra surfaktan ABS awal dan surfaktan ABS hasil sublimasi dengan spektrofotometer IR.
- b. Analisa kuantitatif yaitu menentukan konsentrasi surfaktan hasil sublimasi dengan spektrofotometer Uv – Vis.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

1. Alat-alat gelas
2. Perangkat alat sublimasi
3. Neraca analitik
4. Penangas listrik
5. Spektrofotometer Uv – Vis
6. Spektrofotometer IR

3.3.2. Bahan

1. Surfaktan Alkil Benzena Sulfonat
2. Etil asetat
3. Gas Nitrogen
4. Metilen biru 60 ppm
5. Kloroform
6. Asam sulfat 1N, 6N
7. NaOH 1 N
8. NaCl
9. NaHCO₃
10. NaH₂PO₄.1H₂O
11. Indikator pp
12. Akuades

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Preparasi Bahan

1. Metilen biru 60 ppm
 - Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 ml akuades.
 - Diambil 60 mL dan dipindahkan kedalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan dengan 500 mL akuades, 40 mL H₂SO₄ 6N dan 50 gram NaH₂PO₄.1H₂O.
 - Larutan diencerkan hingga tanda batas.

2. Larutan pencuci fosfat

- Sebanyak 20 mL H_2SO_4 6N dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL yang telah berisi 250 mL akuades.
- Sebanyak 25 gram $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dimasukkan dan diaduk hingga larut
- Larutan diencerkan hingga tanda batas.

3.4.2. Analisa Bahan Aktif Metilen Biru

3.4.2.1. Penentuan panjang gelombang maksimum

Dengan menggunakan Spektrofotometer Uv – Vis diukur absorbansi sampel dengan konsentrasi 30 ppm pada range 650 – 660 nm. Kemudian ditentukan nilai panjang gelombang maksimumnya.

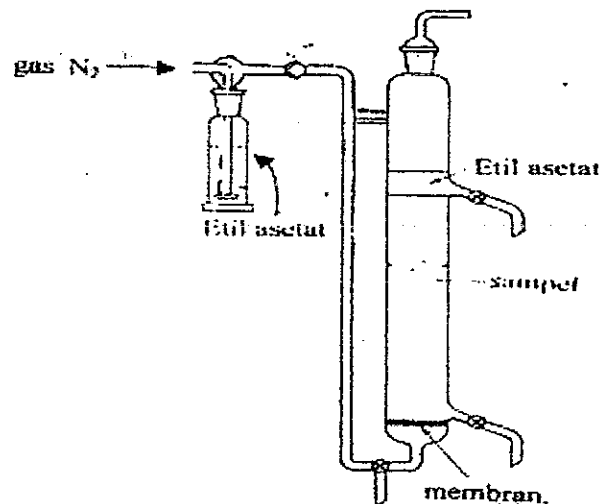
3.4.2.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi MBAS

- Dibuat variasi konsentrasi surfaktan pada 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 ppm pada 50 mL akuades
- Larutan dipindahkan kedalam corong pisah dan dinetralkan (ditandai dengan penambahan indikator pp 2 - 3 tetes, kemudian ditambahkan NaOH 1N hingga larutan berwarna merah muda dan warna merah muda dihilangkan dengan beberapa tetes H_2SO_4 1 N.

- Sebanyak 12,5 mL larutan metilen biru dan 5 mL kloroform dimasukkan ke dalam corong pisah.
- Corong pisah dikocok selama 30 detik.
- Lapisan kloroform dipisahkan dari fasa air dan fasa air diekstrak kembali dengan 5 mL kloroform sebanyak 2 kali.
- Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan 20 mL larutan pencuci fosfat.
- Ekstrak kloroform dipisahkan dan fasa air diekstrak kembali dengan 2,5 mL kloroform sebanyak 2 kali.
- Ekstrak kloroform diencerkan hingga 25 mL dengan kloroform.
- Diambil 0,4 mL dan diencerkan hingga 10 mL dengan kloroform.
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dari point 3.4.2.1. dengan spektrofotometer Uv – Vis.

3.4.3. Proses Sublasi

- Seperangkat alat sublasi disusun seperti gambar dibawah ini.
- Sebanyak 1000 mL larutan surfaktan ABS 6 ppm dimasukkan ke dalam tabung sublator.
- Sebanyak 20 mL etil asetat dialirkan ke atas larutan surfaktan ABS sehingga membentuk lapisan di atas larutan.



Gambar 4. Alat sublimasi

- Gas N_2 dialirkan ke dalam larutan surfaktan ABS setelah melewati tabung yang berisi 100 mL etil asetat.
- Setelah 5 menit etil asetat yang berada di atas larutan surfaktan ABS ditampung sampai habis.
- Proses sublimasi diulang 3 kali dengan 20 mL etil asetat yang baru.

3.4.3.1. Penentuan berat garam optimum

- Seperangkat alat sublimasi disusun seperti Gambar 4.
- Sebanyak 1000 mL larutan surfaktan ABS 6 ppm, 5 gram NaCl dan 0,25 gram $NaHCO_3$ dimasukkan ke dalam tabung sublasi.

- Proses sublimasi dilanjutkan sama seperti pada poin 3.4.3.
- Proses sublimasi diulangi dengan penambahan garam NaCl dan NaHCO₃: 60 gram dan 3 gram, 80 gram dan 4 gram, 100 gram dan 5 gram, dengan larutan surfaktan ABS yang baru, dengan konsentrasi sama.

3.4.3.2. Penentuan tekanan gas N₂ optimum

- Seperangkat alat sublimasi disusun seperti Gambar 4.
- Sebanyak 1000 mL larutan surfaktan ABS 6 ppm dan sejumlah garam (penambahan garam disesuaikan dengan hasil sublimasi optimum pada poin 3.4.3.1.)
- Sebanyak 20 mL etil asetat dialirkan keatas larutan surfaktan ABS sehingga membentuk lapisan di atas larutan.
- Gas N₂ dengan tekanan sebesar 1/16 kg f cm⁻² dialirkan kedalam larutan surfaktan ABS setelah melewati tabung yang berisi 100 mL etil asetat.
- Proses sublimasi dilanjutkan sama seperti pada poin 3.4.3.
- Proses sublimasi diulangi pada tekanan 1/8, 1/4, 1/2 kg f cm⁻² dengan larutan surfaktan ABS yang baru, dengan konsentrasi sama.

3.4.4. Penentuan Konsentrasi Surfaktan Hasil Sublimasi

- Hasil sublimasi diuapkan / dipanaskan hingga tinggal residu.
- Residu dilarutkan dengan akuades hingga 1000 mL

- Larutan tersebut ditentukan konsentrasinya dengan perlakuan yang sama seperti pada point 3.4.2.2.

3.4.5. Penentuan Spektra IR Surfaktan ABS

Penentuan spektra IR surfaktan ABS awal dan Surfaktan ABS hasil sublimasi dilakukan dengan spektrofotometer IR.

