

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Eksperimen

Sintesis natrium siklamat pada penelitian ini dilakukan dengan variasi waktu penuangan asam sulfamat ke dalam larutan sikloheksilamin 50 %.

Parameter yang dinilai untuk menentukan pengaruh lama penuangan asam sulfamat terhadap kadar sulfat natrium siklamat adalah:

3.1.1 Variabel bebas, yaitu waktu penuangan asam sulfamat ke dalam larutan sikloheksilamin 50 %.

3.1.2 Variabel tetap, yaitu konsentrasi sikloheksilamin, konsentrasi asam sulfamat, dan derajat keasaman (pH)

3.2 Metode Analisis

Kristal dianalisis spektranya dengan uji FT-IR dan uji kemurnian dengan titik leleh, sedangkan kadar sulfat ditentukan dengan Spektrometri-20.

3.3 Analisis data

Serapan sampel kristal ditentukan dengan menggunakan rumus pada Persamaan 3.

$$A = \epsilon b c \dots\dots\dots 3$$

Dan kadar sulfatnya ditentukan dengan Persamaan 4.

$$\text{ppm SO}_4^{2-} = \frac{A \text{ sampel}}{A \text{ standar}} \times 500 \text{ mg/L} \dots\dots\dots 4$$

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Alat-alat yang digunakan meliputi peralatan gelas, seperangkat alat destilasi, pompa vakum, Spektronik-20 Shimadzu, timbangan, pemanas dan pengaduk magnet, penentuan struktur dengan FT-IR, penentuan titik leleh dengan *Fisher-John*, dan desikator.

3.4.2 Bahan

Sikloheksilamin p.a, asam sulfamat p.a, natrium hidroksida 48 %, asam klorida 32 %, karbon aktif, toluena, silikon, natrium sulfat anhidrat, larutan barium klorida 10 %, akuades, kertas pH.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Larutan

a. Asam sulfamat sebagai reaktan pembatas

Dalam masing-masing reaktor (leher labu tiga) pada sintesis natrium siklamat ini digunakan 30 gram (0,31 mol) asam sulfamat.

b. Pembuatan larutan sikloheksilamin 50 %

Sebanyak 35,6 mL sikloheksilamin (0,31 mol) dilarutkan dalam 35,6 mL akuades.

c. Preparasi Larutan Standar Natrium sulfat anhidrat

Natrium sulfat anhidrat 147,9 mg dilarutkan dalam akuades sampai menjadi 100 mL, kemudian larutan diambil 25 mL dan diencerkan menjadi 100 mL. Larutan hasil pengenceran diambil 2 mL, ditambah

1 mL asam klorida 10 % dan 7 mL barium klorida 10 %, kemudian dijadikan 100 mL.

d. Preparasi Sampel

Sampel sebanyak 1 g dilarutkan dalam 20 mL H₂O, ditambah 1 mL asam klorida 10 %, 7 mL barium klorida, kemudian dijadikan 100 mL.

3.3.2 Sintesis Natrium siklambat

Asam sulfamat sebanyak 30 gram dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang telah berisi 35,6 mL sikloheksilamin 50 % yang dilarutkan dalam 35,6 mL akuades pada suhu 28 °C. Labu leher tiga dilengkapi dengan termometer dan kondensor. Penuangan asam sulfamat dibedakan atas 3 variasi waktu yaitu 0, 20, dan 30 menit. Campuran masing-masing direaksikan selama 10 menit, kemudian diukur suhu campuran dan pHnya. Pada campuran ditambahkan sikloheksilamin 100 % untuk membuat pH menjadi 9. Campuran selanjutnya didestilasi vakum untuk menguapkan air sampai terbentuk bubuk putih (zat antara 1). Pada residu (zat antara 1) ditambahkan 69,4 mL sikloheksilamin 100 % untuk membentuk zat antara 2 dan dilakukan penambahan toluena untuk didestilasi. Residu (zat antara 2) yang terbentuk selanjutnya ditambahkan natrium hidroksida sebagai sumber natrium sampai pH mencapai 13 dan dimurnikan dengan destilasi. Residu dine-tralkan dengan asam klorida. Pemurnian dilakukan dengan penambahan karbon aktif sebagai penyerap warna. Kristal natrium siklambat yang dihasilkan dikeringkan dalam desikator^[5].

3.5.3 Uji Kemurnian dan Kadar Sulfat Kristal

Uji Kemurnian dengan Uji Titik Leleh Diambil sedikit sampel dan diletakkan pada alat penentu titik leleh dalam hal ini digunakan Fisher-Johns, suhu dinaikkan sedikit demi sedikit sambil dilakukan pengamatan terhadap sampel. Suhu dimana sampel mulai mencair sampai menjadi transparan merupakan kisaran leleh kristal.

Uji Gugus Fungsi dengan FT-IR Sampel diuji gugus fungsinya dengan FT-IR untuk penentuan strukturnya dengan menggunakan pellet KBr. Sampel sebanyak 1 mg dibuat menjadi pellet dengan 1000 mg KBr kemudian dimasukkan ke dalam alat.

Uji Kadar Sulfat Kristal dengan Spektrometri-20 Serapan sampel diukur pada panjang gelombang optimal yaitu 420 nm dengan menggunakan Spektrometri-20, kemudian dibandingkan serapannya dengan larutan standar. Kadar sulfat dihitung berdasarkan Persamaan 4.

$$\text{ppm SO}_4^{2-} = \frac{A_{\text{sampel}}}{A_{\text{standar}}} \times 500 \text{ mg/L} \dots\dots\dots 4$$